



UNIVERSIDAD MICHOACANA
DE SAN NICOLÁS DE HIDALGO



INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN METALURGIA Y MATERIALES

PROGRAMA DE DOCTORADO EN
METALURGIA Y CIENCIAS DE LOS MATERIALES

**“ESTUDIO DEL EFECTO DE ADICIÓN DE TIERRAS RARAS EN LA ALEACIÓN
INCONEL 718 PARA AUMENTAR SU RESISTENCIA AL CREEP”**

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

Presenta:

M.C. LUIS ENRIQUE GONZÁLEZ ABARCA

Director de tesis:

DR. ARNOLDO BEDOLLA JACUINDE

Co-director:

DR. ALBERTO RUIZ MARINES

MORELIA MICH., FEBRERO 2021

HOJA DE TITULO



Instituto de Investigación
en Metalurgia y Materiales

Of. Num. IIMM-ST-005-2021

Morelia, Mich. a 19 de Febrero de 2021

C. M. C. LUIS ENRIQUE GONZALEZ ABARCA
Presente

Por este medio, la dirección del Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales de la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, tiene a bien informarle que para presentar su examen de grado de Doctorado en Ciencias en Metalurgia y Ciencias de los Materiales con la tesis titulada: “ESTUDIO DEL EFECTO DE ADICIÓN DE TIERRAS RARAS EN LA ALEACIÓN INCONEL 718 PARA AUMENTAR SU RESISTENCIA AL CREEP”, le ha sido asignada la siguiente mesa sinodal:

01003062	DR. ARNOLDO BEDOLLA JACUINDE	(Presidente)
97003948	DR. ALBERTO RUIZ MARINES	(Vocal 1)
13010068	DR. PEDRO GARNICA GONZALEZ	(Vocal 2)
82008604	DR. RAFAEL GARCIA HERNANDEZ.	(Vocal 3)
02000334	DR. ARIOSTO MEDINA FLORES.	(Vocal 4)
19000243	DR. FRANCISCO VAPEANI GUERRA LOPEZ	(Suplente)

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

Atentamente

Dr. Víctor Hugo López Morelos
Director

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

UMSNH



Instituto de Investigación
en Metalurgia y Materiales
DIRECCIÓN

AGRADECIMIENTOS

A todas las personas que participaron e hicieron posible este proyecto gracias por su apoyo y enseñanza, en ellos:

A la universidad Michoacana de San Nicolas de Hidalgo y al Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales por las facilidades de equipo y espacio brindado durante mis estudios.

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) por la beca para realizar mis estudios de Doctorado y por el financiamiento del proyecto CEMIE-Geo-P18 y P19, lo cual hizo posible este trabajo.

A mi asesor el Dr. Arnoldo Bedolla Jacuinde por su gran apoyo, por sus asesorías brindadas, por participar en la fase de investigación y experimentación, por motivarme día a día con mi proyecto.

A mi co-asesor el Dr. Alberto Ruiz Marines por sus conocimientos para seguir adelante con mi investigación y facilitar el uso del equipo. En general a todos mis compañeros, técnicos y personas que laboran en el instituto por su ayuda brindada. A mis sinodales por sus correcciones y tiempo brindado.

DEDICATORIAS

A mis padres Irma Abarca Mendoza y José Luis González Hernández por su apoyo incondicional, por ayudarme a seguir adelante, por estar en cada etapa de mi vida, por su amor y comprensión.

A mi abuelita Bertha Mendoza Zamora por ser una madre para mí, por apoyarme siempre, por su amor incondicional, por su cariño, por sus consejos y compañía a lo largo de mi vida.

A mis hermanos José Iván González Abarca y Omar González Abarca por estar siempre a mi lado y su apoyo, así como toda mi familia en general.

A mi novia Maleni García Gómez por ser un apoyo dentro y fuera del instituto, como amiga, compañera de estudios y pareja.

ÍNDICE GENERAL

HOJA DE TITULO	ii
OFICIO DE ASIGNACIÓN DE SINODALES	iii
AGRADECIMIENTOS	iv
DEDICATORIAS	iv
ÍNDICE GENERAL	v
ÍNDICE DE TABLAS	vii
ÍNDICE DE FIGURAS	vii
RESUMEN	xi
ABSTRACT	xiii
CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN	1
1.1 Justificación	2
1.2 Objetivo general	2
1.3 Objetivos específicos	3
1.4 Hipótesis	3
CAPÍTULO 2. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA	4
2.1 Generalidades	4
2.1.1 Metalurgia física de las superaleaciones	4
2.1.2 Metalurgia física del Inconel 718	6
2.2 Tratamientos térmicos del Inconel 718	8
2.2.1 Tratamiento térmico de solubilizado	9
2.2.2 Tratamiento térmico de envejecido	9
2.3 Ensayos mecánicos para evaluación de las propiedades mecánicas	11
2.3.1 Ensayos de tensión, curva esfuerzo deformación	11
2.3.1 Esfuerzo y deformación verdadera, modelo de Ramberg Osgood	12
2.4 Termofluencia, Creep	13
2.4.1 Ensayos de creep	13
2.4.2 Fenomenología de la termofluencia o creep	15
2.4.3 Mecanismos de deformación por termofluencia o creep	18

2.4.4	<i>Nucleación, crecimiento de cavidades y falla por termofluencia.</i>	22
2.5	Avances en el estudio del Inconel 718.	22
2.5.1	<i>Inconel 718 efecto de los tratamientos térmicos y termomecánicos.</i>	23
2.5.1	<i>Inconel 718 efecto de la composición química.</i>	28
CAPÍTULO 3. DESARROLLO EXPERIMENTAL		34
3.1	Fabricación y caracterización microestructural del material de prueba.	34
3.2	Tratamiento térmico y termomecánico de las aleaciones 1 y 2.	35
3.3	Caracterización química y microestructural de las aleaciones 1 y 2.	36
3.4	Caracterización mecánica de las aleaciones 1 y 2.	37
CAPÍTULO 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN		40
4.1	Caracterización química y microestructural de las aleaciones.	40
4.1.1	<i>Aleación 1 y 2 en condición de colada.</i>	40
4.1.2	<i>Aleación 1 y 2, tratamiento térmico de solubilizado y termomecánico.</i>	43
4.1.2	<i>Aleación 1 y 2, tratamiento térmico de envejecido.</i>	44
4.1.3	<i>Zona libre de precipitados (FPZ, γ'/γ'') en las aleaciones 1 y 2.</i>	52
4.1.4	<i>Caracterización de carburos MC en las aleaciones 1 y 2.</i>	54
4.2	Caracterización mecánica de las aleaciones.	58
4.2.1	<i>Ensayos de dureza en las aleaciones 1 y 2.</i>	58
4.2.2	<i>Ensayos de tensión e impacto en las aleaciones 1 y 2.</i>	59
4.2.3	<i>Modelo de Ramberg Osgood, análisis del comportamiento elasto-plástico.</i>	63
4.2.3	<i>Ensayos de creep (termofluencia) de las aleaciones 1 y 2.</i>	65
4.2.3	<i>Fractografías de ensayos de creep (termofluencia) de las aleaciones 1 y 2.</i>	71
CONCLUSIONES		78
REFERENCIAS		80
ANEXOS		86

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 2.1.- Propiedades mecánicas del Inconel 718 antes y después de tratamientos [23].	27
Tabla 2.2.- Composición química nominal del Inconel 718 y Allvac 718plus, % en peso [59].	30
Tabla 3.1.- Composición química nominal del Inconel 718, % en peso.	34
Tabla 3.2.- Detalles del procedimiento del desbaste y pulido.	36
Tabla 4.1.- Composición química de las aleaciones 1 y 2.	40
Tabla 4.2.- Cuantificación y área de los carburos MC en la aleación 1 y 2.	58
Tabla 4.3.- Propiedades mecánicas a temperatura ambiente de ambas aleaciones.	60
Tabla 4.4.- Exponentes de endurecimiento (n) y valores de K obtenidos para la aleación 1 y 2.	65
Tabla 4.5.- Parámetros para ensayos de creep, tiempo de vida y tasa mínima de deformación para la aleación 1 y 2.	67
Tabla A.- Información de ensayos de creep para un mismo material.	89

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1.- a) Estructura cristalina tipo $L1_2$ b) Estructura cristalina tipo DO_{22} [1].	7
Figura 2.2.- Diagrama PPT Inconel 718 y diferentes fases presentes a temperatura y tiempos determinados [25].	10
Figura 2.3.- Curva esfuerzo deformación [27].	12
Figura 2.4.- a) Deformación a bajas temperaturas, b) Deformación a altas temperaturas y esfuerzos variables [29-31].	14
Figura 2.5.- Tasa de deformación en función del tiempo y el efecto de temperatura y esfuerzo [29-31].	15
Figura 2.6.- a) $\ln \epsilon$. versus $1/T$, b) $\log \epsilon$. versus $\log \sigma$ [29 – 31].	17
Figura 2.7.- Predicción de la vida útil por creep mediante el grafico $\log \sigma$ versus t_f [29-31].	17
Figura 2.8.- Flujo de la difusión de átomos y vacancias por esfuerzo aplicado a través del grano [29-31].	20
Figura 2.9.- Flujo de átomos y vacancias por esfuerzo aplicado en el límite de grano [29-31].	21
Figura 2.10.- Mapa de los mecanismos de deformación por creep [29-31].	21
Figura 2.11.- Mecanismos de nucleación y crecimiento de cavidades [29-31].	22
Figura 2.12.- Precipitados típicos del Inconel 718 [40].	24
Figura 2.13.- Tratamientos térmicos aplicados por Kuo y col. [24].	25
Figura 2.14.- Ensayos de creep correspondientes a tratamientos de Figura 2.13 [24].	26
Figura 2.15.- Fractografías de ensayos creep Inconel 718 por Kuo y col. [24].	26

Figura 2.16.- Tratamiento térmico de doble envejecido del Inconel 718 [23].	27
Figura 2.17.- DRX, presencia de fase delta en ensayos de creep [23].	28
Figura 2.18.- Fractografías de ensayos creep en Inconel 718 [23].	28
Figura 2.19.- Ensayos de creep a) 650 °C 580 MPa b) 700 °C 535 MPa [53].	29
Figura 2.20.- Microestructura Allvac 718plus: a) Óptico b) SEM precipitados γ' [60].	31
Figura 2.21.- Microestructura SEM a) Allvac 718plus b) Inconel 718 [60].	31
Figura 2.22.- Ensayos de creep ALLVAC 718 Plus [60].	32
Figura 2.23.- Ensayos de creep ALLVAC 718 Plus vs Inconel 718 [60].	32
Figura 2.24.- Tasa de deformación mínima en función de a) Esfuerzo b) Temperatura [60].	33
Figura 2.25.- Microdureza Vickers inconel 718 y modificadas y diferentes condiciones [61].	33
Figura 3.1.- Ruta de fabricación y caracterización de las aleaciones 1 y 2.	34
Figura 3.2.- a) ciclo térmico de solubilizado, b) ciclo termomecánico.	35
Figura 3.3.- Ciclo térmico completo de envejecido para la precipitación de fases secundarias.	36
Figura 3.4.- Ciclo térmico completo de envejecido para la precipitación de fases secundarias.	38
Figura 3.5.- Ciclo térmico completo de envejecido para la precipitación de fases secundarias.	38
Figura 3.6.- Ciclo térmico completo de envejecido para la precipitación de fases secundarias.	39
Figura 3.7.- Equipo ATS para ensayos de creep [63].	39
Figura 4.1.- Microestructura de colada a) Aleación 1 b) Aleación 2.	40
Figura 4.2.- Matriz γ en aleación 1 y 2 a) Porcentaje en peso b) EDS.	41
Figura 4.3.- Fases laves en aleación 1 y 2 a) Porcentaje en peso b) EDS.	42
Figura 4.4.- Simulación termodinámica en JMatPro de las aleaciones 1 y 2.	42
Figura 4.6.- a) Aleación 1 condición de solubilizado, b) Aleación 1 Tratamiento termomecánico.	44
Figura 4.7.- Diagrama TTT obtenido mediante simulación termodinámica en JMatPro.	45
Figura 4.8.- Microscopia óptica a) Aleación 1, b) Aleación 2.	46
Figura 4.9.- Micrografías SEM, carburo $M_{23}C_6$ en límite de grano a) Aleación 1, b) Aleación 2.	47
	47
Figura 4.10.- Micrografías SEM, presencia de fase delta a) Aleación 1, b) Aleación 2.	47
Figura 4.11.- Análisis semicuantitativo por EDS y espectro de EDS del carburo $M_{23}C_6$ a) Aleación 1, b) Aleación 2.	48
Figura 4.12.- Análisis semicuantitativo por EDS y espectro de EDS de la fase δ a) Aleación 1, b) Aleación 2.	48

Figura 4.13.- Patrón de DRX en condición de laminado y envejecido a) Aleación 1, b) Aleación 2.	49
Figura 4.14.- Micrografías SEM, precipitación de las fases γ' / γ'' a) Aleación 1, b) Aleación 2.	50
Figura 4.15.- Micrografías TEM de campo oscuro, fases γ' / γ'' a) Aleación 1, b) Aleación 2. ...	50
Figura 4.16.- a) Imagen HRTEM, b) Imagen FFT, c) Imagen IFFT γ , d) Imagen IFFT γ''	51
.....	53
Figura 4.17.- Micrografía SEM aleación 1 zonas FPZ a) En límite de grano b) En carburo.	53
.....	53
Figura 4.19.- a) Composición de óxido de aluminio y tierras raras, b) EDS aleación 2.	55
Figura 4.20.- Carburo Aleación 1 a) Composición del centro, b) EDS del centro.	55
Figura 4.21.- Carburo Aleación 2 a) Composición del centro, b) EDS del centro.	56
Figura 4.22.- Carburo TiC 2 a) Composición de la periferia, b) EDS de la periferia.	56
Figura 4.23.- Carburo NbC 2 a) Composición de la periferia, b) EDS de la periferia.	57
Figura 4.24.- Distribución de tamaño de partículas MC en aleaciones 1 y 2.	58
Figura 4.25.- Dureza Rockwell C, condición de colada, laminado y envejecido.	59
Figura 4.26.- Dureza Rockwell C, condición de colada, laminado y envejecido.	61
Figura 4.27.- Dureza Rockwell C, condición de colada, laminado y envejecido.	61
Figura 4.28.- Dureza Rockwell C, condición de colada, laminado y envejecido.	61
Figura 4.29.- Fractografías y micrografías obtenidas por SEM a) aleación 1 b) aleación 2.	62
Figura 4.30.- Curvas esfuerzo-deformación con ajuste de tres pendientes a) aleación 1 b) aleación 2.	64
Figura 4.31.- Modelado mediante Ramberg Osgood versus resultados experimentales de las curvas esfuerzo-deformación verdadera a) aleación 1 b) aleación 2.	65
Figura 4.32.- Curvas de creep Inconel 718 a 650 °C y diferentes esfuerzos a) aleación 1 b) aleación 2.	66
Figura 4.33.- Curvas de creep Inconel 718 a 650 °C y diferentes esfuerzos a) aleación 1 b) aleación 2.	67
Figura 4.34.- Curva de la tasa de deformación versus el tiempo para determinar ϵ_{min} de las pruebas de termofluencia.	68
Figura 4.35.- Curva de tasa de deformación versus esfuerzo σ para determinar ecuación Norton-Bailey a) aleación 1 b) aleación 2.	69
Figura 4.36.- Curva de $\log(\epsilon)$. versus $\log(\sigma)$ para determinar valores de n	70
Figura 4.37.- Curva de tiempo de ruptura $\log(\sigma)$ versus $\log(t_f)$ a) aleación 1 b) aleación 2.	71
Figura 4.38.- Fractografía de aleación 1, 650 °C 600 MPa a) 15x b) 100x	71

Figura 4.39.- Fractografía de aleación 1, 650 °C 625 MPa a) 15x b) 500x	72
Figura 4.40.- Fractografía de aleación 1, 650 °C 650 MPa a) 15x b) 500x	72
Figura 4.41.- Fractografía de aleación 2, 650 °C 600 MPa a) 15x b) 500x	72
Figura 4.42.- Fractografía de aleación 2, 650 °C 625 MPa a) 15x b) 500x	73
Figura 4.43.- Fractografía de aleación 2, 650 °C 650 MPa a) 15x b) 100x	73
Figura 4.44.- Fractografía longitudinal de aleación 1, 650 °C 600 MPa a) 100x b) 500x	74
Figura 4.45.- Fractografía longitudinal de aleación 1, 650 °C 625 MPa a) 100x b) 500x	74
Figura 4.46.- Fractografía longitudinal de aleación 1, 650 °C 650 MPa a) 100x b) 500x	75
Figura 4.47.- Fractografía longitudinal de aleación 2, 650 °C 600 MPa a) 250x b) 1000x	75
Figura 4.49.- Fractografía longitudinal de aleación 2, 650 °C 625 MPa a) 100x b) 500x	76
Figura A.- Ilustración de las dimensiones a considerar de la probeta de termofluencia.	86
Figura B.- a) Montaje de termopares en probeta b) Probeta en dispositivo de sujeción.	87
Figura C.- a) Curva $\log \epsilon$. versus $\log \sigma$ para obtener el exponente del esfuerzo n b) Curva $\log \epsilon - n \log \sigma$ versus $1000/T$ para obtener la energía de activación.	90
Figura D.- a) y b) Presencia de Cerio, Lantano y Neodimio en límite de grano.	91

RESUMEN

El Inconel 718 es un material ampliamente utilizado para la fabricación de componentes de turbinas en la industria aeroespaciales y de generación de energía debido a su alta resistencia mecánica, buena resistencia a la fatiga y fluencia, así como buena resistencia a la corrosión y capacidad para operar continuamente a temperaturas elevadas. Las principales fases intermetálicas γ' , γ'' y la aparición de carbonitruros complejos $M(C, N)$, proporcionan una mejora en las propiedades mecánicas. El tratamiento en solución, el tratamiento termomecánico y el tratamiento de envejecimiento que se aplica confieren las mejores propiedades mecánicas observadas a las dos muestras analizadas en el presente trabajo. Se han encontrado diferencias mínimas sobre la microestructura, fases intermetálicas y carburos entre las muestras, a pesar de estas mínimas diferencias se observó una mayor dureza en la aleación 2 la cual contiene adiciones de tierras raras. La presencia de carburos en las aleaciones es similar pero el tamaño cambia entre ellas debido a la adición de las tierras raras, que modifican la forma en que los carburos nuclean durante la solidificación. La segregación de niobio y cromo en el límite de grano durante el tratamiento de envejecimiento es claramente notoria debido a la formación de carburos $M_{23}C_6$ y MC , formados principalmente de cromo y niobio, respectivamente. La existencia de varios estudios sobre la precipitación de las fases intermetálicas y la formación de carburos en la aleación proporcionaron información valiosa sobre la morfología, distribución de elementos y fases lo que permitió su identificación y caracterización. Las fases γ' , γ'' son metaestables; el titanio, el aluminio y el niobio en combinación con níquel contribuyen a su formación y se encuentran distribuidas en toda la microestructura. Las fases intermetálicas presentaron una morfología de forma de disco (γ'') y esférica (γ'), mientras que los carburos MC encontrados tenían una morfología tipo bloque y finalmente los carburos $M_{23}C_6$ como una secuencia de carburos. Los carburos MC son localizados dentro y fuera del límite de grano, mientras que los carburos $M_{23}C_6$ solamente en límite de grano.

La microestructura de la aleación Inconel 718 en condiciones de colada consta de γ , carburos del tipo TiC y NbC y laves (Ni_2Nb). La influencia del tratamiento térmico de homogeneización, el tratamiento termomecánico, el tratamiento térmico de solución y de envejecido en la microestructura y las propiedades mecánicas fueron evaluadas para las 2 aleaciones de Inconel 718,

Aleación 1 (Base) y para la Aleación 2 (modificada) con adición de 0.04% de aleación de tierras raras (mischmetal, 48Ce, 25La, 17Nd, 5Pr, 5Fe). Los resultados muestran que la secuencia de solidificación es $L \rightarrow \gamma \rightarrow MC \rightarrow \text{laves}$ y que las fases laves al ser una fase detrimental promueve la propagación de grietas durante el procesamiento termomecánico. Un tratamiento térmico de homogenizado elimina casi la totalidad de esta fase antes del tratamiento termomecánico. Los elementos de tierras raras tuvieron el efecto de aumentar la cantidad de la fase de Laves debido a su efecto de segregación en las regiones interdendríticas. Un tratamiento de solución y envejecimiento contribuyó a un refinamiento del grano, también muestra la presencia de fases de endurecimiento como γ' , γ'' , presencia de carburos $M_{23}C_6$ en el límite de grano y zonas libres de precipitados. Ambas aleaciones fueron sometidas a diferentes pruebas mecánicas como impacto, dureza, tracción y fluencia. En cada uno se muestra una mejora en las propiedades mecánicas. La adición de tierras raras ayuda a refinar el grano debido a la precipitación de carburos, evitando el crecimiento de grano en la aleación 2. Los resultados de la experimentación muestran que este refinamiento del grano incrementa la dureza en la aleación 2 en aproximadamente un 12%, mientras que la resistencia a la tracción solo muestra un ligero incremento. Los resultados de la prueba de impacto son similares en ambas aleaciones revelando un comportamiento frágil, sin embargo, es congruente debido a la presencia de γ' y γ'' que endurecen a las aleaciones. El comportamiento de fluencia se evalúa a 650 °C con diferentes cargas en ambas aleaciones, los resultados experimentales muestran una mejora en la aleación 2, sin embargo, se requirió un cuidado estricto en la fabricación y proceso de ambas aleaciones con el fin de lograr las mejores propiedades mecánicas que nos permiten una comparación precisa entre ellos.

Palabras clave: Superaleación, pruebas mecánicas, termofluencia, tratamientos térmicos, precipitados.

ABSTRACT

Inconel 718 is a widely used material for the fabrication of turbines components in the aerospace and energy industries due to its high mechanical strength, good fatigue and creep resistance, as well as good corrosion resistance and ability to operate continuously at elevated temperatures. The main intermetallic phases γ' , γ'' and the occurrences of complex M(C, N) carbo-nitrides provide an improvement in mechanical properties. The solubilization heat treatment, thermomechanical treatment and the ageing heat treatment conferred the best mechanical properties to the two samples analyzed in this study. It has been found minimal differences about the microstructure, intermetallic phases and carbides between the two samples; in spite of these minimal differences, it was observed a higher hardness in alloy 2 which has small amounts of rare earths. A similar amount of carbides was observed in both alloys, but the size changes between them due to the addition of the rare earths which affected the way in which these carbides nucleate during the solidification process. The segregation of Nb and Cr at the grain boundary during the aging treatment was clearly notorious due to the formation of $M_{23}C_6$ and MC carbides. The existence of several studies about the intermetallic phases precipitation and carbides formation in the alloy gave information about de morphology, element quantification and distribution allowing the identification and characterization of the alloys. The γ' , γ'' phases are metastable; titanium, aluminum and niobium in combination with nickel contributed to their formation, the precipitation of such phases all over the microstructure was observed. The intermetallic phases showed a disk (γ'') and spherical (γ') shape morphology, meanwhile MC carbides found showed a block-type morphology and finally the $M_{23}C_6$ had a script type morphology. MC carbides were located inside the grain regions as well as the grain boundaries, while $M_{23}C_6$ were only located at the grain boundaries.

The microstructure of as-cast Inconel 718 alloy consists of a matrix of γ phase, carbides (TiC, NbC) and laves (Ni_2Nb). The influence of homogenization heat treatment, thermomechanical behavior, solution and aging heat treatments on the microstructure and mechanical properties of this alloy have been investigated for an Inconel 718 (Alloy 1) and Inconel 718 (alloy 2) with addition of 0.04% rare earths alloy (mischmetal, 48Ce, 25La, 17Nd, 5Pr, 5Fe). The results show the solidification sequence to be $L \rightarrow \gamma \rightarrow MC \rightarrow$ laves and that laves being a brittle phase promotes crack propagation during the thermomechanical processing. A homogenization heat treatment eliminates

almost all of this phase before the thermomechanical processing. Rare earth elements had an effect of increasing the amount of Laves phase due to its segregation effect to the interdendritic regions. It has been also observed that rare earth formed some compounds promoting the nucleation of MC carbides. A solution and aging treatment contributed to the grain refinement, the precipitation and strengthening of γ' , γ'' and the $M_{23}C_6$ carbide formation at the grain boundaries. Both alloys were subjected to different mechanical tests such as impact, hardness, tensile and creep. In each one, it was observed an improvement on the mechanical properties. The addition of rare earths helped to refine de grain size due to precipitation of carbides and prevented de grain growth. Such refinement improved hardness in the alloy 2 in about 12%, meanwhile the tensile strength was just slightly higher than alloy 1. The impact test results were similar in both alloys revealing a brittle behavior; which was expected due to the presence of γ' and γ'' . The creep behavior was evaluated at 650 °C using different loads in both alloys, the experimental results showed an improvement in the alloy 2, however it was required a strict care in the fabrication and processing of the alloys since many casting defects were found in part of the material and the creep tests were not completely performed.

Keywords: Superalloy, mechanical test, creep, heat treatments, precipitation.

CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN

Las superaleaciones, son un grupo de materiales que presentan excelentes propiedades mecánicas a elevadas temperaturas y de las cuales la resistencia a la fluencia y a la corrosión son sus principales características. Estas superaleaciones se dividen en tres grupos: base níquel, base cobalto y base hierro, así como un subgrupo base níquel-hierro.

En los años 50's compañías como GE (General Electric) desarrollaron diversas superaleaciones base níquel destinadas para su uso en los álabes de los motores de avión. Entre los años 50's y 80's la adición de Aluminio cambio la química de las superaleaciones base níquel de manera significativa debido a la formación de fase gamma prima (γ'). Existen dos razones principales por las cuales se hace uso de las superaleaciones base níquel, la resistencia a la corrosión y la resistencia a la fluencia (creep). La primera se logra por la adición de Aluminio y Cromo que actúan para formar una película resistente de óxido para proteger de la corrosión y la segunda se logra restringiendo el movimiento de las dislocaciones en la fase γ' mediante la formación de precipitados $Ni_3(Al, Ti)$ [1, 2]. Posteriormente se adicionó Co, Fe, Cr, Mo y W para formar una matriz austenítica con el níquel; Ti, Nb, Ta, Hf para la formación de la fase γ' ; B, C, y Zr los cuales segregan a los límites de grano y Cr, Mo, W, Nb, Ta y Ti para la formación de carburos [1].

Finalmente, a través del tiempo las propiedades de las superaleaciones se han mejorado por medio de estos ajustes de composición y tratamientos térmicos, modificando la microestructura final. El estudio del efecto de adición de tierras raras y avances se ha llevado a cabo en las últimas dos décadas en ciertas superaleaciones han dado como resultado progresos significativos en cuanto a propiedades mecánicas, es por eso la importancia de su estudio [2-5].

El Inconel 718 es un material ampliamente usado en una gran gama de componentes en la industria, debido a su resistencia a la corrosión y buenas propiedades mecánicas en diferentes rangos de temperatura. Diferentes métodos se han desarrollado para mejorar sus propiedades, pero algunos de ellos están limitados por la dificultad o los costos para llevar a cabo su fabricación; diversos estudios indican que el uso de tierra raras en el desarrollo o mejora de las superaleaciones han traído progresos significativos con la sola adición de las mismas [4, 6-10]. La adición de tierras raras presenta múltiples beneficios para reforzar la matriz y la fase γ' , modificando el parámetro

de red, anclando al límite de grano, refinando la microestructura, etc., lo cual mejora las propiedades mecánicas de las aleaciones.

1.1 Justificación

El Inconel 718 tiene diversas aplicaciones en la industria es por eso que existen diferentes presentaciones del producto terminado mediante fabricación en horno al vacío, pero los requerimientos y formas más complejas de componentes han llevado al desarrollo de diferentes métodos de fabricación como la metalurgia de polvos o la fusión directa por láser. Estas últimas de mayor costo en su fabricación, pero necesarias para los requerimientos actuales de la industria.

Ante estos requerimientos y la contención de costos para la fabricación del Inconel 718 se ha llevado a cabo ajustes en su composición química, desarrollándose así variantes como el Inconel Allvac 718plus. Siguiendo esta vertiente en los ajustes de composición química se estudia la adición de tierras raras para mejorar las propiedades mecánicas del material a temperatura ambiente y altas temperaturas. Las tierras raras juegan un papel muy importante en el desarrollo de diferentes superaleaciones según lo observado por diversos autores, los cuales atribuyen múltiples beneficios para mejorar las propiedades mecánicas. Tierras raras como el lantano demuestran que su adición mejora la resistencia a la termofluencia (creep), por su parte el cerio mejora la resistencia a la corrosión y tiene gran afinidad con ciertas impurezas que puedan estar presentes en la aleación como el azufre, fósforo entre otros. Resultados favorables en la adición de bajos porcentajes de tierras raras en cuanto a mejora de las propiedades mecánicas del Inconel 718 requerirán un estudio extensivo acerca del porcentaje ideal para tener las mejores propiedades de la aleación. Por último, la adición de las mismas no supone ninguna complicación técnica y solo un costo menor por las probables mejoras de la aleación.

1.2 Objetivo general

Determinar el efecto que tiene la adición de tierras raras, en la microestructura y formación de precipitados en la aleación Inconel 718, procesada termomecánicamente y envejecida para mejorar su resistencia a la fluencia o creep.

1.3 Objetivos específicos

- Fabricar la aleación Inconel 718 e Inconel 718 con adición de tierras raras, realizar tratamientos de solubilizado, termomecánico, homogenizado y envejecido a ambas aleaciones.
- Caracterizar cada uno de los tratamientos para observar la evolución del material en su microestructura y precipitados presentes en la aleación, mediante microscopía óptica, microscopía de barrido, difracción de rayos X. Análisis por Microscopía de transmisión y barrido en condiciones de envejecido para el análisis de fases secundarias de la aleación.
- Evaluar el efecto de la microestructura y precipitados en las propiedades mecánicas de ambas aleaciones.
- Realizar ensayos mecánicos de microdureza en las diversas condiciones, así como ensayos tensión y termofluencia (creep) para conocer el efecto de la adición de tierras raras en la aleación Inconel 718.

1.4 Hipótesis

La implementación de tierras raras para mejorar las propiedades mecánicas de los materiales ha sido ampliamente usada, se espera que bajo las observaciones de otros estudios se logre mejoras en las propiedades mecánicas del Inconel 718. Debido a que el Inconel 718 contiene diversos elementos en su composición, elementos indeseables como el oxígeno, fósforo, por lo que se espera que reaccionen con las tierras raras para la limpieza o remoción de las mismas, así como la formación de ciertos precipitados que mejoren la aleación. Elementos como el cerio y el lantano tienen efectos favorables en los mecanismos de endurecimientos por solución sólida.

CAPÍTULO 2. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

2.1 Generalidades

Las superaleaciones son un grupo de materiales que presentan elevados contenidos de elementos de aleación. Las superaleaciones más comunes son base níquel, cobalto, hierro y titanio. Tienen la capacidad de ser usados a temperaturas por encima de los 540 °C y exhiben algunas combinaciones de resistencia a altas temperaturas, resistencia al ataque de los agentes ambientales, excelente resistencia al creep, resistencia a la ruptura por estrés, tenacidad, resistencia a fatiga térmica, corrosión, entre otras.

Las superaleaciones fueron desarrolladas inicialmente para ser usadas en los turbocompresores de aviones y en los últimos 60 años la demanda de tecnología avanzada para turbinas de gas a marcado su paso [2].

2.1.1 Metalurgia física de las superaleaciones

La resistencia a las altas temperaturas de todas las superaleaciones está basada en un principio de una matriz estable con una estructura cristalina cubica centrada en las caras (FCC), combinada con un endurecimiento por precipitación sólida y/o endurecimiento por solución sólida. En general, las superaleaciones tienen una matriz austenítica (γ , fase gamma) y contienen una gran variedad de fases secundarias. Las fases secundarias más comunes son carburos metálicos (MC , $M_{23}C_6$, M_6C y M_7C_3) y γ' , precipitados intermetálicos para endurecimiento del material $Ni_3(Al, Ti)$ encontrados en superaleaciones base níquel y base hierro. En aleaciones que contienen niobio o tántalo, la fase de endurecimiento primaria es γ'' , una fase tetragonal centrada en el cuerpo (BCT).

En las superaleaciones generalmente pueden observarse fases no deseables resultantes por la variación en composición, procesamiento o debido a que son expuestas a altas temperaturas. Entre las fases no deseables tenemos un grupo de fases ortorrómbicas (δ , Ni_3Nb), fases (σ), fases Laves y las fases (η) con estructura tetraédrica compacta. Nitruros y boruros también son encontrados en algunas de las superaleaciones [1, 2, 11].

Base cobalto. - Aleaciones base cobalto son endurecidas por solución sólida y precipitación de carburos. Los carburos evitan el deslizamiento en borde de grano. En estas aleaciones no se encuentran fases intermetálicas que ayuden al endurecimiento, como se pueden encontrar en las superaleaciones base níquel o hierro. La fase gamma en las aleaciones base cobalto se presenta a altas temperaturas. Los carburos ($M_{23}C_6$, M_7C_3) en las aleaciones base cobalto son los mismos que se encuentran en otros sistemas[1, 5].

Base hierro. - Las aleaciones base hierro contienen al menos 10% de Hierro (Fe), pero generalmente contienen entre 18 - 55% aproximadamente. Las aleaciones base hierro más importantes son aquellas con una matriz austenítica que es endurecida por una fase gamma prima (γ'). Algunas de estas aleaciones son muy similares a los aceros austeníticos inoxidable con su agente de endurecimiento γ' .

Base níquel. - Existen básicamente tres tipos de aleaciones base níquel las cuales se distinguen por su método de endurecimiento: solución sólida, precipitación y dispersión de óxidos. La primera puede o no contener pequeñas adiciones de niobio, titanio y aluminio. Las aleaciones por endurecimiento de precipitados contienen considerables porcentajes de titanio y aluminio y pequeños pero substanciales cantidades de niobio. Por último, las aleaciones endurecidas por dispersión de óxidos contienen pequeñas cantidades de partículas de óxidos (0.5% a 1% Y_2O_3) y son producidas mediante técnicas de pulvimetalurgia [1, 2, 12].

En el caso de las superaleaciones base níquel, las principales fases presentes son matriz gamma (γ), gamma prima (γ'), gamma biprima (γ''), gamma prima en límite de grano, carburos, boruros y fases tetraédricas compactas [2, 3, 5, 13].

Matriz gamma, γ .- Matriz base níquel cúbica centrada en las caras (fcc) no magnética, que se encuentra en todas las aleaciones base níquel; la cual contiene un gran porcentaje de elementos en solución solida como cobalto, hierro, cromo, molibdeno y tungsteno. El níquel puro no presenta un alto módulo de elasticidad además de baja difusividad, factores que promueven la ruptura por ensayos de termofluencia.

Las superaleaciones pueden ser usadas por arriba del 85% de la temperatura de fusión ($0.85 T_m$) y por tiempos arriba de 100,000 horas para temperaturas por debajo, debido a tres factores: Alta tolerancia del níquel para contener solutos sin estabilidad de fase.

La tendencia de adiciones de cromo a formar Cr_2O_3 teniendo pocas vacancias catiónicas restringiendo la tasa de difusión de los elementos metálicos al exterior y restringiendo la tasa de difusión al interior de elementos como oxígeno, nitrógeno, y sulfuro. Y por último de formación en altas temperaturas de barreras Al_2O_3 que muestran una excepcional resistencia a la oxidación [1, 2].

2.1.2 Metalurgia física del Inconel 718

Gamma prima, γ' . - Es un compuesto intermetálico Ni_3Al , el cual es estable en diferentes rangos de composiciones (**Figura 2.1a**). Se precipita en forma de partículas esferoidales en las aleaciones base níquel y tienden a estar presentes en una baja fracción de volumen. Los precipitados cuboides se presentan en aleaciones con mayor contenido de aluminio y titanio. El cambio en la morfología se relaciona con una incompatibilidad del precipitado de la matriz. γ' el cual posee una estructura del tipo L1_2 y exhibe un gran punto de fusión (1385 °C) además de existir sobre un restringido rango de composiciones.

La mayoría de las aleaciones base níquel son endurecidas mediante métodos de precipitación en los cuales el 60% de aluminio puede ser sustituido por titanio y/o niobio. Los sitios ocupados por átomos de níquel en la red pueden ser ocupados por hierro o cobalto. La fracción de volumen de γ' influye en la resistencia de la aleación [2, 3, 5, 14].

Gamma biprima, γ'' . - Son precipitados Ni_3Nb con estructura tetragonal centrada en el cuerpo (DO_{22}) presentes en aleaciones base níquel hierro como el Inconel 706 y el Inconel 718 (**Figura 2.1b**). En ausencia de hierro, o temperaturas y tiempo mostrados en el diagrama de transformación de una aleación con contenido de hierro, se forma en su lugar un precipitado ortorrómbico Ni_3Nb (fase delta, δ).

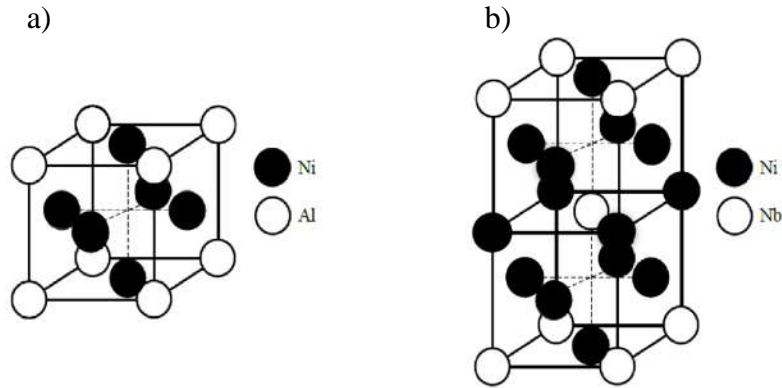


Figura 2.1.- a) Estructura cristalina tipo L1₂ b) Estructura cristalina tipo DO₂₂ [1].

Delta δ .- El precipitado ortorrómbico Ni₃Nb es incoherente con la matriz y no confiere resistencia cuando se presenta en grandes cantidades. Sin embargo, pequeñas cantidades de fase δ ayudan en el control y refinamiento del tamaño de grano, lo cual confiere una mejora en las propiedades de resistencia a la tensión, fatiga y resistencia a la fluencia (creep). Se requieren tratamientos térmicos meticulosos para asegurar la precipitación de γ'' en lugar de δ . γ'' a menudo precipita junto a gamma prima en la superaleación 718, pero gamma biprima es el principal fase de endurecimiento en ciertas circunstancias [2, 3, 5, 14].

Carburos. - Se encuentran en las superaleaciones con un tipo de estequiometría MC, M₂₃C₆, M₆C y M₇C₃. Estos carburos tienen tres funciones principales: Primero los carburos en límites de grano lo refuerzan y previenen o retardan el deslizamiento en el límite de grano. Segundo, precipitar en partículas finas en la matriz, que causaran un endurecimiento. Tercero, bloquear elementos que puedan promover la inestabilidad de alguna fase [1, 15-17].

Los carburos MC, son de estructura cristalina cúbica centrada en las caras (FCC) y se forman durante la solidificación; muestran una morfología globular, facetada o irregular y se distribuyen a través de la aleación de manera heterogénea, tanto en posiciones intergranular como transgranular. La orientación de la matriz de la aleación tiene poca o ninguna relación. Los carburos MC son una fuente importante de carbono, los cuales se degradan a temperaturas de tratamiento térmico o durante su uso en servicio. Los carburos TiC son un ejemplo común, son encontrados en la naturaleza. Los átomos M pueden ser sustituidos por elementos menos reactivos (molibdeno y

tungsteno modificando su estabilidad. Las sustituciones mencionadas debilitan el enlace de carburos MC y ocurren reacciones de degradación. Estas degradaciones provocan la formación de compuestos más estables, como carburos tipo $M_{23}C_6$ y M_6C las cuales ocurren durante el procesamiento de las aleaciones o después de un tratamiento térmico e inclusive durante su uso [16-18].

Los carburos $M_{23}C_6$ son de estructura cristalina cúbica centrada en las caras (FCC) y tienen regularmente una forma globular o alargada. Estos carburos se forman durante tratamientos térmicos de relevado de esfuerzos o en uso a temperaturas de entre 760 - 989 °C por la degradación de carburos MC y carbono residual. Se presentan en límites de grano ocasionalmente en límites de maclas y fallas de apilamiento; estos aumentan la resistencia en los límites de grano. El cromo es el principal elemento M y pueden sustituirlo el molibdeno y tungsteno. Aunque, también el níquel puede sustituir al cromo de manera considerable y en pequeñas cantidades el hierro y cobalto. Idealmente los carburos $M_{23}C_6$ deben estar en cadena como partículas discretas globulares para que mejoren la resistencia a la ruptura, inhibiendo el deslizamiento de límite de grano. Si los carburos precipitan como películas continuas en límite de grano las propiedades se degradan. Cuando se presentan estructuras celulares $M_{23}C_6$ se observan fallas prematuras, pero este tipo de estructuras pueden ser evitadas con un procesamiento y/o tratamiento térmico apropiado [2, 5, 13, 15].

Las fases Laves tienen una estructura cristalina hexagonal $MgZn_2$ con composición AB_2 como Fe_2Mo , Fe_2Ti , Fe_2Nb , entre otras $(Fe, Cr, Mn, Si)_2(Mo, Ti, Nb)$. Estos se observan comúnmente en las aleaciones hierro - níquel como partículas gruesas intergranulares. El silicio y el Niobio promueven la formación de Laves en el Inconel 718. Cantidades excesivas afectaran la resistencia a la tensión y las propiedades a la termofluencia a temperatura ambiente [19-21].

2.2 Tratamientos térmicos del Inconel 718

El Inconel 718 tiene básicamente dos tratamientos térmicos, solubilizado y envejecido. El primero para solubilizar fases indeseables en el material y el segundo para la precipitación de fases de endurecimientos como γ' y γ'' . Usualmente un tratamiento termomecánico es aplicado después del solubilizado y antes del envejecido el cual ayuda a la reducción de la porosidad del material.

El tratamiento termomecánico es una etapa antes de la recrystalización completa del material en la cual el reacomodo atómico y de dislocaciones genera una concentración de maclas. Estas maclas junto a los granos ya recrystalizados en tratamientos posteriores ayudaran a impedir el movimiento de dislocaciones en el material aumentando su dureza. Es importante mencionar que para pruebas de termofluencia (creep) la deformación no debe ser muy alta ya que la recrystalización dará como consecuencia tamaños de grano muy pequeños los cuales ayudan a mejorar la resistencia en los ensayos de tensión pero no mejora las propiedades mecánicas en los ensayos de creep [2, 13, 22].

2.2.1 Tratamiento térmico de solubilizado

El primer paso en los tratamientos térmicos de las superaleaciones usualmente es el tratamiento de solubilizado, la temperatura del tratamiento depende directamente de las propiedades deseadas. A una mayor temperatura se especifica para una óptima resistencia a la termofluencia, a una menor temperatura se buscan propiedades óptimas para la resistencia a la tensión a corto plazo a altas temperaturas, mejora las propiedades de resistencia a la fatiga por medio de tamaño de grano más fino y mejora la resistencia a la ruptura sensible de grietas. Una temperatura elevada de un tratamiento de solubilizado puede resultar en crecimiento de grano y una más extensiva disolución de carburos. El objetivo principal es poner en solución segundas fases endurecedoras como la fase laves, entre otras. Una temperatura baja de un tratamiento de solubilizado resulta en la disolución de las principales fases envejecidas sin crecimiento de grano y sin una disolución significativa de fases detrimentales como laves. Adicionalmente el tratamiento de solubilizado es usado para homogenizar la microestructura antes de cualquier tratamiento de envejecido y/o antes de una total recrystalización, para proporcionar la estructura deseada para un forjado o un trabajo mecánico posterior con una ductilidad adecuada. Los rangos más frecuentemente usados para los tratamientos de solubilizado se encuentran entre 980°C-1300 °C [13].

2.2.2 Tratamiento térmico de envejecido

Los tratamientos de envejecido fortalecen la matriz γ en algunas ocasiones retenida gracias a un enfriamiento rápido o controlado posterior al solubilizado, por la vía de precipitación de una o más

fases secundarias (γ' y γ''). La temperatura del tratamiento de envejecido determina no solo el tipo sino la distribución y el tamaño de los diferentes precipitados. Los tratamientos de envejecido se efectúan invariablemente a temperaturas constantes, y se efectúan en un rango muy amplio de temperatura y tiempo. La temperatura puede variar desde 600 °C hasta 800 °C, el tiempo en comparación con el tratamiento de solubilizado es mucho mayor [13].

Algunos factores que influyen a la elección adecuada de los diferentes pasos de envejecido, tiempo y temperatura pueden ser: el tipo y el número de fases precipitantes disponibles, temperatura aplicada con anterioridad, tamaño del precipitado deseado y tratamientos térmicos de aleaciones similares. Cuando más de una fase puede precipitar a partir de la matriz de la aleación, se debe hacer una adecuada elección si se trata de una sola temperatura de envejecido, esto puede tener como consecuencia óptimas cantidades de múltiples fases precipitadas. Alternativamente se puede emplear un doble tratamiento de envejecido, para producir diferentes tamaños y tipos de precipitados a diferentes temperaturas. También se puede usar doble hasta cuádruple envejecido en un tratamiento [5, 11, 13, 23, 24].

Los llamados precipitados primarios de endurecimiento como γ' y γ'' , no son las únicas fases precipitadas durante el tratamiento de envejecido (**Figura 2.2**).

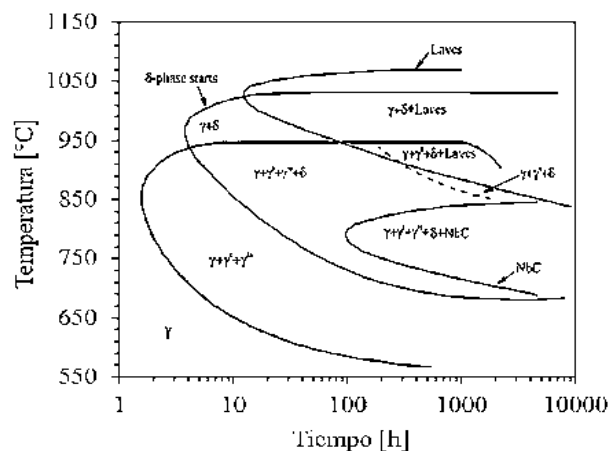


Figura 2.2.- Diagrama PPT Inconel 718 y diferentes fases presentes a temperatura y tiempos determinados [25].

Los carburos y fases llamadas indeseables, con estructura tetragonal centrada en el cuerpo (BCT), también se pueden formar durante el envejecido, la principal razón de la secuencia de los pasos de envejecido, además del control de γ' y γ'' es precipitar y controlar la morfología de carburos en los límites de grano. El Inconel 718 adquiere su resistencia por la precipitación la fase gama doble prima γ'' tetragonal centrada en el cuerpo (BCT) Ni_3Nb y precipitados de gama prima γ' $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$, embebidos en una matriz γ FCC y, generalmente la fase γ'' se precipita a temperaturas de envejecido mayores de 720 °C, mientras que los precipitados de γ' a temperaturas menores de 620 °C [11, 13, 23, 24].

2.3 Ensayos mecánicos para evaluación de las propiedades mecánicas

Las propiedades mecánicas de los materiales son descritas por las características de la deformación, penetración o fractura presente bajo tensión, compresión o impacto en el material. El comportamiento que tenga el material es afectado por diversos factores y este comportamiento describe las propiedades mecánicas del material, como: dureza, resistencia a la tensión, límite elástico, resistencia al impacto, entre otros [26, 27].

2.3.1 Ensayos de tensión, curva esfuerzo deformación.

Los ensayos de tensión proveen de información básica para el diseño de materiales debido a que da información acerca de la resistencia del material a prueba. En los ensayos de tensión el material es sometido a una carga uniaxial mientras se observa la elongación presente en el material por la carga aplicada. En un ensayo convencional de tensión se obtiene una curva esfuerzo deformación la cual es objeto de estudio para comprender las propiedades mecánicas de los materiales, la forma y magnitud de las curvas esfuerzo deformación dependen de la composición, tratamiento térmico, historial de deformación plástica, temperatura, entre otros factores. Los parámetros utilizados para describir la curva esfuerzo deformación son resistencia a la tensión, límite elástico, punto de fluencia, alargamiento porcentual y reducción de área. La curva esfuerzo deformación (**Figura 2.3**) se compone de una región elástica, donde el esfuerzo es linealmente proporcional a la deformación. Cuando el esfuerzo excede al valor correspondiente al límite elástico, el material sufre una gran deformación plástica. Es importante mencionar que una vez que el límite elástico es excedido el

material se deformara permanentemente aun cuando la carga aplicada sea cero y la deformación es visible como un cuello.

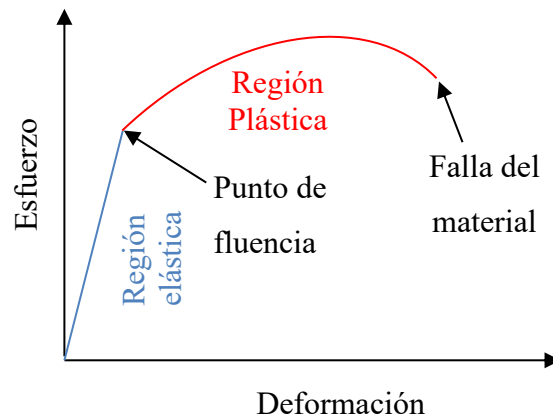


Figura 2.3.- Curva esfuerzo deformación [27].

La resistencia a la tensión es el valor con mayor mención en los ensayos de tensión, pero no define las propiedades mecánicas globales de manera adecuada ya que es importante también la ductilidad y como el material puede ser sometido a esfuerzos en condiciones de mayor complejidad. Sin embargo, el uso de la resistencia a la tensión se usa como referencia por diversos motivos como un factor de seguridad, para identificación del material, control de calidad del producto y porque es fácil de determinar y de reproducir [27].

2.3.1 Esfuerzo y deformación verdadera, modelo de Ramberg Osgood.

Los ensayos de tensión son usualmente representados por una curva esfuerzo deformación ingenieril en la cual se puede determinar el módulo de Young, límite elástico, resistencia a la tensión, entre otros. Materiales relativamente dúctiles sufren una reducción en la sección transversal y para su estudio usualmente se usan curvas esfuerzo deformación verdaderas. En la región plástica el esfuerzo, la deformación plástica y la deformación ya no presentan un comportamiento proporcional, por lo tanto, se han empleado ecuaciones matemáticas (modelos) que proporcionen una descripción más adecuada sobre el comportamiento plástico en las curvas esfuerzo deformación verdadero de un material. Algunas de las constantes de estos modelos se

pueden relacionar con la capacidad de endurecimiento del material y los mecanismos de deformación asociados a la interacción entre diversos factores como los efectos de la precipitación, interacciones de dislocaciones, entre otros [28]. La ecuación de Ramberg-Osgood es una ecuación que es muy útil para describir el comportamiento de ciertos materiales mediante la relación de la deformación unitaria y el esfuerzo por una ecuación de exponencial donde la deformación plástica es [28]:

$$\varepsilon_p = \left(\frac{\sigma}{K}\right)^{1/n} \quad 1.1$$

La cual se suma a la deformación elástica, $\varepsilon_e = \sigma/E$ para obtener la deformación total ε_t y donde n es el exponente de endurecimiento de la ecuación de Hollomon $\sigma = K\varepsilon^n$ y K es una constante con unidades de esfuerzo [28]. Sumando la deformación elástica y plástica, se obtiene la ecuación que describe la deformación total, ε_t :

$$\varepsilon_t = \frac{\sigma}{E} + \left(\frac{\sigma}{K}\right)^{1/n} \quad 1.2$$

La curva esfuerzo deformación verdadera es representada en un gráfico log-log que mediante un ajuste lineal permite obtener las constantes K y n de la ecuación 1.2 [28].

2.4 Termofluencia, Creep.

Las superaleaciones son elegidas cuando se requiere cierta resistencia a elevadas temperaturas, también llamados materiales de alta temperatura son utilizados en componentes aeronáuticos, aeroespaciales, intercambiadores, entre otros. Estos materiales son resistentes a la termofluencia o creep, la cual es una propiedad que tienen para resistir altas temperaturas a una carga constante. El creep es la deformación plástica que ocurre en los materiales a elevadas temperaturas entre 0.3 y 0.5 la temperatura de fusión (T_f) sin que la carga aplicada exceda el esfuerzo de fluencia [29].

2.4.1 Ensayos de creep.

Los ensayos de deformación y ruptura por creep se utilizan para determinar la resistencia y vida útil del material bajo condiciones cuasi estáticas y elevadas temperaturas. Usualmente estos ensayos se llevan a cabo bajo esfuerzo y temperatura constante, simulando un entorno similar en condiciones de servicio. Los ensayos de creep dan como resultado un avance significativo para

entender el comportamiento físico y microestructural de los materiales. En creep es interesante observar la interacción entre el esfuerzo y la temperatura, la deformación ϵ resultante de esta interacción, así como la tasa de deformación $\dot{\epsilon}$ la cual muestra la deformación a través del tiempo y por último la vida útil del material sometido a los ensayos [29-31].

Para entender la deformación a través del tiempo es necesario entender la influencia de las diferentes variables en los ensayos, si la temperatura es baja y se aplica un esfuerzo por debajo del esfuerzo de fluencia tendríamos una deformación lineal inicial y después esa deformación no cambiaría con el tiempo (**Figura 2.4a**), pero no es el caso en los ensayos de creep en el cual, aunque el esfuerzo no excede el de fluencia las temperaturas son elevadas, la deformación inicial es relativamente alta. Esta deformación inicial se le conoce como etapa I, esta deformación abrupta del material disminuye con el tiempo debido al fenómeno de endurecimiento por deformación y da paso a la etapa II en la cual la deformación cambia muy poco con respecto al tiempo, siendo casi constante [29-31].

La etapa II es una etapa de equilibrio (estado estacionario) donde el cambio en la tasa de deformación por fluencia es constante siendo usualmente la mayor deformación por el fenómeno de creep, siendo esta deformación constante. Por último, la etapa III muestra una deformación alta hasta llegar a la falla del material y fin del ensayo de creep (**Figura 2.4b**) [29-31].

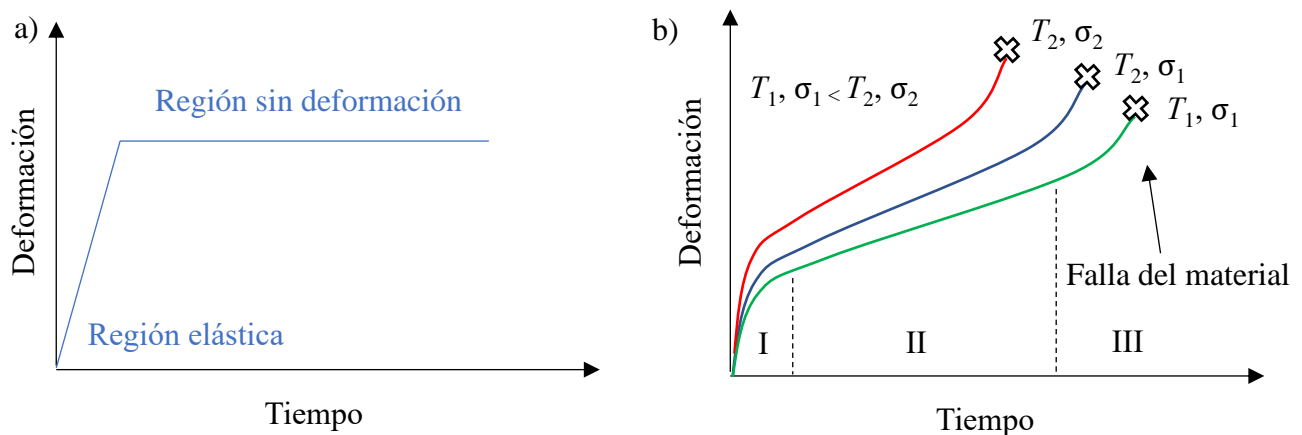


Figura 2.4.- a) Deformación a bajas temperaturas, b) Deformación a altas temperaturas y esfuerzos variables [29-31].

2.4.2 Fenomenología de la termofluencia o creep.

El comportamiento de las curvas de creep es alterado cuando la temperatura o el esfuerzo aumentan o disminuyen. Como se observa en la (**Figura 2.4b**) a una temperatura (T_1) y esfuerzo (σ_1) se tendrá una deformación y tiempo de vida determinados, pero si la temperatura se incrementa (T_2) a un mismo esfuerzo (σ_1) se espera que la tasa de creep aumente y que el material falle prematuramente. Algo similar se esperaría si solo el esfuerzo se incrementara y la temperatura permaneciera igual. Se puede entender entonces que el incremento tanto de temperatura (T_2) y esfuerzo (σ_2) modificara aún más la tasa de creep, así como una vida útil mucho menor del material. Finalmente, el incremento tanto de esfuerzo como temperatura incrementaran la tasa de deformación $\dot{\epsilon}$ [29-31].

La pendiente de la deformación en función del tiempo cambia cuando la temperatura o el esfuerzo se incrementan o disminuyen, considerando lo anterior se puede inferir un cambio en la tasa de deformación con respecto del tiempo (**Figura 2.5**). Teniendo en cuenta la temperatura (T_1) y esfuerzo (σ_1) de la **Figura 2.4b**, se observa en un principio que la tasa de deformación es alta, pero decrece al finalizar la etapa I, se vuelve constante en el estado estacionario e incrementa otra vez hasta el punto de falla del material. El incremento de la temperatura o del esfuerzo resulta en una tasa de deformación aun mayor, reducción en la región de estado estacionario y una prematura falla del material (**Figura 2.5**) [29-31].

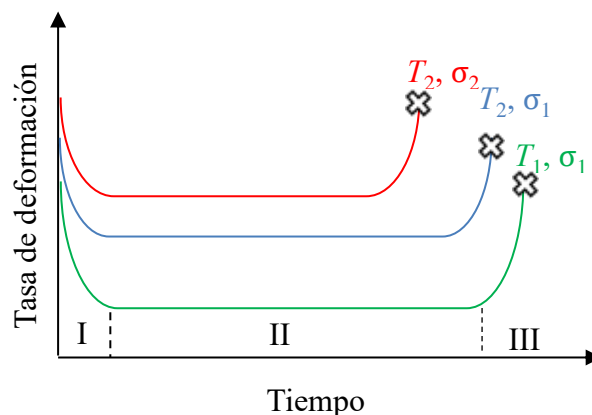


Figura 2.5.- Tasa de deformación en función del tiempo y el efecto de temperatura y esfuerzo [29-31].

Las curvas mostradas en la **Figura 2.5** son útiles debido a que muestran las diferencias que hay en la tasa de deformación del estado estacionario del material sometido a diferentes temperaturas y esfuerzos. Es en la etapa II donde el material sometido a ensayos de creep está la mayor parte del tiempo, brindando información de la vida útil. Para describir el comportamiento de la tasa de deformación en el estado estacionario se tiene una ecuación general:

$$\dot{\varepsilon}_{ss} = \frac{d\varepsilon}{dt} = K\sigma^n \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad 1.3$$

Donde K es una constante, σ es el esfuerzo aplicado, n es el exponente de esfuerzo que establece el mecanismo de creep, Q es la energía de activación que depende el mecanismo del creep, R es la constante universal de los gases y T es la temperatura del ensayo. Debido al comportamiento del tipo Arrhenius, el creep es un proceso activado térmicamente y también existe una dependencia en el esfuerzo del tipo de ley de potencia [29-31]. Observando la **ecuación 1.3** es evidente que la tasa de deformación es afectada directamente por el esfuerzo y la temperatura; representando estos en un gráfico se puede observar cómo varía la tasa de deformación contra la temperatura (**Figura 2.6a**) y la tasa de deformación contra el esfuerzo (**Figura 2.6b**). En el primer caso donde la tasa de deformación varía por la temperatura (**Figura 2.6a**) se grafica el logaritmo natural de la deformación ($\ln\dot{\varepsilon}$) contra el inverso de la temperatura ($1/T$), teniendo en consideración un esfuerzo particular y sabiendo que es un proceso activado térmicamente se espera un comportamiento de tipo Arrhenius, así que la tasa de deformación es lineal. Pero si el esfuerzo es mayor ($\sigma_2 > \sigma_1$) desplazarán este comportamiento lineal del gráfico hacia arriba y así sucesivamente si el esfuerzo continúa siendo mayor ($\sigma_3 > \sigma_2$), a cualquier temperatura dada. Es necesario mencionar que, si la pendiente es la misma como en el caso presentado (**Figura 2.6a**), entonces indica que el mismo mecanismo de creep está actuando porque la pendiente está dada por $-Q$ sobre R y entonces un mismo valor de Q da como resultado el mismo mecanismo. En el segundo caso (**Figura 2.6b**) se representa gráficamente $\log\dot{\varepsilon}$ versus $\log\sigma$ y considerando una temperatura determinada (T_1), el interés principal es el esfuerzo y se obtiene una relación lineal, donde la pendiente está dada por n . Si la temperatura es mayor ($T_2 > T_1$) entonces ocurre lo mismo que el primer caso, el gráfico se desplazará hacia arriba y así sucesivamente si la temperatura sigue siendo mayor ($T_3 > T_2$). Al igual que el primer caso, si la pendiente en el gráfico $\log\dot{\varepsilon}$ versus $\log\sigma$ (**Figura 2.6b**) es el mismo, se infiere que el mecanismo de creep que actúa no cambia [29-31].

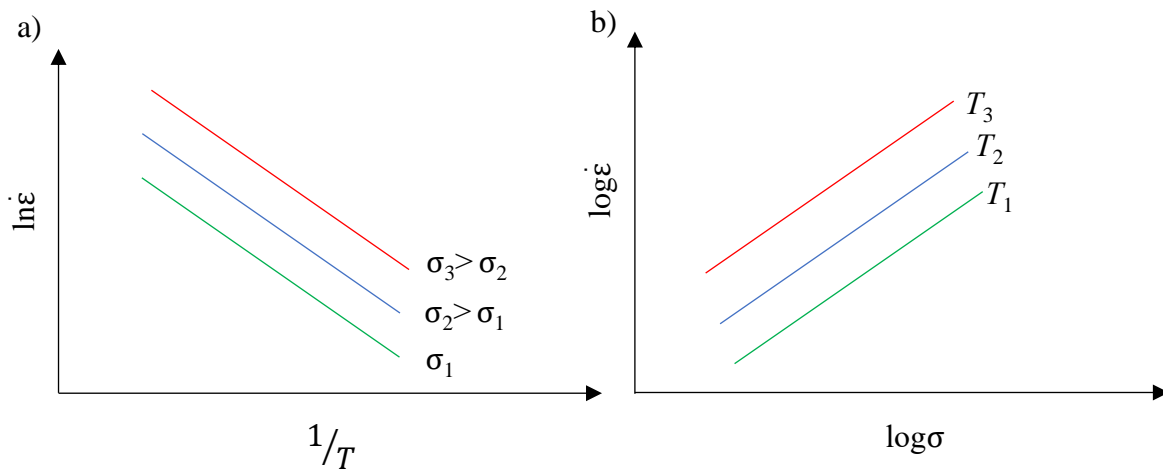


Figura 2.6.- a) $\ln \dot{\epsilon}$ versus $1/T$, b) $\log \dot{\epsilon}$ versus $\log \sigma$ [29 – 31].

Finalmente, la vida útil por creep es el último aspecto a considerar y es importante en cuanto al diseño ingenieril de una pieza que trabajará a temperatura elevada, graficando $\log \sigma$ versus la vida útil por creep (t_f), se puede observar que a mayor esfuerzo la vida útil es menor (**Figura 2.7**). A partir de la construcción de estas graficas se puede determinar o se puede obtener una determinada vida útil en función del esfuerzo o temperatura aplicada.

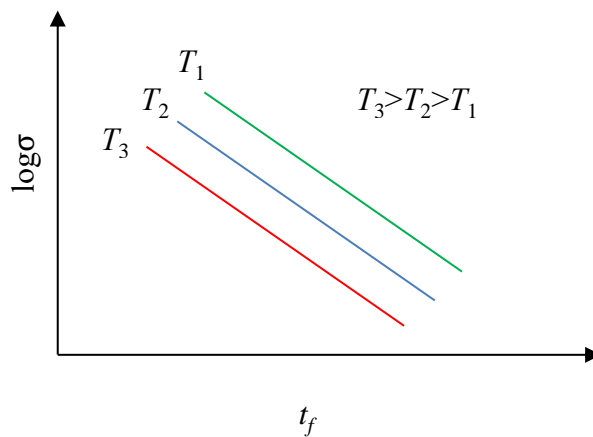


Figura 2.7.- Predicción de la vida útil por creep mediante el grafico $\log \sigma$ versus t_f [29-31].

También nos puede dar información de cómo operar a mayores esfuerzos o temperaturas las cuales no comprometan la vida útil. El juego de estas variables se puede describir de la siguiente forma, conociendo la vida útil del material se puede decrecer la temperatura para que nos permita aumentar el esfuerzo aplicado y viceversa, si lo que se conoce es el esfuerzo aplicado o necesario, decrecer la temperatura aumentara la vida útil del material, por el contrario, si conocemos la temperatura a la cual el material va a operar, decrecer el esfuerzo dará como resultado una mayor vida útil del material (**Figura 2.7**) [29-31].

2.4.3 Mecanismos de deformación por termofluencia o creep.

La deformación debida a los mecanismos de termofluencia o creep ocurren a nivel atómico y se dividen principalmente en dos mecanismos, creep por dislocaciones y creep por difusión este último se divide a su vez en dos: creep Nabarro-Herring o creep por difusión a través de volumen y creep Coble o creep por difusión en límite de grano. Estos mecanismos son los diferentes métodos por los cual ocurre la deformación plástica del material y que se observa de forma macroscópica [29-31].

Creep por dislocación. - También conocido como ley de potencia, en este caso la deformación plástica ocurre a través del movimiento de dislocaciones, para el movimiento de estas dislocaciones es necesario un esfuerzo cortante para que se deslicen o se muevan por la red cristalina. En las superaleaciones suele ser deseable la precipitación de ciertas fases que impidan el movimiento de dislocaciones para aumentar su resistencia, pero debido a que en creep trabajamos a altas temperaturas estos obstáculos pueden ser evadidos fácilmente debido al escalamiento de las dislocaciones, lo cual hace que el movimiento de dislocaciones sea más rápido [29-31]. El escalamiento de dislocaciones ocurre por el movimiento de vacancias y la tasa de deformación es determinada por ese mismo movimiento esencial de vacancias que define el comportamiento de este mecanismo de dislocación. La ecuación que define este mecanismo de creep se escribe a continuación:

$$\dot{\epsilon} = K \frac{\sigma^n}{RT} D_0 \exp \left(-\frac{Q_r + Q_{ex}}{RT} \right) \quad 1.4$$

Donde el subíndice *PLC* de la tasa de deformación se debe al mecanismo de fluencia por la ley de potencia, K continúa siendo una constante, σ^n es el esfuerzo, n en creep suele encontrarse entre 3-8, D_0 es la constante de difusión, R es la constante de los gases, T es la temperatura, y por último hay dos diferentes tipos de activación de energía. Estas dos diferentes Q conocidas por experimentación se deben a que existen dos etapas en este proceso la primera (Q_r) es por la formación de vacancias en la red y la segunda la migración de estas vacancias (Q_{ex}). La migración de estas vacancias sobre la dislocación es necesaria para el escalonamiento. Si se grafica la tasa de deformación versus el esfuerzo y se obtienen valores entre 3-8 se puede tratar de este primer mecanismo. Si la energía de activación se asemeja a las energías de activación por formación y migración de vacancias cuando se grafica la tasa de deformación versus la temperatura se puede decir que es otra forma de determinar si este mecanismo es el indicado. Este mecanismo suele presentarse con esfuerzos altos y bajas temperaturas porque el esfuerzo aplicado es necesario para que las dislocaciones se muevan y la temperatura para facilitar su escalonamiento [29-31].

Creep por difusión (Nabarro-Herring). – Este mecanismo de creep es el resultado de la difusión de vacancias a través del grano las cuales pueden ocasionar por sí mismas una deformación plástica en el material, en este mecanismo los límites de grano actúan como fuente y sumidero de vacancias lo cual es simplemente una generación y absorción de estas vacancias. Generalmente el esfuerzo aplicado al material es unidireccional por lo tanto este mecanismo se puede ejemplificar en el grano de una microestructura equiaxial, en el sentido del esfuerzo aplicado el límite de grano sufre un esfuerzo de tensión lo que esencialmente se convierte en un espacio que puede alojar un mayor número de vacancias. Perpendicularmente hay un esfuerzo de compresión en el límite de grano, que puede absorber una gran cantidad de vacancias. El esfuerzo aplicado en el material más la temperatura genera un flujo de vacancias que van del límite de grano a tensión hacia el límite de grano en compresión y a su vez genera el movimiento o difusión de átomos del límite de grano a compresión hacia el límite de grano a tensión llamado flujo atómico, la difusión de estas vacancias y átomos dan como resultado la deformación del material y su elongación en el sentido del esfuerzo (**Figura 2.8**) [29-31].

La ecuación que describe el mecanismo de creep Nabarro-Herring es la siguiente:

$$\dot{\epsilon} = K \frac{\sigma \Omega D_v}{RT d^2} \Omega \quad 1.5$$

K es una constante, σ es el esfuerzo aplicado, Ω es el volumen atómico, $D_v = D_0 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right)$ es la difusividad del volumen o la difusividad que toma lugar en el grano, en este término viene implícita la energía de activación, pero del flujo de vacancias y átomos que ocurre en el grano, por último d es el tamaño de grano. Analizando la ecuación se observa que el tamaño de grano tiene una gran influencia en este mecanismo, normalmente en ensayos de tensión un tamaño de grano mejorara la resistencia, pero en este caso entre más pequeño es el tamaño de grano la tasa de deformación aumenta [29-31].

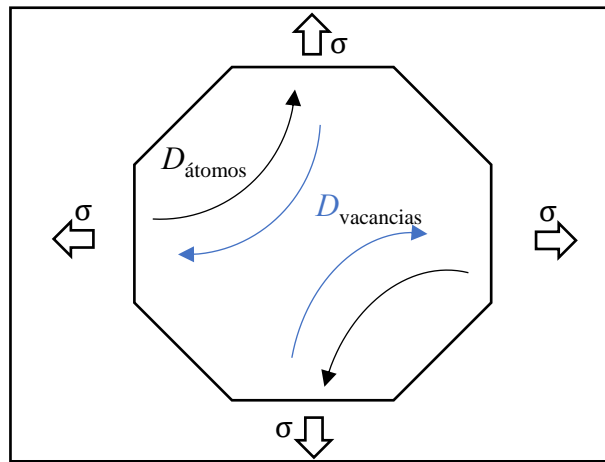


Figura 2.8.- Flujo de la difusión de átomos y vacancias por esfuerzo aplicado a través del grano [29-31].

Creep por difusión (Coble). – Mecanismo similar al de Nabarro-Herring en el cual el flujo de vacancias y átomos era a través del grano, con la diferencia que estos flujos suceden en el límite de grano (**Figura 2.9**) [29-31]. La ecuación que describe este mecanismo es la siguiente:

$$\dot{\epsilon}_c = K \frac{\sigma \Omega \delta}{RT d^3} D_{GB} \quad 1.6$$

Donde δ es el grosor del límite de grano, D_{GB} es la difusividad en el límite de grano y básicamente los demás términos son los mismos descritos en los anteriores mecanismos de creep, aunque se puede observar una mayor influencia del tamaño de grano. A bajas temperaturas es más fácil que el mecanismo de difusión en límite de grano se lleve a cabo por que es aquí donde el desorden de los átomos ofrece un mayor espacio para que átomos y vacancias se muevan con mayor facilidad [29-31].

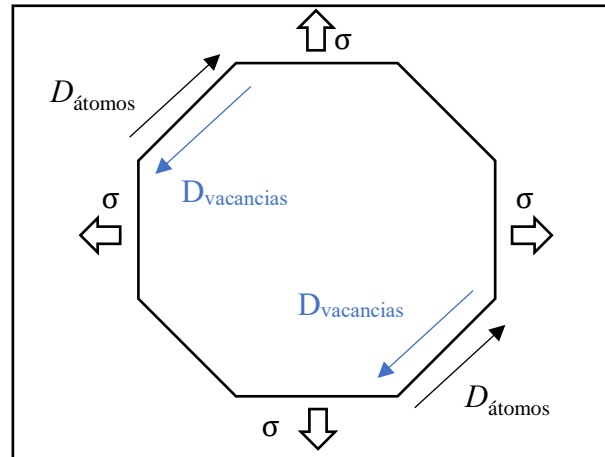


Figura 2.9.- Flujo de átomos y vacancias por esfuerzo aplicado en el límite de grano [29-31].

Generalmente se puede representar bajo qué condiciones ocurren los mecanismos de deformación por creep en un mapa (**Figura 2.10**) en el cual el eje “y” tenemos el esfuerzo que está sujeto al módulo de elasticidad y en el eje “x” la temperatura que está sujeta a la temperatura de fusión, porque depende del material a estudiar [29-31].

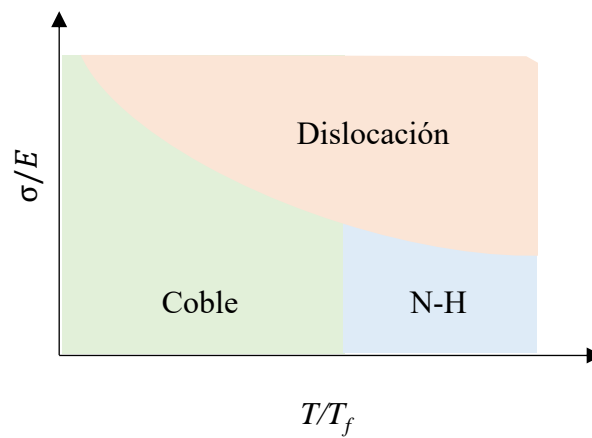


Figura 2.10.- Mapa de los mecanismos de deformación por creep [29-31].

2.4.4 Nucleación, crecimiento de cavidades y falla por termofluencia.

Como se puede observar en la **Figura 2.4b** la falla por termofluencia ocurre en la tercera etapa, debido a la acumulación de cavidades (micro huecos) o apilamiento de dislocaciones, las cuales suelen concentrarse en los límites de grano o en la periferia de partículas en el límite de grano. Pero la nucleación y crecimiento de cavidades es un proceso continuo a lo largo de un ensayo de creep y estos pueden ocurrir juntos. Existen básicamente tres mecanismos de nucleación: a) deslizamiento de límites de grano que conduce a la formación de cavidades en límites de granos (puntos triples), b) acumulación de vacancias en áreas de alta acumulación de tensión como lo son límites de grano y c) formación de cavidades debido a la acumulación de dislocaciones en límite de grano; en estos tres mecanismos puede o no estar involucrada alguna partícula en el límite de grano (**Figura 2.11**) [29-31].

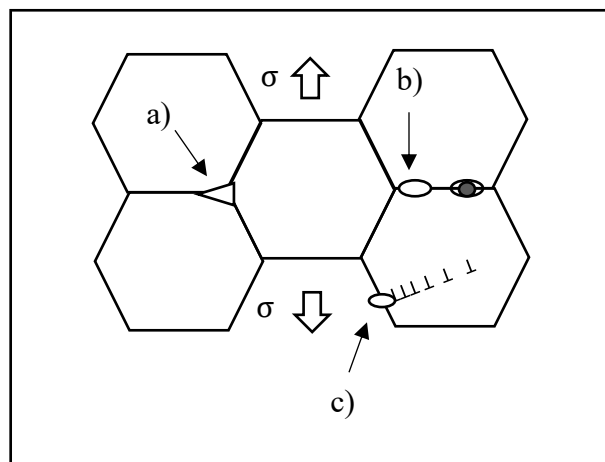


Figura 2.11.- Mecanismos de nucleación y crecimiento de cavidades [29-31].

2.5 Avances en el estudio del Inconel 718.

El Inconel 718 siempre ha presentado dificultades para su fabricación y por lo tanto diversos métodos han sido concebidos para obtener un material más sano y con las mejores propiedades mecánicas posibles, estos problemas se suelen presentarse por el amplio rango de fusión con fuertes diferencias de densidad que se desarrollan entre el líquido y sólido durante la solidificación, que en conjunto a la gran cantidad de elementos en solución, constituyen algunos de los problemas de segregación en el material que puede derivar en problemas de porosidad [32]. Para reducir estos

problemas de segregación y porosidad en el material, se han desarrollado tratamientos térmicos y termomecánicos, los cuales naturalmente modifican la microestructura y precipitación de fases. Debido a los cambios microestructurales o precipitación de ciertas fases que puede experimentar el Inconel 718 sus propiedades mecánicas pueden variar considerablemente. Durante el desarrollo del Inconel 718 a través del tiempo se han realizado modificaciones en su manufactura, composición, variaciones en los tratamientos térmicos y termomecánicos; con la finalidad de obtener las mejores propiedades mecánicas, reducir costos y optimizar su manufactura.

2.5.1 Inconel 718, efecto de los tratamientos térmicos y termomecánicos.

Los tratamientos térmicos y termomecánicos en el Inconel 718 son de gran relevancia, ya que estos confieren mejores propiedades mecánicas, pero se necesita de un uso apropiado para evitar la precipitación de fases indeseables o solución de otras que perjudiquen la integridad del material. Tratamientos térmicos de solubilizado son de vital importancia después de la fabricación del Inconel 718, debido a la habitual presencia de la fase Laves. Schirra y col. [33], así como Sui y col. [34] estudian el efecto de Laves en el Inconel 718 y como afectan en las propiedades mecánicas del material, especialmente en ensayos de tensión. Las fases laves en diversos estudios resultan ser perjudiciales para las propiedades mecánicas [35], es importante el estudio de esta fase ya que está presente en la mayoría de procesos de fabricación (VIM, VAR, SLM, entre otras) [35-37]. Armida y Radavich [21, 38] han realizado trabajos completos para determinar la metalurgia física y diagramas TTT del Inconel 718, determinaron que tratamientos de solubilizado para las aleaciones en condición de colada son imperativos para la solución de las fases laves en la matriz; siendo imprescindibles si se desea realizar un tratamiento termomecánico, ya que evite el agrietamiento o fractura del material en los ensayos mecánicos posteriores. Los tratamientos termomecánicos son aplicados para el Inconel 718 en condición de colada, metalurgia de polvos, deposición entre otros [39, 40]. Los tratamientos termomecánicos han sido desarrollados para conferir mejores propiedades mecánicas, reducir porosidad del material y muchas veces para obtener un componente aproximadamente con su geometría final. Rao y Chamanfar [39, 40] se avocaron a realizar tratamientos termomecánicos los cuales en conjunto con tratamientos térmicos de solubilizado y envejecido obtuvieron mejoras en las propiedades mecánicas del material. Los tratamientos térmicos de solubilizado y homogenizado suelen comprender temperaturas de 800 a 1200°C

dependiendo de estas temperaturas el intervalo de tiempo necesario oscila entre 1 a 3 horas [25, 41], mientras que el tratamiento térmico de envejecido suele comprender de 2 etapas de 8 horas a 720 y 620°C [13, 40, 42]. La microestructura típica del Inconel 718 con tratamiento térmico de solubilizado, termomecánico y de envejecido suele componerse de granos equiaxiales en los cuales existen una gran variedad de precipitados (**Figura 2.12**).

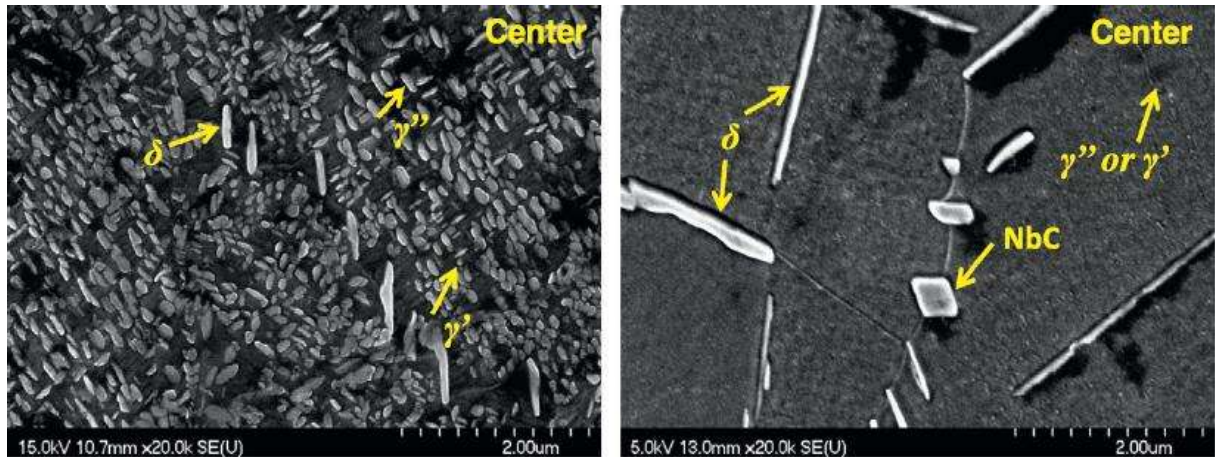


Figura 2.12.- Precipitados típicos del Inconel 718 [40].

Diversos estudios [25, 43, 44] detallan el rango de temperaturas en las cuales las principales fases precipitan en el Inconel 718. Las fases γ' y γ'' precipitan entre los 600 y 900 °C, mientras que la precipitación más alta de δ se da a los 900°C [44, 45]. Sundararaman y col. [45] reporta que la precipitación de δ resulta detrimental en el Inconel 718 ya que la resistencia se degrada por la disminución de γ'' . La morfología de la fase δ y su precipitación no contribuye a mejorar la dureza del material [46], en cuanto a la resistencia a la tensión decrementa pero se reporta ciertos beneficios a la ductilidad del material [39, 47]. La fase δ presente en ensayos de creep y fatiga suelen disminuir la resistencia, mientras que la ductilidad se ve ligeramente mejorada [24, 48, 49]. Estudios recientes por Maj y col. [50] identifican la precipitación de γ' y γ'' en un rango de temperaturas entre 650 y 850 °C, en los cuales dan una gran importancia a los tratamientos térmicos previos al envejecido, los cuales aún en tiempos cortos ayudan significativamente a homogenizar la nucleación de precipitados en el material. El grado de resistencia en el Inconel 718 depende de la precipitación de γ' y γ'' en la matriz, γ'' precipita a una temperatura de 720 °C [47], mientras

que γ' lo hace a 620 °C entre las áreas de γ'' debido al bajo contenido de niobio para la formación de γ'' [47]. Kuo y col. [24] estudian el efecto de diferentes tratamientos térmicos de envejecimiento en los cuales la etapa de solubilización es diferente para cada uno de los tratamientos, mientras que la etapa de envejecimiento es la misma (**Figura 2.13**).

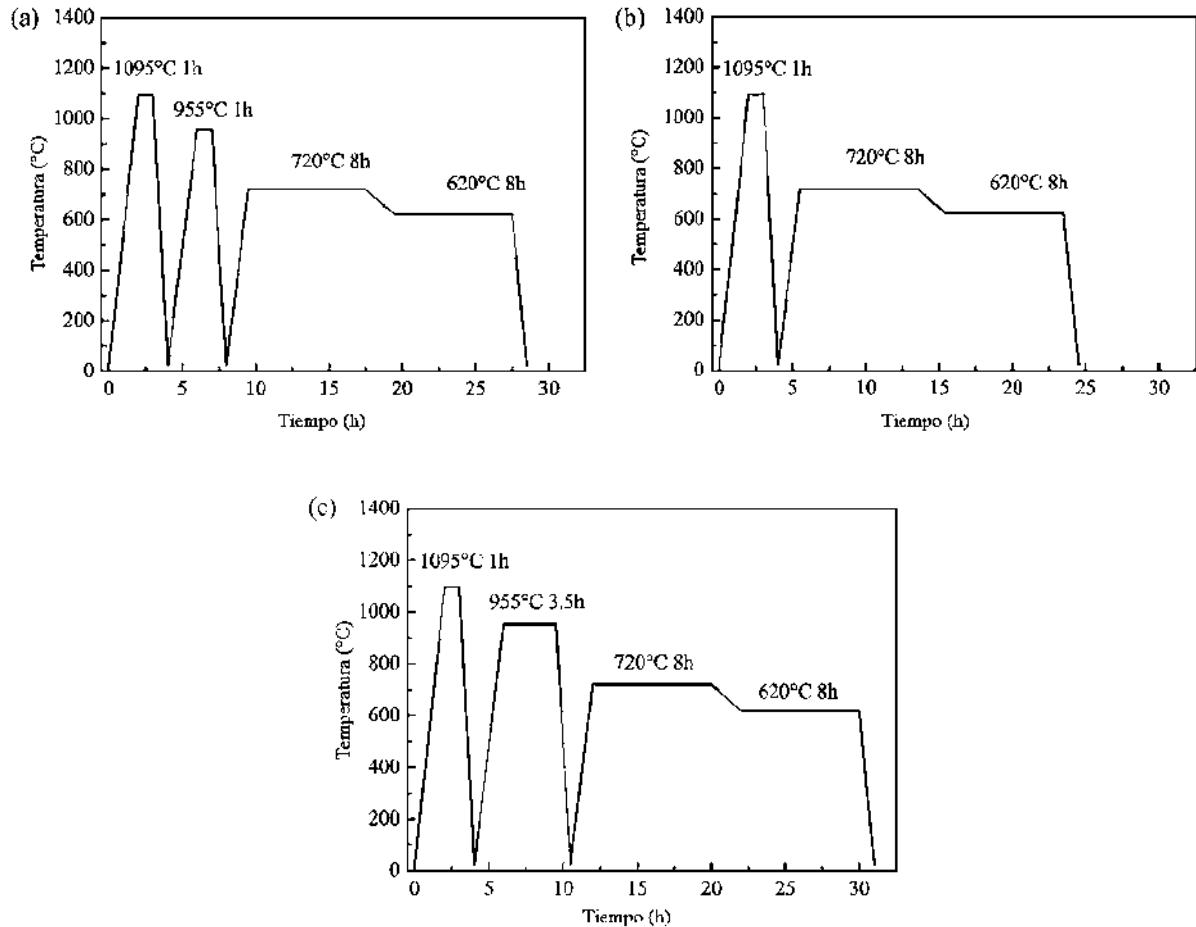


Figura 2.13.- Tratamientos térmicos aplicados por Kuo y col. [24].

Se encontró que la precipitación de la fase δ es perjudicial para el material y un tratamiento en el cual no se encuentre precipitación alguna de esta fase mejora la resistencia al creep del Inconel 718. En el tratamiento térmico presentado en la **Figura 2.13b** no se observó la precipitación de la fase δ mejorando la ductilidad y vida del material como se observa en la (**Figura 2.14**) [24].

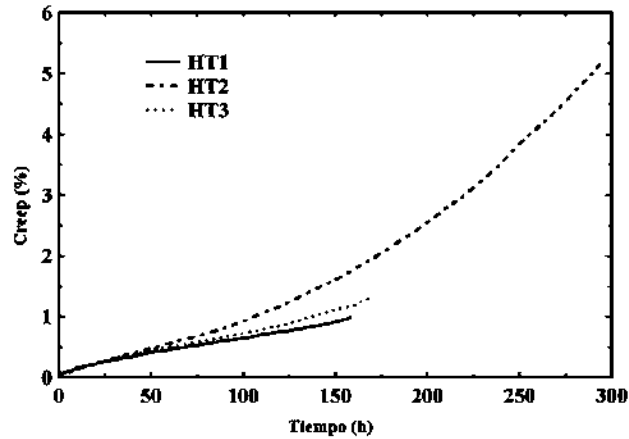


Figura 2.14.- Ensayos de creep correspondientes a tratamientos de **Figura 2.13** [24].

En los ensayos de creep realizados por Kuo y col. [24] se identificó que aparte de los mecanismos de dislocación y maclaje, el deslizamiento del límite de grano fue activada encontrando fracturas intergranulares (**Figura 2.15**).

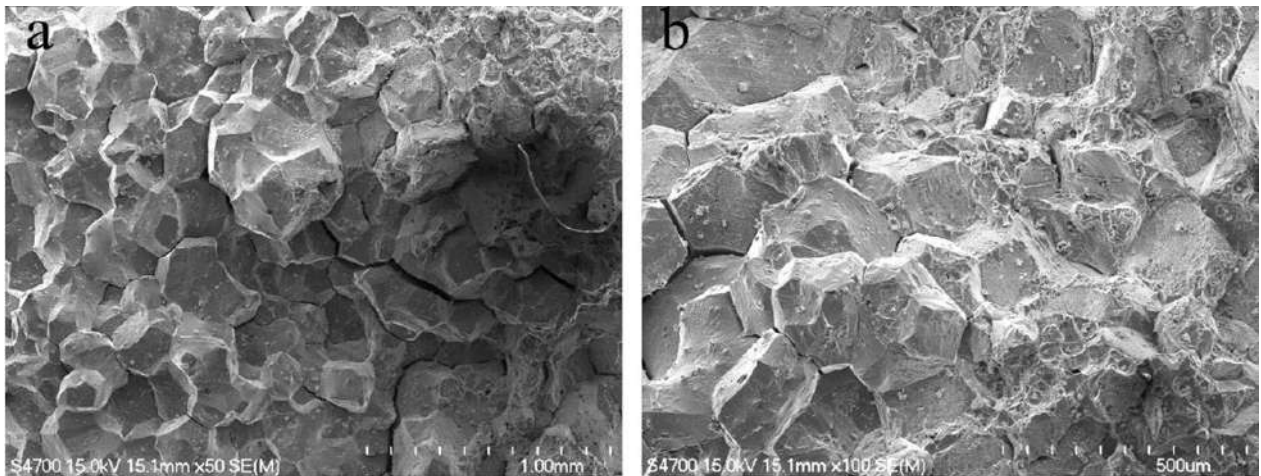


Figura 2.15.- Fractografías de ensayos creep Inconel 718 por Kuo y col. [24].

Recientemente Caliarì y col. [23] estudiaron el efecto de un tratamiento térmico de doble envejecido en el Inconel 718 en condición de solubilizado y doble envejecido para ensayos de tensión a alta temperatura y creep a diferentes temperaturas y esfuerzos constantes, el doble envejecido es descrito en la **Figura 2.16**. Las propiedades obtenidas en los ensayos de tensión

como el límite de fluencia, resistencia y deformación se muestran en la **Tabla 2.1**, donde el material con el tratamiento térmico de doble envejecido muestra mejores propiedades.

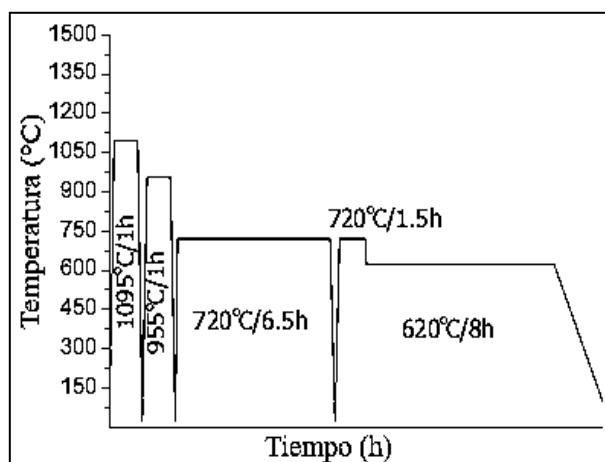


Figura 2.16.- Tratamiento térmico de doble envejecido del Inconel 718 [23].

Tabla 2.1.- Propiedades mecánicas del inconel 718 antes y después de tratamientos [23].

Inconel 718	Temperatura	YS, MPa	UTS, MPa	Deformación, %
AR	650	355.35	676.32	12.55
	700	421.48	588.56	5.51
DA	650	1062.61	1130.24	6.49
	700	974031	1006.50	4.83

En los ensayos de creep Caliarí y col. [23] encontraron que la resistencia conferida por γ'' , otorga una mayor resistencia según los parámetros calculados en el estudio para la primer etapa del creep. Los valores del coeficiente de activación y exponente, así como imágenes de TEM sugieren que los mecanismos que controlan la deformación por creep se deben a la interacción de las partículas y dislocaciones. Cuando los ensayos superan los 650°C, la reducción de los esfuerzos internos contribuye a decrecer la resistencia al creep, debido a la transformación de γ'' a δ (**Figura 2.17**). Finalmente, las imágenes de fractura demuestran que en condición de solubilizado la fractura es una combinación intergranular-transgranular, mientras que el Inconel 718 con doble envejecido es intergranular (**Figura 2.18**).

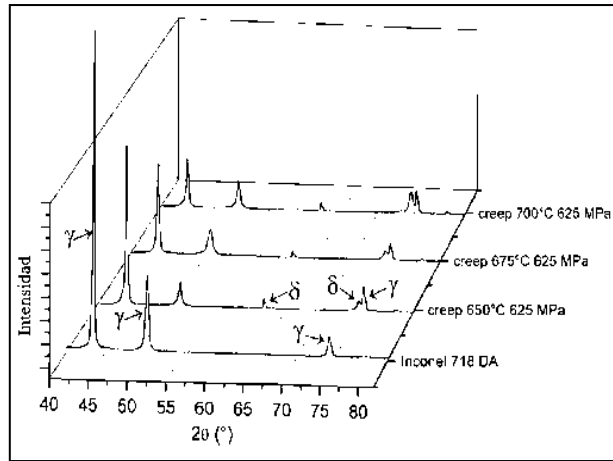


Figura 2.17.- DRX, presencia de fase delta en ensayos de creep [23].

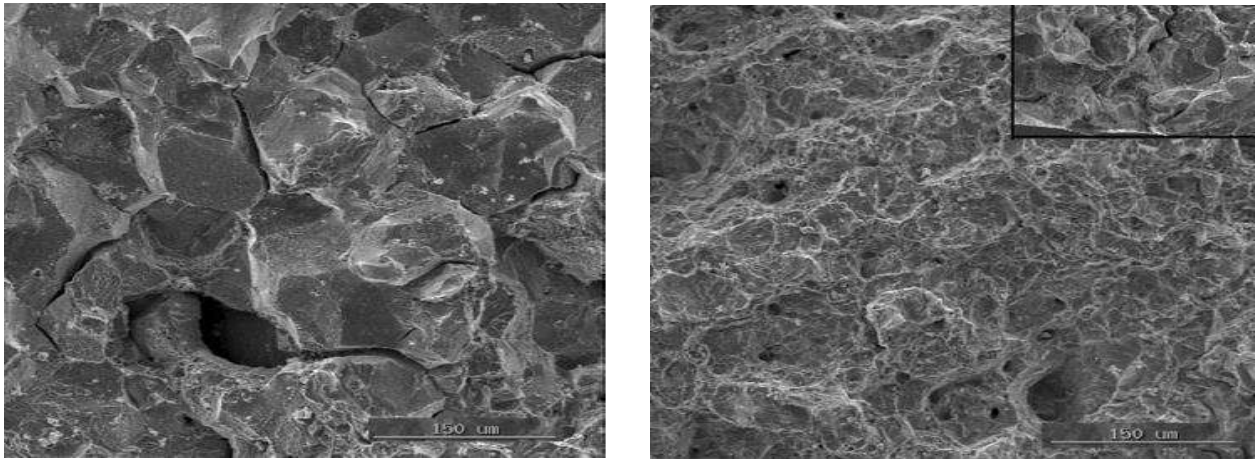


Figura 2.18.- Fractografías de ensayos creep en Inconel 718 [23].

2.5.1 Inconel 718 efecto de la composición química.

El efecto de la composición química en el Inconel 718 ha sido estudiado ampliamente, cambios en el porcentaje contenido de elementos aleantes, así como la reducción de elementos detrimentales contribuyen a mejorar las propiedades mecánicas del material. El estudio de elementos detrimentales como fósforo, azufre, hidrógeno, oxígeno y nitrógeno son diversos [51], y se han propuesto demasiados métodos para la disminución de estos elementos, las tierras raras y otros elementos son usualmente utilizados para que interactúen y formen compuestos que puedan ser eliminados de una forma más fácil en algunos procesos mediante escoriado e inclusive para la formación de precipitados que sean benéficos a las propiedades mecánicas [4]. El nitrógeno y

oxígeno son controlados mediante la adición de elementos afines como las tierras raras, aluminio y titanio para formar compuestos con un alto punto de fusión como nitruros, que junto con el carbono presente resulta en la formación de carburos. Típicamente el azufre y el fósforo en altas concentraciones suelen afectar la tenacidad y ductilidad en los aceros, estos elementos en el Inconel 718 suelen estar en porcentajes muy bajos llegando a tener una presencia de partes por millón (ppm). Por lo tanto, diversos autores [52, 53] han estudiado el efecto del fósforo y el azufre en el Inconel 718. Xie y col. [52] encontraron que el azufre y el fósforo en rangos de 15 ppm y 130 ppm no tienen un efecto detrimental en el Inconel 718, mientras que en ensayos de creep el azufre a mayores ppm el efecto detrimental es considerable en la vida útil del material. El fósforo por otro lado, en concentraciones mayores (25 ppm versus 130 ppm) la vida útil y ductilidad del Inconel 718 fue mejorada. Song y col. [53] estudiaron dos Inconel 718, con diferente contenido de fósforo (0.003 wt% y 0.02% wt). Se llegó a la conclusión que la aleación con mayor contenido en fósforo mejoraba la morfología, el coeficiente de activación se modificaba debido a que inhibía la difusión en el límite de grano mejorando las propiedades en creep (**Figura 2.19**).

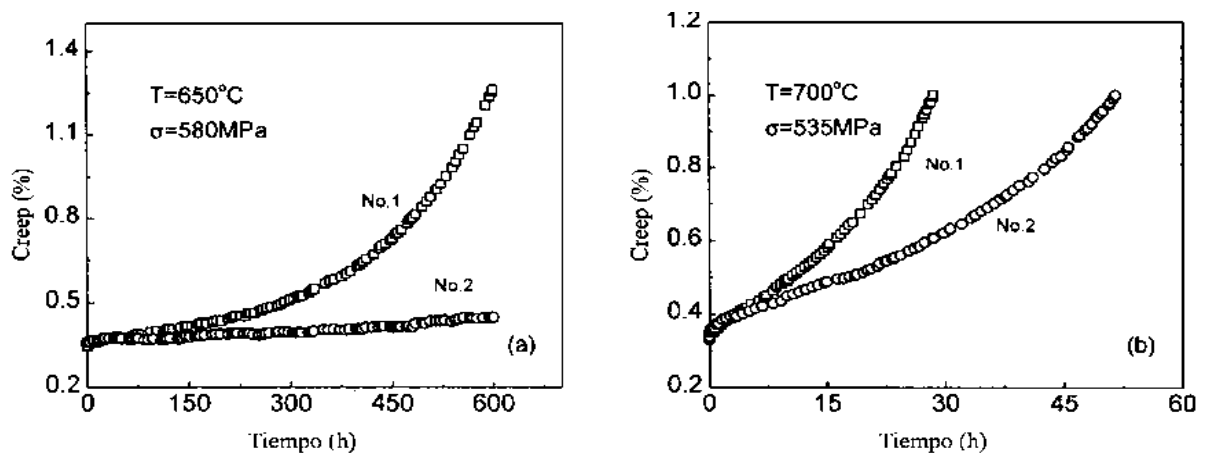


Figura 2.19.- Ensayos de creep a) 650 °C 580 MPa b) 700 °C 535 MPa [53].

El Nb es el elemento principal en el Inconel 718 al conferirle las mejores propiedades mecánicas, la segregación de este elemento en la formación de fases detrimentales laves durante la solidificación del material hasta el efecto de los tratamientos térmicos para la precipitación de fases endurecedoras resulta crucial, Liu y col. [54] observaron que la segregación es menor en la matriz que en el límite de grano, lo cual podría explicar la facilidad por la cual δ es susceptible a crecer a partir del límite de grano. Estudios realizados por Collier y col. [55] demuestran que incrementos

en la proporción Al/Ti, concentración de Al + Ti en función del Nb mejoran la dureza del Inconel 718 en tratamientos térmicos a 760 °C y tiempos de hasta 600 horas, debido a una mayor precipitación de la fase endurecedora γ' y una reducción en γ'' la cual en tiempos prolongados y temperaturas por encima de 720°C tiende a transformarse en δ , fase detrimental en el en esta aleación. Xie y col. [56] llegan a las mismas conclusiones que Collier, donde las mejores propiedades se obtienen modificando la proporción Al y Ti, prefiriendo la precipitación de γ' para mejorar las propiedades en ensayos a altas temperaturas.

Finalmente, los mayores avances en cuanto a la modificación de la composición química se logró mediante el ajuste de composición logrado en la aleación ALLVAC 718 Plus [57, 58], derivado como su nombre lo indica del Inconel 718. La aleación ALLVAC 718 Plus tiene una proporción Al+Ti y Al/Ti mayor que el Inconel 718, que aporta una mejora en las propiedades mecánicas y estabilidad térmica. La adición del Cobalto y Wolframio del 9% y 1%, respectivamente mejoran el efecto de endurecimiento por solución sólida del material (**Tabla 2.2**) [59].

Tabla 2.2.- Composición química nominal del Inconel 718 y Allvac 718plus, % en peso [59].

Aleación	C	Cr	Nb	Mo	Co	Ti	Al	Cu	Fe	W	Ni
In718	0.04	19	5	3	1	1	0.5	0.146	19	0	Bal.
Allvac 718Plus	0.04	19	5	3	9	0.75	1.65	0.164	10	1	Bal.

El ajuste de composición empleado para la aleación ALLVAC 718 Plus modifica la precipitación de fases endurecedoras, siendo γ' la única presente en la aleación, lograda por la diferente proporción de aluminio y titanio (**Figura 2.20**). La precipitación de γ' inhibe la formación de γ'' la cual es inestable a temperaturas superior de 650°C (**Figura 2.21**), lo cual es conveniente ya que superando esta temperatura la fase δ crece a partir de γ'' y como se ha planteado anteriormente es una fase detrimental cuando su crecimiento es excesivo.

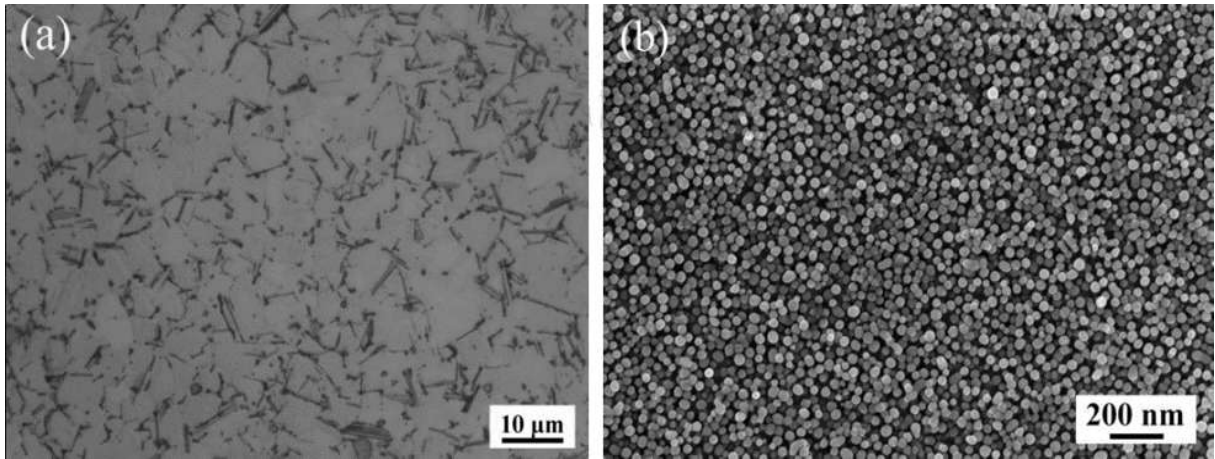


Figura 2.20.- Microestructura Allvac 718plus: a) Óptico b) SEM precipitados γ' [60].

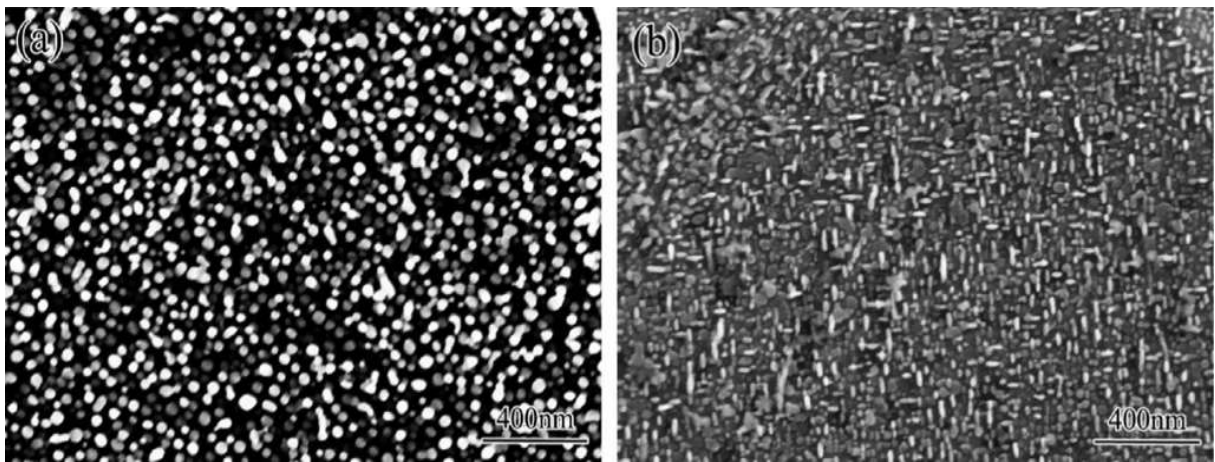


Figura 2.21.- Microestructura SEM a) Allvac 718plus b) Inconel 718 [60].

Chen y col. [60] realizaron diversas pruebas de creep para la aleación ALLVAC 718 Plus a 650 °C, 700 °C y 750 °C con diferentes esfuerzos aplicados. El esfuerzo y la temperatura tienen una estrecha relación con la vida útil del material lo cual es consistente con la teoría clásica del creep en la cual, a mayor temperatura o esfuerzo, la vida útil es inferior (**Figura 2.22**). Ni, Chen y col. [59] compararon la vida útil a 700 °C y diferentes esfuerzos entre un Inconel 718 y la aleación ALLVAC 718 Plus, encontrando una vida útil mayor a este último (**Figura 2.23**). La **Figura 2.24** muestra la tasa de deformación mínima en función del esfuerzo y la temperatura, los valores de n y Q nos muestran la influencia de la temperatura en el mecanismo de creep.

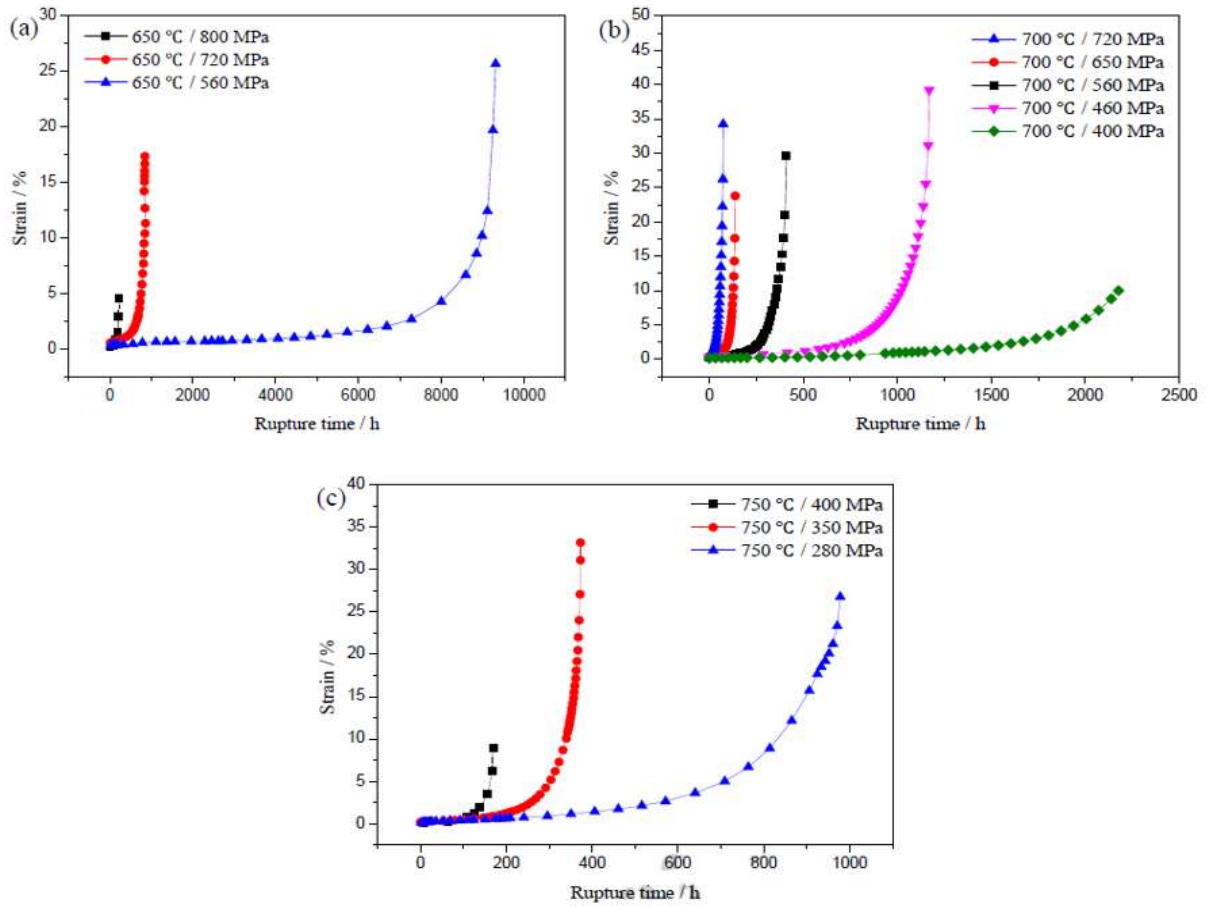


Figura 2.22.- Ensayos de creep ALLVAC 718 Plus [60].

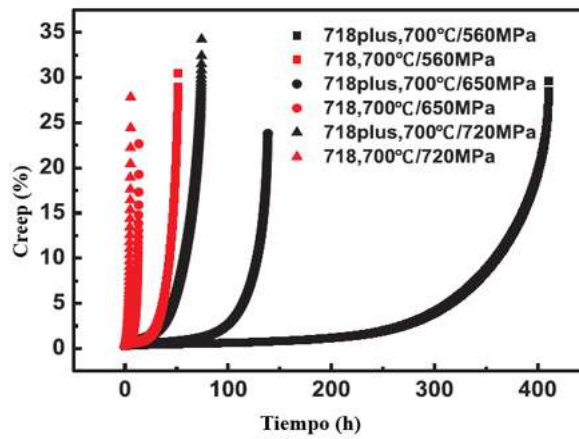


Figura 2.23.- Ensayos de creep ALLVAC 718 Plus vs Inconel 718 [59].

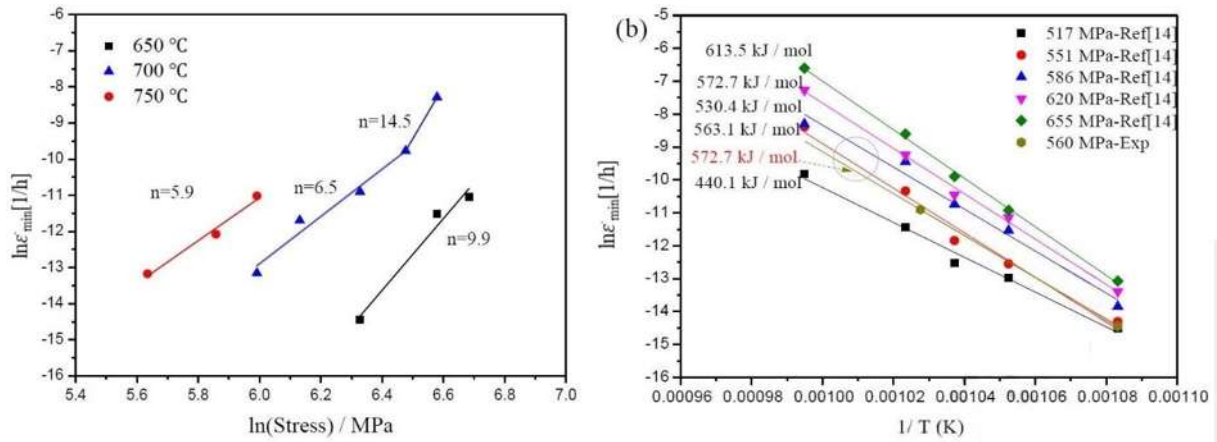


Figura 2.24.- Tasa de deformación mínima en función de a) Esfuerzo b) Temperatura [60].

Por ultimo autores como Medrano y col. [61] estudiaron el efecto del cerio y lantano en el inconel 718. La adición del cerio y lantano fue de 0.1, 0.2 y 0.3 % en peso en el inconel 718 y en tres condiciones diferentes (sinterizado, solubilizado y envejecido). Se encontró que los porcentajes entre 0.1 y 0.2 % tenían mejores propiedades en cuanto a microdureza.

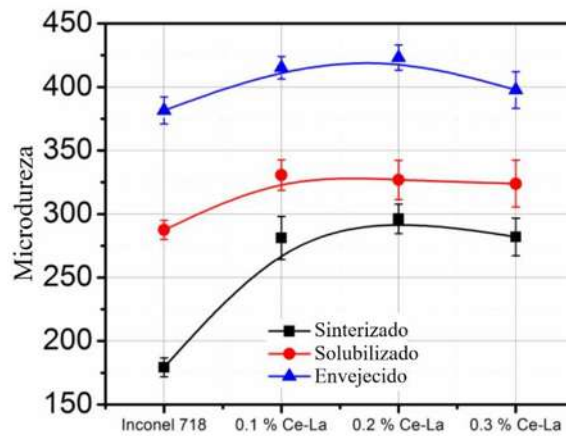


Figura 2.25.- Microdureza Vickers inconel 718 y modificadas y diferentes condiciones [61].

CAPÍTULO 3. DESARROLLO EXPERIMENTAL

3.1 Fabricación y caracterización microestructural del material de prueba.

La fabricación del material de prueba se realizó en el Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales, departamento de Fundición. Se fundieron cuatro lingotes de 5.5 kilos con dimensiones aproximadas de $3.5 \times 10 \times 14$ centímetros en un horno de inducción al vacío (CONSARC). Dos aleaciones fueron fabricadas: la aleación 1 contiene la composición nominal de un Inconel 718 (**Tabla 3.1**) y la aleación 2 contiene 0.04% de tierras raras (mischmetal; 48Ce, 25La, 17Nd, 5Pr, 5Fe) en adición a la composición nominal de Inconel 718, la composición fue validada por medio de fluorescencia de rayos x. Los materiales fabricados fueron sometidos a diferentes tratamientos térmicos y de deformación termomecánica para obtener las propiedades deseadas y/o típicas de un Inconel 718, el análisis microestructural de las aleaciones se realizó por medio de microscopía óptica, de barrido, transmisión y difracción de rayos X (**Figura 3.1**).

Tabla 3.1.- Composición química nominal del Inconel 718, % en peso.

Aleación	Ni	Fe	Cr	Nb	Mo	Co	Ti	Al	Cu	C	P	S
In718	50	18	19	5	3	1	1	0.5	0.1	0.04	.015	0.015

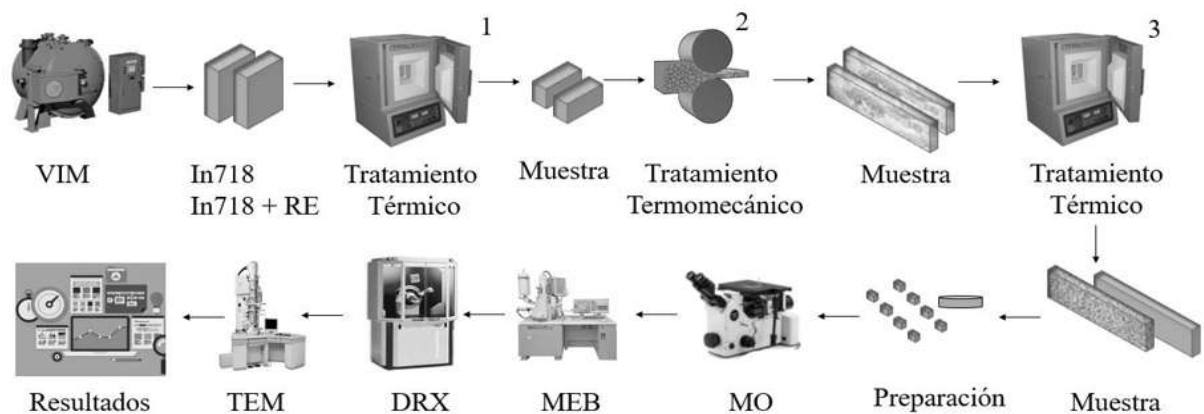


Figura 3.1.- Ruta de fabricación y caracterización de las aleaciones 1 y 2.

3.2 Tratamiento térmico y termomecánico de las aleaciones 1 y 2.

El material obtenido por fundición fue seccionado en lingotes de 2.5 cm y se realizó un tratamiento térmico de solubilizado, para eliminar fases indeseables en el material producto de la solidificación lenta en la lingotera. El tratamiento térmico de solubilizado se realizó a una temperatura de 1150 °C con una velocidad de calentamiento de 10 °C/min y media hora de permanencia para asegurar una temperatura homogénea en los lingotes debido a su espesor y dos horas y media de permanencia para la disolución de fases detrimentales como las fases Laves descritas en la revisión bibliográfica (**Figura 3.2a**). El tratamiento termomecánico fue realizado para simular el proceso de fabricación tradicional a mayor escala del Inconel 718, comenzando con un tratamiento térmico realizado a 1150 °C a una velocidad de 10 °C/min y una permanencia de 45 minutos para posteriormente ser sometidos a una reducción del 40% en multipasos en una laminadora de rodillos reversibles de 50 ton de capacidad temperatura final de laminación fue de 850 °C (**Figura 3.2b**). Los tratamientos finales consistieron en un solubilizado a 1150°C y un tratamiento de envejecido por 16 horas de dos etapas: 720 °C y 620 °C por ocho horas cada uno (**Figura 3.3**). Enfriamiento en agua para ambos tratamientos térmicos. Los tratamientos térmicos de solubilizado y envejecido se llevaron a cabo en un horno marca Carbolite, y diseñados bajo cálculos termodinámicos JMatPro y conforme literatura [2, 13, 62]. En cada una de las etapas de los tratamientos térmicos se segmentó una porción de material para su análisis por microscopia óptica, microscopia de barrido, transmisión y difracción de rayos x.

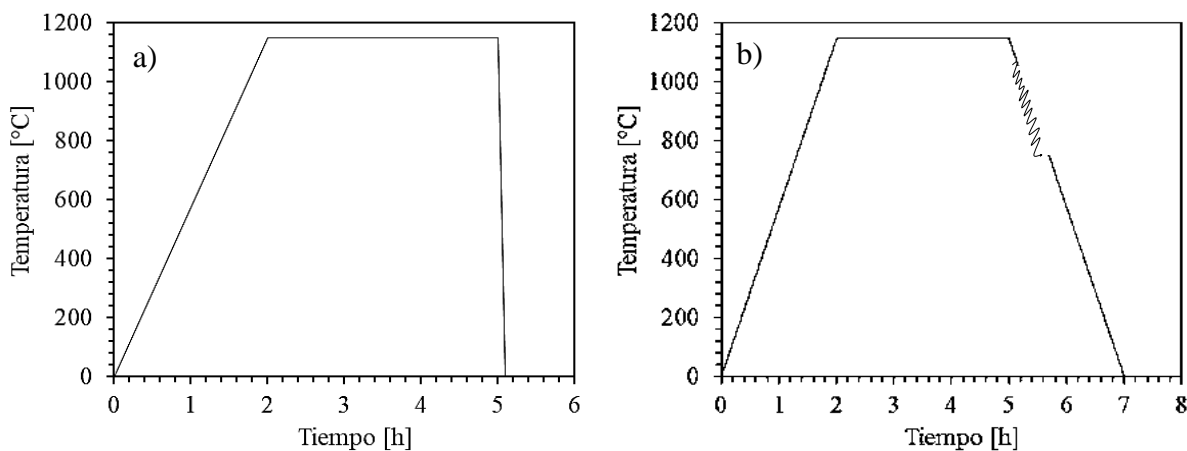


Figura 3.2.- a) ciclo térmico de solubilizado, b) ciclo termomecánico.

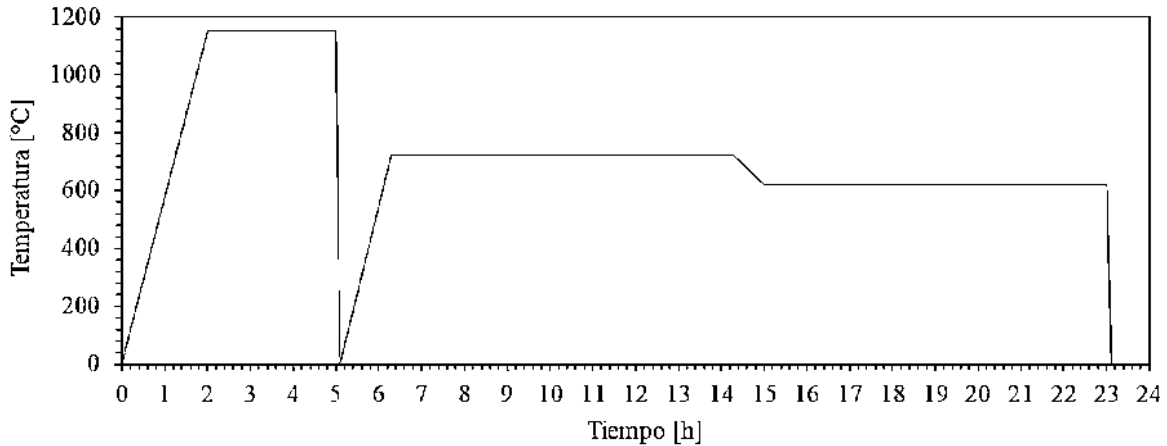


Figura 3.3.- Ciclo térmico completo de envejecido para la precipitación de fases secundarias.

3.3 Caracterización química y microestructural de las aleaciones 1 y 2.

Se cortaron probetas para ser preparadas metalográficamente en condición de colada, tratamiento de solubilizado, tratamiento termomecánico y envejecido; las probetas se cortaron de forma longitudinal y transversal. El desbaste se realizó con papel abrasivo de carburo de silicio montadas sobre un disco giratorio de velocidad variable. Posteriormente fueron sometidas a un pulido utilizando un paño de nylon y pasta de diamante de $6\mu\text{m}$ como abrasivo, lubricante de la marca buehler y alcohol. Finalmente, pulido fino con pasta de diamante de $1\mu\text{m}$, en una pulidora Buehler Ecomet 30. Se utilizó agua Regia (1:1 HCl – NO_3) como reactivo para revelar las fases presentes. Este procedimiento se llevó a cabo para las muestras analizadas por microscopía óptica y de barrido (**Tabla 3.2**).

Tabla 3.2.- Detalles del procedimiento del desbaste y pulido.

Desbaste y pulido	Abrasivo	Velocidad del disco	Lubricación	Posición de muestra	Tiempo (min)
Papel SiC	180 Grit	150	Agua	Rotación de	1
Papel SiC	320 Grit	150	Agua	la muestra	1.5
Papel SiC	600 Grit	180	Agua	90° entre	2
Papel SiC	800 Grit	180	Agua	cada papel	2.5
Papel SiC	1200 Grit	200	Agua	abrasivo	3
Paño de nylon	$1\mu\text{m}$ y $6\mu\text{m}$	200	Lubricante	Giro opuesto	15

Las imágenes por microscopia óptica se obtuvieron con diferentes magnificaciones 50, 100, 200 y 500x con un microscopio óptico de la marca Carl Zeiss con software integrado. Se obtuvo distribución, tamaño y morfología de precipitados, así como el tamaño de grano mediante el software SigmaScan realizando el conteo y medición de acuerdo con la norma ASTM E112-12.

El equipo utilizado para microscopia de barrido es un microscopio JEOL modelo JSM-7600F operado a 1.5, 5 y 15 kV. Del cual se obtuvieron micrografías a diferentes magnificaciones, obteniendo composición química por mapeos, análisis puntuales y morfología de los precipitados presentes en las aleaciones en las diferentes condiciones de tratamiento.

La evolución de las fases y posibles precipitados durante la fabricación, tratamientos y ensayos mecánicos se realizó con la técnica de difracción de rayos X con un equipo de la marca BRUKER, modelo D8 ADVANCE de configuración brag-brentano equipado con un tubo generado de rayos x con filamento de tungsteno, filtro de Ni, ánodo de cobre y detector rápido LynxEye. La adquisición de datos fue mediante un incremento (2θ) de 0.02° , 0.6 segundo por cada incremento y barrido (2θ) de 30 a 100° , mientras que el equipo opero a 40kV y 40mA.

Las probetas en condición de envejecido fueron las únicas analizadas por medio de microscopia de transmisión, debido a que los precipitados (γ' , γ'') son nanométricos. Se utilizo un microscopio de transmisión marca PHILIPS, modelo EM420. Las muestras fueron preparadas mediante el corte de finas láminas, las cuales se obtuvieron mediante una cortadora metalográfica de la marca Buehler. Las finas laminas se desbastaron con papel abrasivo de carburo de silicio hasta conseguir un espesor de $80\ \mu\text{m}$, posteriormente fueron cortados para obtener unos discos de 3 mm de diámetro los cuales se continuaron desbastando hasta las $30\text{-}40\ \mu\text{m}$ de espesor. Los discos fueron electro pulidos hasta ser perforados mediante una solución de 50 ml de ácido perclórico y 950 ml de metanol, en un equipo electro pulidor TenuPol-5 STRUERS, utilizando un voltaje de 30 V y a una temperatura de $-25\ ^\circ\text{C}$.

3.4 Caracterización mecánica de las aleaciones 1 y 2.

Los Ensayos de dureza se realizaron en condición de colada, laminado (deformación termomecánica) y envejecido. Se realizó con un durómetro Vickers, con un número de 10 indentaciones, carga de 10 kg por lapso de 10 segundos para conocer la dureza global de las

aleaciones en las diferentes condiciones. Los ensayos de impacto fueron realizados en un equipo TINIUS OLSEN, las probetas fueron maquinadas de acuerdo a la norma ASTM E23 (**Figura 3.4**).

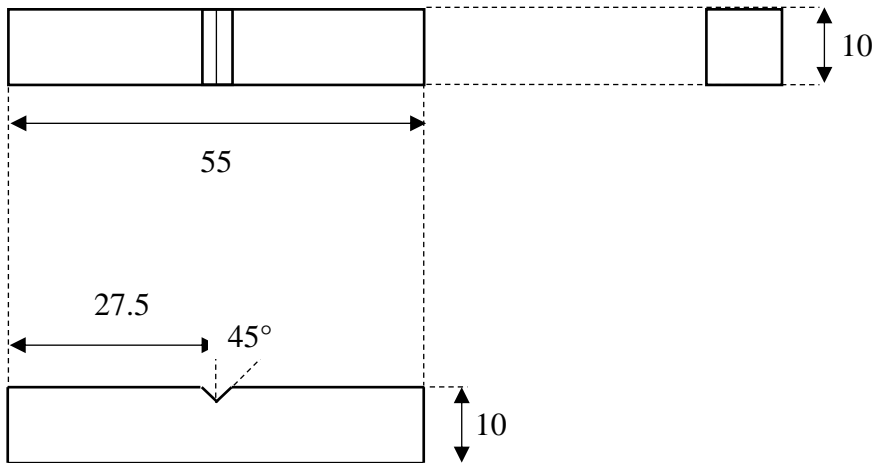


Figura 3.4.- Ciclo térmico completo de envejecido para la precipitación de fases secundarias.

Los ensayos de tensión se realizaron en un equipo ZWICK con capacidad máxima de 100kN, las probetas fueron maquinadas bajo la norma ASTM E8-04 y cumpliendo las capacidades del equipo de tensión (**Figura 3.5**).

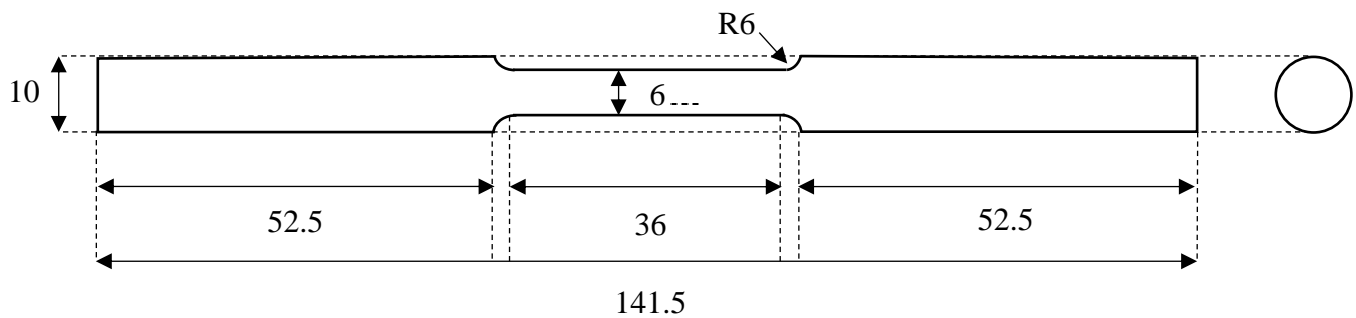


Figura 3.5.- Ciclo térmico completo de envejecido para la precipitación de fases secundarias.

Por último, para los ensayos de creep las probetas maquinadas se hicieron bajo la norma ASTM E139 (**Figura 3.6**), en un equipo marca ATS (**Figura 3.7**), modelo 2330-M y software WINCCS [63].

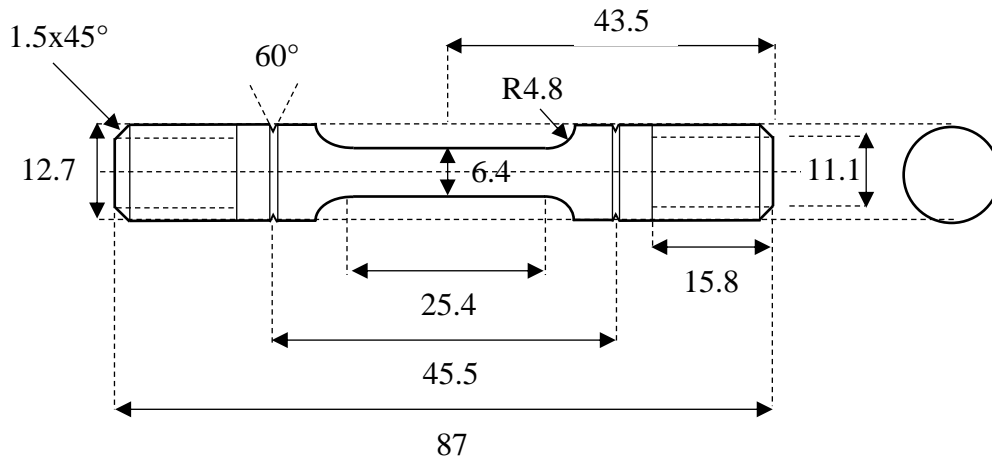
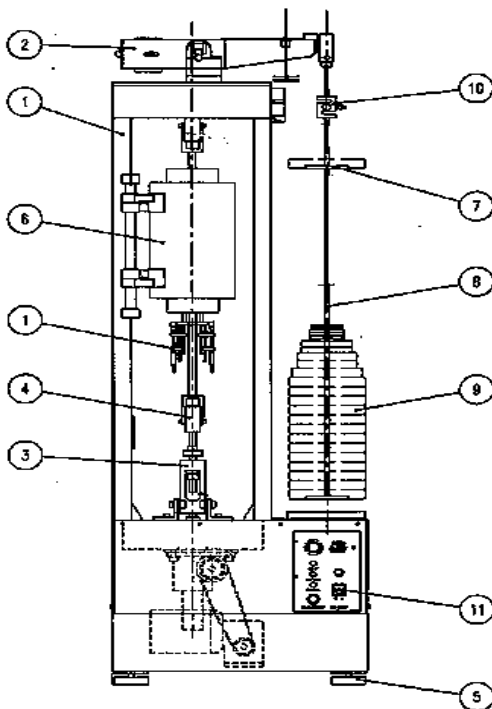


Figura 3.6.- Ciclo térmico completo de envejecido para la precipitación de fases secundarias.



No	Elemento
1	Estructura
2	Brazo palanca
3	Cabezal
4	Cople de alineamiento
5	Niveladores
6	Horno
7	Precarga
8	Carga
9	Pesas calibradas
10	Celda de carga
11	Panel principal

Figura 3.7.- Equipo ATS para ensayos de creep [63].

Los ensayos de creep se realizaron a diferentes temperaturas (650 a 700 °C) y diferentes cargas (575 a 650 MPa) para ambas aleaciones. El montaje de las probetas y la prueba se realiza en una secuencia de eventos descritos en el **Anexo 1**[63, 64]:

CAPÍTULO 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1 Caracterización química y microestructural de las aleaciones.

4.1.1 Aleación 1 y 2 en condición de colada.

Se determinó la composición química de una porción que solidificó más rápido del Inconel 718 (aleación 1) e Inconel 718 con adición de tierras raras (aleación 2), los análisis químicos se realizaron por medio de fluorescencia de rayos X (**Tabla 4.1**)

Tabla 4.1.- Composición química de las aleaciones 1 y 2

Aleación	Ni	Fe	Cr	Nb	Mo	Co	Ti	Al	Cu	Si
1	48.2	21	19.7	5.01	3	1.06	0.986	0.517	0.146	0.408
2	48.4	20.9	19.5	5.04	3.11	1.02	1.05	0.517	0.164	0.331

La microestructura de colada de ambas aleaciones es evidentemente de estructura dendrítica, en las cuales se puede observar la matriz, fases bien definidas y carburos (**Figura 4.1**). Las fases observadas son básicamente compuestos de forma alargada y masiva (Laves) y partículas de forma geométrica regular de cubos (carburos).

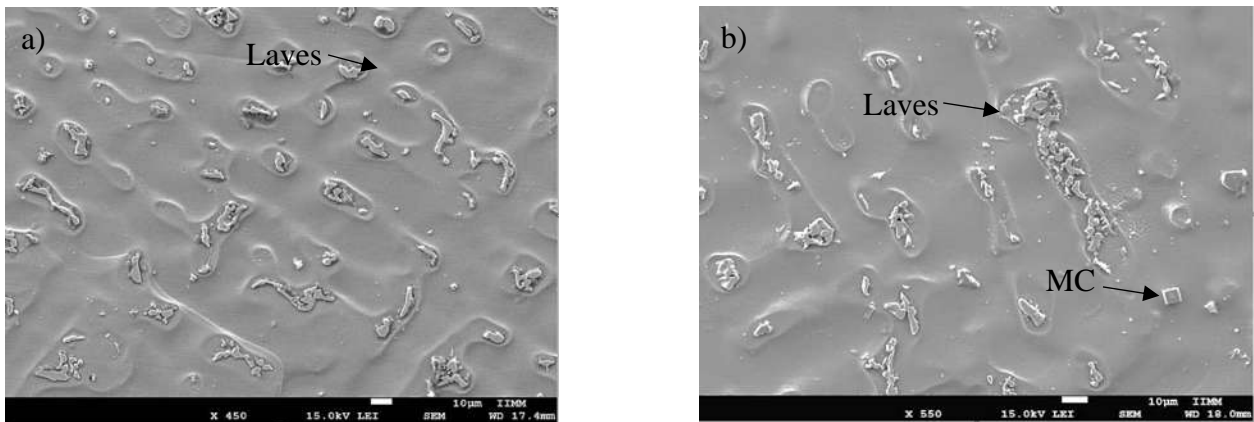


Figura 4.1.- Microestructura de colada a) Aleación 1 b) Aleación 2.

En un estudio desarrollado por Miao y Colaboradores [65] en una aleación Inconel 718 con adiciones de boro y fósforo; se describe la secuencia de solidificación observada por análisis térmico diferencial de la manera siguiente: $L \rightarrow L+MC \rightarrow L+\gamma+MC \rightarrow L+\gamma+MC+Laves \rightarrow \gamma+MC+Laves$. En este caso particular, la estructura final contiene pequeñas cantidades de una fase B de bajo punto de fusión formada por los elementos fósforo y boro adicionados. Antonsson y Fredriksson [66], Wagner H. J. y Hall A. M. [67], Holt R. T. [68], El-Bagoury N. y colaboradores [51], concuerdan con la misma secuencia de solidificación caracterizando los carburos MC e identificándolos como TiC – NbC, los cuales tienen un centro de nucleación conformado por (Ti-Al)N. Se realizó análisis por EDS de la matriz en ambas aleaciones, el porcentaje en peso de elementos presentes es similar en la aleación 1 y 2, estos valores se asemejan también a la composición química nominal de ambas aleaciones.

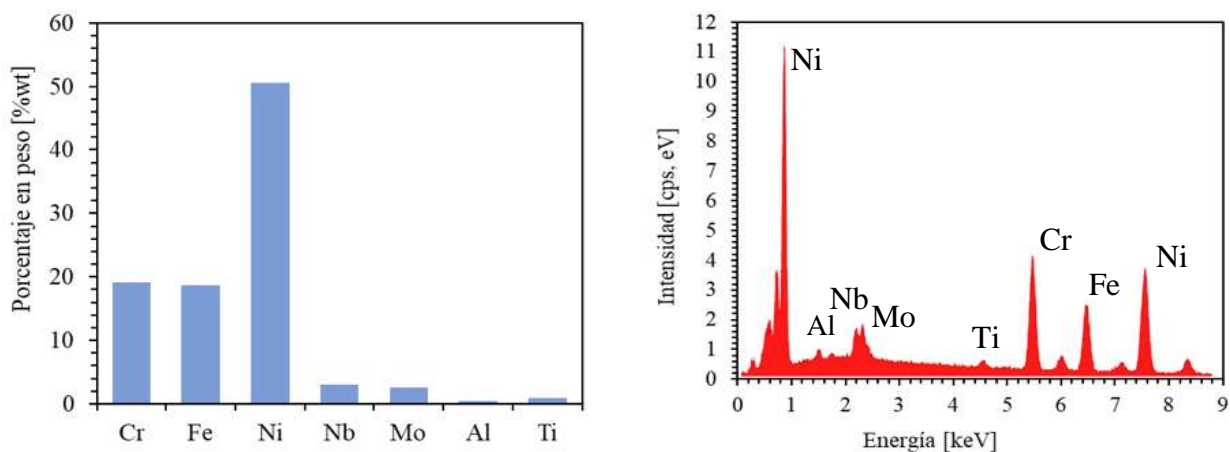


Figura 4.2.- Matriz γ en aleación 1 y 2 a) Porcentaje en peso b) EDS.

Las fases Laves con estequiometría definida Ni_2Nb se forman principalmente a partir del Nb que segrega a región interdendrítica durante el proceso de solidificación. Estas fases descritas en trabajos previos tienen una morfología y composición similar a las encontradas en el presente estudio, análisis por EDS muestra la segregación de varios elementos (Cr, Fe, Nb, Mo) de los cuales el niobio tiene mayor presencia (**Figura 4.3**).

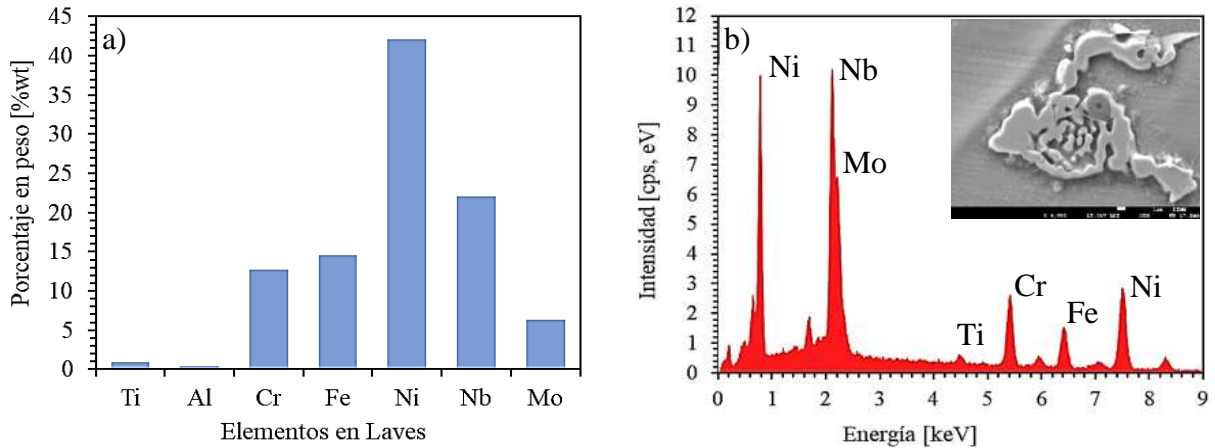


Figura 4.3.- Fases laves en aleación 1 y 2 a) Porcentaje en peso b) EDS.

Las fases Laves se pueden encontrar con una morfología y composición similar en las aleaciones, pero una distribución diferente, la cuantificación realizada por medio del software SigmaScan Pro revela un 16 % menos de presencia de Laves en aleación 2. Sin embargo, aunque las fases laves en condición de colada han sido reportadas [68], son indeseables en las aleaciones debido a su efecto detrimental durante tratamiento termo mecánicos y es necesario tratamientos de solución para reducir o eliminar estas fases [68]. Se observó que los carburos encontrados se encuentran tanto en regiones interdendríticas y dendríticas en ambas aleaciones. Las fases Laves y carburos descritos eran esperados debido a la simulación termodinámica realizada en JMatPro, usando la composición obtenida por fluorescencia de rayos x (**Figura 4.4**).

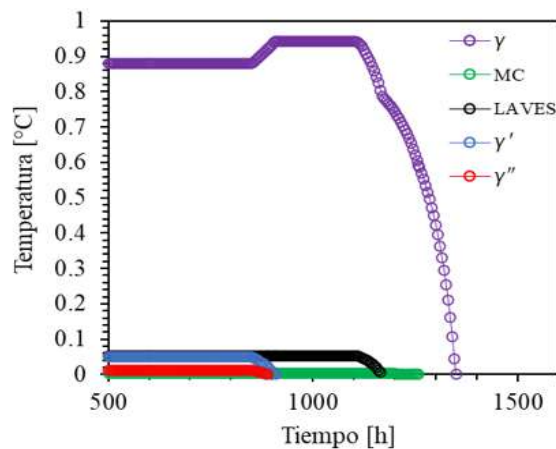


Figura 4.4.- Simulación termodinámica en JMatPro de las aleaciones 1 y 2.

Por último, difracción de rayos X fue llevada a cabo para identificar las fases presentes en las aleaciones, los picos de mayor intensidad revelan la fase matriz (γ) que es una estructura cristalina cubica centrada en las caras, así como los picos de menor intensidad (posición 2θ : 37.6) la presencia de fases laves (**Figura 4.5a**). Las fases laves durante tratamientos termomecánicos muestran efectos detrimentales como la separación de estas fases de la matriz causando sitios de nucleación de grietas (**Figura 4.5b**).

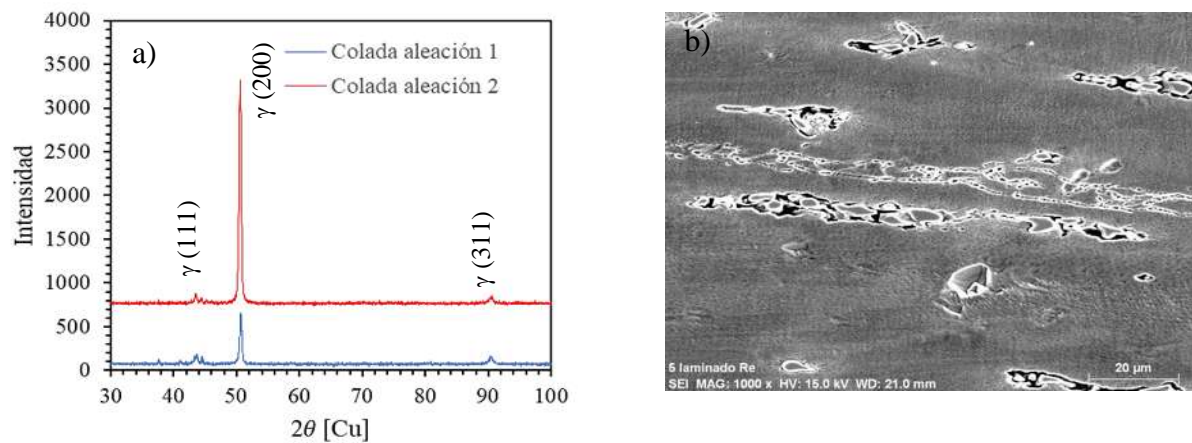


Figura 4.5.- a) DRX de aleación 1 y 2 en condición de colada, b) Fases laves en matriz (γ).

4.1.2 Aleación 1 y 2, tratamiento térmico de solubilizado y termomecánico.

Las aleaciones 1 y 2 fueron sometidas a un tratamiento térmico de solubilizado a una temperatura de 1150°C por tres horas, para eliminar la presencia de fases Laves. Debido al solubilizado es posible un tratamiento termomecánico, el cual no afectara la integridad de las muestras, inhibiendo sitios de iniciación de grietas alrededor de las fases detrimentales laves. Después del tratamiento no existe presencia alguna de fases Laves y no se observa un cambio en la distribución de los carburos y su composición en ambas aleaciones.

La **Figura 4.6a** muestra la aleación sin presencia de laves, la presencia de carburos es evidente y no se espera disolución de los mismos debido a la baja solubilidad del carbono en la matriz de níquel a esta temperatura. La microestructura general tiene una orientación preferencial y elongada en dirección de la deformación termomecánica observada en ambas aleaciones. La **Figura 4.6b**

muestra el efecto del tratamiento termomecánico en la aleación 1 y es una imagen representativa de la condición de las aleaciones.

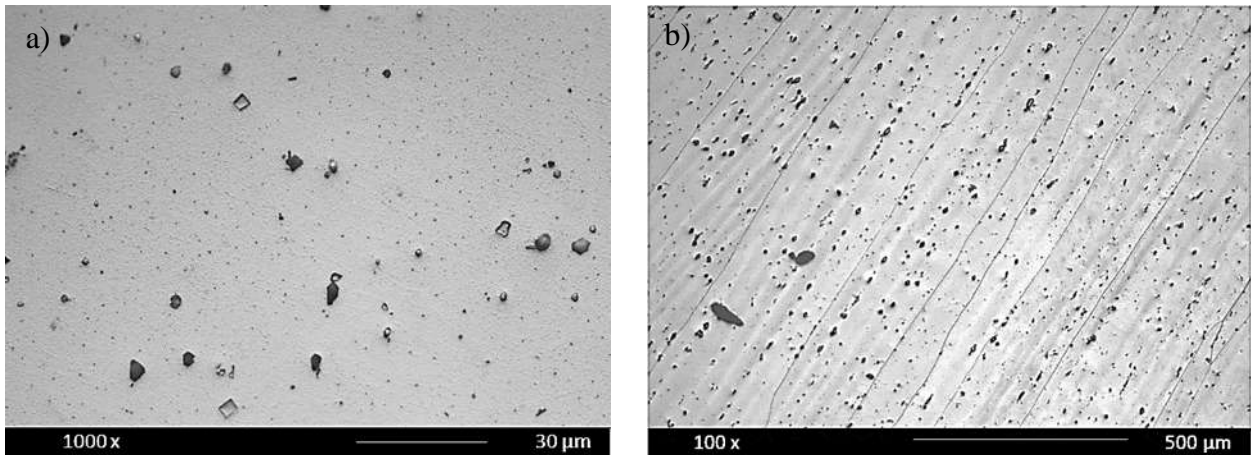


Figura 4.6.- a) Aleación 1 condición de solubilizado, b) Aleación 1 Tratamiento termomecánico.

4.1.2 Aleación 1 y 2, tratamiento térmico de envejecido.

El Inconel 718 es una aleación que endurece por precipitación de fases secundarias y es necesario elementos como el aluminio y el titanio para la formación de γ' , mientras que altos contenidos de Niobio permiten la precipitación de la fase γ'' , así como otros elementos que refuerzan la matriz o forman otros compuestos [3]. La estequiometría de γ'/γ'' en las superaleaciones base níquel usualmente se compone como $\text{Ni}_3\text{Al/Ti}$ y Ni_3Nb , respectivamente. Algunos elementos como el cobalto sustituyen al aluminio o titanio cumpliendo un rol importante en los elementos de adición en el Inconel 718 [3]. Las fases γ'/γ'' son encontradas en la superaleación Inconel 718 cuando es sometida a tratamientos térmicos de envejecido, estas fases tienen el mismo parámetro de red de la matriz γ resultando una matriz coherente entre ellas [69]. Las fases de endurecimiento del Inconel 718 son metaestables, esto quiere decir que los precipitados pueden crecer a determinada temperatura y tiempo e incluso transformarse en otras fases detrimentales (δ , σ , η). El crecimiento de estos precipitados o la transformación de los mismos afectan directamente a las propiedades mecánicas del Inconel 718 [69]. Por lo tanto es importante que el tratamiento de envejecido sea el adecuado para precipitar γ'/γ'' y evitar la precipitación de fases detrimentales [3, 13]. JMatPro es usado para conocer las posibles fases que pueden precipitar en las aleaciones en base a la

composición química con base en cálculos termodinámicos, una vez que la composición es conocida (**Tabla 4.1**) una simulación térmica es llevada a cabo para obtener un diagrama TTT (**Figura 4.7**).

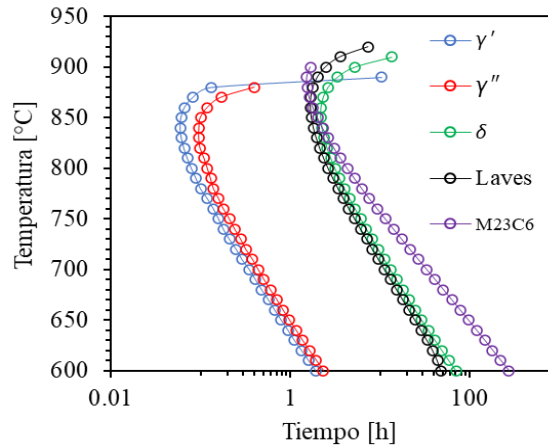


Figura 4.7.- Diagrama TTT obtenido mediante simulación termodinámica en JMatPro.

Antes del tratamiento térmico de envejecido fue necesario un tratamiento de solubilizado para solubilizar algunas fases que pudieron precipitar durante el tratamiento termomecánico, también contribuye a homogenizar los elementos como el titanio, aluminio y niobio en la matriz de las aleaciones. Es importante homogenizar estos elementos para que la precipitación de γ'/γ'' sea más homogénea en las probetas o muestras a analizar. La aleación 1 y 2 fueron sometidas al mismo tratamiento térmico de envejecido descrito en el procedimiento experimental y posterior al tratamiento térmico fueron preparadas para su análisis metalográfico en microscopio óptico. Las micrografías muestran un tamaño de grano más refinado en la aleación 2 versus la aleación 1, debido a la precipitación de varios carburos en límite de grano (**Figura 4.8b**). El tamaño de grano obtenido fue de 155 μm para la aleación 1 y 115 μm para la aleación 2 (**Figura 4.8**). Se puede observar la presencia de maclas en ambas aleaciones las cuales se deben a la deformación termomecánica y el tratamiento térmico aplicado, la literatura indica que existe una diferencia entre estas dos (**Figura 4.8**). La primera es inducida por la deformación plástica y las segundas son inherentes a la deformación plástica y nuclean durante el proceso térmico donde ocurre la recristalización del grano [70].

Se puede observar una microestructura equiaxial en ambas aleaciones, la presencia de diversos carburos es también observada, pero los carburos son más comunes en el límite de grano de la aleación 2, además de los carburos no se pueden observar la presencia masiva de otras fases en las micrografías (**Figura 4.8**). Diversos autores reportan las fases presentes, algunos de ellos describen que la formación de carburos NbC y δ son por el tratamiento termomecánico y el tratamiento de envejecido como el principal promotor de carburos NbC [40]. Es necesario el uso de otras técnicas de análisis para determinar todas las fases presentes y un análisis más extenso para describir y explicar la distribución de carburos presentes.

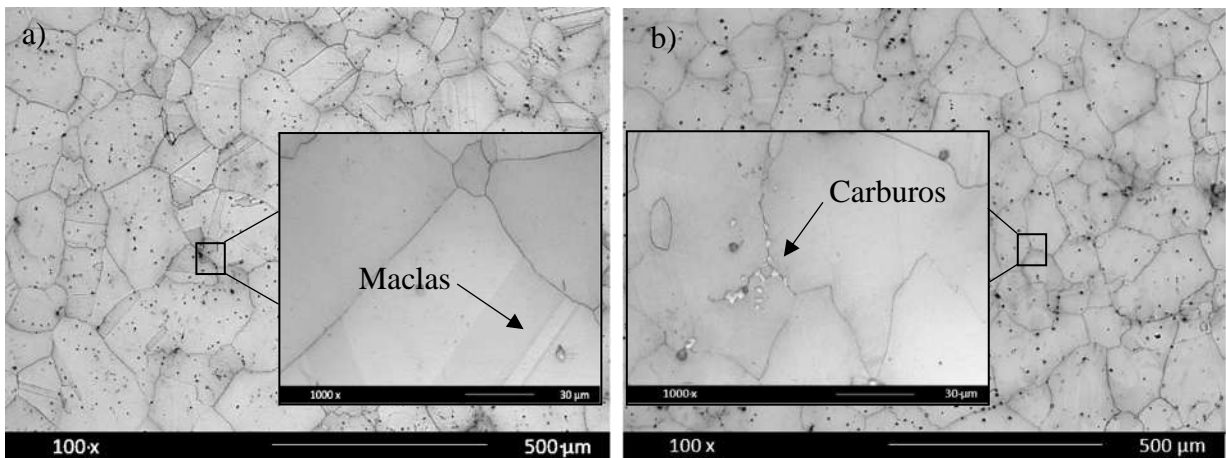


Figura 4.8.- Microscopia óptica a) Aleación 1, b) Aleación 2.

Difracción de rayos X (DRX), Microscopia electrónica de barrido (SEM) y transmisión (TEM) son técnicas importantes para la caracterización de las aleaciones por la naturaleza de ciertas fases como γ'/γ'' o carburos $M_{23}C_6$, fases que solo pueden ser apreciadas con estas técnicas debido al tamaño micro y nanométrico de estas partículas [46]. Las muestras previas en condiciones de envejecido de las aleaciones 1 y 2, fueron analizadas por microscopia de barrido para tener una mejor resolución de la morfología de las fases y carburos presentes. El carburo $M_{23}C_6$ se encontró en el límite de grano (**Figura 4.9**), esto por la difusión del Cromo y el carbono hacia estas zonas [15]. Los carburos se forman durante el servicio de las aleaciones, siendo el tratamiento térmico de envejecido un procedimiento artificial similar [71]. Es importante la localización de estos tipos de carburos en el límite de grano para la resistencia a la ruptura, ya que previenen el deslizamiento del límite de grano [72, 73]. En la **Figura 4.10** se muestran precipitados aciculares

correspondientes a fase delta (δ) la cual es una fase indeseable [40], pero no tiene una presencia masiva en las aleaciones 1 y 2.

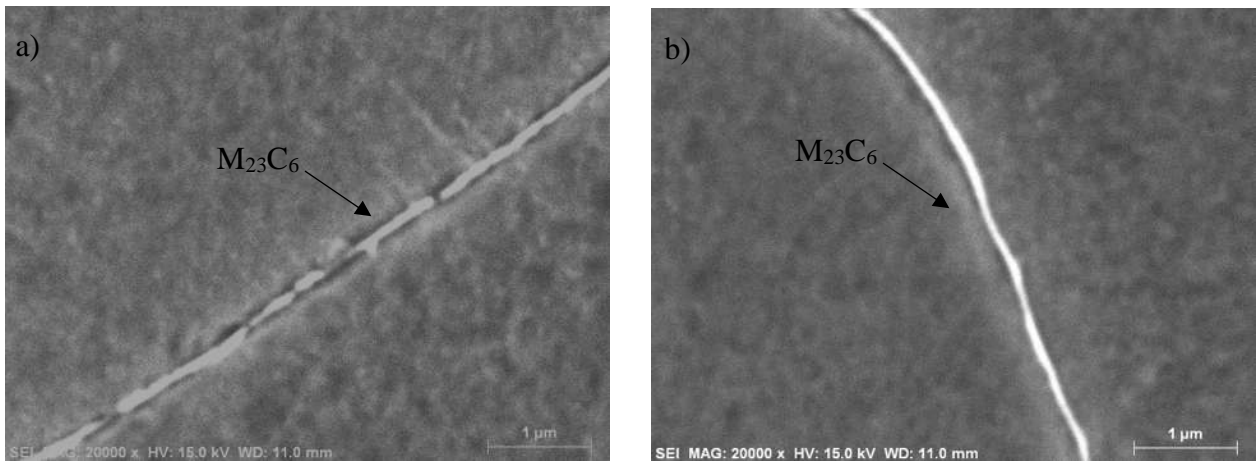


Figura 4.9.- Micrografías SEM, carburo $M_{23}C_6$ en límite de grano a) Aleación 1, b) Aleación 2.

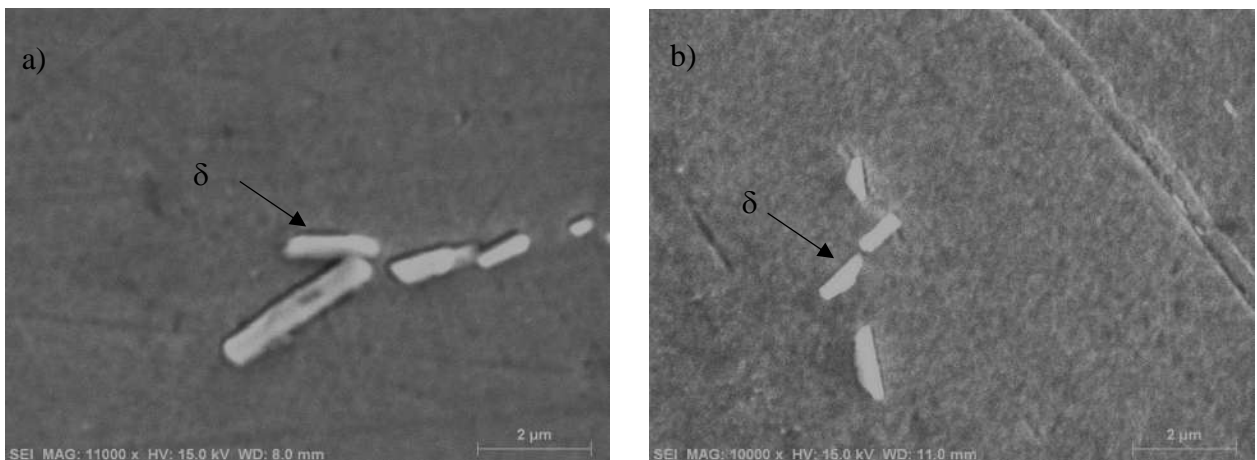


Figura 4.10.- Micrografías SEM, presencia de fase delta a) Aleación 1, b) Aleación 2.

Se realizó análisis puntual por EDS de los carburos $M_{23}C_6$ y de los precipitados de la fase δ , los espectros adquiridos por EDS para los carburos $M_{23}C_6$ son iguales a los encontrados en la literatura [15], así como la composición elemental y debido a su morfología y disposición es evidente que su caracterización es la indicada (**Figura 4.11**). La distribución y tamaño de los carburos es la misma desde condición de colada hasta los tratamientos térmicos finales. Los carburos $M_{23}C_6$ precipitan durante el tratamiento térmico de envejecido o durante el servicio del Inconel 718 y por lo tanto

siempre estarán presentes, la solubilidad de estos carburos es a 1100 °C lo cual ocurre solo en las primeras etapas de fabricación y tratamientos de la aleación. Como ya se describió anteriormente los carburos $M_{23}C_6$ se componen por la contribución del Cromo y el Carbono, encontrándose por lo general en límite de grano e impiden el deslizamiento del límite de grano durante ensayos mecánicos de tensión o creep [15]. Los carburos $M_{23}C_6$ presentan a sus alrededores zonas libres de precipitados (FPZ) lo cual se estudiará en una sección dedicada a los carburos presentes en las aleaciones 1 y 2. La fase δ fue analizada por EDS, teniendo un espectro y composición elemental semejante a diversos autores [40]. La composición y espectros por EDS de los carburos y fase δ son similares para las aleaciones 1 y 2 (**Figura 4.12**).

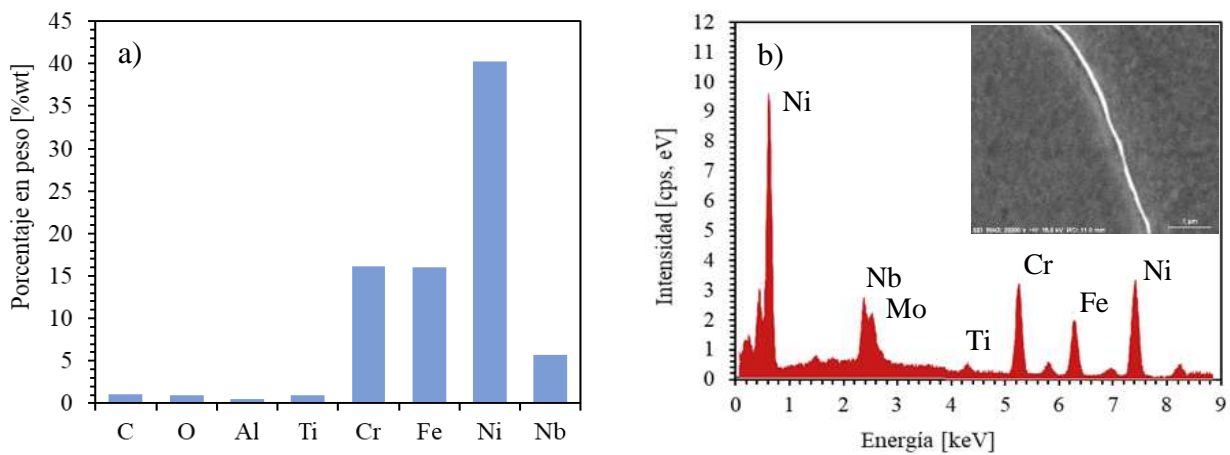


Figura 4.11.- Análisis semicuantitativo por EDS y espectro de EDS del carburo $M_{23}C_6$ a) Aleación 1, b) Aleación 2.

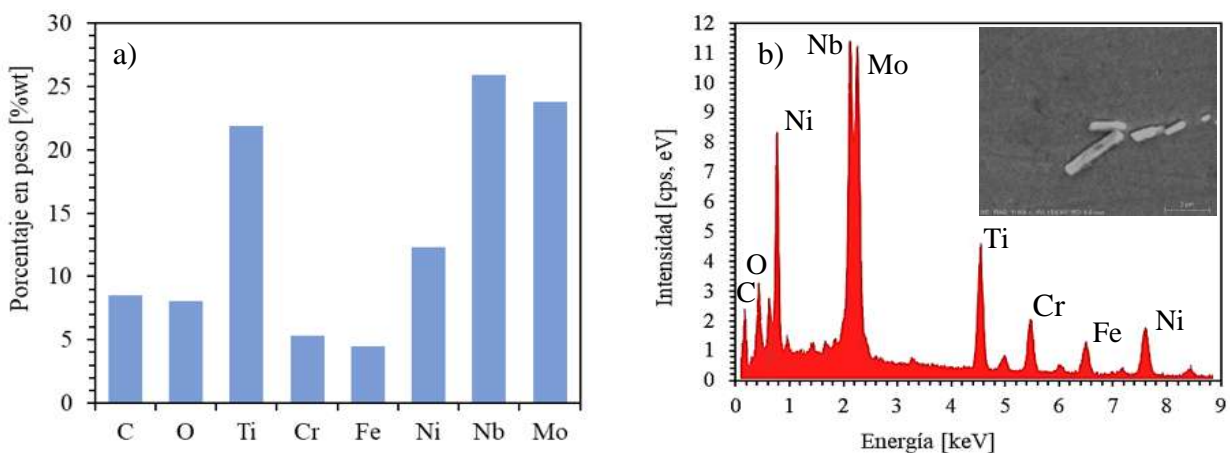


Figura 4.12.- Análisis semicuantitativo por EDS y espectro de EDS de la fase δ a) Aleación 1, b) Aleación 2.

Las aleaciones 1 y 2 se analizaron mediante difracción de rayos x (DRX) para poder determinar cualitativamente la presencia de las fases (**Figura 4.13**). No se encontró presencia de carburos en el análisis por DRX debido a su porcentaje bajo, fases como γ' / γ'' son coherentes a la matriz γ y se traslapan. Las fases laves (posición 2θ : 37.6) encontradas en condición de colada ya no se aprecian en condición de laminado y envejecido. Los DRX de ambas aleaciones son típicos y coherentes con la literatura [74]. No hay diferencias notorias entre ambas aleaciones excepto que los picos en condición de envejecido son ligeramente menos anchos que los picos en condición de laminado, debido a la recrystalización del grano por el tratamiento térmico.

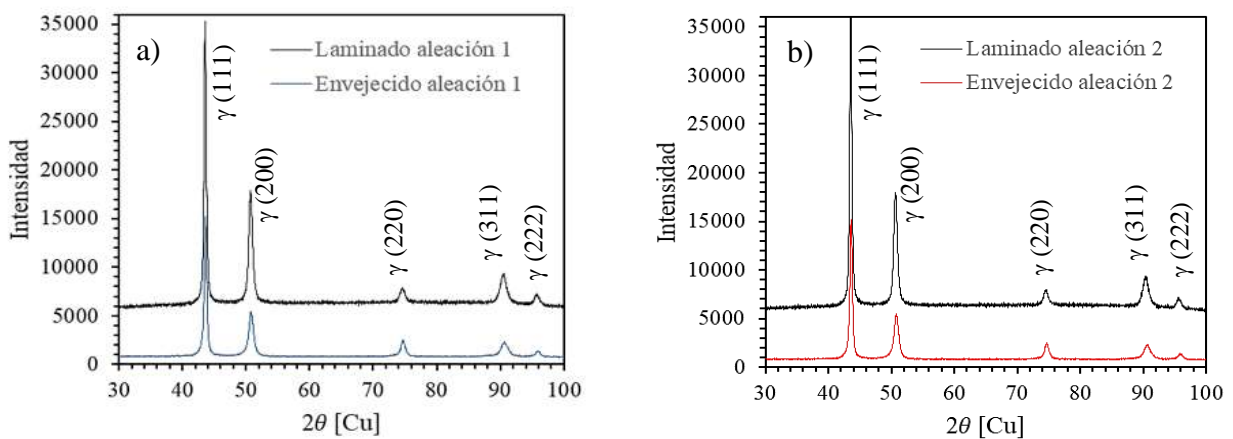


Figura 4.13.- Patrón de DRX en condición de laminado y envejecido a) Aleación 1, b) Aleación 2.

La metalurgia física de fundición, deformación termomecánica, así como los tratamientos térmicos llevados a cabo en el Inconel 718 son discutidos en términos de la importancia que tiene el Al, Ti y Nb. La adición del Nb se hace notar desde la solidificación del material, sus átomos de gran tamaño junto a los de titanio y molibdeno segregan en las regiones interdendríticas formando fases Laves como se ha mencionado anteriormente. La solución de estos elementos (niobio, titanio y aluminio) en la matriz para una posterior precipitación durante el envejecido da paso a la formación de γ' / γ'' que aportan las mejores propiedades al Inconel [75].

La precipitación de γ' / γ'' se pudo observar en las aleaciones 1 y 2 en condición de envejecido mediante diferentes técnicas (SEM y TEM). Las micrografías obtenidas por SEM revelan la

precipitación de fases de tamaño nanométrico, morfología esférica y de disco, que en la literatura identifican como γ' y γ'' [45], respectivamente (**Figura 4.14**).

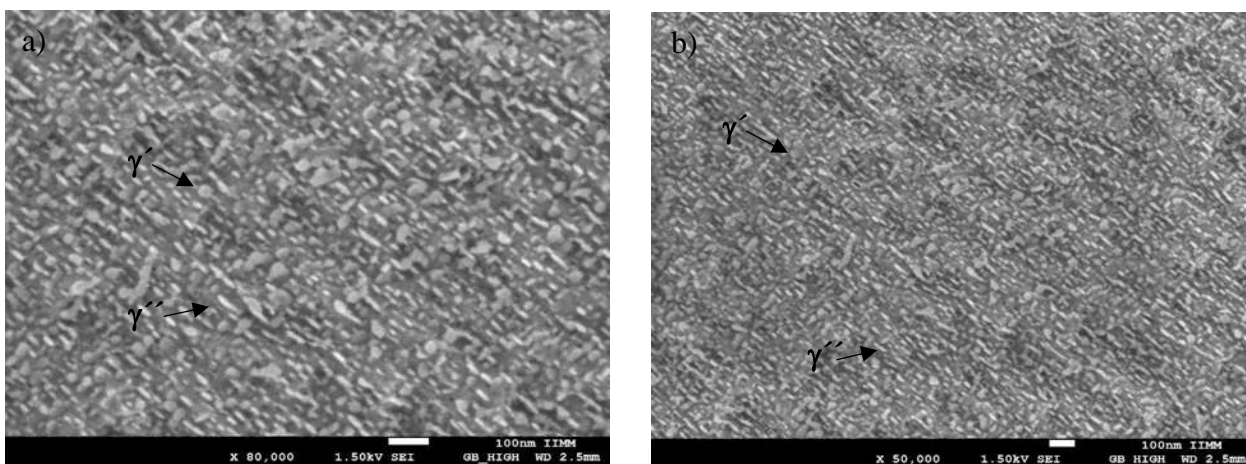


Figura 4.14.- Micrografías SEM, precipitación de las fases γ' / γ'' a) Aleación 1, b) Aleación 2.

Diversas micrografías TEM (campo oscuro) e imágenes por HRTEM (Microscopía electrónica de transmisión de alta resolución), se usaron para analizar las aleaciones en condición de envejecido. Las micrografías de campo oscuro obtenidas muestran las fases γ' / γ'' de las aleaciones (**Figura 4.15**), estas fases presentan la misma morfología encontrada en las micrografías por TEM (esférica y disco).

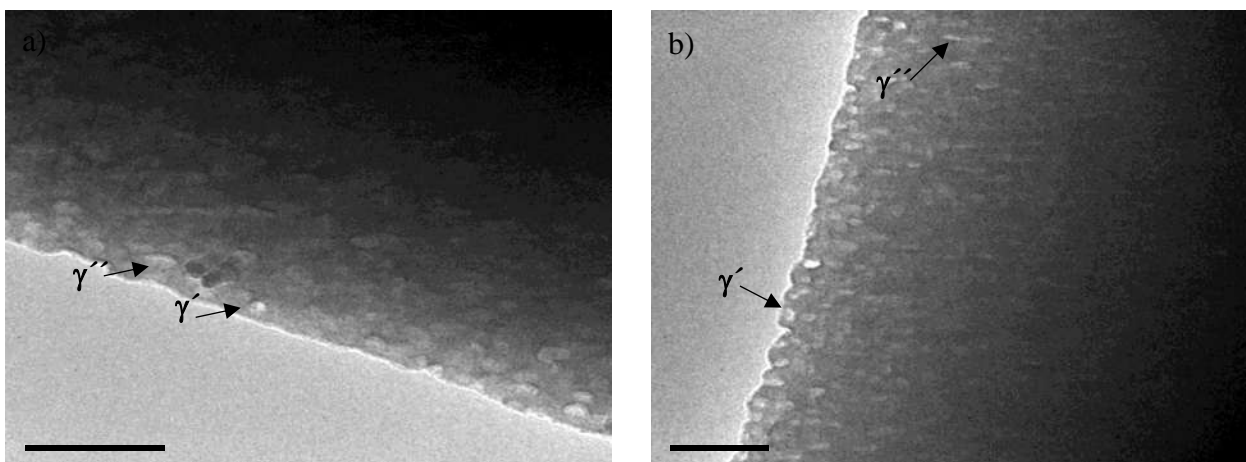


Figura 4.15.- Micrografías TEM de campo oscuro, fases γ' / γ'' a) Aleación 1, b) Aleación 2.

Una de las imágenes obtenidas se procesó mediante el software Digital Micrograph (**Figura 4.16a**), las imágenes FFT (transformada rápida de Fourier) y IFFT (transformada rápida de Fourier inversa) obtenidas de las imágenes por HRTEM (**Figura 4.16b,c,d**) muestran el espaciamiento interplanar de la matriz (2.07 \AA) y algunos otros precipitados como γ'' (3.24 \AA) reportado por diferentes autores [76, 77]. Por lo tanto, la morfología y el espaciamiento interplanar de γ'' asegura la correcta identificación de la fase en las aleaciones. Por otro lado γ' no puede ser identificada por el espaciamiento interplanar debido a que es similar a la matriz, pero su morfología está plenamente reportada [45, 77].

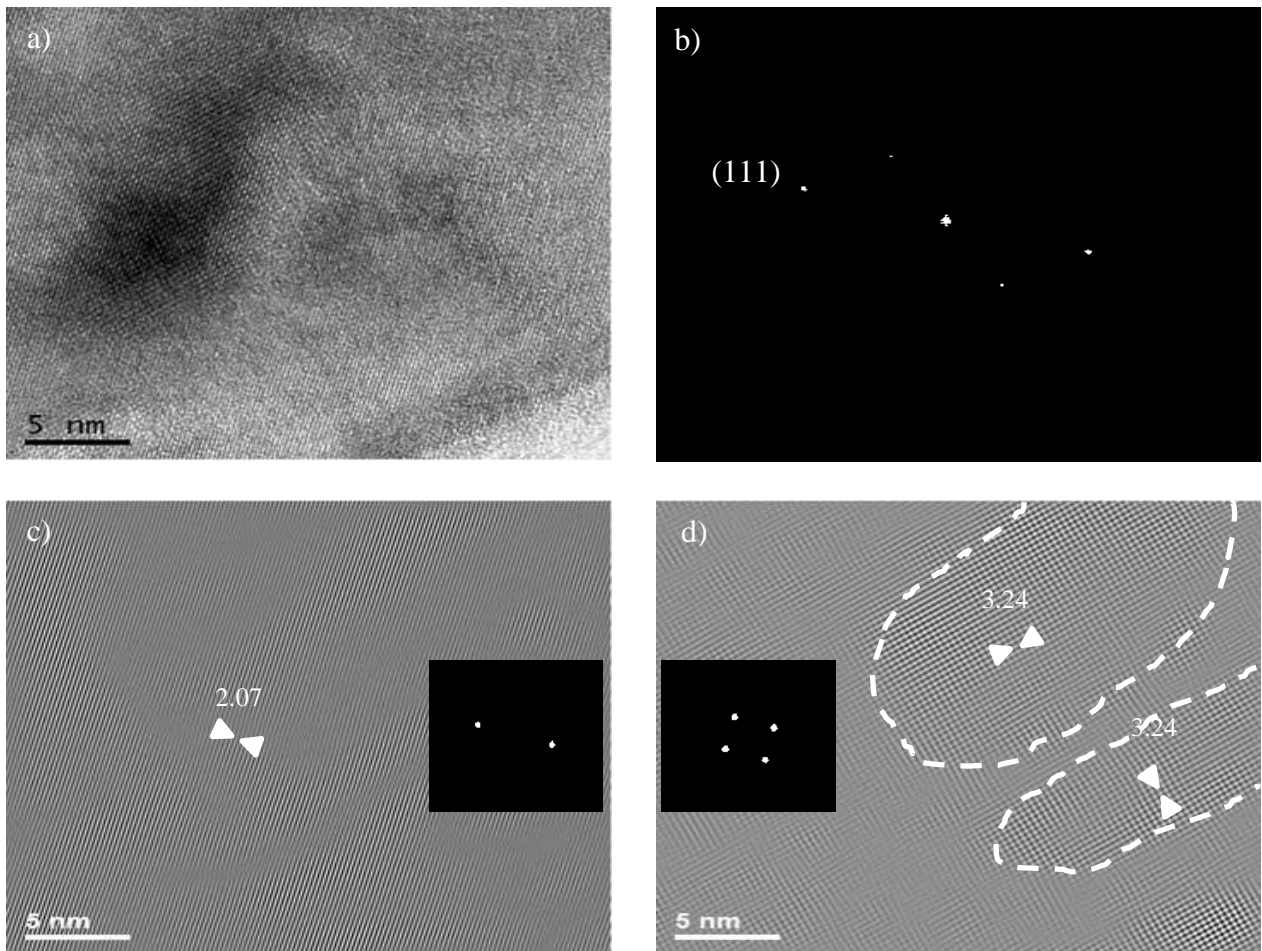


Figura 4.16.- a) Imagen HRTEM, b) Imagen FFT, c) Imagen IFFT γ , d) Imagen IFFT γ'' .

Las propiedades mecánicas dependen de la precipitación de γ'/γ'' en la matriz γ , en el Inconel 718 la fase γ'' precipita a temperaturas alrededor de 720 °C debido a la combinación del níquel y niobio, siendo el hierro el catalizador para la formación de una estructura tetragonal centrada en el cuerpo (BCT). Una vez que γ'' es precipitada en la primera etapa, γ' precipita entre la fase γ'' debido al decremento del contenido del niobio que favorece su precipitación. La aleación por sus contenidos de Al y Ti conduce a la formación de γ' con estructura cubica centrada en las caras (FCC), la formación de γ' ocurre alrededor de los 620°C.

Durante el servicio, los precipitados de γ' tienden a crecer hasta que se encuentran unos a otros y obteniendo una forma cuboide. Por otra parte, los precipitados γ'' transforman en una fase detrimental δ que crece a partir del niobio de γ'' [47].

4.1.3 Zona libre de precipitados (FPZ, γ'/γ'') en las aleaciones 1 y 2.

Se observó una vasta cantidad de precipitados de las fases γ'/γ'' , pero existen zonas como la periferia de los carburos MC y $M_{23}C_6$ en el límite de grano la ausencia de estas fases llamada zona libre de precipitados (FPZ). La FPZ ausente de γ'/γ'' , es descrita en la literatura y clasificada por dos tipos. El primer tipo no exhibe la presencia de γ'/γ'' y la segunda es la disminución de alguna de las dos fases [17].

En las micrografías observadas de las aleaciones 1 y 2 se puede observar el primer tipo de FPZ (**Figura 4.17 y 4.18**), ya que la disminución es homogénea y no se observa una disminución marcada de alguna de las fases. La FPZ de tipo 2 se dan en tratamientos de envejecido prolongado, γ'/γ'' son fases metaestables que tienden a descomponerse en fases más estables como la fase δ en el límite de grano, en los cuales el crecimiento de fase δ y carburos promovida por la degradación y/o descomposición de γ'/γ'' . Esta degradación pone a disposición de la fase δ y de los carburos elementos como el Nb, Al y Ti provocando ausencia de γ'/γ'' [78].

Los estudios no muestran mucha evidencia de FPZ en carburos primarios, usualmente se reportan estas zonas en límite de grano y en áreas donde fases como η o δ están presentes donde el aluminio o niobio son parte de su composición [79]. Por otra parte, la aleación 1 y 2 si exhibe zonas libres

de precipitados alrededor de los carburos MC. La distancia promedio de FPZ es de 55 ± 5 nm, en ambas aleaciones, esta distancia es coherente con diversos autores donde los tratamientos térmicos de envejecido fueron aplicados [17]. Es bien sabido que a mayores temperaturas y tiempos de exposición durante los tratamientos térmicos de envejecido las zonas libres de precipitados será mayor [17]. Por lo anterior se puede concluir que las tierras raras no tienen un efecto directo en las zonas libres de precipitados, posiblemente la presencia de carburos de mayor tamaño en la aleación provoque una periferia mayor donde las zonas libres de precipitados puedan encontrarse. Estas zonas libres de precipitados provocan que el movimiento de dislocaciones se realice con mayor facilidad debido a que las fases γ'/γ'' no obstaculizan su movimiento.

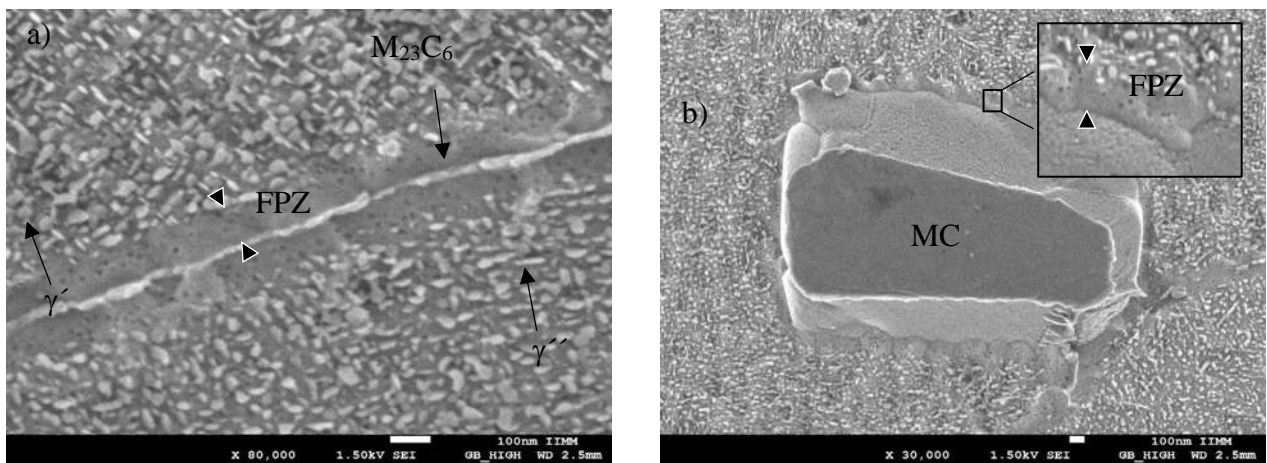


Figura 4.17.- Micrografía SEM aleación 1 zonas FPZ a) En límite de grano b) En carburo.

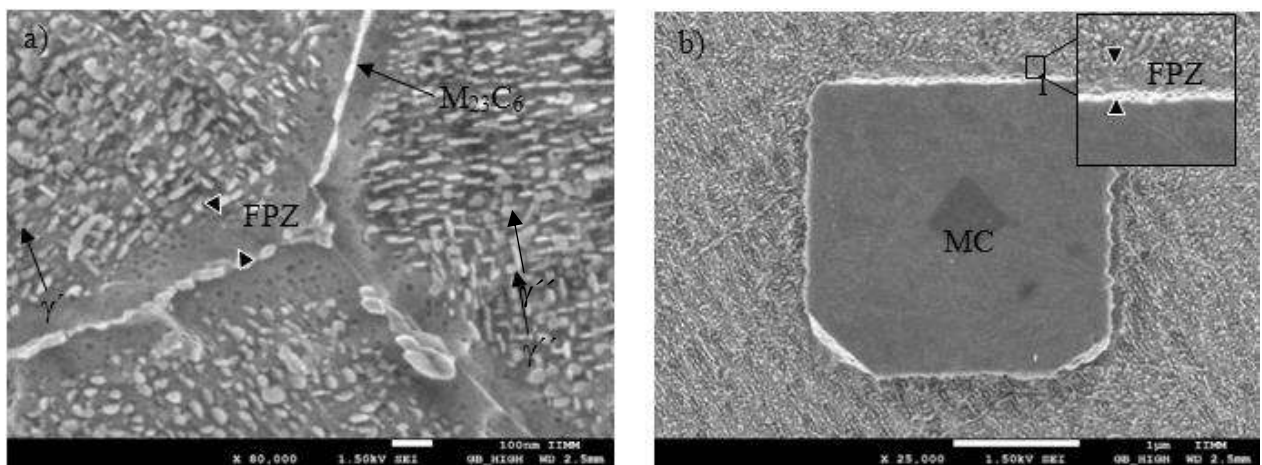


Figura 4.18.- Micrografía SEM aleación 2 zonas FPZ a) En límite de grano b) En carburo.

4.1.4 Caracterización de carburos MC en las aleaciones 1 y 2.

Los carburos MC son generalmente estables en tamaño y forma, no cambian si un tratamiento térmico de solubilizado o envejecido convencional es aplicado, en el Inconel 718 y por lo tanto en las aleaciones estudiadas los carburos se pueden encontrar dentro del grano y en el límite de grano [21]. La mayoría del carbono contenido en las aleaciones Inconel 718 es encontrado en los carburos MC, que son esencialmente del tipo (Nb, Ti) C. La distribución y tamaño de los carburos es la misma desde condición de colada hasta los tratamientos térmicos finales. Los carburos $M_{23}C_6$ precipitan durante el tratamiento térmico de envejecido o durante el servicio del Inconel 718 y por lo tanto siempre estarán presentes, la solución de estos carburos es a 1100 °C lo cual ocurre solo en las primeras etapas de fabricación y tratamientos de la aleación. Como ya se describió anteriormente los carburos $M_{23}C_6$ se componen por la contribución del Cr y C, encontrándose por lo general en límite de grano e impiden el deslizamiento del límite de grano durante ensayos mecánicos de tensión o creep [15]. El Nb, Ti y Al son importantes durante la solidificación del material no solo por la formación de fases detrimentales como Laves, formación de γ'/γ'' en el envejecido, sino también por la precipitación de los carburos MC que están presentes desde la solidificación y que no son afectados por los tratamientos térmicos posteriores [16, 17]. El origen de los carburos es un proceso complejo e interesante, en el cual el nitrógeno y oxígeno juegan un papel importante [80]. El nitrógeno reacciona con el titanio formando nitruros TiN y el oxígeno puede reaccionar con diversos elementos formando compuestos de óxidos [16]. En el Inconel 718 los nitruros y compuestos de óxidos actúan como centros de nucleación para la formación de carburos MC, lo cual diversos autores se refieren a estos como carbonitruros de titanio o niobio, dependiendo cuál de estos dos elementos se encuentra en un mayor porcentaje [17]. Generalmente en la aleación 1 y 2 encontramos estos nitruros o compuestos de óxidos en el centro de carburos, pero se logró identificar algunos compuestos de óxidos aislados los cuales se encuentran en la matriz desde las primeras etapas de solidificación, debido a su alto punto de fusión en la aleación 2 (**Figura 4.19**). Los nitruros promueven la precipitación de carburos a altas temperaturas durante la solidificación, estos nitruros usualmente nuclean a partir de óxidos pre existentes [16, 81]. El nitrógeno responsable de la nucleación de los carburos en las aleaciones Inconel 718 no es parte de la composición nominal, pero está presente debido a las impurezas que se obtienen durante la fabricación de la materia prima, contaminación durante la fusión y fundición del material [15].

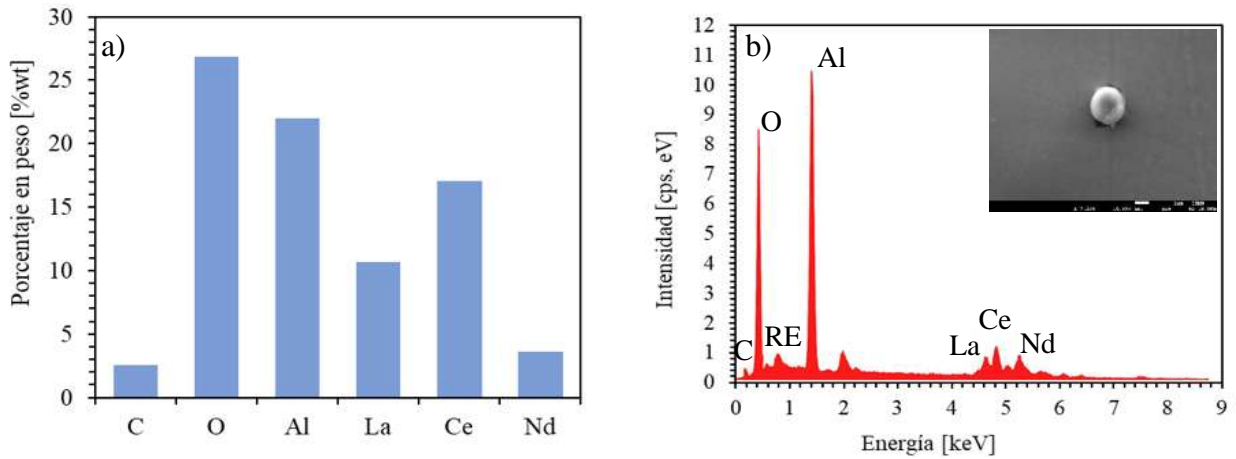


Figura 4.19.- a) Composición de óxido de aluminio y tierras raras, b) EDS aleación 2.

Por lo tanto, diversos carburos fueron analizados en microscopia de barrido para entender el mecanismo de formación presentes en la aleación 1 y 2. En la aleación 1 el análisis de composición elemental y EDS muestran que la formación de algunos carburos se debe a que nuclearon a partir de nitruros, es notoria la diferencia del centro a la periferia del carburo, mostrando altos contenidos de nitrógeno, titanio y aluminio (**Figura 4.20**). Mientras que el análisis por composición elemental y EDS en la aleación 2 (**Figura 4.21**), muestra la formación de carburos a partir de óxidos compuestos de aluminio y tierras raras (LaO, CeO).

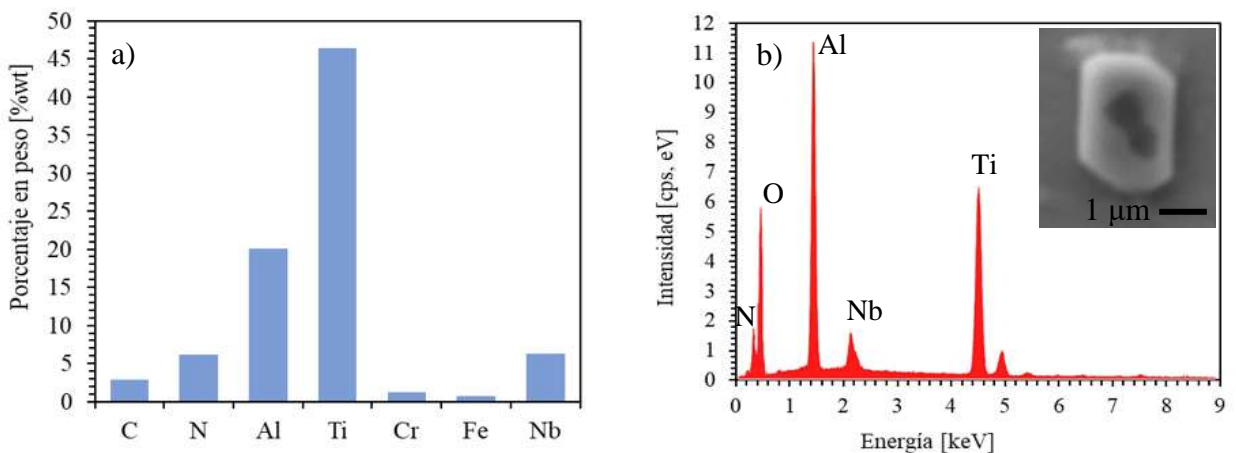


Figura 4.20.- Carburo Aleación 1 a) Composición del centro, b) EDS del centro.

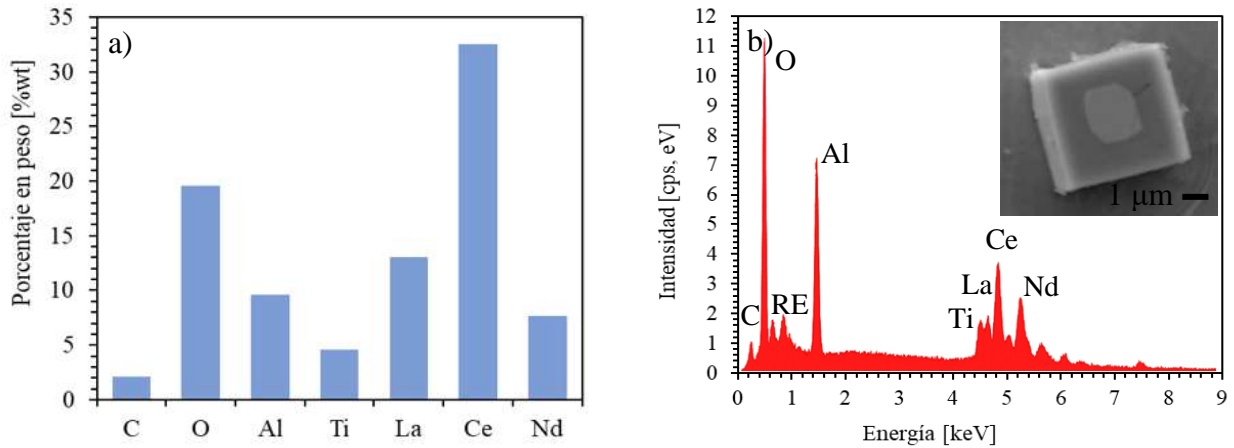


Figura 4.21.- Carburo Aleación 2 a) Composición del centro, b) EDS del centro.

El análisis de la composición química de los carburos fue exhaustivo, como se mencionó anteriormente muchos autores clasifican a los carburos MC como NbC o TiC dependiendo del mayor porcentaje contenido de Niobio o Titanio (**Figura 4.22 y 4.23**).

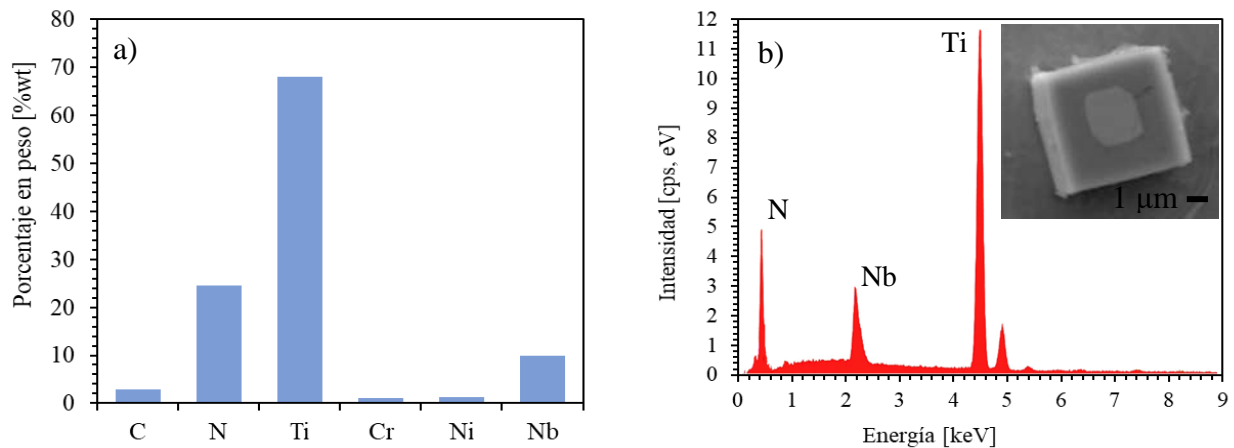


Figura 4.22.- Carburo TiC 2 a) Composición de la periferia, b) EDS de la periferia.

En ambas aleaciones la mayor cantidad de carburos eran de tipo TiC, pero fue posible identificar la presencia de carburos NbC, mediante su composición química y morfología. La morfología poligonal facetada de los carburos TiC es evidente, mientras que los carburos NbC, aunque presentan ciertas similitudes son más irregulares. Algunos carburos NbC incluso asemejan más a

formas esféricas, aunque esto se pudo observar en muy pocas ocasiones. La dificultad de analizar todos los carburos presentes limita la cuantificación exacta de morfología y composición presente en las aleaciones, pero la mayoría de análisis realizados a carburos facetados corresponde a carburos TiC. Visualmente la mayoría de micrografías de microscopía óptica y de barrido muestran que los carburos TiC son predominantes en ambas aleaciones. Los carburos TiC en su mayoría tienen un centro de nucleación, mientras que la mayoría de carburos NbC no lo presentan.

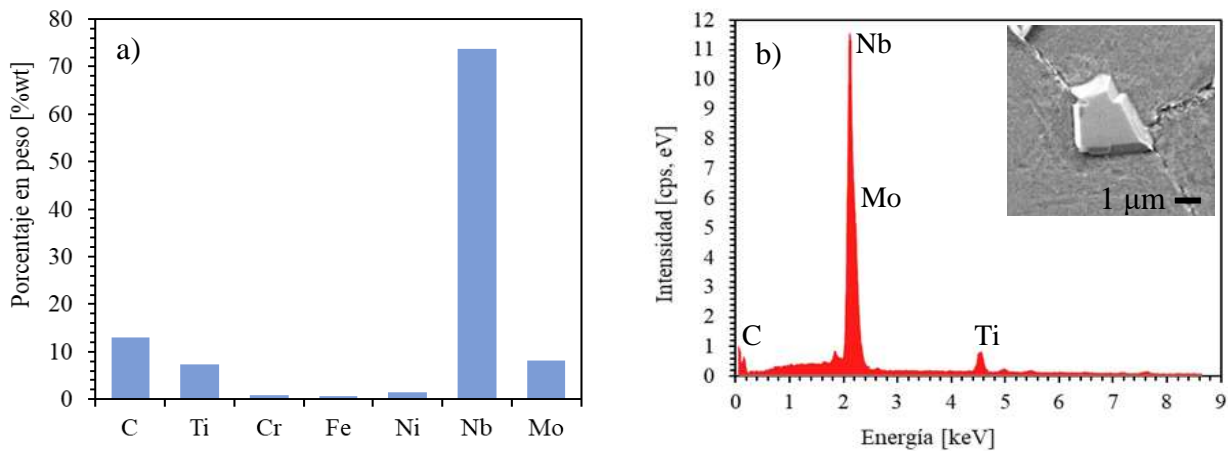


Figura 4.23.- Carburo NbC 2 a) Composición de la periferia, b) EDS de la periferia.

Se realizó la cuantificación y medición de carburos MC a partir de micrografías obtenidas por microscopía óptica. El área total analizada fue de 4 mm² para ambas aleaciones, en condición de pulido y SigmaScan Pro fue utilizado para obtener el diámetro de los carburos. Los valores obtenidos se muestran en la **Tabla 4.2**, donde el número de carburos es similar entre las 2 aleaciones, el área total por otra parte es mucho mayor en la aleación 2.

En la **Figura 4.24** se puede observar el porcentaje de partículas presentes en las aleaciones con un diámetro o tamaño determinado, Existe un mayor porcentaje de carburos con tamaños de partícula de 0-4 μm en la aleación 1, mientras que tamaños de partícula de 4-8 μm es común en la aleación 2. Como se mencionó anteriormente los óxidos actúan como sitios de nucleación de nitruros que dan paso al crecimiento de carbonitruros, esta precipitación comienza en rangos de temperaturas arriba del eutéctico donde, aunque la solidificación completa no se ha dado existe la presencia de nitruros y óxidos debido a su alto punto de fusión. Lo anterior deriva en carburos de mayor tamaño presentes en la aleación 2, donde existe una mayor presencia de óxidos por la adición de tierras raras.

Tabla 4.2.- Cuantificación y área de los carburos MC en la aleación 1 y 2.

Parámetros	Aleación	
	1	2
Número de carburos	1483	1340
Área promedio por carburo, μm^2	5.19	12.04
Área total, μm^2	7698.35	16139.15

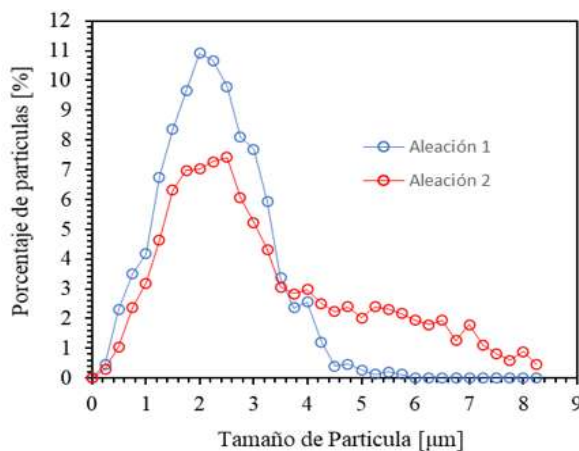


Figura 4.24.- Distribución de tamaño de partículas MC en aleaciones 1 y 2.

4.2 Caracterización mecánica de las aleaciones.

4.2.1 Ensayos de dureza en las aleaciones 1 y 2.

Se realizó en ensayos de dureza en condición de colada, laminado y envejecido de las aleaciones 1 y 2 (**Figura 4.25**). La condición de laminado reportó la menor dureza presente en el material debido a que no se realizó un tratamiento térmico posterior para la recristalización de la microestructura y el tratamiento térmico de solubilizado previo eliminó la presencia de fases laves.

El tratamiento térmico de solubilizado puso en solución los diversos elementos en la matriz, las fases laves han sido estudiadas y algunos autores [82] mencionan que su dureza es superior a la matriz en un Inconel 718, es por esto que en condición de colada se observa una mayor dureza a comparación del material en condición de laminado. Con el tratamiento térmico de envejecido se

pudo observar la mayor dureza en las aleaciones, debido a la recrystalización y precipitación de las fases γ'/γ'' (**Figura 4.14**). En cuanto las diferencias en la aleación 1 y 2 en condición de colada se puede atribuir la presencia de carburos masivos que confieren mayor resistencia al material. Por último, En condición de envejecido la aleación 2 exhibe una mayor dureza que la aleación 1, debido al tamaño de grano más pequeño (**Figura 4.8**) y se presume que la adición de tierras raras distorsionan el parámetro de red ayudando a mejorar la dureza del material [61].

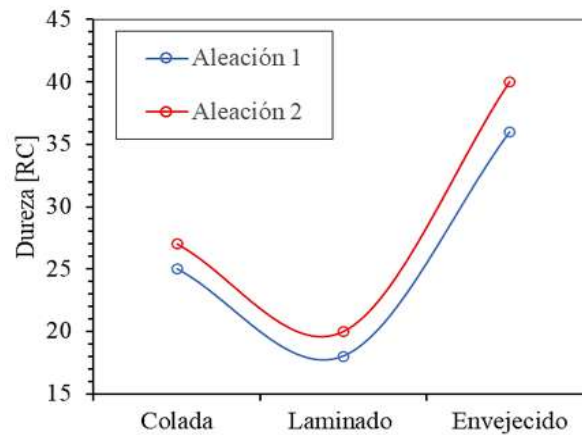


Figura 4.25.- Dureza Rockwell C, condición de colada, laminado y envejecido.

4.2.2 Ensayos de tensión e impacto en las aleaciones 1 y 2.

Se llevaron a cabo pruebas de impacto Charpy para ambas aleaciones a temperatura ambiente y en condición de envejecido. Los resultados muestran un promedio de 30 Joules en las pruebas de impacto, mostrando un comportamiento frágil debido al tratamiento térmico de envejecido aplicado a las muestras. Las propiedades mecánicas de tensión e impacto se muestran en la **Tabla 4.3**. Se puede ver en la tabla, que la resistencia a la tensión y el esfuerzo de fluencia es mayor en la aleación 2, lo cual muestra congruencia con los resultados de dureza debido al refinamiento del grano explicado anteriormente. El tamaño de grano más pequeño observado en la aleación 2 posee una mayor fracción de límite de grano que limita el movimiento de dislocaciones en el material y mejora la resistencia a la tensión [83].

Tabla 4.3.- Propiedades mecánicas a temperatura ambiente de ambas aleaciones.

Aleación	YS, MPa	UTS, MPA	Deformación, %	Impacto, J	E, GPa
1	1080	1190	3.2	30	204
2	1090	1198	3.2	30	207

De las curvas esfuerzo deformación de la **Figura 4.26** y **Figura 4.27**, se determinó el límite elástico, resistencia a la tensión, deformación y modulo elástico. Algunos autores usan un ajuste de curva de la zona plástica mediante una ley de potencia [84-86]:

$$\sigma(\varepsilon_{res}) = K\varepsilon_p^n \text{ MPa} \quad 4.1$$

Donde n es el coeficiente de endurecimiento por deformación plástica y K es la Resistencia plástica. Los valores correspondientes a K y n son 1643 y 0.0802 respectivamente para la aleación 1 y 1619 y 0.0762 respectivamente para la aleación 2. Estos parámetros tienen un comportamiento similar para ambas aleaciones, y también valores similares a los que obtuvo Pei y colaboradores [84]. El ajuste de la curva esfuerzo deformación con los valores K y n sería:

$$\sigma(\varepsilon_{res}) = 1643\varepsilon_p^{0.0802} \text{ MPa, Aleación 1}$$

$$\sigma(\varepsilon_{res}) = 1619\varepsilon_p^{0.0762} \text{ MPa, Aleación 2}$$

La relación Hall-Petch se obtuvo para ambas aleaciones, 1080 MPa correspondientes a un tamaño de grano de 115 μm para la aleación 1, mientras que 1090 MPa para un tamaño de grano más fino para la aleación 2 **Figura 4.28**. Las propiedades mecánicas se relacionan básicamente al tamaño de grano, donde el refinamiento se debe a la adición de tierras raras. Las aleaciones presentan grietas y poros sobre la superficie fracturada **Figura 4.29**.

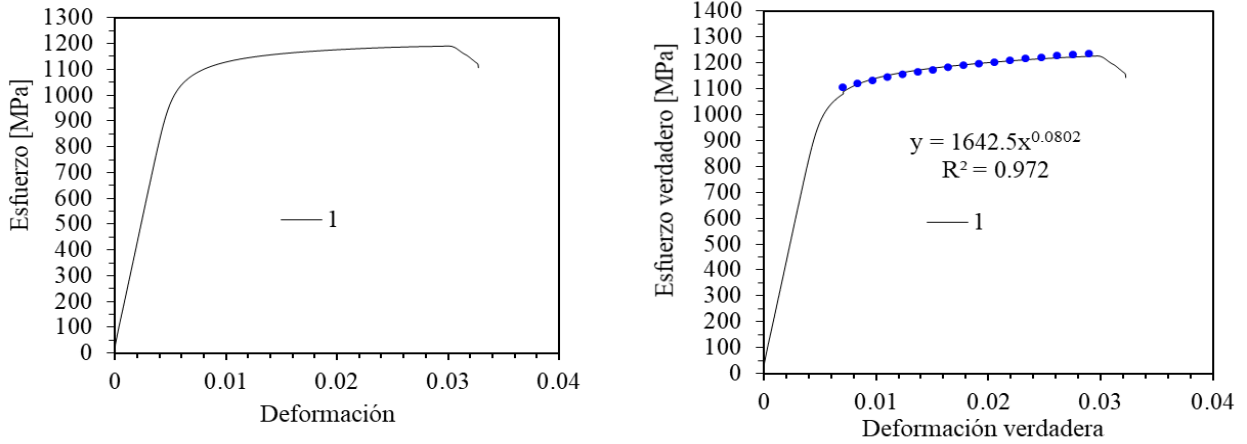


Figura 4.26.- Dureza Rockwell C, condición de colada, laminado y envejecido.

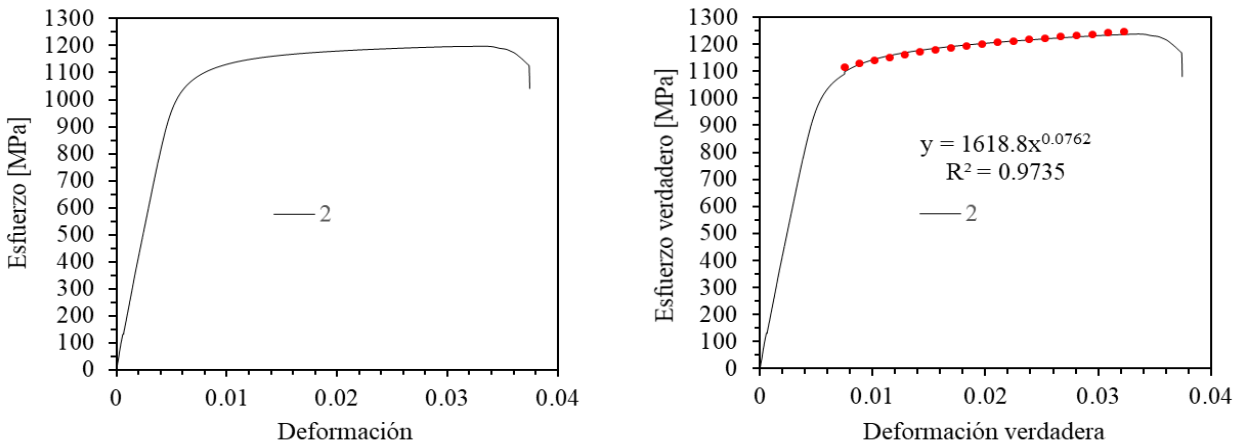


Figura 4.27.- Dureza Rockwell C, condición de colada, laminado y envejecido.

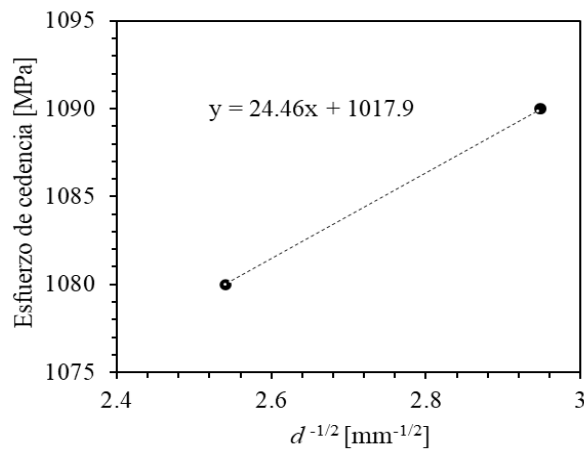


Figura 4.28.- Dureza Rockwell C, condición de colada, laminado y envejecido.

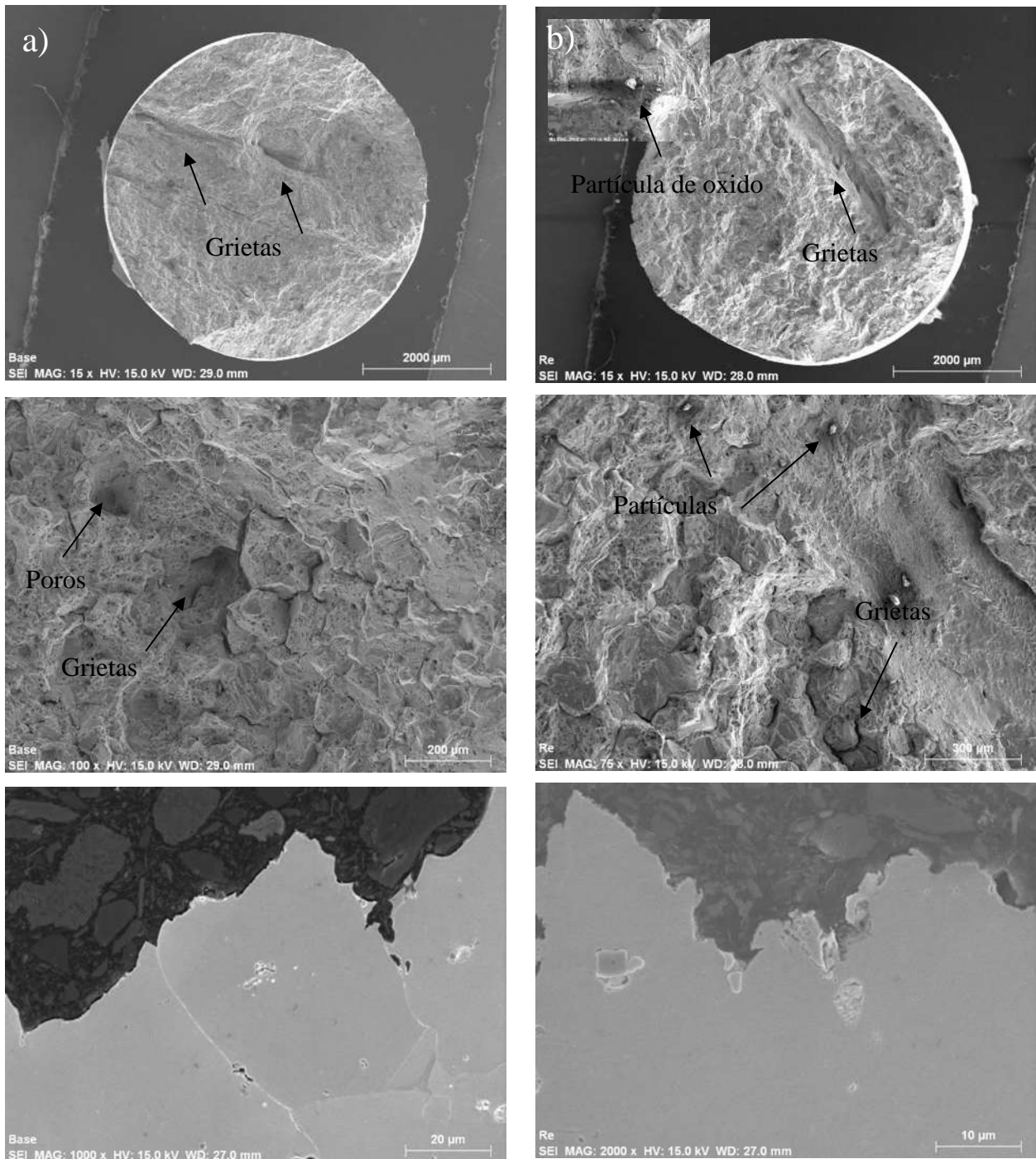


Figura 4.29.- Fractografías y micrografías obtenidas por SEM a) aleación 1 b) aleación 2.

A grandes magnificaciones, una considerable cantidad de huecos se puede observar lo cual evidencia una fractura dúctil del material. Sin embargo, una fractura intergranular es predominante en la superficie. La fractura intergranular es evidente ya que las grietas se propagan a lo largo del

límite de grano en las aleaciones. Los micro huecos son visibles en zonas cercanas donde existe la presencia de partículas identificadas como óxidos de aluminio o nitruros en la aleación 2. Grietas, poros y partículas presentes en estas aleaciones son frecuentemente reportadas en la literatura [84, 85].

4.2.3 Modelo de Ramberg Osgood, análisis del comportamiento elasto-plástico.

Diferentes expresiones matemáticas (Ludwik, Ramberg-Osgood, Hollomon) han sido utilizadas para describir el comportamiento de las curvas esfuerzo-deformación, siendo el modelo de Ramberg-Osgood ampliamente aceptado en el campo ingenieril [87-89]. La aplicación del modelo de Ramberg-Osgood tiene como fin otorgar una mejor comprensión sobre los mecanismos de endurecimiento por deformación en los materiales, empleándolo en las aleaciones 1 y 2 bajo estudio en el presente trabajo. Mientras que la ley de Hooke se relaciona en la región elástica, la región elástica es mejor descrita mediante modelos de potencia como lo es Ramberg Osgood:

$$\varepsilon_T = \varepsilon_e + \varepsilon_p = \frac{\sigma}{E} + \left(\frac{\sigma}{K}\right)^{n_{RO}} \quad 4.2$$

Donde ε_T es la deformación total, suma de la deformación elástica ε_e y plástica ε_p del material en las curvas de esfuerzo deformación, mientras que σ es el esfuerzo aplicado, E es el módulo de Young y K y n_{RO} son parámetros del material. n_{RO} está relacionada con el exponente de endurecimiento de Hollomon n y mediante procesos de linealización aplicados en la ecuación 4.2 se puede obtener el valor de n_{RO} .

$$\varepsilon_p = n_{RO} \ln(\sigma) - \ln(K) \quad 4.3$$

Graficar los datos obtenidos de la ecuación 4.3 nos permite obtener n_{RO} y la constante K , valores de $n = 0$ representan un material plástico y $n = 1$ un comportamiento elástico [90]. Se puede observar

en la **Figura 4.30a** y **Figura 4.30b** que a pesar de la linealización aplicada en la región plástica no muestra un comportamiento completamente lineal.

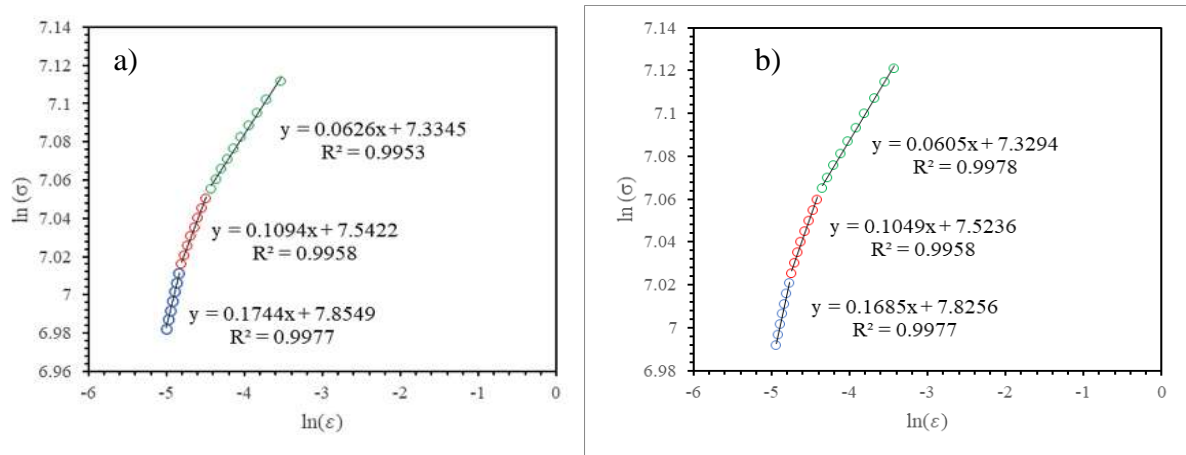


Figura 4.30.- Curvas esfuerzo-deformación con ajuste de tres pendientes a) aleación 1 b) aleación 2.

Se observo también que en ambas se exhibe un comportamiento con múltiples etapas de endurecimiento por deformación, por lo que se decidió dividir la curva en diferentes secciones lineales para su ajuste individual, para obtener valores (coeficiente y constante) que modelaran mejor la región plástica utilizando la ecuación de Ramberg-Osgood, las múltiples etapas se han reportado por diversos autores [88, 91].

La **Tabla 4.4** contiene los valores correspondientes para cada etapa de endurecimiento n y K , estos valores fueron utilizados para posteriormente ser utilizados para el modelado de las curvas esfuerzo-deformación verdadera, la cual se ajusta a la región plástica experimental mostrada en la **Figura 4.31**. Se puede observar cierta similitud entre ambas aleaciones en cuanto etapas de endurecimiento, coeficiente y constantes obtenidas; este grafico muestra la confiabilidad con la cual se pueden modelar las curvas esfuerzo-deformación verdadera utilizando tres pendientes para mejor ajuste de la región plástica.

Tabla 4.4.- Exponentes de endurecimiento (n) y valores de K obtenidos para la aleación 1 y 2.

Aleación	n_1	K_1 [MPa]	n_2	K_2 [MPa]	n_3	K_3 [MPa]
1	0.1744	2578.33	0.1094	1885.97	0.0626	1532.26
2	0.1685	2503.88	0.1049	1851.21	0.0605	1524.46

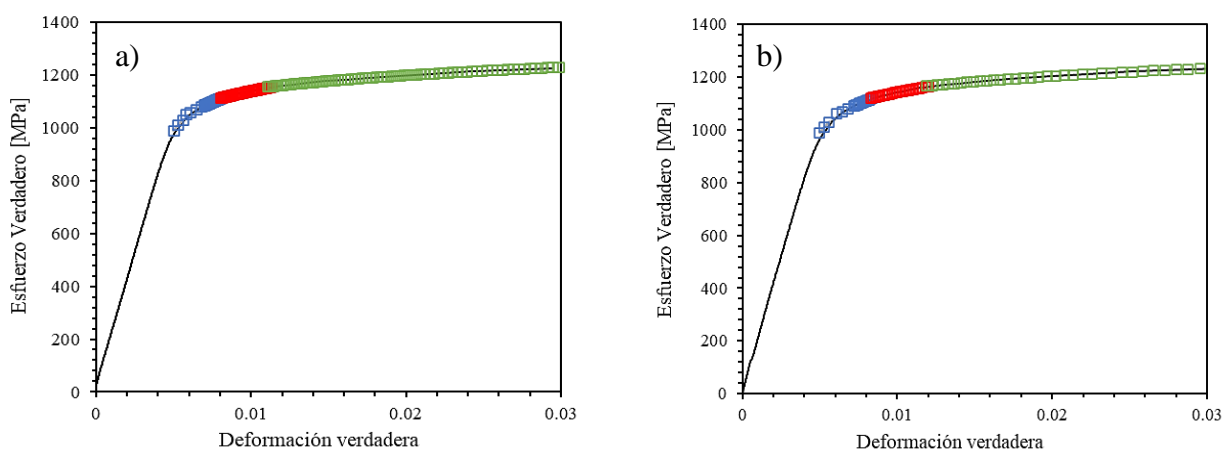


Figura 4.31.- Modelado mediante Ramber Osgood versus resultados experimentales de las curvas esfuerzo-deformación verdadera a) aleación 1 b) aleación 2.

4.2.3 Ensayos de creep (termofluencia) de las aleaciones 1 y 2.

Las pruebas de creep fueron llevadas a cabo y la información resultante es la deformación del material con respecto al tiempo, bajo temperatura y esfuerzo constante. En la **Figura 4.32** se observan las gráficas de termofluencia o creep para la aleación 1 y 2. En la **Tabla 4.5** se ilustran los valores de esfuerzo y temperaturas seleccionados para las pruebas, así como tiempo de vida de cada una de las pruebas.

Las pruebas se llevaron a cabo a 650 °C para ambas aleaciones, los esfuerzos utilizados para la aleación 1 son de 575, 625 y 650 MPa; mientras que para la aleación 2 los esfuerzos fueron de 600, 625 y 650 MPa. Se pudo observar que los valores obtenidos en ambas aleaciones concuerdan con

lo reportado por diversos autores [29-31], cuando el esfuerzo aumenta la vida del material disminuye para ambas aleaciones. En las diferentes curvas de creep se puede observar en la primera etapa una deformación instantánea del material en cualquiera de los esfuerzos aplicados en ambas aleaciones (**Figura 4.32**).

Esta primera etapa es muy pequeña en todas las curvas de creep, en primera instancia el esfuerzo aplicado genera una deformación inmediata en el material y subsecuentemente una generación estrepitosa de dislocaciones ralentizan la deformación de la probeta para finalmente entrar en un estado de deformación constante o etapa 2. La etapa 2 de las curvas de creep disminuye conforme el esfuerzo aplicado es mayor como se observa en ambas aleaciones (**Figura 4.32**). En el caso de esfuerzos a 650 MPa la etapa 2 es reducida y se observa una pendiente prolongada, mientras que esfuerzos de 600 MPa debido al bajo esfuerzo aplicado se puede observar cierta horizontalidad en las curvas de termofluencia debido al balance entre los mecanismos de endurecimiento y ablandamiento. Es evidente que el porcentaje de deformación por creep es muy pequeño en todas las pruebas realizadas, reflejo de la dureza observada del material

Finalmente, en una tercera etapa el material presenta una alta concentración de vacancias entre las regiones intergranulares, esto genera una deformación abrupta en un tiempo muy corto y posteriormente la falla del material. En los ensayos realizados se observó una ligera mejora en la vida útil de la aleación 2.

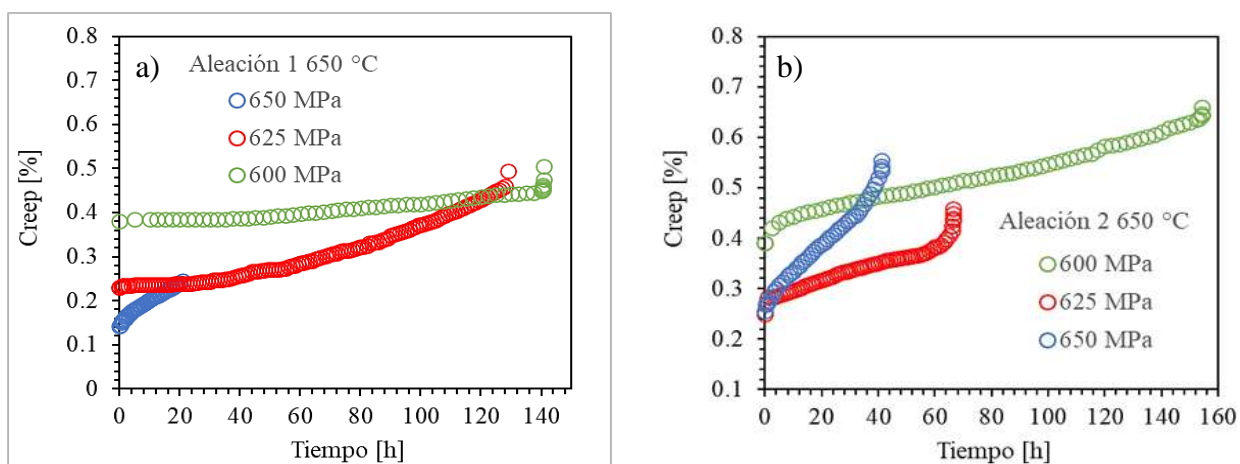


Figura 4.32.- Curvas de creep Inconel 718 a 650 °C y diferentes esfuerzos a) aleación 1 b) aleación 2.

En la **Figura 4.33a** se observa el efecto de la temperatura en pruebas de creep, para un esfuerzo de 625 MPa donde dos temperaturas fueron comparadas 700 °C y 650 °C, el tiempo de vida para la temperatura más alta se ve reducido drásticamente. El mismo efecto se observó a 575 MPa a temperatura de 700 °C y 650°C donde la vida útil se ve reducida drásticamente (**Figura 4.33b**). El tiempo fue acotado ya que la vida útil de los ensayos a 625 y 575 MPa y 650°C alcanzan 129 y 448, respectivamente.

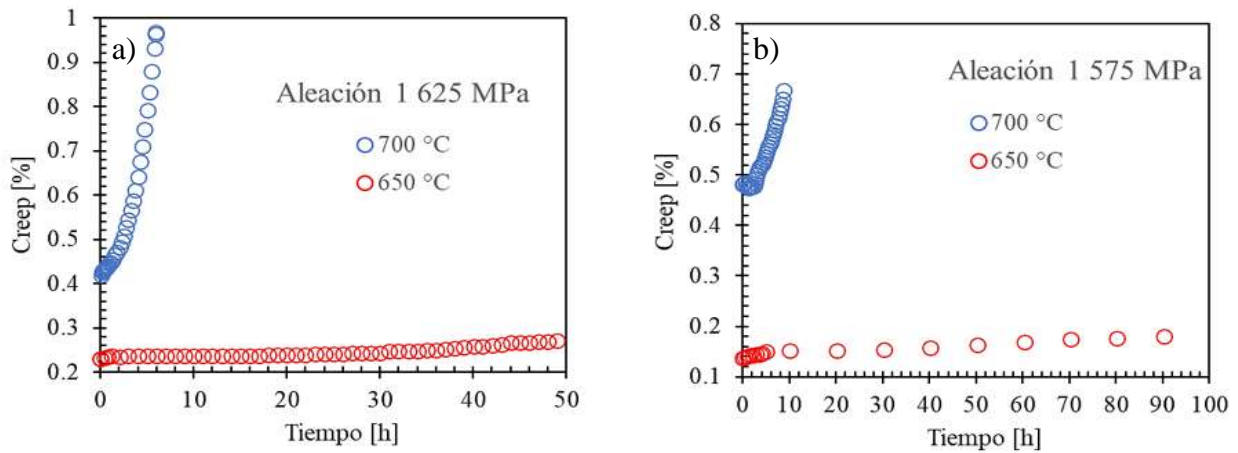


Figura 4.33.- Curvas de creep Inconel 718 a 650 °C y diferentes esfuerzos a) aleación 1 b) aleación 2.

Tabla 4.5.- Parámetros para ensayos de creep, tiempo de vida y tasa mínima de deformación para la aleación 1 y 2.

Aleación	T (°C)	σ (MPa)	t_f	$\dot{\epsilon}_{min}$	n
1	650 °C	600	140.7	0.0006	23.457
		625	129	0.0024	
		650	20.92	0.0039	
2	650 °C	600	154.19	0.001	19.835
		625	66.5	0.002	
		650	41.1	0.0049	

Los datos obtenidos de las curvas de creep se utilizan para determinar la tasa de deformación ($\dot{\epsilon}$) en función del tiempo para determinar la tasa mínima de deformación ($\dot{\epsilon}_{min}$). La tasa mínima de

deformación se obtiene del mínimo valor de las diferentes pendientes de la etapa 2 de las curvas de creep. La **Figura 4.34** es un ejemplo representativo de la curva construida para determinar $\dot{\epsilon}_{min}$, en la cual se puede observar la etapa 1 referente a la deformación inmediata, la tasa de fluencia en estado estable ($\dot{\epsilon}_{ss}$) de la etapa 2 y el valor mínimo de deformación utilizado; así como la etapa 3 donde la deformación es abrupta en un corto periodo de tiempo. La $\dot{\epsilon}_{min}$ obtenida es necesaria para graficarla en función del esfuerzo aplicado en los diferentes ensayos y la cual sirve para determinar o predecir el tiempo de vida del material a diferentes esfuerzos a una temperatura constante **Tabla 4.5**.

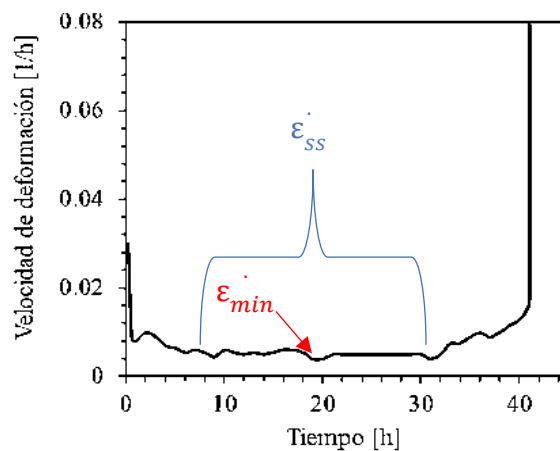


Figura 4.34.- Curva de la tasa de deformación versus el tiempo para determinar $\dot{\epsilon}_{min}$ de las pruebas de termofluencia.

Se puede asumir derivado a los esfuerzos altos aplicados en el material y que la temperatura de los ensayos se realizó a $0.5T_f$, la ecuación para describir el comportamiento de la tasa de deformación en el estado estacionario es la **Ecuación 1.3** descrita en capítulos anteriores:

$$\dot{\epsilon}_{ss} = \frac{d\epsilon}{dT} = K\sigma^n \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right)$$

Donde recordando que K es una constante, σ es el esfuerzo aplicado, n es el exponente de esfuerzo que establece el mecanismo de creep, Q es la energía de activación que depende del mecanismo del creep, R es la constante universal de los gases y T es la temperatura del ensayo.

Esta ecuación es muy importante ya que se puede determinar a partir de ella, los mecanismos de creep que gobiernan en las curvas de termofluencia, determinando el exponente del esfuerzo n y Q . A pesar de ser una herramienta muy completa y necesaria para obtener Q (energía de activación) es necesario que las pruebas de creep se realicen por lo menos en 3 diferentes temperaturas y un esfuerzo en común. Por lo tanto, es necesario investigar la relación entre $\dot{\epsilon}_{min}$ y los esfuerzos aplicados, esta relación es descrita mediante la ecuación de Dorn o Norton-Bailey para la termofluencia controlada por el movimiento de dislocaciones [59, 92]:

$$\dot{\epsilon}_{min} = K\sigma^n \quad 4.4$$

La **Figura 4.35** muestra los gráficos en escala logarítmica de la tasa de deformación mínima ($\dot{\epsilon}_{min}$) en función del esfuerzo aplicado en las pruebas de termofluencia de las aleaciones 1 y 2. Los gráficos obtenidos fueron sometidos a una regresión de potencia para poder obtener las constantes de la **Ecuación 4.4**, la cual describe el comportamiento de la deformación del material, donde el exponente n del esfuerzo expresa el mecanismo de la deformación plástica que sufrió el material durante la termofluencia determinando el tipo de fractura presente [93].

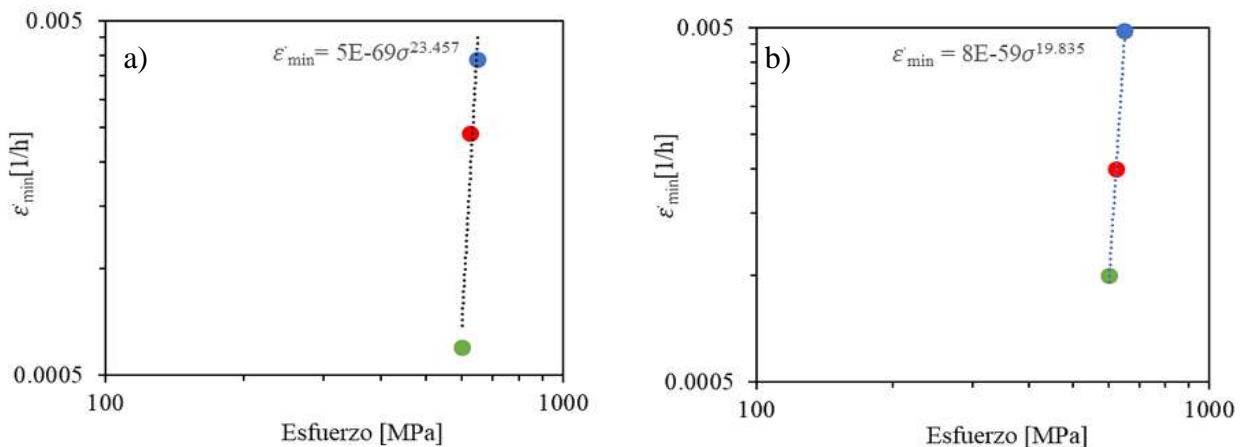


Figura 4.35.- Curva de tasa de deformación versus esfuerzo σ para determinar ecuación Norton-Bailey a) aleación 1 b) aleación 2.

Para comprobar los valores del exponente n del esfuerzo se retomó la **Ecuación 1.3** la cual es de mayor utilidad utilizando diferentes temperaturas y esfuerzos en los ensayos, pero puede ser utilizada para calcular el exponente n y compararlo con el obtenido, la forma para determinar este valor y metodología (linealización) para determinar la energía de activación Q se detalla en el **Anexo 2** [58]. Los valores de n que se obtuvieron fueron los mismos tanto para la **Ecuación 1.3 y 4.4**, como se muestra en la **Figura 4.36** donde n es la pendiente de la ecuación obtenida. Los valores de n son similares a los obtenidos por diversos autores [23, 58, 59], las **Figura 4.35 y 4.36** muestran el esfuerzo en función de la tasa de deformación mínima, y aun cuando diferentes esfuerzos fueron aplicados en ambas aleaciones el exponente del esfuerzo n es el mismo. Retomando los mecanismos de creep, tenemos que la deformación plástica ocurre a través del movimiento de dislocaciones, para el movimiento de estas dislocaciones es necesario un esfuerzo cortante para que se deslicen o se muevan por la red cristalina. En las superaleaciones suele ser deseable la precipitación de ciertas fases que impidan el movimiento de dislocaciones para aumentar su resistencia, pero debido a que en creep trabajamos a altas temperaturas estos obstáculos pueden ser evadidos fácilmente debido al escalamiento de las dislocaciones, lo cual hace que el movimiento de dislocaciones sea más rápido [29-31]. El escalamiento de dislocaciones ocurre por el movimiento de vacancias y la tasa de deformación es determinada por ese mismo movimiento de vacancias que define el comportamiento de este mecanismo de creep por dislocación.

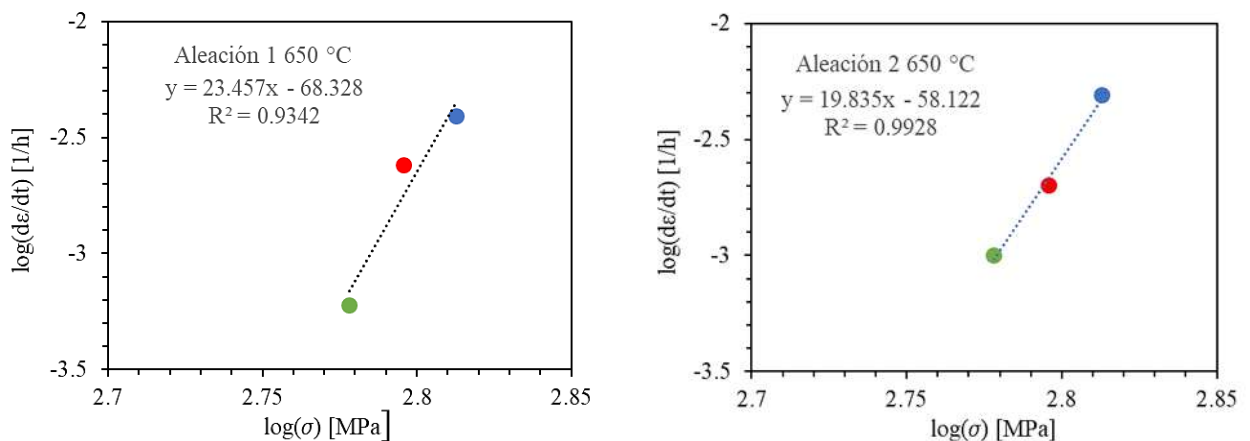


Figura 4.36.- Curva de $\log(\dot{\epsilon})$ versus $\log(\sigma)$ para determinar valores de n .

Diferentes métodos para predecir la vida de los materiales han sido desarrollados entre ellos la ecuación de Larson-Miller y la relación Monkman-Grant, para este estudio se decidió utilizar una relación entre $\log(\sigma)$ versus $\log(t_f)$ para predecir la vida del material a una misma temperatura y diferentes esfuerzos. En la **Figura 4.37** se observa la ecuación que predice la vida del material de las aleaciones 1 y 2 a 650 °C y diferentes esfuerzos aplicados.

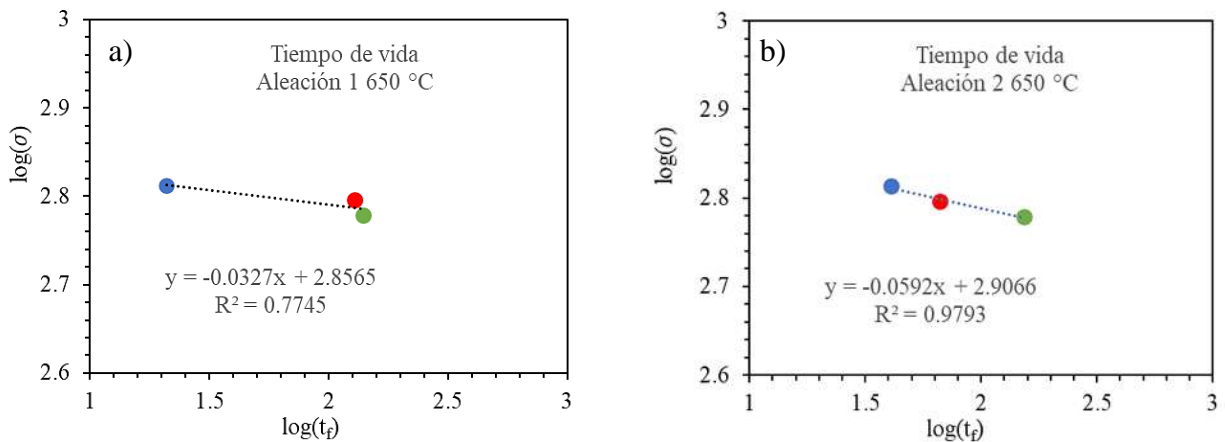


Figura 4.37.- Curva de tiempo de ruptura $\log(\sigma)$ versus $\log(t_f)$ a) aleación 1 b) aleación 2.

4.2.3 Fractografías de ensayos de creep (termofluencia) de las aleaciones 1 y 2.

Las fractografías de las probetas ensayadas a 600 MPa, 625 MPa y 650 MPa a 650 °C de ambas aleaciones fueron analizadas mediante microscopia de barrido (MEB) a diferentes magnificaciones (**Figura 4.38 – Figura 4.43**).

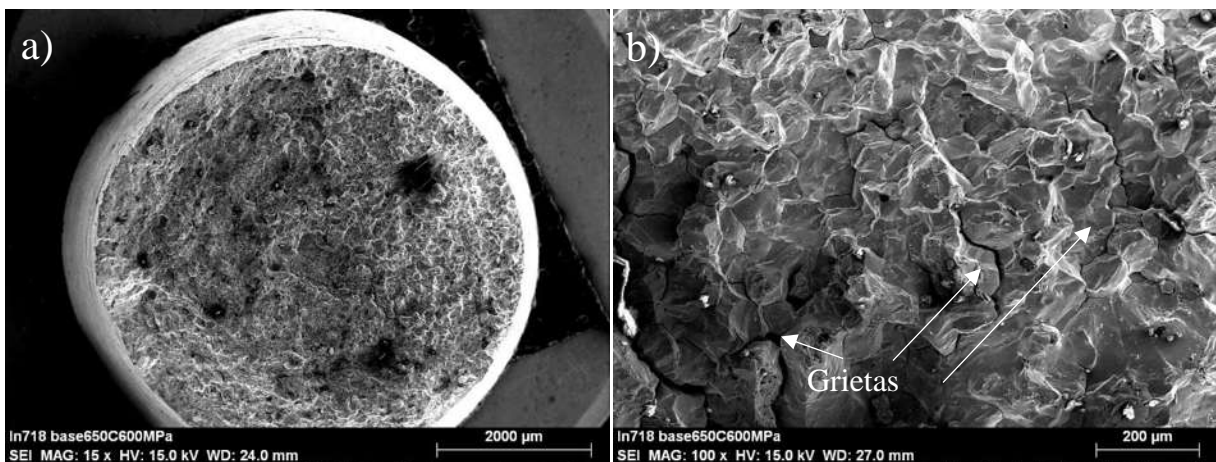


Figura 4.38.- Fractografía de aleación 1, 650 °C 600 MPa a) 15x b) 100x

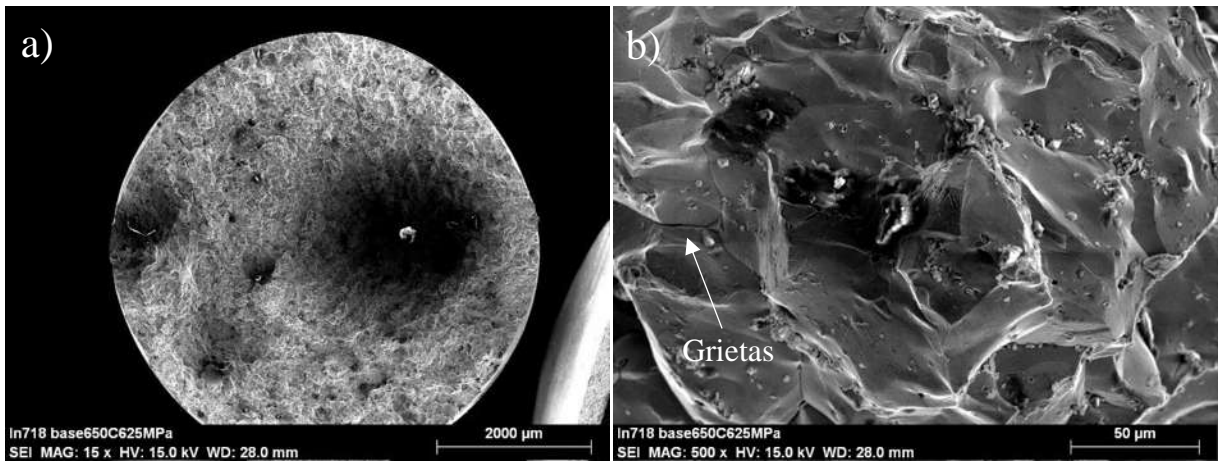


Figura 4.39.- Fractografía de aleación 1, 650 °C 625 MPa a) 15x b) 500x

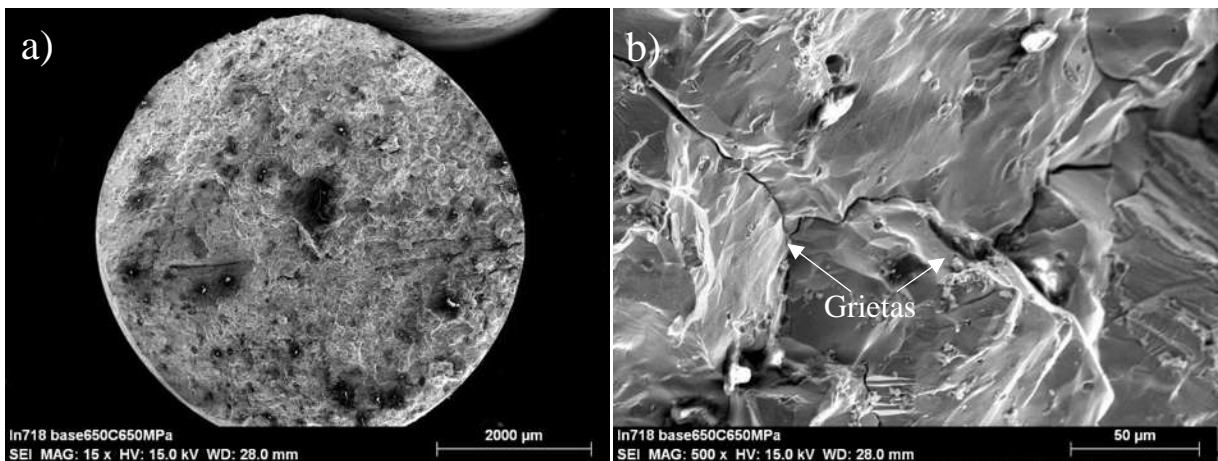


Figura 4.40.- Fractografía de aleación 1, 650 °C 650 MPa a) 15x b) 500x

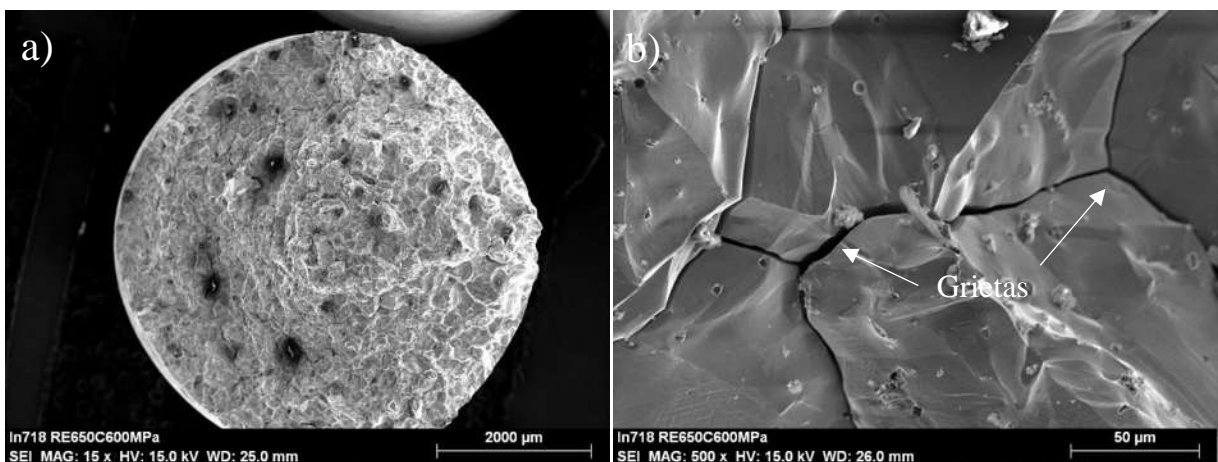


Figura 4.41.- Fractografía de aleación 2, 650 °C 600 MPa a) 15x b) 500x

Se puede observar en cada una de las fractografías (**Figura 4.38 – Figura 4.43**) una superficie que muestra una fractura transgranular y grietas en las diferentes magnificaciones, durante el análisis de las fractografías la presencia de micro cavidades o micro huecos es difícil de encontrar. Es importante mencionar que el área de reducción de las muestras es imperceptible, coherente con el porcentaje de deformación de los ensayos de creep en los cuales desde el inicio de la prueba hasta la falla se registra un porcentaje de creep que no supera el 1% de deformación. Lo observado anteriormente revela que tanto la aleación 1 como la aleación 2 presentan un modo o tipo de fractura frágil.

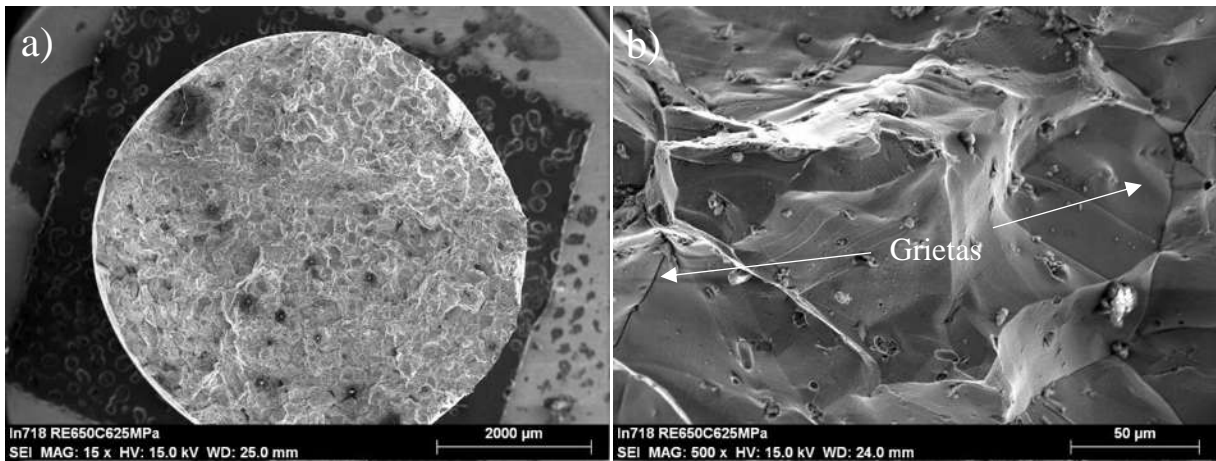


Figura 4.42.- Fractografía de aleación 2, 650 °C 625 MPa a) 15x b) 500x

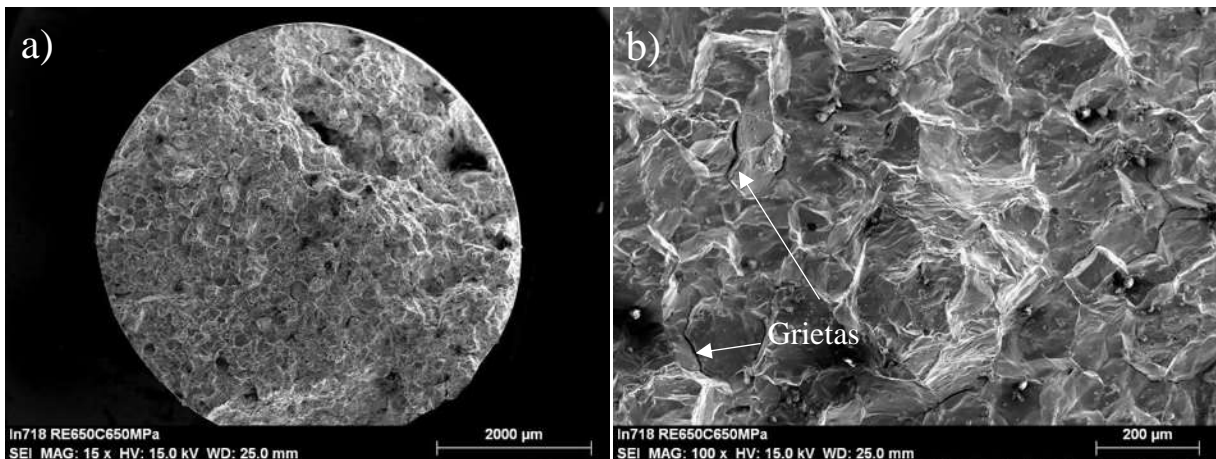


Figura 4.43.- Fractografía de aleación 2, 650 °C 650 MPa a) 15x b) 100x

Fractografías del corte longitudinal de ambas aleaciones a diferentes magnificaciones se obtuvieron para una mejor comprensión del modo de fractura de las aleaciones (**Figura 4.44 – Figura 4.49**). Se analizó la microestructura en el borde de la fractura y lejos de ella para ver el efecto de los ensayos de creep. No se observó en ninguna de las muestras micro huecos ni coalescencia de los mismo, así como ninguna distorsión evidente en los granos equiaxiales de las muestras. El desprendimiento de algunos granos es evidente, las imágenes revelan que efectivamente la fractura es frágil y se dio de forma transgranular, observándose micro grietas (señaladas como grietas) en diferentes regiones de las probetas ensayadas. El crecimiento del tamaño es casi imperceptible, la presencia o crecimiento de fases de nuevas no fue encontrado y la presencia de maclas dentro de los granos sigue sin aparente deformación en la microestructura de las probetas.

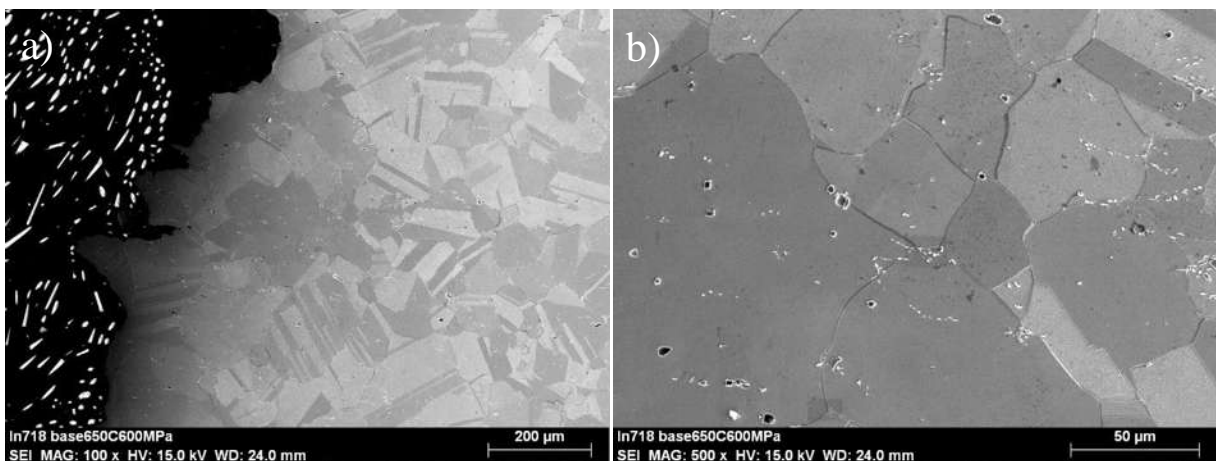


Figura 4.44.- Fractografía longitudinal de aleación 1, 650 °C 600 MPa a) 100x b) 500x

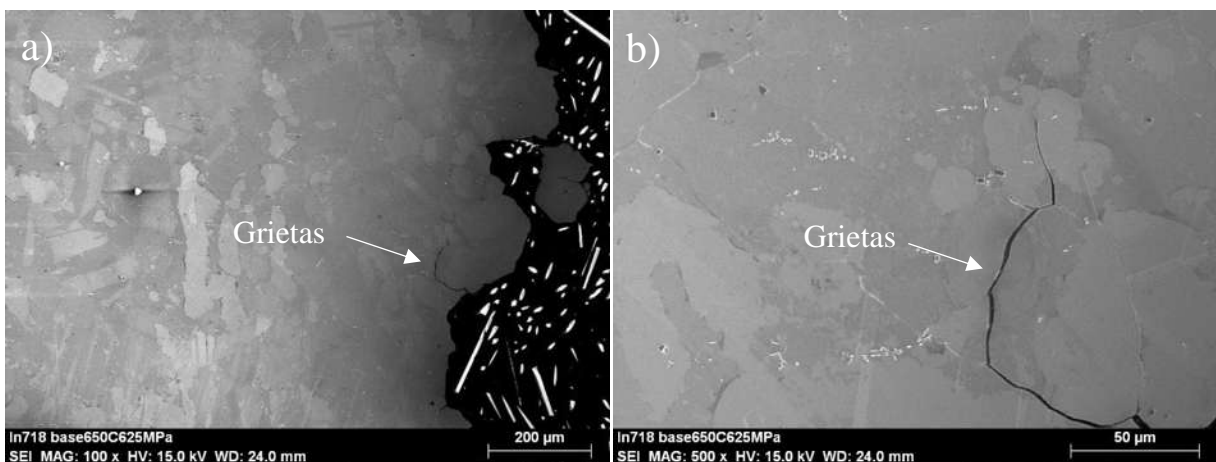


Figura 4.45.- Fractografía longitudinal de aleación 1, 650 °C 625 MPa a) 100x b) 500x

No hay cambios significativos conforme nos alejamos de la zona de fractura de las probetas analizadas, lo más remarcable son la presencia de micro fracturas (grietas) esporádicas no muy lejos de la zona de fractura, de las cuales cabe resaltar que la presencia de carburos $M_{23}C_6$ o carburos del tipo MC actuaban como barreras para detener el crecimiento de la grieta, mientras que en zonas donde no había carburos la grieta continuaba incluso presentándose desprendimiento de granos completos **Figura 4.46 – Figura 4.49**. Los límites de grano suelen ser sitios preferenciales donde las grietas y la corrosión del material se intensifican. Las maclas presentes en el Inconel 718 son reconocidas como uno de los mecanismos de deformación plástica y se pueden observar en toda la microestructura de ambas aleaciones, antes y después de los tratamientos térmicos y termomecánicos.

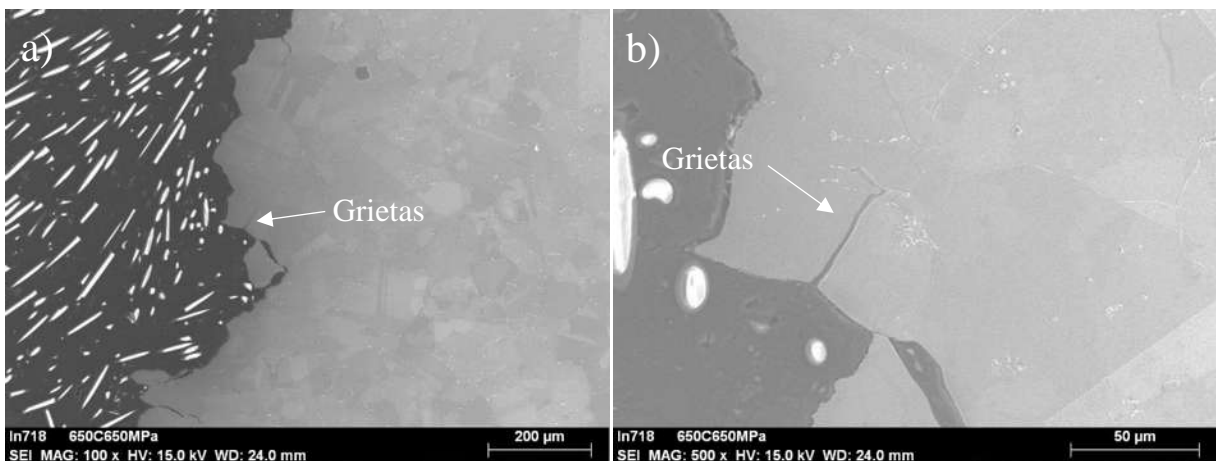


Figura 4.46.- Fractografía longitudinal de aleación 1, 650 °C 650 MPa a) 100x b) 500x

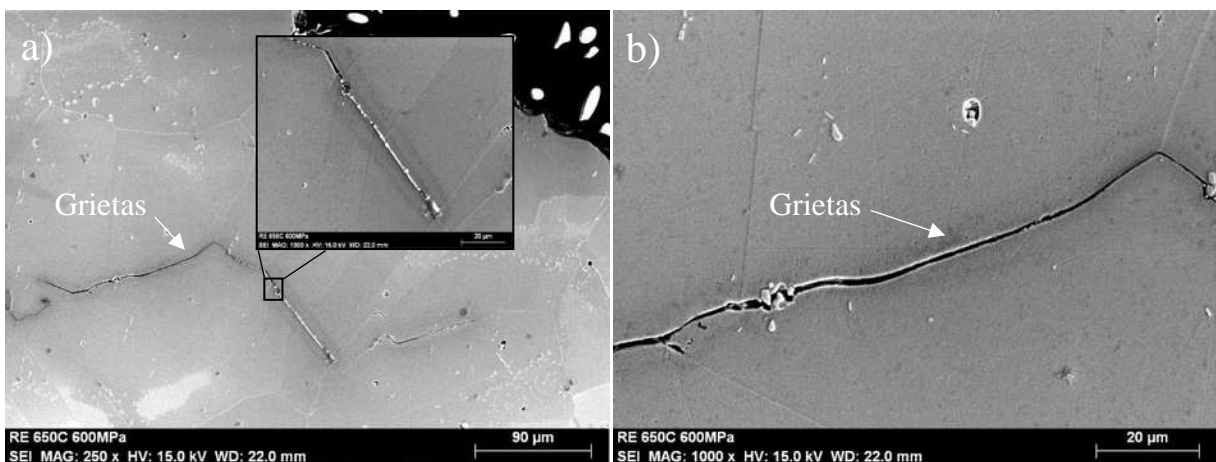


Figura 4.47.- Fractografía longitudinal de aleación 2, 650 °C 600 MPa a) 250x b) 1000x

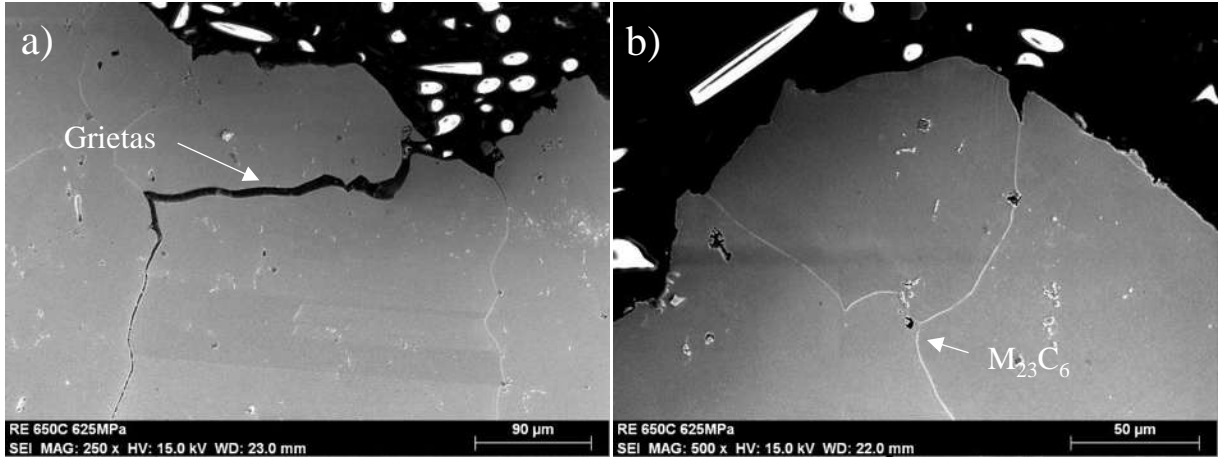


Figura 4.48.- Fractografía longitudinal de aleación 2, 650°C 625 MPa a) 250x b) 500x

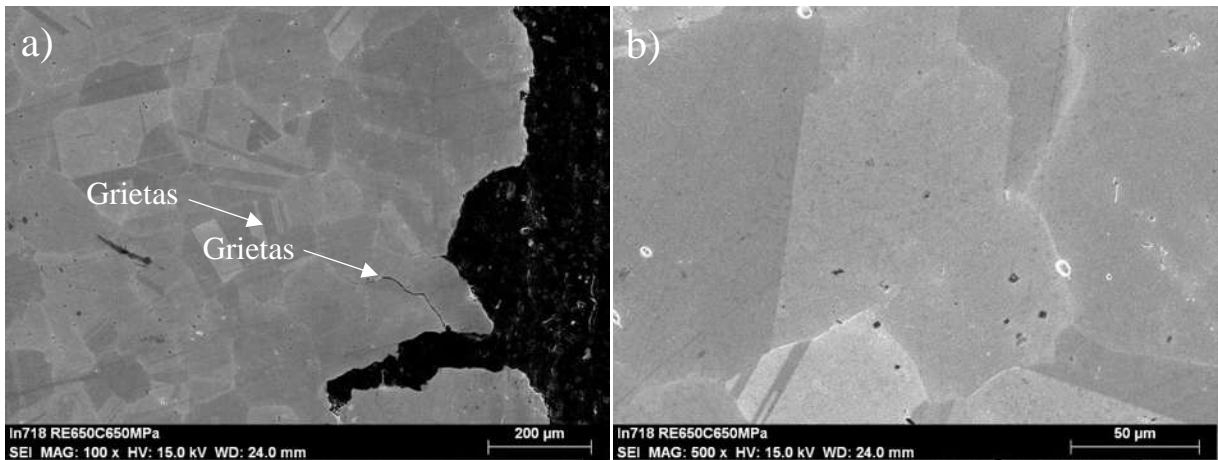


Figura 4.49.- Fractografía longitudinal de aleación 2, 650 °C 625 MPa a) 100x b) 500x

La adición de tierras raras es favorable para mejorar las propiedades mecánicas del material, pero la adición de las mismas en un estado no puro complica el estudio de su efecto, debido a la formación de compuestos y óxidos precursores de los carburos MC. Autores como Medrano [61] encuentran que la adición de tierras raras mejora la microdureza del inconel 718 pero su adición es del 99 % de pureza, lo cual ayuda a correlacionar directamente la adición de tierras raras al aumento de microdureza. Es necesario por lo tanto estudiar el efecto de las tierras raras con mayor pureza, así como diferentes porcentajes en peso de cerio y lantano para conocer el efecto en las propiedades mecánicas. Los ensayos de creep deberán realizarse a diferentes aleaciones de inconel 718 que

contengan diversos porcentajes de adición de tierras raras y sus diferentes condiciones, así como ensayos a diferentes temperaturas para una mejor comprensión de los mecanismos de creep.

CONCLUSIONES

Las fases, carburos y matriz encontrados en las imágenes de Microscopía Óptica y MEB (EDS y cuantificación) son congruentes con la secuencia de solidificación de varios autores. Un tratamiento de solubilizado previo a la deformación termomecánica elimina la presencia de fases Laves y por lo tanto no se presentan fracturas de forma prematura en el material al momento de realizar la deformación.

Se observó la precipitación de los carburos $M_{23}C_6$ en límite de grano mediante tratamiento térmico envejecido por efecto de la difusión de los elementos que lo componen, principalmente Cr y C. Así como la presencia de precipitados γ' y γ'' aun no totalmente caracterizados. El Cerio y el Lantano, se encuentran segregados hacia los límites de grano y mínimamente formando óxidos. Esto resalta su baja solubilidad en la matriz y su alto grado de segregación. Los carburos tipo MC entre la aleación 1 y 2, aunque muy parecidos en composición tienen diferente origen por el cual nuclean. Los carburos de la aleación 1 crecen a partir de TiN, mientras que los carburos de la aleación 2 lo hacen en primera instancia de óxidos de tierras raras.

La distribución del tamaño de partícula de los carburos de la aleación es significativamente mayor debido a que tuvieron más tiempo de crecer debido a una nucleación temprana. Estos carburos afectarán muy posiblemente a las propiedades del material por su tamaño y composición que inhibirán en su periferia la formación de segundas fases benéficas para la aleación y que por otro lado ayudan a evitar el deslizamiento del límite de grano en las pruebas mecánicas. Las propiedades mecánicas a temperatura ambiente de la aleación 2 fueron mejoradas ligeramente debido al refinamiento de grano con respecto a la aleación 1. El tratamiento de envejecido aplicado a las aleaciones demostró incrementar las propiedades mecánicas generales de las aleaciones debido a la precipitación de las fases γ' y γ'' , las cuales si presentan una distribución, tamaño y morfología según literatura.

Finalmente se observa que la vida al creep es mejorada ligeramente con la adición del 0.04% en peso de tierras raras, la presencia de precipitados diversos en los límites de grano frena el crecimiento de grieta, se pudo corroborar que el mecanismo de creep es el mismo para ambas

aleaciones debido a la temperatura empleada. Tanto en los ensayos de tensión, impacto y creep fue observado una fractura predominantemente frágil.

Por lo tanto, de acuerdo con los resultados obtenidos en el presente estudio, la adición de tierras raras resulta favorecedora en el refinamiento de grano y en consecuencia mejora en las propiedades mecánicas del material siempre y cuando se controlen de forma adecuada las diferentes variables durante el procesamiento termomecánico de las aleaciones.

REFERENCIAS

- [1] Reed R C. *The Superalloys: Fundamentals and Applications*. Cambridge, UK. Cambridge University Press. 2006.
- [2] Davis J R. *ASM Specialty Handbook: Heat-Resistant Materials, US*. ASM International. 1997.
- [3] Geddes B, Leon H and Huang X. *Superalloys: Alloying and Performance*. ASM International. 2010.
- [4] Xu K, Ren Z and Li C. *Progress in application of rare metals in superalloys*. **Rare Metals**. 33, (2), 111-126, 2014.
- [5] International A. *ASM Specialty Handbook: Nickel, Cobalt, and Their Alloys*. Materials Park, OH. 2000.
- [6] Chen S F, Ma H P, Ju Q and Zhao G P. *Effect of rare earth element lanthanum on oxidation behavior of GH230 at 1 000 °C in air*. **Journal of Iron and Steel Research**. 21, (11), 45-50, 2009.
- [7] Pan X L, Yu H Y, Tu G F, Sun W R and Hu Z Q. *Effect of rare earth metals on solidification behaviour in nickel based superalloy*. **Materials Science and Technology**. 28, (5), 560-564, 2012.
- [8] Pan F, Zhang J, Chen H-L, Su Y-H, Kuo C-L, Su Y-H, Chen S-H, Lin K-J, Hsieh P and Hwang W-S. *Effects of Rare Earth Metals on Steel Microstructures*. **Materials**. 9, (6), 1-19, 2016.
- [9] Anliker D M and Newkirk J B. *Effects of cerium on the microstructure of INCO 901 superalloy*. **Metallurgical and Materials Transactions A**. 7, (1), 1711-1718, 1976.
- [10] Cui C Y, Han G M and Sun X F. *Effect of Ce Addition on the Microstructures and Mechanical Properties of a Ni-Co-Based Superalloy*. **Advanced Materials Research**. 415-417, (1), 2062-2065, 2012.
- [11] Slama C, Servant C and Cizeron G. *Aging of the Inconel 718 alloy between 500 and 750 C*. **Journal of materials research**. 12, (9), 2298-2316, 1997.
- [12] International A. *ASM Handbook vol. 7: Powder Metallurgy*. Second ed. Ohio, USA. 2015.
- [13] International A. *ASM Handbook vol. 4: Heat treating*. 10th ed. USA. ASM International. 1991.
- [14] International A. *ASM Handbook vol. 9: Metallography and Microstructures*. 1. USA. Materials Park OH: ASM International. 2004.
- [15] Aghajani A, Tewes J, B. Parsa A, Hoffmann T, Kostka A and Kloewer J. *Identification of Mo-Rich M23C6 Carbides in Alloy 718*. **Metallurgical and Materials Transactions A**. 47A, 4382-4392, 2016.
- [16] Mitchell A. *Primary Carbides in alloy 718*. **The Minerals, Metals & Materials Society**. 161 - 167, 2010.
- [17] Sundararaman M and Mukhopadhyay P. *Carbide Precipitation in Inconel 718*. **High Temperature Materials and Processes**. 11, (1-4), 351-368, 1993.
- [18] Fox S, Brooks J W, Loretto M H and Smallman R E. *Influence of Carbides on the Mechanical Properties on Inconel 718*. Mcqueen H J, Bailon J P, Dickson J I, Jonas J Jand Akben M G. Pergamon. 399-404. 1985.
- [19] Chang. K M, Lai H J and Hwang J Y. *Existence of Laves Phase in NB Hardened Superalloys*. **The Minerals, Metals & Materials Society**. 100, (1), 683-694, 1994.

- [20] Manikandan S G K, Sivakumar D, Prasad Rao K and Kamaraj M. *Laves phase in alloy 718 fusion zone*. **Materials Characterization**. 100, (1), 192-206, 2015.
- [21] Radavich J F. *The Physical Metallurgy of Cast and Wrought Alloy 718*. **Journal of Metals**. 229-240, 2004.
- [22] Kañetas P J P, "Caracterización microestructural y mecánica de una aleación inconel 718 con deformación termomecánica a diferentes condiciones," Maestría, Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica, Universidad Autonoma de Nuevo León, Monterrey, México, 2012.
- [23] Caliari F R, Candioto K C G, Couto A A, Nunes C A and Reis D a P. *Effect of Double Aging Heat Treatment on the Short-Term Creep Behavior of the Inconel 718*. **Journal of Materials Engineering and Performance**. 25, (6), 2307-2317, 2016.
- [24] Kuo C M, Yang Y T, Bor H Y, Wei C N and Tai C C. *Aging effects on the microstructure and creep behavior of Inconel 718 superalloy*. **Materials Science and Engineering A**. 510-511, (1), 289-294, 2009.
- [25] Thomas A, El-Wahabi M, Cabrera J and Prado J. *High Temperature Deformation of Inconel 718*. **Journal of Materials Processing Technology**. 177, (1), 469-472, 2006.
- [26] Materials A S F T. *Annual book of ASTM standards: Metals test methods and analytical procedures. Metals-mechanical testing, elevated and low-temperature tests, metallography. Section 3. Vol. 03.01*. ASTM International. 2009.
- [27] Kuhn H, Medlin D and Committee A I H. *Mechanical Testing and Evaluation*. ASM International. 2000.
- [28] Patwardhan P S, Nalavde R A and Kujawski D. *An Estimation of Ramberg-Osgood Constants for Materials with and without Luder's Strain Using Yield and Ultimate Strengths*. **Procedia Structural Integrity**. 17, (1), 750-757, 2019.
- [29] Evans R W and Wilshire B. *Introduction to Creep*. first ed. London, UK. Institute of Materials. 1993.
- [30] Betten J. *Creep Mechanics*. Second ed. Berlin, Germany. Springer Berlin Heidelberg. 2008.
- [31] Kassner M E and Perez-Prado M T. *Fundamentals of Creep in Metals and Alloys*. Third ed. Oxford, UK. Elsevier Science. 2004.
- [32] Mitchell A. *The Present Status of Melting Technology for Alloy 718*. 1989.
- [33] Schirra J J, Caless R H and Hatala R. *The Effect of Laves Phase on the Mechanical Properties of Wrought and Cast + HIP Inconel 718*. **Superalloys**. 375-388, 1991.
- [34] Sui S, Tan H, Chen J, Zhong C, Li Z, Wei F, Gasser A and Huang W. *The influence of Laves phases on the room temperature tensile properties of Inconel 718 fabricated by powder feeding laser additive manufacturing*. **Acta Materialia**. 164, 2018.
- [35] Woo I and Nishimoto K. *Metallurgical factors contributing to HAZ cracking susceptibility in cast alloy 718 welds and its improvement by cerium addition*. **Metals and Materials International**. 7, (3), 241-249, 2001.
- [36] Cieslak M J, Knorovsky T J and Headley A D. *The solidification Metallurgy of Alloy 718 and other Nb containing superalloys*. **The Minerals, Metals & Materials Society**. 59-68, 1989.
- [37] Knorovsky G A, Cieslak M J, Headley T J, Romig A D and Hammett W F. *INCONEL 718: A solidification diagram*. **Metallurgical Transactions A**. 20, (10), 2149-2158, 1989.
- [38] Oradei-Basile A and Radavich J. *A Current T-T-T Diagram for Wrought Alloy 718*. **Superalloys**. 325-335, 1991.

- [39] Rao G A, Srinivas M and Sarma D S. *Effect of solution treatment temperature on microstructure and mechanical properties of hot isostatically pressed superalloy Inconel* 718*. **Materials Science and Technology**. 20, (9), 1161-1170, 2004.
- [40] Chamanfar A, Sarrat L, Jahazi M, Asadi M, Weck A and Koul A K. *Microstructural characteristics of forged and heat treated Inconel-718 disks*. **Materials & Design** 52, (1), 791-800, 2013.
- [41] Raghavan S, Zhang B, Wang P, Sun C-N, Nai M L S, Li T and Wei J. *Effect of different heat treatments on the microstructure and mechanical properties in selective laser melted INCONEL 718 alloy*. **Materials and Manufacturing Processes**. 32, (14), 1588-1595, 2017.
- [42] Chang L, Sun W, Cui Y, Zhang F and Yang R. *Effect of heat treatment on microstructure and mechanical properties of the hot-isostatic-pressed Inconel 718 powder compact*. **Journal of Alloys and Compounds**. 590, 227-232, 2014.
- [43] Garcia C, Lis A K, Loria E A and Deardo A. *Thermomechanical Processing and Continuous Cooling Transformation Behavior of IN-718*. 1992.
- [44] Niang A, Viguier B and Lacaze J. *Some features of anisothermal solid-state transformations in alloy 718*. **Materials Characterization - MATER CHARACTER**. 61, 525-534, 2010.
- [45] Sundararaman M, Mukhopadhyay P and Banerjee S. *Deformation behaviour of γ' strengthened inconel 718*. **Acta Metallurgica**. 36, (4), 847-864, 1988.
- [46] Azadian S. *Aspects of precipitation in alloy Inconel 718*. Luleå. Luleå tekniska universitet. 2004.
- [47] Kishan E V R and Nagarajan N M. *Strengthening of Forged Inconel Superalloy by Age Hardening Heat Treatment*. **International Journal of Innovate Science, Engineering & Technology**. 2, (8), 1-5, 2015.
- [48] Desvallees Y, Bouzidi M, Bois F and Beaudé N. *Delta Phase in INCONEL 718: Mechanical Properties and Forging Process Requirements*. 1994.
- [49] Anderson M, Thielin A L, Bridier F, Bocher P and Savoie J. *δ Phase precipitation in Inconel 718 and associated mechanical properties*. **Materials Science and Engineering: A**. 679, 48-55, 2017.
- [50] Maj P, Adamczyk-Cieslak B, Slesik M, Mizera J, Pieja T, Sieniawski J, Gancarczyk T and Dudek S. *The Precipitation Processes and Mechanical Properties of Aged Inconel 718 Alloy After Annealing*. **Archives of Metallurgy and Materials**. 62, 1695-1702, 2017.
- [51] Holt R T and Wallace W. *Impurities and trace elements in nickel-base superalloys*. **International Metals Reviews**. 21, (1), 1-24, 1976.
- [52] Xie X and Liu X. *The Role of Phosphorus and Sulfur in Inconel 718*. **The minerals, Metals & Materials Society, Warrendale, PA**. 599-606, 1996.
- [53] Song H, Guo S and Hu Z. *Beneficial effect of phosphorus on the creep behavior of INCONEL 718*. **Scripta Materialia**. 41:2, (1), 215-219, 1999.
- [54] Liu W C, Yao M, Chen Z L and Wang S G. *Niobium segregation in Inconel 718*. **Journal of Materials Science**. 34, (11), 2583-2586, 1999.
- [55] Collier J P, Wong S H, Tien J K and Phillips J C. *The effect of varying Al, Ti, and Nb content on the phase stability of INCONEL 718*. **Metallurgical Transactions A**. 19, (7), 1657-1666, 1988.
- [56] Xie X, Dong J, Wang G, You W, Zhao C and Wang Z. *The Effect of Nb, Ti, Al on Precipitation and Strengthening Behavior of 718 Type Superalloys*. **Superalloys 718, 625, 706 and Derivatives 2005**. 287-298, 2005.

- [57] Bergstrom D and Bayha T. *PROPERTIES AND MICROSTRUCTURE OF ALLVAC® 718PLUS™ ALLOY ROLLED SHEET*. **Superalloys**. 243-252, 2005.
- [58] Sugahara T, Martinolli K, Reis D a P, De Moura Neto C, Couto A A, Neto F P and Barboza M J R. *Creep Behavior of the Inconel 718 Superalloy*. **Defect and Diffusion Forum**. 326-328, (1), 509-514, 2012.
- [59] Ni T and Dong J. *Creep behaviors and mechanisms of Inconel718 and Allvac718plus*. **Materials Science and Engineering: A**. 700, (1), 406-415, 2017.
- [60] Chen K, Dong J, Yao Z, Ni T and Wang M. *Creep performance and damage mechanism for Allvac 718Plus superalloy*. **Materials Science and Engineering: A**. 738, 308-322, 2018.
- [61] Medrano-Prieto H M, Garay-Reyes C G, Ruiz-Esparza-Rodriguez M A, Estrada-Guel I, Silva-Aceves J M, Castro-Carmona J S, Camacho-Montes H and Martínez-Sánchez R. *Effect of Trace Ce/La Addition on the Microstructure and Microhardness of Nanostructured Nickel-based Superalloy Inconel 718*. **Microscopy and Microanalysis**. 25, (S2), 2178-2179, 2019.
- [62] Muralidharan G, Thompson R G and Walck S D. *Analysis of precipitation in cast alloy 718*. **Ultramicroscopy**. 29, (1), 277-283, 1989.
- [63] Systems A T. (2013). *WinCCS Lever Arm Teste Instruction Manual*. Available: https://www.atspa.com/2300_r2.pdf
- [64] Systems A T. (2013). *Series 2320_MM Lever Arm Tester*. Available: <https://www.atspa.com/wp-content/uploads/2020/05/Series2320-Bulletin>
- [65] Miao Z-J, Shan A-D, Wu Y-B, Lu J, Hu Y, Liu J-L and Song H-W. *Effects of P and B addition on as-cast microstructure and homogenization parameter of Inconel 718 alloy*. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China**. 22, (2), 318-323, 2012.
- [66] Antonsson T and Fredriksson H. *The effect of cooling rate on the solidification of INCONEL 718*. 2005.
- [67] J. Wagner H and M. Hall A. *PHYSICAL METALLURGY OF ALLOY 718*. 1965.
- [68] El-Bagoury N, Matsuba T, Yamamoto K, Miyahara H and Ogi K. *Influence of Heat Treatment on the Distribution of Ni₂Nb and Microsegregation in Cast Inconel 718 Alloy*. **Materials Transactions**. 46, (11), 2478-2483, 2005.
- [69] Whittenberger J D. *A Review of: "SUPERALLOYS II" edited by CT. Sims, N.S. Stoloff, and W.C. Hagel A Wiley-Interscience Publication John Wiley & Sons, New York, NY 615 pages, hardcover, 1987*. **Materials and Manufacturing Processes**. 7, (3), 463-468, 1992.
- [70] Moiz M, "The influence of grain size on the mechanical properties of Inconel 718," Master, Department of Management and Engineering, Linköping University, Linköping, Sweden, 2013.
- [71] Ramírez A L, Mazur Z and Jesús P. *EL ANALISIS MICROESTRUCTURAL EN EL MANTENIMIENTO DE TURBINAS DE GAS: UNA HERRAMIENTA ÚTIL PARA DETERMINAR SU VIDA ÚTIL*. **X CONAMET/SAM**. 1 - 8, 2010.
- [72] Wei X-P, Zheng W-J, Song Z-G, Lei T, Yong Q-L and Xie Q-C. *Elemental Partitioning Characteristics of Equilibrium Phases in Inconel 718 Alloy at 600–1100 °C*. **Journal of Iron and Steel Research, International**. 20, (6), 88-94, 2013.
- [73] Xiao L, Chen D L and Chaturvedi M C. *Effect of boron and carbon on thermomechanical fatigue of IN 718 superalloy: Part I. Deformation behavior*. **Materials Science and Engineering: A**. 437, (2), 157-171, 2006.

- [74] Mostafa A, Rubio I, Brailovski V, Jahazi M and Medraj M. *Structure, Texture and Phases in 3D Printed IN718 Alloy Subjected to Homogenization and HIP Treatments*. **Metals - Open Access Metallurgy Journal**. 7, 196, 2017.
- [75] Mignanelli P M, Jones N G, Pickering E J, Messé O M D M, Rae C M F, Hardy M C and Stone H J. *Gamma-gamma prime-gamma double prime dual-superlattice superalloys*. **Scripta Materialia**. 136, 136-140, 2017.
- [76] Zhu Z, Cai Y, Song K, Zhou Y and Zou J. *Precipitation Characteristics of the Metastable γ'' Phase in a Cu-Ni-Be Alloy*. **Materials (Basel, Switzerland)**. 11, (8), 1394, 2018.
- [77] Ergin N, Özdemir Ö, Demirkiran A, Sen S and Sen U. *Synthesis of Inconel 718 Superalloy by Electric Current Activated Sintering*. 2015.
- [78] Sundararaman M, Mukhopadhyay P and Banerjee S. *Carbide precipitation in nickel base superalloys 718 and 625 and their effect on mechanical properties*. **The Minerals, Metals & Materials Society**. 367-378, 1997.
- [79] Hassan B and Corney J. *Grain boundary precipitation in Inconel 718 and ATI 718Plus*. **Materials Science and Technology**. 33, (16), 1879-1889, 2017.
- [80] Matz J E and Eagar T W. *Carbide formation in alloy 718 during electron-beam solid freeform fabrication*. **Metallurgical and Materials Transactions A**. 33, (8), 2559-2567, 2002.
- [81] Elam J, Wilson C A, Schuisky M, Sechrist Z A and George S M. *Improved nucleation of TiN atomic layer deposition films on SILK low-k polymer dielectric using an Al₂O₃ atomic layer deposition adhesion layer*. **Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures**. 21, 2003.
- [82] Ni X, Zhang L, Wu W, Zhu D, Kong D, Dong C and Zhu G. *Functionally Nb graded inconel 718 alloys fabricated by laser melting deposition: mechanical properties and corrosion behavior*. **Anti-Corrosion Methods and Materials**. ahead-of-print, 2019.
- [83] Chen Y-T, Yeh A-C, Li M-Y and Kuo S-M. *Effects of processing routes on room temperature tensile strength and elongation for Inconel 718*. **Materials & Design**. 119, 235-243, 2017.
- [84] Pei C, Shi D, Yuan H and Li H. *Assessment of mechanical properties and fatigue performance of a selective laser melted nickel-base superalloy Inconel 718*. **Materials Science and Engineering: A**. 759, 278-287, 2019.
- [85] Lu Y, Wu S, Gan Y, Huang T, Yang C, Junjie L and Lin J. *Study on the microstructure, mechanical property and residual stress of SLM Inconel-718 alloy manufactured by differing island scanning strategy*. **Optics & Laser Technology**. 75, 197-206, 2015.
- [86] Liu F, Lin X, Yang G, Song M, Chen J and Huang W. *Microstructure and residual stress of laser rapid formed Inconel 718 nickel-base superalloy*. **Optics & Laser Technology**. 43, (1), 208-213, 2011.
- [87] Li T, Zheng J and Chen Z. *Description of full-range strain hardening behavior of steels*. **SpringerPlus**. 5, (1), 1316, 2016.
- [88] Hertelé S, De Waele W and Denys R. *A generic stress-strain model for metallic materials with two-stage strain hardening behaviour*. **International Journal of Non-Linear Mechanics**. 46, (3), 519-531, 2011.
- [89] Kamaya M. *Ramberg-Osgood type stress-strain curve estimation using yield and ultimate strengths for failure assessments*. **International Journal of Pressure Vessels and Piping**. 137, 1-12, 2016.
- [90] Richards C W and Trabant E A. *Engineering Materials Science*. Literary Licensing, LLC. 2012.

- [91] Quach W, Teng J-G and Chung K. *Three-Stage Full-Range Stress-Strain Model for Stainless Steels*. **Journal of Structural Engineering-asce**. 134, 1518-1527, 2008.
- [92] Ren F-C and Tang X. *Study on creep behavior of Grade 91 steel at 838K*. 2017.
- [93] Soriano T, "Evaluación de la termofluencia a 600 °C de un acero ferrítico A387 Gr.5C2," Master, Ingeniería en Metalurgia y Materiales, Instituto Politecnico Nacional, Mexico, 2018.

ANEXOS

ANEXO 1

Montaje (**Figura A**):

1.- Se realizan mediciones del diámetro y largo de la región de ensayo corroborando medidas según norma y siguiendo las siguientes recomendaciones:

Si es necesario la temperatura y humedad relativa deben ser registradas. El diámetro de las muestras de termofluencia debe medirse y registrarse con una precisión de 0.001”, ubicando la zona de menor diámetro y promediar las medidas mínima y máxima en este punto. Para ensayos donde se pretende que la probeta falle se deben realizar mediciones de la longitud de la sección de calibre reducida, la cual debe de aplicarse un factor de corrección descrito a continuación:

$$\frac{L + \Delta L}{L} = \frac{L + 2\sqrt{0.05rD - 0.000625D^2}}{L}$$

Donde L es la longitud de la sección reducida, r el radio de la sección reducida, D el diámetro de la sección reducida.

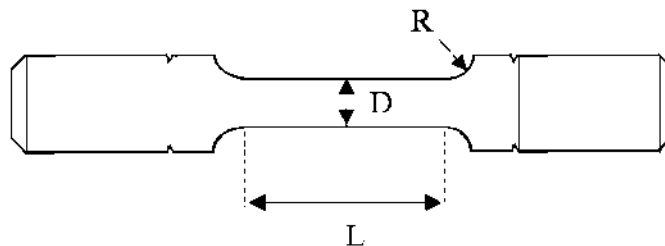


Figura A.- Ilustración de las dimensiones a considerar de la probeta de termofluencia.

2.- Se fijan los termopares a la región de ensayo, se debe garantizar un buen contacto de los termopares con la probeta.

3.- La probeta se colocará en la estructura de sujeción tomando en cuenta que todos los componentes como varillas de tracción, coples, tuercas y tornillos estén debidamente sujetos (sin presionar excesivamente).

4.- La estructura de sujeción se acoplará a la estructura del equipo de creep, cerrando el horno, colocando el refractario para mantener la temperatura. Finalmente se conectarán termopares y extensómetros (Si es necesario deberán ser calibrados).

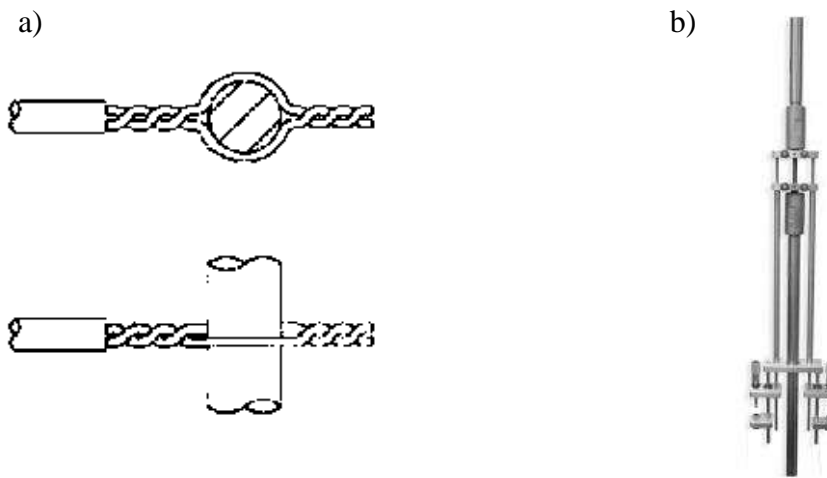


Figura B.- a) Montaje de termopares en probeta b) Probeta en dispositivo de sujeción.

Secuencia de ensayo

Primero crear las especificaciones de la probeta:

1.1 Clic en "Specification/Create."

1.2 En "Specification" bajo "Test Specification," Introducir el nombre de la especificación e información extra.

1.3 clic en "Next."

1.4 clic en "Condition" seleccionar "Specimen."

1.5 Introducir el tipo de especimen, temperatura y carga en "Specimen Type," Test Type," "Temperature Setting," and "Specimen Loading."

1.6 Clic en "Next."

1.7 Establecer las alarmas "Temperature Limits," the test limits of "Minor" and "Shut Down" limits are preset.

1.8 Clic en "Next."

1.9 Elegir "Power Failure," choose "Yes" or "No."

1.10 clic en "Next." La configuración de la especificación es completada.

Segundo crear el espécimen:

1.11 Ir a "Specimens/Create."

1.12 Introducir el nombre del espécimen, recordando no repetir nombres de especímenes pasados.

1.13 Ir a "Next."

1.14 En "Test Specimen", elegir la especificación creada con anterioridad.

1.15 Clic en "Next."

1.16 En "Dimensions," introducir las medidas del espécimen

1.17 clic en "Next."

1.18 En "Comments," Introducir comentarios los cuales aparecerán en el reporte.

1.19 Clic en "Next."

1.20 En "Test Information," Introducir los parametros de la prueba.

1.21 Clic en "Next."

1.22 En "Review," Se revisa toda la información introducida para el ensayo.

1.23 Clic en "Finish." el espécimen ha sido creado.

Tercero iniciar la prueba:

1.24 Ir a "Test/Start."

1.25 Seleccionar el archivo con las especificaciones del ensayo.

1.26 Seleccionar el archivo del espécimen deseado.

1.31 Seleccionar todos los parámetros adecuados y seguir las instrucciones en pantalla del peso a agregar en el equipo para finalmente iniciar la prueba.

ANEXO 2

Método de linealización de la ley de potencia de Norton para obtener valores de n y Q

Este método como se mencionó anteriormente es una herramienta importante para conocer los mecanismos de creep y predicción de vida del material ante ensayos de creep. Es necesario para su correcta aplicación tener una diversidad de ensayos de creep donde las probetas sean sometidas a diferentes temperaturas y esfuerzos, como en el ejemplo que se muestra a continuación:

Tabla A.- Información de ensayos de creep para un mismo material.

Temperatura (°C)	Esfuerzo (MPA)	Tasa de deformación (1/h)
680	320	0.000076
680	340	0.000086
680	360	0.00013
700	200	0.000023
700	250	0.00005
700	320	0.00013
700	340	0.00016
700	360	0.00027
720	320	0.00031
720	340	0.00038
720	360	0.00056

Para los cálculos de creep es necesario utilizar la ley de potencia de Norton para creep:

$$\dot{\epsilon} = K \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \cdot \sigma^n$$

Es necesario una forma lineal de la ecuación de Norton para un mejor manejo de las gráficas y su entendimiento. Se aplica logaritmo en ambos lados de la ecuación, como el uso de ln para eliminar el exponencial da 1 es necesario utilizar una equivalencia para log y poder eliminar el exponencial. Siendo $\log=0.43429$ o $1/2.3026$.

$$\log(\dot{\epsilon}) = \log(K) - \left[\frac{Q}{RT} \cdot \frac{1}{2.3026}\right] + n \log(\sigma) \quad \ln(\exp(1))=1 \quad \log(\exp(1))=0.4343$$

$$\log(\dot{\epsilon}) = \log(K) - \frac{Q}{2303R} \cdot \frac{1000}{T} + n\log(\sigma)$$

La ecuación anterior se grafica teniendo en cuenta que tiene una forma $y=mx+b$, después se realiza un ajuste lineal para determinar el valor de n que es la pendiente m de la ecuación (**Figura Ca**).

Teniendo n se reordena la ecuación lineal $y=mx+b$ teniendo:

$$\log(\dot{\epsilon}) - n\log(\sigma) = \log(K) - \frac{Q}{2303R} \left[\frac{1000}{T} \right]$$

donde ahora:

$$y = \log(\dot{\epsilon}) - n\log(\sigma) \quad b = \log(K) \quad mx = -\frac{Q}{2303R} \left[\frac{1000}{T} \right]$$

Los Celsius deben ser transformados a Kelvin y la ecuación se grafica como se observa en la **Figura Cb**, pero utilizando todos los datos de los ensayos de creep y obteniendo n para cada set de temperatura. Finalmente, la energía de activación Q puede ser calculada.

$$-\frac{Q}{2303R} = -14.889$$

$$Q = 285.12 \text{ kJ}/(\text{mol} \cdot \text{K})$$

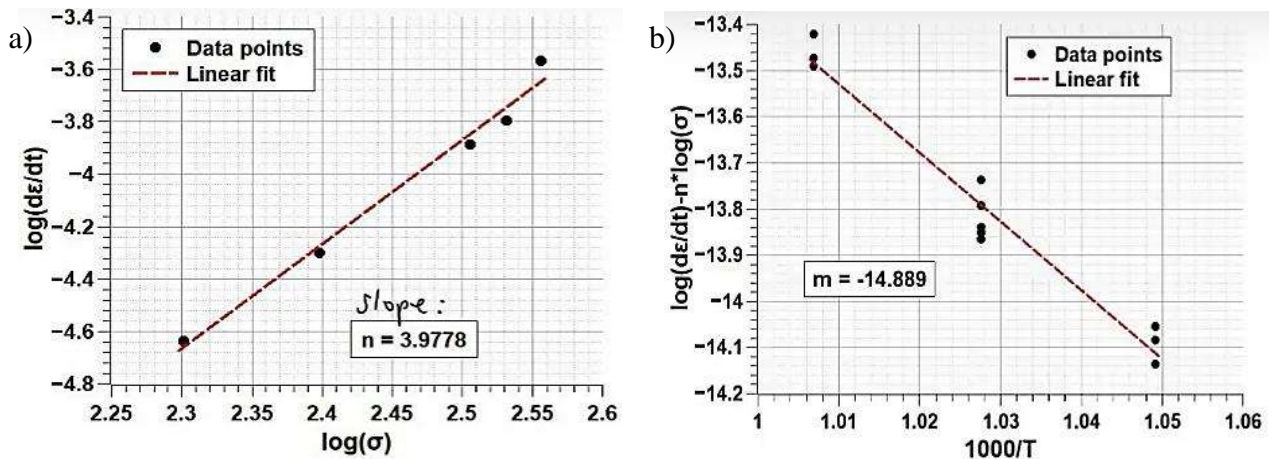


Figura C.- a) Curva $\log(\dot{\epsilon})$ versus $\log(\sigma)$ para obtener el exponente del esfuerzo n b) Curva $\log(\dot{\epsilon}) - n \log(\sigma)$ versus $1000/T$ para obtener la energía de activación.

ANEXO 3

El motivo de la adición de tierras raras en la aleación 2 se debe a su naturaleza altamente segregante y que suelen formar compuestos, como se abordó en capítulos anteriores; los cuales al ser formados en límite de grano ayudaban a evitar el deslizamiento de los granos. Estos deslizamientos en el límite de grano son muy comunes en los materiales policristalinos sometidos a pruebas de termofluencia. El objetivo de la caracterización por microscopia de transmisión (TEM) era la identificación de estos compuestos, debido a las limitantes en el uso del equipo no fue posible su realización, aunque el uso de microscopia de barrido nos muestra la presencia de tierras raras en el límite de grano cuando diferentes análisis en la región intergranular no muestran la presencia de las mismas, exceptuando los puntos de nucleación de carburos previamente caracterizada. La técnica de deconvolución fue utilizada en microscopia de barrido para poder discernir entre los diferentes elementos presentes.

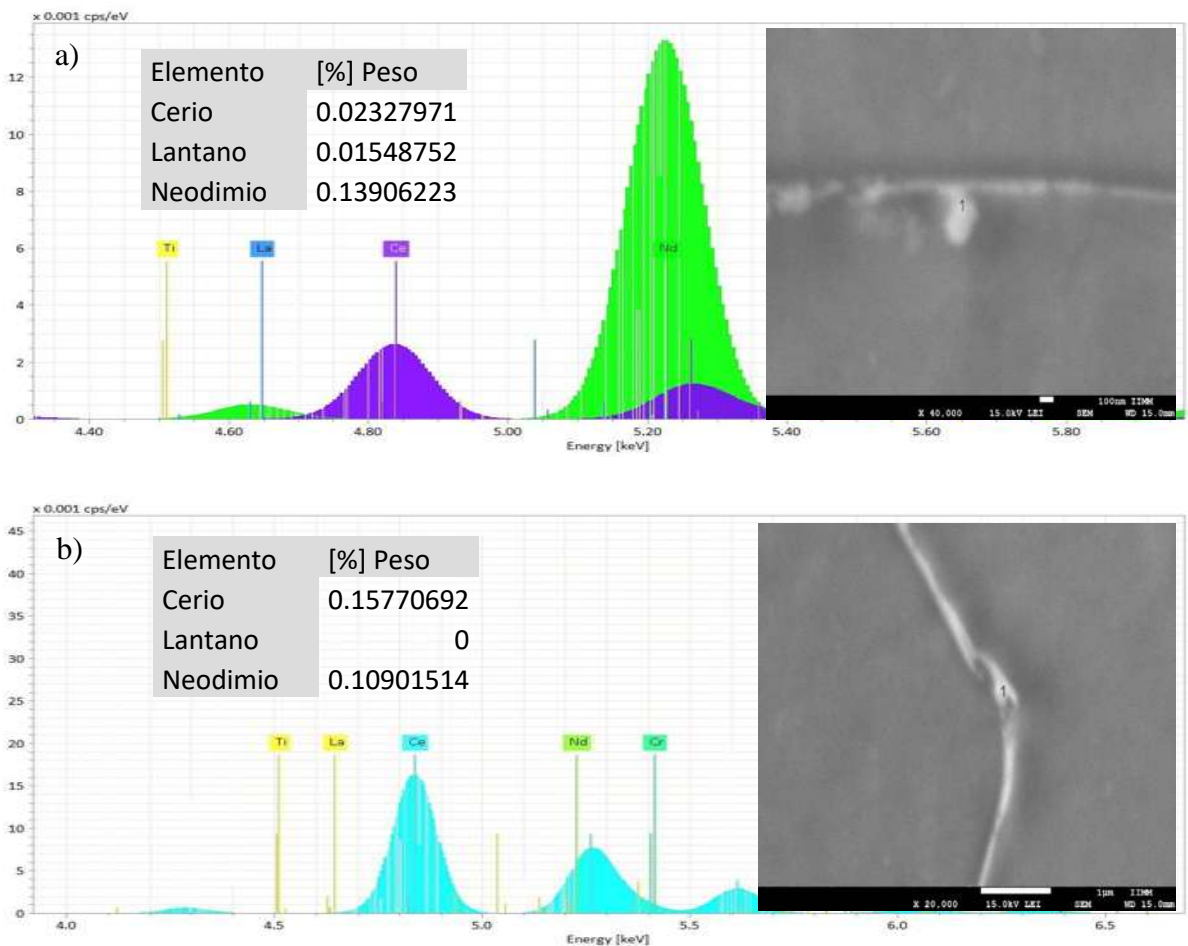


Figura D.- a) y b) Presencia de Cerio, Lantano y Neodimio en límite de grano.