



UNIVERSIDAD MICHOACANA DE SAN
NICOLÁS DE HIDALGO



INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN METALURGIA Y MATERIALES

PROGRAMA DE MAESTRIA EN
METALURGIA Y CIENCIAS DE LOS MATERIALES

**“CARACTERIZACIÓN NO DESTRUCTIVA DEL ENVEJECIMIENTO
TÉRMICO DE UNA ALEACIÓN DE INCONEL IN718”**

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

Presenta:
ING. FERNANDO VARGAS GARCÍA

ASESOR:
DR. ALBERTO RUIZ MARINES

CO-ASESOR:
DRA. NOEMÍ ORTIZ LARA

MORELIA, MICHOACÁN; JUNIO DEL 2018

AGRADECIMIENTOS

Agradezco profundamente al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología por otorgarme el apoyo económico con el cual fue posible culminar mis estudios de posgrado. A todas las personas quienes forman parte del Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales, gracias por confiar en mí.

A los doctores Alberto Ruiz Marines y Noemí Ortiz Lara mis asesores de tesis, por su apoyo, orientación y paciencia que me brindaron durante el periodo escolar y durante el tiempo que escribí la tesis, en especial a la Dra. Noemí quien siempre me recibía y me hacía ver mis faltas con una sonrisa. Gracias.

A mis amigos Heriberto, Kevin, Luis Enrique, Anilu, Martin, Yareth, Gildardo y Gabriela testigos de esta etapa de mi vida y a quienes les adeudo la paciencia de tolerarme las espinas más agudas, los arrebatos de humor y todo lo que alguna vez perturbo nuestra armonía. Magnificas personas y estupendos amigos, gracias por todo y perdón por tan poco.

A mis padres quienes siempre me han apoyado incondicionalmente y me han forjado como persona Abisac y Fernando, mis hermanos Diana y Adrián por sus palabras de aliento, a mi Tía Miriam y mi abuela Jacoba sin su apoyo jamás lo habría logrado, a mis tíos Judith y Javier, gracias.

Creí que esta parte de la tesis sería la más sencilla, que equivocado estaba, quiero agradecer a todas las personas que fueron parte importante de este logro sin que falten palabras ni personas, pero es muy difícil, a todos con los que alguna vez cruce camino gracias.

*«Si vas a intentarlo, ve hasta el final.
De otro modo, no empieces siquiera».
-Charles Bukoswky, Roll the dice.*

DEDICATORIA

A mi familia, amigos, y a quienes siempre están conmigo.

INDICE GENERAL

ÍNDICE DE FIGURAS	i
ÍNDICE DE TABLAS	vi
RESUMEN	vii
ABSTRACT	viii
CAPÍTULO I.	ix
INTRODUCCIÓN.....	ix
JUSTIFICACIÓN.....	x
OBJETIVO GENERAL	xi
OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	xi
HIPÓTESIS	xii
CAPÍTULO II.....	1
REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA.....	1
2.1 Aleación Inconel 718	1
2.1.1 Propiedades físicas y químicas del Inconel 718	6
2.1.2 Aplicaciones	6
2.2 Tratamientos térmicos en aleaciones base níquel	7
2.2.1 Tratamientos convencionales.....	7
2.3 Microestructura del Inconel 718	8
2.3.1 Propiedades del Inconel 718 con respecto a sus características microestructurales ..	8
2.3.2 Fase γ	8
2.3.3 Fase δ	9
2.4 Ensayos no destructivos	9
2.4.1 Potencial termoeléctrico	10
2.4.2 Ultrasonido.....	12
2.4.3 Resistencia eléctrica.....	17
CAPÍTULO III.	21

METODOLOGÍA.....	21
3.1 Preparación de probetas	21
3.2 Composición química del material	22
3.3 Tratamiento térmico.....	23
3.4 Caracterización microestructural	24
3.5 Técnicas no destructivas	25
3.5.1 Potencial termoeléctrico	25
3.5.2 Ultrasonido.....	26
3.5.3 Mediciones de caída de potencial de corriente alterna (ACPD)	32
3.5.4 Microdureza	34
3.5.5 Difracción de rayos X	35
3.6 Ensayos de tensión.....	35
CAPÍTULO IV.	36
RESULTADOS Y DISCUSIÓN	36
4.1 Caracterización microestructural	36
4.1.1 Metal base	36
4.1.2 Envejecimiento térmico a 950 °C durante 0.5 horas	38
4.1.3 Envejecimiento térmico a 950 °C durante 1 hora.....	40
4.1.4 Envejecimiento térmico a 950 °C durante 10 horas	42
4.1.5 Envejecimiento térmico a 950 °C durante 24 horas	44
4.1.6 Envejecimiento térmico a 950 °C durante 50 horas	46
4.1.7 Envejecimiento térmico a 950 °C durante 100 horas	48
4.1.8 Envejecimiento térmico a 950 °C durante 150 horas	51
4.1.9 Envejecimiento térmico a 950 °C durante 300 horas	53
4.2 Tamaño de grano.....	55
4.3 Cuantificación de fase δ	56
4.4 Velocidad de onda.....	57
4.5 Atenuación	57

4.6	Potencial termoeléctrico.....	59
4.7	Mediciones de conductividad eléctrica mediante ACPD.....	60
4.8	Microdureza	61
4.9	Relación entre el PTE y la microdureza	62
4.10	Relación entre conductividad eléctrica y la microdureza	63
4.11	Difracción de rayos X	64
4.12	Ensayos de tensión.....	66
CAPÍTULO V.....		69
CONCLUSIONES.....		69
RECOMENDACIONES		71
TRABAJO FUTURO		71
REFERENCIAS		72

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1 Arreglo atómico microestructural para la fase γ [8, 10].	2
Figura 2.2 Esquema representativo del arreglo atómico de los precipitados para la fase γ'' [2, 8].	2
Figura 2.3 Diagrama TTP de diferentes fases en Inconel 718 [8].	4
Figura 2.4 Imágenes de microscopía electrónica de barrido con tratamiento térmico. a) precipitados de la fase δ en límites de grano a una temperatura de 1000 °C durante 1 hora. b) precipitados formados después de un tratamiento a 950 °C durante 50 horas [2].	5
Figura 2.5 Imagen de microscopio electrónico de barrido mostrando la distribución de la fase δ después de un tratamiento de 950 °C durante 180 segundos [13].	5
Figura 2.6 Evolución de precipitados de la fase δ a una temperatura de 950 °C durante 0.5 horas, 2 horas y 24 horas [12].	6
Figura 2.7 Esquema para la medición de potencial termoeléctrico.	11
Figura 2.8 a) Espectro de FFT para diferentes tratamientos a distintos tiempos de permanencia a 1050 °C. b) coeficiente de atenuación medido para diferentes tiempos de permanencia a 1050 °C [3].	15
Figura 2.10 Mediciones de conductividad y dureza en muestras a diferentes condiciones relacionadas con los parámetros de red obtenidos por DRX [27].	18
Figura 2.11 Diagrama esquemático del sensor de medición de ACPD [30].	20
Figura 3.1 Dimensiones de probetas para mediciones de atenuación, PTE y ACPD (Nota: cotas en mm).	21
Figura 3.2 Dimensiones utilizadas para las probetas de ensayos de tensión (Nota: cotas en mm).	22
Figura 3.3 Rampas de temperatura para realizar los tratamientos térmicos.	23
Figura 3.4 Puntos donde se ubican los tratamientos térmicos realizados de acuerdo al diagrama TTP [8].	24
Figura 3.5 Esquema representativo para la medición de PTE [32].	25
Figura 3.6 Curva de calibración para mediciones de PTE.	26

Figura 3.7 Representación esquemática del fenómeno de difracción del haz ultrasónico en un transductor plano.	29
Figura 3.8 Representación esquemática para la medición de velocidad de onda y atenuación por la técnica de inmersión pulso/eco [34].	31
Figura 3.9 Medición de atenuación por el método pulso-eco para encontrar el coeficiente de atenuación.	32
Figura 3.10 Sistema de medición de caída potencial de cuatro puntos utilizada por Bowler y colaboradores. La corriente alterna se aplica a la muestra a través del par exterior de puntos. La caída de potencial se mide entre el par de puntos internos [35].	33
Figura 3.11 a) Fotografía del sensor con electrodos despleables y b) Diagrama esquemático de mediciones de ACPD en la dirección x [30].	33
Figura 3.12 Microdurómetro marca Mitutoyo donde se realizaron las mediciones de microdureza.	34
Figura 3.13 a) Máquina universal MTS utilizada para realizar ensayos de tensión. b) Extensómetro utilizado para monitorear la deformación unitaria.	35
Figuras 4.1 Imágenes de MEB de la microestructura de una aleación de Inconel 718 sin tratamiento térmico. a) 250x, b) 500x.....	36
Figuras 4.2 a) Imagen de MEB de la microestructura de una aleación de Inconel 718 en condición de recepción, b) Mapeo de elementos químicos.....	37
Figura 4.3 Análisis puntual EDS realizado en los precipitados encontrados en la Figura 4.2. a) corresponde al precipitado 1 con la composición de nitrato de titanio. b) precipitado 2, la fase δ	38
Figuras 4.4 Imágenes de MEB de la microestructura de una aleación de Inconel 718 tratada térmicamente durante 0.5 h a una temperatura de 950 °C. a) 250x, b) 500x.	39
Figuras 4.5 a) Imagen de MEB de la microestructura de una aleación de Inconel 718 con un tratamiento térmico 0.5 h a una temperatura de 950 °C. b) Mapeo de elementos químicos.	40
Figuras 4.6 Análisis puntual del precipitado 1 mostrado en el mapeo de elementos químicos. ...	40
Figuras 4.7 Imágenes MEB de la microestructura de una aleación de Inconel 718 tratada térmicamente durante 1 h a 950 °C. a)250x, b)500x.	41

Figuras 4.8 a) Imágen de MEB de la microestructura de una aleación de Inconel 718 con un tratamiento térmico de 1 h a una temperatura de 950 °C . b) Mapeo elementos químicos .	42
Figuras 4.9 Análisis puntual del precipitado 1 en la imagen de mapeo químico.	42
Figuras 4.10 Imágenes de MEB de la microestructura de una aleación de Inconel 718 tratada térmicamente durante 10 h a una temperatura de 950 °C. a) 250x b) 500x.	43
Figuras 4.11 a) Imagen de MEB de la microestructura de una aleación de Inconel 718 con un tratamiento térmico de 10 h a una temperatura de 950 °C.. b) Mapeo de elementos químicos.	43
Figura 4.12 Análisis puntual realizado en el precipitado 1 marcado en la Figura 4.11.	44
Figuras 4.13 Imágenes de MEB de la microestructura de una aleación de Inconel 718 tratada térmicamente durante 24 h a una temperatura de 950 °C. a) 250x b) 500x.	45
Figuras 4.14 a) Imagen de MEB de la microestructura de una aleación de Inconel 718 con un tratamiento térmico de 20 h a una temperatura de 950 °C. b) Mapeo de elementos químicos.	46
Figura 4.15 Análisis EDS realizado al precipitado 1 en la Figura 4.14.	46
Figuras 4.16 Imágenes de MEB de la microestructura de una aleación de Inconel 718 tratada térmicamente durante 50 h a 950 °C. a) 250x, b) 500x.	47
Figuras 4.17 Imagen de MEB de la microestructura de una aleación de Inconel 718 con un tratamiento térmico de 50 h a una temperatura de 950 °C. b) Mapeo de elementos químicos.	48
Figura 4.18 Análisis EDS realizado en el punto 1 de la Figura 4.16.	48
Figuras 4.19 Imágenes de MEB de la microestructura de una aleación de Inconel 718 tratada térmicamente durante 100 h a una temperatura de 950 °C. a) 250x, b) 500x.	49
Figuras 4.20 a) Imagen de MEB de la microestructura de una aleación de Inconel 718 con un tratamiento térmico de 100 h a una temperatura de 950 °C. b) Mapeo de elementos químicos. .	50
Figura 4.21 Análisis puntual realizado en el precipitado 1 de la Figura 4.19.	50
Figura 4.22 Imágenes de MEB de una aleación de Inconel 718 tratada térmicamente por 150 h a una temperatura de 950 °C. a) 250x, b) 500x.	51
Figura 4.23 a) Imagen de MEB de la microestructura de una aleación de Inconel 718 con un tratamiento térmico de 150 h a una temperatura de 950 °C. b) Mapeo de elementos químicos. ..	52

Figura 4.24 Análisis EDS realizado en el precipitado 1 de la Figura 4.22.....	52
Figuras 4.25 Imágenes de MEB de la microestructura de una aleación de Inconel 718 tratada térmicamente durante 300 h a una temperatura de 950 °C. a) 250x, b) 500x.	53
Figuras 4.26 a) Imagen MEB de la microestructura de una aleación de Inconel 718 con un tratamiento de 300 h a una temperatura de 950 °C. b) Mapeo de elementos químicos.	54
Figuras 4.27 Análisis EDS realizado en el precipitado 1 de la Figura 4.25.	54
Figuras 4.28 Crecimiento de tamaño de grano promedio observado en los tratamientos térmicos realizados a 950 °C a diferentes tiempos de envejecido.....	55
Figuras 4.29 Cuantificación de la fase δ utilizando software de la aleación de Inconel 718 a una temperatura de 950 °C durante diferentes tiempos de envejecido.....	56
Figura 4.30 Velocidad de corte y longitudinal para muestras tratadas térmicamente a 950 °C durante distintos tiempos.	57
Figura 4.31 Coeficiente de atenuación de las muestras tratadas térmicamente a 950 °C en función de la frecuencia para distintos tiempos de envejecido.....	58
Figura 4.32 Mediciones de PTE de muestras envejecidas a 950 °C durante distintitos tiempos de permanencia.....	60
Figura 4.33 Mediciones de conductividad eléctrica del Inconel 718 en muestras tratadas térmicamente a distintos tiempos.	61
Figura 4.34 Mediciones de microdureza Vickers de muestras envejecidas a 950 °C durante distintitos tiempos de permanencia.....	62
Figura 4.35 Relación entre las mediciones de microdureza Vickers y PTE para muestras tratadas térmicamente a 950 °C en distintos tiempos de envejecido.	63
Figura 4.36 Relación entre las mediciones de microdureza Vickers y conductividad eléctrica para muestras tratadas térmicamente a 950 °C en distintos tiempos de envejecido.....	64
Figura 4.37 Patrones de difracción de rayos X de muestras tratadas térmicamente a distintos tiempos a una temperatura de 950 °C.....	65
Figura 4.38 Acercamiento de los patrones de difracción de rayos X de muestras tratadas térmicamente a distintos tiempos a una temperatura de 950 °C.....	65

Figura 4.39 Curvas esfuerzo-deformación de muestras tratadas térmicamente a 950 °C en distintos tiempos de envejecido.	66
Figura 4.40 Resultados de esfuerzos máximos y esfuerzos de fluencia obtenidos en las muestras tratadas térmicamente a 950 °C en distintos tiempos de envejecido.	67
Figura 4.41 Resultados de módulo elástico obtenidos en las muestras tratadas térmicamente a 950 °C en distintos tiempos de envejecido.	68

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 2.1 Coeficientes teóricos de atenuación ultrasónica para sólidos elásticos policristalinos.	16
Tabla 3.1 Composición química de Inconel 718 (%peso).....	22
Tabla 4.1 Propiedades mecánicas obtenidas por los ensayos de tensión de las probetas tratadas térmicamente a 950 °C.	68

RESUMEN

El principal mecanismo de endurecimiento en aleaciones base níquel se debe a la precipitación de segundas fases como lo es la fase γ' y la fase γ'' . Sin embargo, existe otra fase que precipita en este tipo de aleaciones disminuyendo sus propiedades mecánicas, perjudicando la resistencia del material en condiciones de operación, la fase δ , por lo que es necesaria la detección de esta fase con la finalidad de evitar costos en el mantenimiento. El presente trabajo tuvo como objetivo caracterizar mediante técnicas no destructivas el envejecimiento térmico de una aleación de Inconel 718. Se realizó un tratamiento térmico de solución a 1050 °C a todas las muestras y posteriormente se envejecieron a 950 °C por; 0.5, 1, 10, 24, 50, 100, 150 y 300 horas para precipitar diferentes cantidades de fase δ . Se utilizaron técnicas no destructivas como: medición de potencial termoeléctrico (PTE), medición de conductividad eléctrica utilizando la técnica de caída de potencial de corriente alterna (ACPD por sus siglas en inglés) y medición de atenuación ultrasónica para monitorear los cambios microestructurales en función del tiempo de envejecimiento. Se llevaron a cabo ensayos de tensión uniaxial y dureza Vickers. Utilizando microscopia electrónica de barrido (MEB) y difracción de rayos X (DRX) fue posible monitorear y corroborar la presencia de la fase δ y correlacionarlas con las técnicas utilizadas. En las mediciones de PTE a 150 h se observó la medición más alta de 3.551 $\mu\text{V}/^\circ\text{C}$. Evaluando la lectura de conductividad eléctrica el cambio que se obtuvo fue de 2.56%, aunque el cambio es pequeño, este es consistente con un error de medición despreciable. En las mediciones de atenuación conforme se incrementa el tiempo de permanencia, la atenuación en el material aumenta debido a la evolución microestructural. En tiempos largos de exposición se observó que, a 300 h y a una frecuencia de 10 MHz, el coeficiente de atenuación fue de 1.2 dB/mm mientras que en la muestra tratada a 0.5 h se registraron 0.45 dB/mm, aproximadamente. Los ensayos de tensión a un tiempo de 150 h muestran valores más altos como un esfuerzo de cedencia de 422 MPa y resistencia a la tensión de 863 MPa. La medición de dureza Vickers detectó un aumento a 150 h de 261 HV y un decremento de 235 HV para 300 h. El análisis microestructural reveló que la fase δ precipita de forma intergranular en tiempos cortos de envejecimiento, y de manera intragranular a partir de 50 h. Los patrones de DRX evidencian la presencia de la fase δ .

Palabras clave: ultrasonido, atenuación, potencial termoeléctrico, ACPD, fase delta.

ABSTRACT

The main mechanism of hardening in nickel base alloys is due to the precipitation of second phases such as γ' and γ'' phase. However, there is another phase that precipitates in this type of alloys, decreasing its mechanical properties, harming the resistance of the material under operating conditions, δ phase, reason why it is necessary to detect this phase in order to avoid costs in the maintenance. The objective of this work was to characterize the thermal aging of an Inconel 718 alloy by means of non-destructive techniques. A thermal treatment of solution at 1050 ° C was carried out on all samples and subsequently aged at 950 ° C by; 0.5, 1, 10, 24, 50, 100, 150 and 300 hours to precipitate different amounts of δ phase. Non-destructive techniques were used such as: thermoelectric potential measurement (PTE), electrical conductivity measurement using the alternating current potential drop technique (ACPD) and ultrasonic attenuation measurement to monitor microstructural changes depending on the aging time. Tests of uniaxial tension and Vickers hardness were carried out. Using scanning electron microscopy (SEM) and X-ray diffraction (XRD) it was possible to monitor and corroborate the presence of δ phase and correlate them with the techniques used. In PTE measurements at 150 h, the highest measurement of 3551 $\mu\text{V} / ^\circ\text{C}$ was observed. Evaluating the electrical conductivity reading, the change obtained was 2.56%, although the change is small, this is consistent with a small measurement error. In attenuation measurements as the dwell time increases, attenuation in the material increases due to microstructural evolution. In long exposure times it was observed that, at 300 h and at a frequency of 10 MHz, the attenuation coefficient was 1.2 dB / mm while in the sample treated at 0.5 h, approximately 0.45 dB / mm was recorded. The stress tests at a time of 150 h show higher values as a yield stress of 422 MPa and tensile strength of 863 MPa. The Vickers hardness measurement detected an increase to 150 h of 261 HV and a decrease of 235 HV to 300 h. The microstructural analysis revealed that δ phase precipitates intergranularly in short aging times, and intragranularly from 50 h. The XRD patterns show the presence of δ phase.

CAPÍTULO I.

INTRODUCCIÓN

A lo largo de los años, la industria aeroespacial ha demandado el desarrollo de materiales con buenas propiedades mecánicas, capaces de soportar altas temperaturas para la fabricación de piezas críticas en las turbinas de gas y los motores a reacción. Esto ha llevado al desarrollo de materiales que cumplan con las características que la industria aeroespacial necesita. El desarrollo de súper aleaciones o aleaciones de alto rendimiento, son un grupo de materiales que presentan excelentes propiedades mecánicas a altas y bajas temperaturas, excelente resistencia a la corrosión y a la oxidación. Debido a estas características, su uso aparte de la industria aeroespacial, se ha extendido a diversas áreas como la petroquímica, energética, criogénica, etc.

El INCONEL[®], es una marca registrada usada como prefijo para distintas aleaciones base níquel. Las aplicaciones para estas aleaciones son muy variadas, se utilizan tanto en procesos químicos y petroquímicos, en componentes que se exponen a altas tensiones mecánicas y/o a agua de mar, chimeneas en plataformas marinas, turbinas de gas, motores de cohetes y reactores nucleares. El Inconel 718, es una súper aleación base hierro-níquel, relativamente nuevo ya que su uso industrial data de 1965 [1], se caracteriza porque en su composición contiene niobio y molibdeno, y en menores cantidades titanio y aluminio, estos elementos contribuyen al endurecimiento por precipitación [1-6].

La presente investigación tuvo como objetivo analizar la evolución microestructural de una aleación de Inconel 718 al ser sometido a un tratamiento térmico de envejecido, esto con la finalidad de caracterizar la fase δ mediante técnicas no destructivas y pruebas de tensión. Para realizar el tratamiento de envejecido primero se realizó un tratamiento de solubilizado a 1050 °C, con el propósito de obtener una microestructura homogénea y disminuir la presencia de precipitados no deseados en el material. Posteriormente se realizó un tratamiento de envejecido a 950 °C durante 0.5, 1, 10, 24, 50, 100, 150 y 300 horas, con la finalidad de poder detectar la precipitación de la fase δ en el material.

La característica principal de las técnicas no destructivas empleadas en este trabajo es su sensibilidad a cambios microestructurales que ocurren en los materiales. La técnica de potencial

termoeléctrico es sensible a la composición química del material y a los precipitados que ésta puede contener. En la aleación de Inconel 718 usado en esta experimentación al ser sometido al tratamiento térmico de envejecimiento propuesto, precipitó la fase δ , que dependiendo del tiempo de tratamiento, se dio tanto intergranularmente como intragranularmente y utilizando la técnica de PTE, fue posible monitorear el cambio que ocurre en el material en función de los distintos tiempos de permanencia. Las técnicas de ultrasonido, como la medición del coeficiente de atenuación del material, permitieron conocer la evolución del crecimiento de los granos en la microestructura del material al ser sometido al tratamiento térmico. Con la velocidad de onda en el material fue posible conocer algunas propiedades mecánicas como el módulo elástico.

JUSTIFICACIÓN

La aleación Inconel 718, es utilizada en distintas ramas de la ingeniería donde es sometida a altas temperaturas y altas tensiones mecánicas. Al ser sometido a estos tipos de condiciones esta aleación altera su microestructura precipitando algunas fases como la fase δ , la cual se presenta en un rango de temperatura de 650-980 °C. Hasta hace tiempo se pensaba que era una fase dañina, pero, se ha reportado recientemente que esta fase puede controlar el crecimiento de grano y el deslizamiento de fronteras de grano. En este proyecto se utilizaron diferentes condiciones de envejecimiento para la precipitación de fase δ y detectar mediante técnicas no destructivas la evolución de esta fase y tratar de tener una correlación entre la microestructura, el comportamiento mecánico y las variables no destructivas. El alcance de este proyecto es detectar las condiciones en las que se encuentran los materiales con esta aleación utilizando técnicas no destructivas sin necesidad de desmontar los equipos y poder brindar mayores condiciones de seguridad en el área donde se requiera garantizar la integridad estructural de estos materiales y reducir los costos en el mantenimiento.

OBJETIVO GENERAL

El objetivo general de este proyecto de investigación, es detectar cambios microestructurales mediante técnicas de evaluación no destructivas en una aleación de Inconel 718 que ha sido sometida a un tratamiento térmico de envejecimiento.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Monitorear los cambios microestructurales sufridos por efecto de tratamientos térmicos mediante técnicas no destructivas como: medición de potencial termoeléctrico (PTE), medición de conductividad eléctrica por medio de la técnica de caída de potencial de corriente alterna (ACPD), microdureza Vickers y mediciones ultrasónicas de velocidad de onda y atenuación de onda.
- Evaluar mediante técnicas metalográficas y microscopia electrónica de barrido (MEB) los cambios microestructurales que sufre el material al envejecerlo térmicamente.
- Analizar el efecto de los tratamientos térmicos de envejecidos en las propiedades mecánicas realizando ensayos de tensión.
- Establecer una correlación entre las técnicas no destructivas y el monitoreo de precipitación de fases, cuando se somete el material a distintos tiempos de envejecimiento térmico.

HIPÓTESIS

Los cambios que se generan en una aleación base níquel, como el Inconel 718, al ser sometido a un tratamiento térmico pueden presentar cambios en sus características microestructurales dependiendo del tiempo que dura el tratamiento térmico; entre estas características tenemos: presencia de precipitados intergranulares e intragranulares, el crecimiento del tamaño de grano, las cuales pueden afectar de manera importante las variables (velocidad y atenuación ultrasónica, conductiva eléctrica, coeficiente de potencial termoeléctrico) utilizadas en diferentes técnicas no destructivas. Por lo que sería posible monitorear mediante técnicas no destructivas el fenómeno de precipitación de fase delta, cambios generados por la cantidad y tipo de esta fase.

CAPÍTULO II.

REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

2.1 Aleación Inconel 718

La súper aleación Inconel 718, fue desarrollada en los años 50's por la Corporación Internacional de níquel (*International Nickel Corporation*) pero fue hasta 1965 que la empezaron a utilizar en la industria, encontraron muchas aplicaciones en componentes de turbinas para este material debido a su alta resistencia a elevadas temperaturas [3].

La presencia de niobio, en el Inconel 718 le permite endurecer por envejecimiento térmico [7], las fases que se presentan al ser envejecido térmicamente con su respectiva composición son:

- Fase gama (γ): Esta fase presenta estructura del tipo cúbica centrada en las caras (CCC), la fase es continua, es decir, es una fase matriz en la que se encuentran otras fases, que se detallarán a continuación. En esta fase existe una concentración de elementos como el cobalto, cromo y molibdeno [8].
- Fase gama prima (γ'): Se forma como un precipitado, los parámetros de red de esta fase y de la fase γ son similares por lo que existe coherencia en ambas fases, esta fase es rica en elementos tales como el titanio y aluminio. La formación de precipitados γ' tiene un papel de endurecimiento menos importante que la formación de precipitados γ'' . Presenta estructura cristalina del tipo cubica centrada en el cuerpo (CCC), como se observa en la Figura 2.1, se presenta con una fórmula del tipo Ni_3Al o $\text{Ni}_3(\text{Al},\text{Ti})$ [1, 2, 8].
- Fase gama biprima (γ''): Es la principal fase de endurecimiento debido a las deformaciones coherentes que existen entre esta fase y la fase γ , esta fase se presenta en aleaciones que contienen niobio como lo es el Inconel 718 y el Inconel 706. El precipitado primario de endurecimiento no es γ'' . Tiene una estructura cristalina ordenada tetragonal centrada en el cuerpo, como se presenta en la Figura 2.2, con composición Ni_3Nb [1, 2, 5, 8].
- Fase delta (δ): Las súper aleaciones hierro-níquel que son endurecidas por la fase γ'' son susceptibles a la formación de esta fase que es incoherente a la fase γ por lo que no aporta endurecimiento, aunque se encuentre en pequeñas cantidades. El resultado de la

distribución de la fase δ , es usado para controlar el tamaño y el refinado de grano para ayudar a optimizar la tracción y fatiga. Sin embargo, la formación excesiva de esta fase tiende a degradar las propiedades y se trata de ser evitado. Con estructura cristalina ortorrómbica, y fórmula intermetálica Ni_3Nb , esta fase se encuentra precipitada en fronteras de grano [1, 2, 8].

- Carburos: La presencia de carbono se combina con elementos reactivos y refractarios como titanio o niobio para formar carburos del tipo MC ($M = \text{Ti}$ o Nb), el carbono contenido debe ser lo suficientemente bajo para alojar la precipitación de Nb y Ti, en la fase γ' y γ'' . Los carburos tienen estructura cúbica centrada en la cara (CCC) [1, 8, 9].

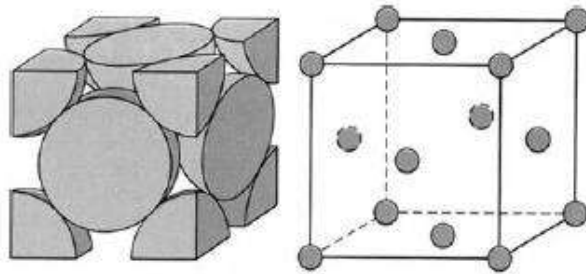


Figura 2.1 Arreglo atómico microestructural para la fase γ [8, 10].

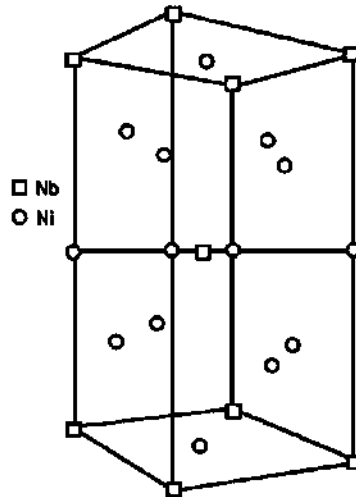


Figura 2.2 Esquema representativo del arreglo atómico de los precipitados para la fase γ'' [2, 8].

Algunos autores [8-10], discrepan sobre si la presencia de carburos puede llegar a ser perjudiciales o beneficiosos en cuanto a las propiedades mecánicas de las súper aleaciones. Se cree que los carburos en los límites de grano pueden llegar a mejorar las propiedades mecánicas aumentando la resistencia a la ruptura.

Existe una discrepancia en la literatura entre las temperaturas en las cuales se presentan las fases características de la aleación base níquel. Algunos autores afirman que las fases γ' y γ'' precipitan entre 600 y 900 °C, por tiempos de envejecimiento menores a 100 horas [2], mientras que otros dicen que pueden precipitar entre 700 y 900 °C en tiempos cortos de envejecimiento mientras se mantenga la relación de la ecuación 1, en porcentaje atómico [4, 6]. Pero si esta relación es superior a 0.8 la precipitación de la fase γ' se crea antes que la γ'' entre 780 y 820 °C [11].

$$\frac{\text{Al} + \text{Ti}}{\text{Nb}} = 0.66 \quad (1)$$

La Figura 2.3, muestra un diagrama TTP (Tiempo Temperatura Precipitados) en el cual se tiene una aproximación de la formación de sus respectivas fases en distintos tiempos y temperaturas, es de gran utilidad para el control de la formación de la fase δ , en ella se muestra la temperatura a la cual se precipita esta fase.

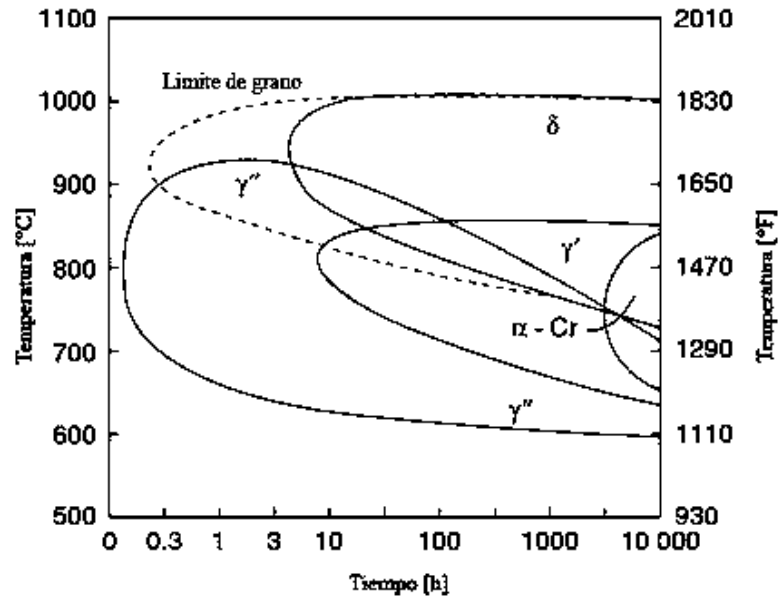


Figura 2.3 Diagrama TTP de diferentes fases en Inconel 718 [8].

Algunos autores han logrado precipitar la fase δ para distintos casos de estudio [2, 10, 12, 13], en los cuales se analizó que para precipitar la fase δ la temperatura óptima varía entre los 900 y 1000 °C. Azadian y colaboradores [2], realizaron distintos tratamientos de envejecido a una aleación de Inconel 718, ellos observaron que a una temperatura de 750 °C durante 24 horas la fase δ precipitaba muy lentamente y a un tratamiento de 1000 °C durante 1 hora únicamente precipitaba en los límites de grano y no se mostraba un crecimiento, esto debido a que el tratamiento realizado fue hecho a una temperatura cercana a la temperatura solvus de la fase δ , como se observa en la figura 2.4 a). En una temperatura de 950 °C durante 50 horas, Figura 2.4 b), observaron que la precipitación de la fase δ era intragranular y se encontraba dispersa por todo el grano.

En la Figura 2.5 se muestra la microestructura y la morfología de la fase δ de un tratamiento térmico realizado a 950 °C por 180 s, este tratamiento fue realizado por Zhang y colaboradores [13] con el objetivo de evaluar la fase δ en una aleación de Inconel 718 al ser deformado en compresión, en su procedimiento realizaron un tratamiento de envejecido a 950 °C a distintos tiempos obteniendo resultados favorables para la precipitación de la fase δ .

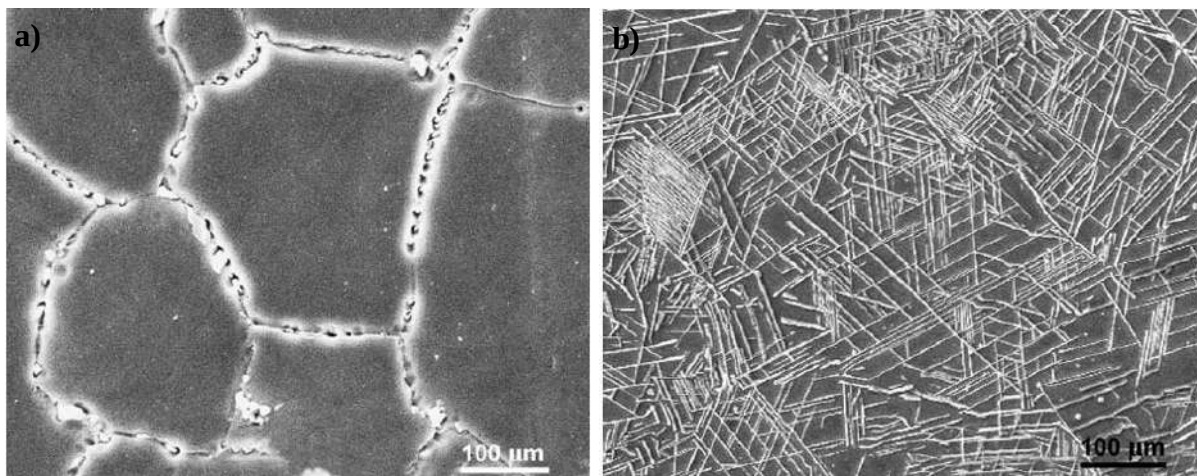


Figura 2.4 Imágenes de microscopía electrónica de barrido con tratamiento térmico. a) precipitados de la fase δ en límites de grano a una temperatura de 1000 °C durante 1 hora. b) precipitados formados después de un tratamiento a 950 °C durante 50 horas [2].

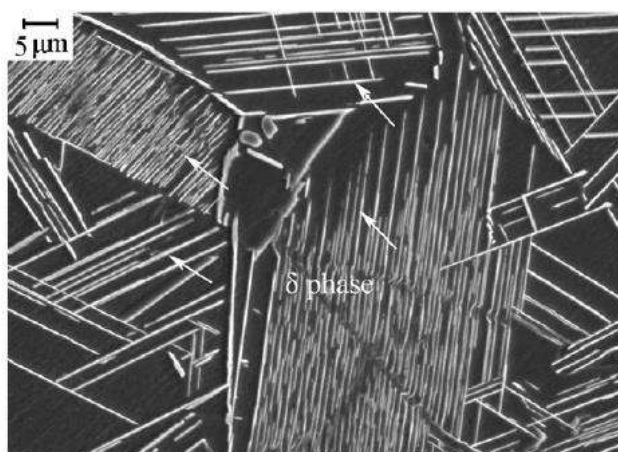


Figura 2.5 Imagen de microscopio electrónico de barrido mostrando la distribución de la fase δ después de un tratamiento de 950 °C durante 180 segundos [13].

Anderson y colaboradores [12], precipitaron la fase δ a distintos tiempos y temperaturas de envejecido para evaluar la influencia de esta fase con su comportamiento mecánico. Observaron que la fase δ tiende a precipitar de dos formas (intergranular e intragranular), y cada forma tiende a influir de manera diferente a las propiedades mecánicas en el Inconel 718. Maximizando la precipitación de la fase δ tiende a endurecer el material porque el crecimiento de la fase δ tiende a ser intragranular en la matriz. Incrementando la precipitación intergranular de la fase δ se tiende a

aumentar la ductilidad pero esto disminuye el esfuerzo de cedencia. La Figura 2.6 muestra la evolución de precipitados de la fase δ a una temperatura de 950 °C durante 0.5 horas, 2 horas y 24 horas, se aprecia que en 2 horas la precipitación de la fase δ es intergranular, mientras que a 24 horas ya se encuentra intragranularmente.

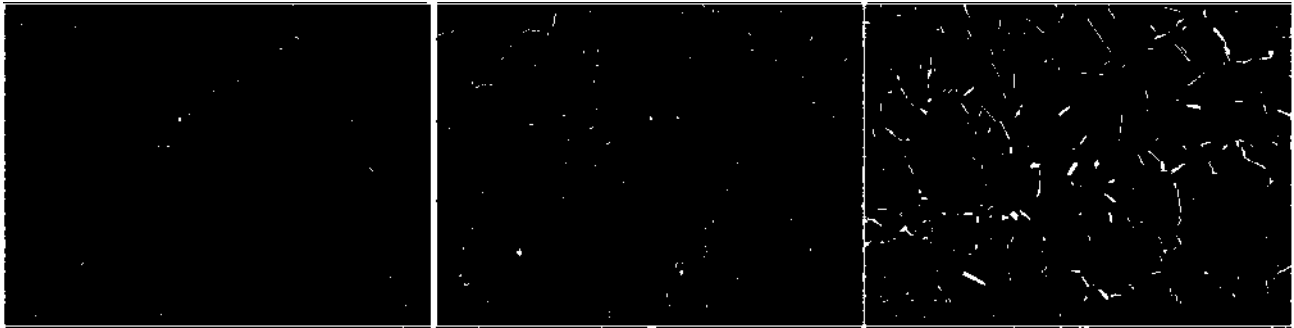


Figura 2.6 Evolución de precipitados de la fase δ a una temperatura de 950 °C durante 0.5 horas, 2 horas y 24 horas [12].

2.1.1 Propiedades físicas y químicas del Inconel 718

Entre las propiedades físicas del Inconel 718 se encuentra su densidad de 8.19 g/cm³, una temperatura de fusión que se encuentre en un rango de 1260 y 1336 °C, un calor específico de 435 J/kg · K, dentro de las propiedades químicas de la aleación 718 se encuentran su comportamiento a la corrosión la cual puede ser buena o excelente para ácidos orgánicos, alcalinos, sales y agua de mar. Resistencia favorable a ácido sulfúrico, hidroc্লórico, hidrofluorhídrico, fosfórico y nítrico. Buena o excelente resistencia a la oxidación, carburación, nitruración y sales fundidas. Resistente a la sulfuración [14].

2.1.2 Aplicaciones

El Inconel 718 es una aleación que tiende a endurecer por envejecimiento térmico y combina un buen comportamiento mecánico a temperaturas superiores a 700 °C con resistencia a la corrosión. Su característica de soldadura, especialmente su resistencia al agrietamiento posterior a la soldadura, son sobresalientes. Debido a estas características, la aleación 718 es utilizado en piezas de turbinas en aviones; partes de fuselaje de alta velocidad como ruedas; pernos y sujetadores de

alta temperatura, tanques criogénicos y componentes para extracción de petróleo y gas e ingeniería nuclear.

2.2 Tratamientos térmicos en aleaciones base níquel

Las aleaciones base níquel son más sencillas de tratar térmicamente a diferencia de muchas aleaciones base hierro que dependen de los cambios microestructurales relacionados con el carbono para lograr las propiedades deseadas. El níquel es un formador de austenita, y en la familia de aleaciones de níquel y alto níquel, no ocurren transformaciones de fase alotrópicas; las aleaciones son austeníticas desde la temperatura de fusión hasta el cero absoluto. Mientras que algunos precipitados pueden formarse como carburos y la fase γ' , estos no cambian la estructura básica austenítica de la matriz [15].

2.2.1 *Tratamientos convencionales*

El níquel y las aleaciones de níquel pueden ser sujetos a uno o más tipos de tratamientos térmicos de los seis principales (relevado de esfuerzos, recocido, solubilizado, envejecido y temple) [15], dependiendo de la composición química, requerimientos de fabricación y servicio.

Solubilizado: Por lo general, el primer paso para hacer un tratamiento térmico a una superaleación es un tratamiento de solubilizado. En algunas aleaciones forjadas, la temperatura del tratamiento de solubilizado va a depender de las propiedades que se desean obtener. Altas temperaturas en el tratamiento de solubilizado resultarán en el crecimiento del tamaño de grano y la disolución de algunas fases, esto es el principal objetivo de este tratamiento.

Temple: El propósito del enfriamiento después del tratamiento de solubilizado es el mantener a temperatura ambiente, la solución sólida supersaturada obtenida durante el tratamiento de solubilizado.

Recocido: Es un tratamiento diseñado para producir la recrystalización en la estructura de los granos y ablandamiento en aleaciones endurecidas. El recocido usualmente requiere temperaturas entre 705 y 1025 °C, dependiendo de la composición de la aleación y grado de endurecimiento.

Tratamiento de Envejecido: Las aleaciones que endurecen con el envejecido son causados por la precipitación de cantidades adicionales de una o más fases desde la matriz supersaturada desarrollada en el tratamiento de solubilizado. Algunos factores que influyen en la selección del

tipo de envejecimiento, el número de pasos para el envejecimiento y la temperatura de envejecimiento incluyen:

- Tipos y números de fases que podrían precipitar.
- Tamaño de precipitados.
- La combinación de esfuerzo y ductilidad deseada y el tratamiento térmico en aleaciones similares.

2.3 Microestructura del Inconel 718

Las fases principales del envejecimiento en superaleaciones usualmente incluyen: γ' (Ni_3Al o $\text{Ni}_3\text{Al,Ti}$), γ'' (Tetragonal centrada en la cara Ni_3Nb). Fases secundarias pueden presentarse las cuales incluyen: Carburos (M_{23}C_6 , M_7C_3 , M_6C y MC), nitruros (MN), carbonitruros (MCN) y boruros (M_3B_2), como también fases Laves (M_2Ti) y fase δ (Ortorrónica Ni_3Nb) [14].

Las propiedades de la aleación Inconel 718 son sensibles a la microestructura, en particular sobre el tamaño de grano. La presencia de la fase δ promueve refinamiento del grano durante el trabajo en caliente y evita el crecimiento excesivo del grano durante el tratamiento térmico.

2.3.1 Propiedades del Inconel 718 con respecto a sus características microestructurales

El mecanismo de endurecimiento es aportado principalmente por los precipitados de fase γ' Ni_3Al y γ'' Ni_3Nb . La fase metaestable γ'' se transforma a la fase estable Ni_3Nb δ durante la exposición a temperaturas superiores a 650°C . En los procesos de fabricación de superaleaciones, el control de la microestructura es crítico para el desarrollo de propiedades mecánicas óptimas

2.3.2 Fase γ

La fase γ , es una solución sólida de níquel, de estructura cúbica centrada en las caras (CCC), esta fase es continua y es la matriz de la aleación, por ende está presente en toda la microestructura del material. Dentro de ésta, se presentan otro tipo de precipitados.

Los precipitados γ' y γ'' se forman conjuntamente entre las temperaturas 550 y 660°C si la duración de envejecimiento es larga, mientras que se forman (conjuntamente también) entre las temperaturas 700 y 900°C , si el tiempo de permanencia es corto. La fase γ' se presenta de forma

intermetálica $\text{Ni}_3(\text{Ti}, \text{Al})$, tiene una estructura metaestable de tipo cúbico simple. La fase γ'' , tiene forma intermetálica Ni_3Nb , y una estructura metaestable de tipo tetragonal centrada [14].

La fase γ' continúa precipitando en el intervalo de temperaturas 400 y 620 °C. A partir de 650°C empieza la disolución de esta fase que desaparece alrededor de 830 °C. La disolución de la fase γ'' se produce entre 750 y 890 °C.

2.3.3 Fase δ

En el caso del envejecimiento de larga duración y entre las temperaturas de 700 y 900 °C se observa la formación de la fase δ y esta fase llega a ser mayoritaria si el tratamiento se hace entre 900 y 1000° C. Esta fase no contribuye de manera significativa sobre la dureza, pero parece buena respecto al valor de la ductilidad a la rotura. La fase δ , presenta una estequiometría Ni_3Nb , y tiene una estructura de tipo ortorrómbica.

Para temperaturas superiores a 890°C empieza, primero la coalescencia de la fase δ y después su disolución progresiva (particularmente por encima de 1000 °C). La disolución se acaba por completo para temperaturas encima de 1020 °C, después de eso el tamaño de grano crece.

2.4 Ensayos no destructivos

Una definición general de los Ensayos no destructivos es la examinación, prueba o evaluación que se realiza a cualquier objeto sin cambiar o alterar el objeto de ninguna forma, para determinar la ausencia o presencia de condiciones o discontinuidades que pueden afectar el uso o funcionamiento del objeto. Los ensayos no destructivos pueden utilizarse para medir otras características de un objeto, dimensiones, dureza, tamaño de grano, etc. Examinación no destructiva, Inspección no destructiva y Evaluación no destructiva son expresiones normalmente usadas para describir estas técnicas. Las técnicas no destructivas que se utilizaron para este trabajo fueron: Potencial termoeléctrico, ultrasonido, caída de potencial de corriente alterna y difracción de rayos X.

2.4.1 Potencial termoeléctrico

La termoelectricidad es la rama de la termodinámica paralela a la eléctrica, donde se estudia la interacción entre un fenómeno eléctrico y un fenómeno térmico. Cuando dos metales distintos con diferentes temperaturas entran en contacto se crea entre estos una diferencia de voltaje, debido a esto en ambos extremos de los metales se genera una fuerza electromotriz. Este efecto se le conoce como efecto Seebeck, con este principio trabajan los termopares.

Algunos autores [16-18] afirman, que el uso de la medición de potencial termoeléctrico (PTE) es muy sensible a la cantidad de precipitados soluciones sólidas. En el estudio de Kawaguchi y colaboradores [19] muestra que en aceros inoxidables Duplex, PTE ha sido un buen método para evaluar el envejecimiento térmico, posiblemente causado por la concentración de cromo.

2.4.1.1 Efecto Seebeck

La explicación microscópica del efecto Seebeck requiere entender el comportamiento de los electrones en metales. En un metal, no todos los electrones se encuentran unidos a un átomo particular, sino que algunos pueden moverse dando origen a la conductividad eléctrica de estos materiales [20]. El efecto Seebeck, es un fenómeno que consiste en la generación de energía eléctrica a partir de la diferencia de temperaturas que existe entre dos metales distintos, esto ocurre debido a que, en el metal con temperatura elevada, los electrones estarán excitados y tenderán a desplazarse hacia el metal con temperatura más estable (temperatura ambiente), debido a este flujo de electrones se genera una diferencia de potencial.

Para determinar el potencial termoeléctrico (PTE) de los materiales, se utilizan un sensor con dos puntas con temperaturas distintas, uno a temperatura ambiente denominado punta fría y el otro con una temperatura elevada denominado punta caliente, ambas puntas se colocan en contacto con la muestra de tal forma que interactúan con la estructura electrónica de esta. La medición de esta diferencia de potencial producido por la diferencia de temperaturas, hacen posible conocer el potencial termoeléctrico (PTE) de la muestra usando la siguiente relación:

$$S_{muestra} - S_{referencia} = \frac{\Delta V}{\Delta T} \quad (2)$$

Donde $S_{referencia}$ es el potencial termoeléctrico del material que se supone se conoce, ΔV es la diferencia de voltaje y ΔT es la diferencia de las temperaturas entre las dos puntas, las unidades con las que se mide el potencial termoeléctrico generalmente es μVK^{-1} o $\mu\text{V}^{\circ}\text{C}^{-1}$. Para incrementar la precisión en la medición las muestras generalmente tienen forma rectangular y una sección reducida [21]. En la Figura 2.7, se muestra un diagrama de la medición de PTE.

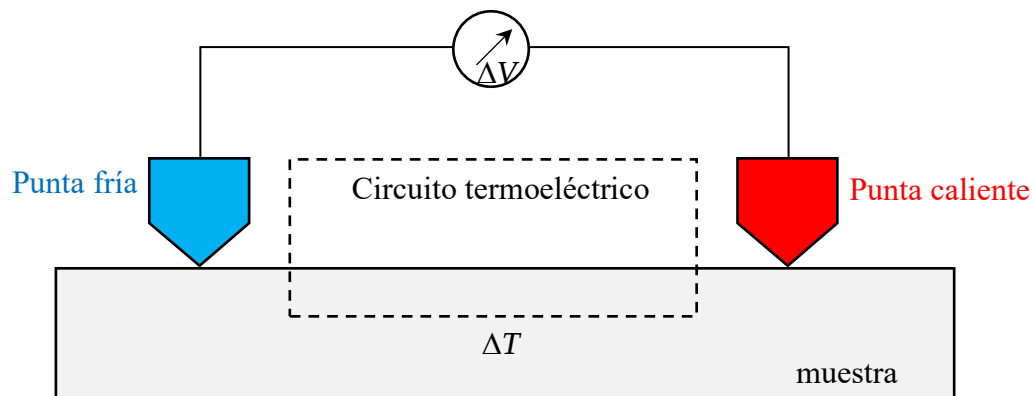


Figura 2.7 Esquema para la medición de potencial termoeléctrico.

El estudio de Cuéllar y colaboradores [17], muestra que la medición de PTE en Inconel 718 puede ser útil en la caracterización de propiedades mecánicas, realizaron mediciones de PTE mientras se realizaban ensayos de tensión utilizando muestras con precipitados de fases deseables γ y γ'' y precipitados de fases no deseables (δ y laves), mientras las muestras con precipitados deseables mostraron un cambio en las mediciones de ΔPTE de $35 \text{ nV}/^{\circ}\text{C}$ aproximadamente, las muestras con fases no deseables mostraron una variación menor de $10 \text{ nV}/^{\circ}\text{C}$ aproximadamente, incluso en altos niveles de deformación.

Zeid y colaboradores [16], al utilizar mediciones de PTE, encontraron que la precipitación semi-coherente de las fase γ'' y coherente γ' de su material, resultaron en un decremento en la medición de PTE. Algunos autores [16, 22], afirman que las mediciones de potencial termoeléctrico (PTE) y resistividad eléctrica (RE) son sensibles al desarrollo de precipitados en el envejecimiento artificial en aleaciones de aluminio.

2.4.2 Ultrasonido

Otra de las técnicas no destructivas importantes es el ultrasonido. El ultrasonido, se define como una vibración mecánica que ocurre a muy altas frecuencias estas vibraciones son imperceptibles para el oído humano (mayores a 20,000 Hz). La caracterización de materiales por ultrasonido es muy importante para la ingeniería aeroespacial. El método de ultrasonido como prueba no destructiva, ha sido usado exclusivamente para la detección de discontinuidades en componentes que han estado en servicio durante cierto tiempo.

Diversos estudios [23, 24], demuestran que la caracterización utilizando técnicas de ultrasonido como la velocidad de onda que está relacionada con las propiedades mecánicas y la atenuación relacionada con la microestructura del material.

2.4.2.1 Velocidad de onda

La velocidad de onda o velocidad de propagación es constante en todo el material, la ecuación de onda muestra que la velocidad depende del módulo de elasticidad y la densidad del material como se indica a continuación:

$$\frac{\partial^2 u}{\partial x^2} = \frac{1}{c_i^2} \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} \quad (3)$$

Donde c_i es el tipo de velocidad de onda, u es el desplazamiento de la partícula, x es la dirección de propagación y t es el tiempo. La velocidad de ondas longitudinales para un material dado puede ser calculada por la siguiente ecuación:

$$c_d = \sqrt{\frac{E}{\rho}} \quad (4)$$

Donde c_d es la velocidad de onda longitudinal, E es el módulo de Young, ρ es la densidad del material.

Las ondas de corte solo existen en materiales sólidos y no viajan a la misma velocidad que las ondas longitudinales en un material dado, esto se debe a que el módulo de corte sustituye al módulo de Young, afectando directamente la velocidad, y el módulo de corte es mucho menor al módulo de Young. Sabiendo la relación entre el módulo elástico (E), el módulo de corte (G) y la relación de Poisson (ν):

$$G = \frac{E}{2(1+\nu)} \quad (5)$$

La velocidad de las ondas de corte puede ser calculada por la siguiente ecuación:

$$c_s = \sqrt{\frac{1}{\rho} \frac{E}{2(1+\nu)}} \quad (6)$$

Donde c_s es la velocidad de onda de corte.

Las ondas superficiales u ondas de Rayleigh, también tiene su propia velocidad, que es aproximadamente el 90% de la velocidad de onda de corte [25]. Para calcular las diferentes velocidades es importante tener un conocimiento preciso de algunas propiedades del material, como el espesor y la densidad.

2.4.2.2 Atenuación ultrasónica

El efecto de la microestructura en la atenuación ultrasónica ha sido estudiado por muchos años, se han propuestos diferentes modelos matemáticos para predecir el fenómeno de atenuación. Se define la atenuación, como la pérdida de la energía de la señal ultrasónica conforme se propaga en un medio. En esencia, la atenuación ultrasónica en materiales se produce principalmente mediante dos mecanismos: i) absorción y ii) dispersión.

En el mecanismo de absorción, la energía mecánica de la onda se convierte en calor a través de viscosidad e histéresis elástica. Esta pérdida de energía es irreversible ya que el calor se disipa por otros medios. En el mecanismo de dispersión, la energía del haz ultrasónico colimado y coherente

se convierte en un haz de ondas incoherentes y divergentes como resultado de la interacción del haz con la microestructura del material. La pérdida (L) de la señal ultrasónica está definida como la relación de dos amplitudes de ecos ultrasónicos y se expresa usualmente en unidades logarítmicas base e (Neper) o base 10 (dB):

$$L = \ln \frac{A_1}{A_2} \quad \text{ó} \quad L = 20 \log \frac{A_1}{A_2} \quad (7)$$

Donde, A_2 y A_1 denotan las amplitudes de dos ecos consecutivos. En algunos casos ocurren pérdidas (L) como resultado de una interacción de onda con una discontinuidad del material. La pérdida en la intensidad de onda por unidad de longitud de propagación es conocida como el *coeficiente de atenuación* (α) y puede calcularse conociendo el espesor del material ensayado mediante la siguiente fórmula:

$$L = \alpha d \quad (8)$$

Donde d es la distancia de propagación. Generalmente, el coeficiente de atenuación puede ser descrito en función de los dos mecanismos de pérdida descritos anteriormente como:

$$\alpha = \alpha_{\text{absorción}} + \alpha_{\text{dispersión}} \quad (9)$$

Donde $\alpha_{\text{absorción}}$ es el coeficiente de atenuación por absorción y $\alpha_{\text{dispersión}}$ coeficiente de atenuación por dispersión.

Mientras que el coeficiente de dispersión es la pérdida dominante en materiales como los metales policristalinos y los materiales cerámicos, por lo que la absorción puede ser despreciable, en otros materiales como los polímeros y los fluidos la absorción es dominante, y la dispersión se desprecia.

En el estudio de Garcin y colaboradores [3] evaluaron el crecimiento de grano en una aleación de Inconel 718, la configuración que utilizaron para la frecuencia de operación son de 2 a 11 MHz y la frecuencia de resolución de 1.5 MHz. En la Figura 2.8 b), se observa la amplitud en función de la frecuencia donde se aprecian las frecuencias de operación utilizadas en su trabajo. En la Figura 2.8 a) se observa el espectro del coeficiente de atenuación con respecto a la frecuencia de las muestras, conforme se incrementaba el tiempo de permanencia de las muestras a 1050 °C el coeficiente de atenuación aumentaba debido al crecimiento de grano que reportaron. En las mediciones que se llevaron a cabo los autores no realizaron una corrección por difracción. Ya que en una frecuencia de 0 MHz físicamente no debería existir el fenómeno de atenuación y su gráfica, la Figura 2.8 b), indica lo contrario. Al no realizar la corrección por difracción, la atenuación en los tiempos cortos no cambia, la cual no es físicamente plausible.

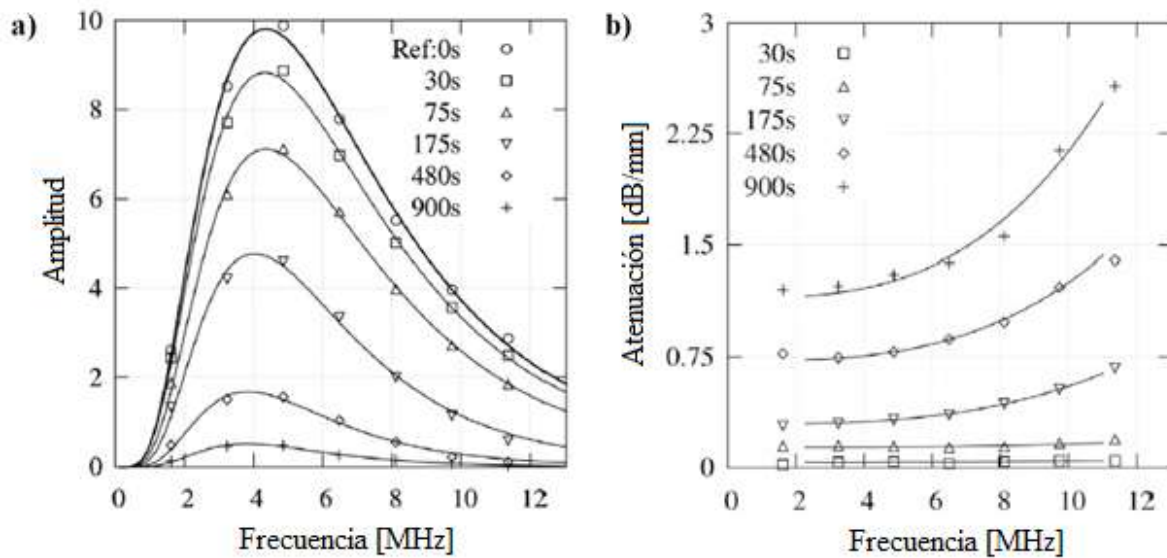


Figura 2.8 a) Espectro de FFT para diferentes tratamientos a distintos tiempos de permanencia a 1050 °C. b) coeficiente de atenuación medido para diferentes tiempos de permanencia a 1050 °C [3].

La teoría propuesta por Stanke y Kino [26] delimita tres regiones para el coeficiente de atenuación en materiales, de estas regiones la región de baja frecuencia o región de Rayleigh es la más importante, debido a que las técnicas ultrasónicas ordinarias se llevan a cabo en esta región, esto porque la atenuación es aceptablemente baja, en la Tabla 2.1 se muestran los coeficientes de atenuación en estas tres regiones.

Tabla 2.1 Coeficientes teóricos de atenuación ultrasónica para sólidos elásticos policristalinos.

Relación de longitud de onda	Mecanismo de atenuación	Coeficiente de atenuación
$\lambda \gg \pi D$	Dispersión de Rayleigh	$\alpha \propto \Delta^2 D^3 f^4$
$\lambda \cong \pi D$	Estocástica	$\alpha \propto \Delta^2 D f^2$
$\lambda \ll \pi D$	Geométrica	$\alpha \propto \Delta^2 D^{-1}$

En donde λ es la longitud de onda, D es el tamaño de grano nominal, f es la frecuencia ultrasónica, α es el coeficiente de atenuación y Δ el cambio relativo de las propiedades elásticas entre el dispersor y el medio.

La aplicación del modelo matemático de Stanke y Kino hace consideraciones que aplican para cualquier material policristalino y no para materiales que presentan anisotropía. Este modelo es válido para cualquier longitud de onda y cualquier tamaño de grano. En su fundamento teórico, la teoría unificada de Stanke y Kino para materiales policristalinos con granos equiaxiales y simetría cúbica implica el desarrollo y el conocimiento de complejos cálculos matemáticos, los cuales permiten modelar la forma irregular de los granos del material, caracterizar la propagación de la onda en el medio y además de ser válida en todos los rangos de frecuencia para ondas armónicas. La Figura 2.9 muestra los resultados de las predicciones teóricas para el coeficiente de atenuación en hierro policristalino, se identifican las tres regiones de dispersión en la propagación de ondas elásticas. En color rojo se observa lo que se ve en la Tabla 2.1 en la curva que predice la teoría unificada de Stanke y Kino, en color verde la región de Rayleigh y en color azul la región estocástica, la parte horizontal de la línea roja es la región geométrica.

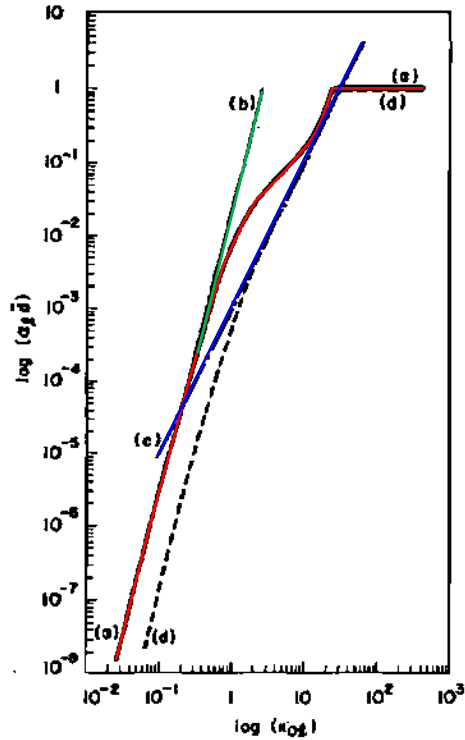


Figura 2.9 Coeficiente de atenuación normalizado para ondas longitudinales en hierro policristalino: (a) Teoría unificada, (b) Límite de Rayleigh, (c) Asíntota estocástica, y (d) modelo SKA (analogía a ondas escalares) [26].

2.4.3 Resistencia eléctrica

La carga eléctrica (y su movimiento) es la responsable de las propiedades eléctricas de un material, el movimiento de la carga eléctrica varía según el tipo de enlace iónico que presenta el material. En su movimiento por el material las cargas eléctricas colisionan con su entorno, que pueden ser imperfecciones de la red atómica como defectos puntuales, dislocaciones y defectos de superficie como límites de grano, maclas, etc. Las colisiones se resisten al movimiento libre de la carga eléctrica limitando su velocidad hasta cierto valor máximo, el tipo y número de colisiones depende de la estructura cristalina del material.

En un metal puro la conductividad eléctrica está determinada por su estructura de bandas de valencia. El valor de la conductividad depende del número de portadores y de la movilidad de los mismos. En un metal con defectos la movilidad y velocidad de las cargas eléctricas dependen críticamente del número y tipo de defectos microestructurales, a mayor número de defectos, menor distancia entre colisiones, menor movilidad y menor conductividad eléctrica.

Los electrones se desplazan por el material como ondas electromagnéticas que “ajustan” su periodicidad a la red cristalina. Cualquier irregularidad en la red cristalina provoca una dispersión de la onda y, por lo tanto, una disminución en su conductividad eléctrica.

Los resultados de Pereira y colaboradores [27], mostraron que las diferentes microestructuras de una aleación de Inconel 718 tienen un efecto totalmente distinguible en la conductividad eléctrica cuando es medido a través de técnicas sensibles apropiadas. Observaron una caída en los valores de la conductividad cuando se partía de un tratamiento de recocido a una condición de envejecimiento, debido a la dispersión de electrones de las zonas Guinier-Person que son formadas por un envejecimiento térmico incompleto. También, observaron que incrementaba la conductividad en condiciones de sobre envejecido, ocurría un máximo valor en la conductividad eléctrica cuando existía una combinación de precipitados intragranulares y precipitados intergranulares. Los precipitados de la fase δ con forma de láminas delgadas en muestras sobre envejecidas tienen gran impacto en la dispersión de electrones. En la Figura 2.10 se muestran las mediciones obtenidas de conductividad eléctrica y dureza relacionadas con los parámetros de red realizadas por Pereira y colaboradores. Muestran que en su condición V-OA, donde realizaron un tratamiento de sobre envejecimiento a 850 °C durante 18 horas, se obtiene un valor máximo en la conductividad, donde la fase δ se encontraba precipitados en los límites de grano.

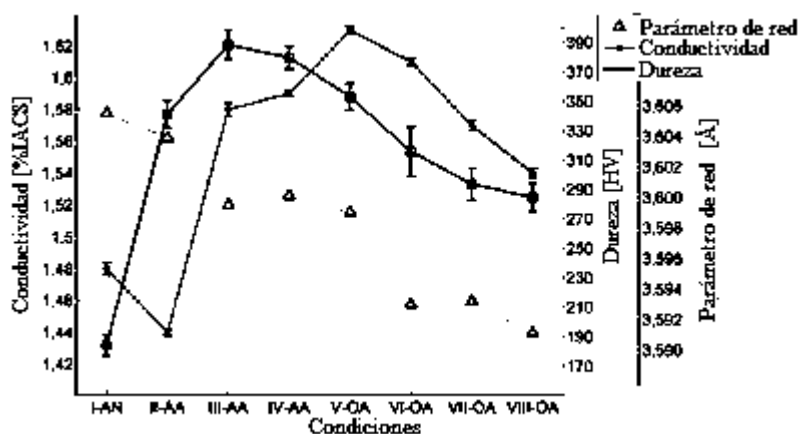


Figura 2.10 Mediciones de conductividad y dureza en muestras a diferentes condiciones relacionadas con los parámetros de red obtenidos por DRX [27].

2.4.3.1 Caída de potencial de corriente alterna

La caída de potencial de corriente alterna (ACPD por sus siglas en inglés), es una técnica no destructiva utilizada para la medición de corrosión y erosión en pipas, contenedores, recipientes a presión, etc. Otras aplicaciones de la caída de potencial son la caracterización de defectos y el crecimiento de grietas superficiales. El potencial de corriente alterna depende del grosor de la muestra, la permeabilidad magnética y la conductividad de la misma, en inspecciones de caída de potencial, es limitada a cierta profundidad en la superficie [28]. Una zapata de prueba de 4 electrodos es utilizada para esta medición (Figura 2.11), se induce una corriente eléctrica en la muestra a través de un par de electrodos y la diferencia de tensión resultante entre otros dos puntos en la superficie se mide usando un segundo par de electrodos que mantiene contacto con el material, se puede controlar la frecuencia con la siguiente ecuación [29]:

$$\delta = \frac{1}{\sqrt{f\pi\mu\sigma}} \quad (10)$$

Donde μ es la permeabilidad magnética, σ es la conductividad del material y f es la frecuencia de la corriente inducida. La medición de la resistividad eléctrica está relacionada con la conductividad eléctrica y con la separación de las puntas que tienen contacto con el material, por la siguiente ecuación:

$$R_i = \frac{1}{\sigma\pi a} \left(1 - \frac{1}{\sqrt{2}} \right) \quad (11)$$

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

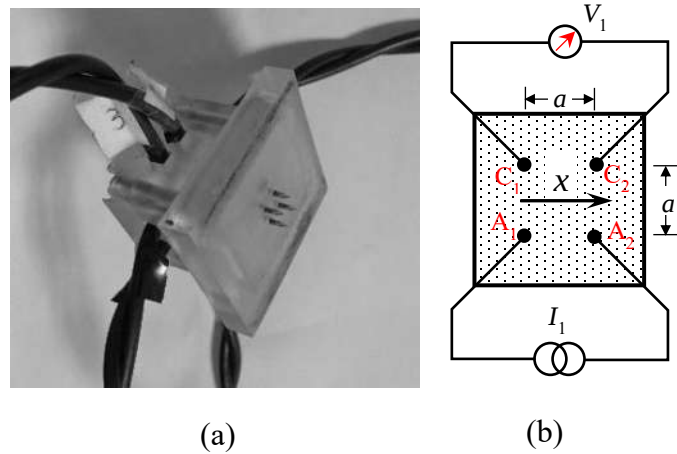


Figura 2.11 Diagrama esquemático del sensor de medición de ACPD [30].

CAPÍTULO III.

METODOLOGÍA

Con el objeto de estudiar el efecto de la precipitación de la fase δ , las probetas utilizadas en este desarrollo experimental fueron extraídas de una placa de Inconel 718 con dimensiones de 15.5 cm $\times$ 69.65 cm $\times$ 1.3 cm.

3.1 Preparación de probetas

Las probetas para las mediciones PTE, ACPD, de atenuación y velocidad ultrasónica se obtuvieron mediante corte de chorro de agua las dimensiones de 6 cm $\times$ 5 cm $\times$ 1.3 cm y la forma que se muestra en la Figura 3.1. Para llevar a cabo ensayos de tensión se obtuvieron probetas de acuerdo a lo especificado en la norma ASTM-E8 como se muestran en la Figura 3.2. Posteriormente a los cortes se les dio un acabado superficial utilizando papel lija de agua (SiC) grado 600. Para obtener las metalografías, las muestras se desbastaron progresivamente mediante técnicas de preparación de muestras y lija de agua con grados que van de 600 a 2000, para posteriormente pulirlas hasta lograr un acabado espejo utilizando paño y pasta de diamante de 6, 3, y 1 μ m respectivamente.

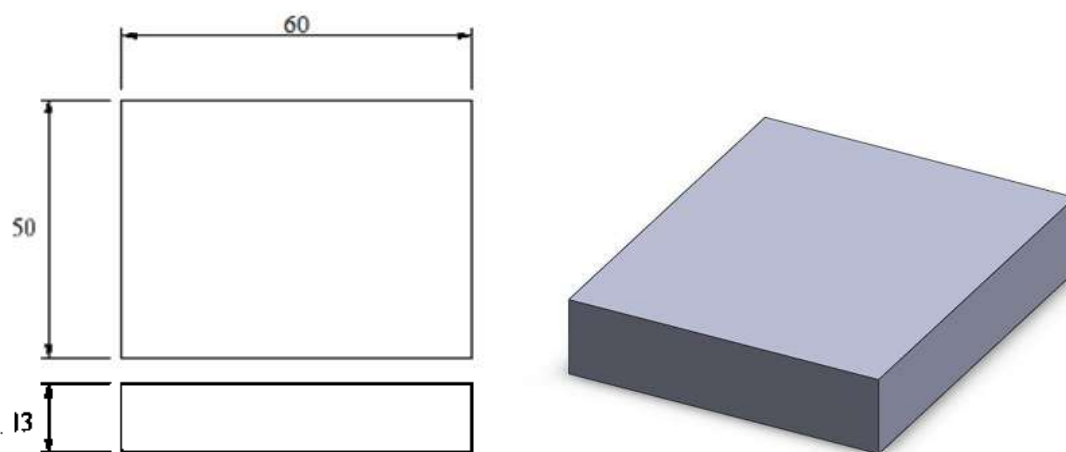


Figura 3.1 Dimensiones de probetas para mediciones de atenuación, PTE y ACPD (Nota: cotas en mm).

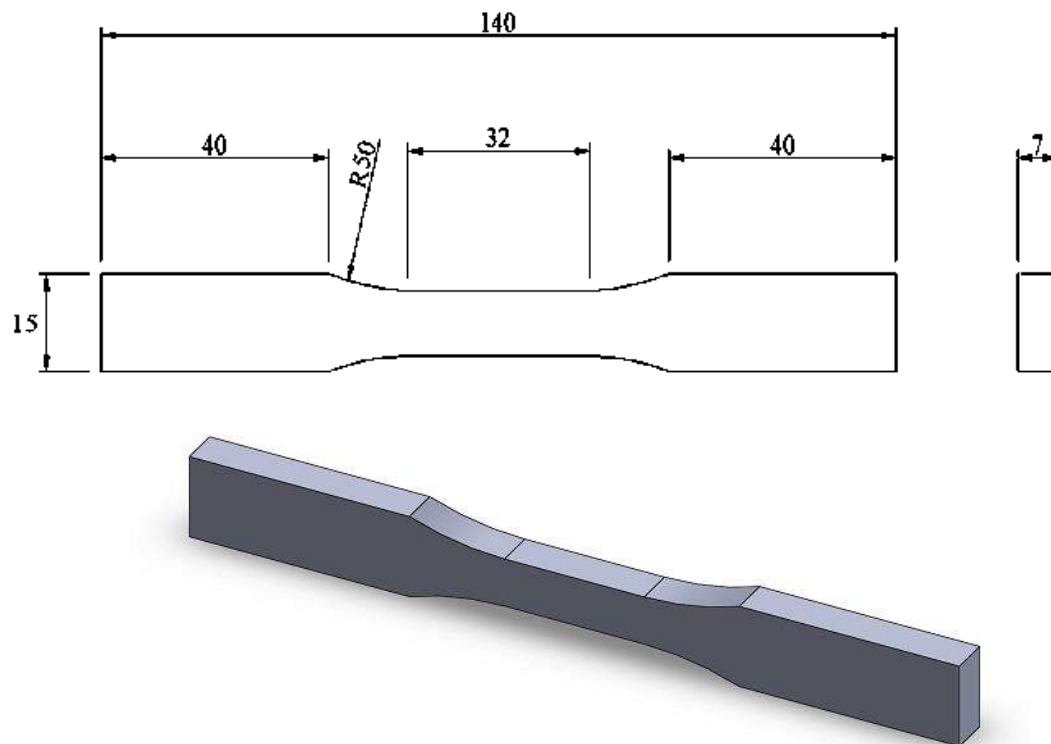


Figura 3.2 Dimensiones utilizadas para las probetas de ensayos de tensión (Nota: cotas en mm).

3.2 Composición química del material

La composición química del material con el cual elaboraron las probetas para realizar un tratamiento térmico de solubilizado seguido de un tratamiento de envejecido se muestra en la Tabla 3.1.

Tabla 3.1 Composición química de Inconel 718 (%peso).

C	Cr	Fe	Mn	Ni	Mo	Ti	Al	Nb	Si	Cu	Co
0.3	18.57	17.09	0.09	53.96	2.90	0.96	0.58	5.12	0.10	0.16	0.32

3.3 Tratamiento térmico

Para darle tratamiento térmico a las probetas se utilizó un horno marca VULCAN, primero se hizo un tratamiento de solubilizado a 1050 °C en todas las muestras para posteriormente realizar un tratamiento térmico de envejecido a una temperatura de 950 °C durante 0.5, 1, 10, 24, 50, 100, 150 y 300 horas, esto con la finalidad de precipitar la fase δ , de acuerdo al diagrama TTP (Figura 3.4).

La Figura 3.3 muestra las rampas de temperaturas que se llevaron a cabo durante los tratamientos, la temperatura se incrementó a 20 °C/min hasta los 1050 °C, esto para que el calentamiento fuera paulatino. Cuando se cumplió el tiempo de permanencia se enfriaron rápidamente las muestras en agua para mantener la microestructura que se alcanzó en ese tiempo.

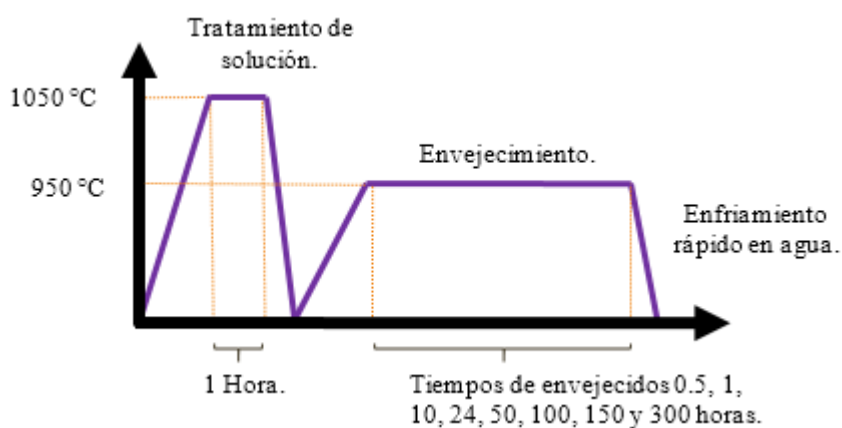


Figura 3.3 Rampas de temperatura para realizar los tratamientos térmicos.

La temperatura solvus de la fase δ se encuentra en temperaturas superiores a 1000 °C, Azadian y colaboradores [2] observaron que a una temperatura de 750 °C durante 24 horas, la tasa de precipitación era extremadamente lenta. Y a una temperatura de 1000 °C la precipitación después de 1.6 horas, no creció más allá de los límites de grano porque esta temperatura se encuentra muy cerca de la temperatura solvus. Por lo que se eligió la temperatura de 950 °C para realizar el envejecimiento térmico y debido a que siguiendo el diagrama de la Figura 3.4 muestra que la punta de la curva donde inicia la región precipitación de la fase δ en el grano, a una temperatura inferior 925 °C la punta de la curva corresponde a la precipitación de la fase δ en el límite de grano y de acuerdo a este diagrama en un tiempo de 10 horas podría precipitar la fase γ'' y la fase δ . En el caso de esta investigación, la condición es precipitar solamente diferentes cantidades de fase δ .

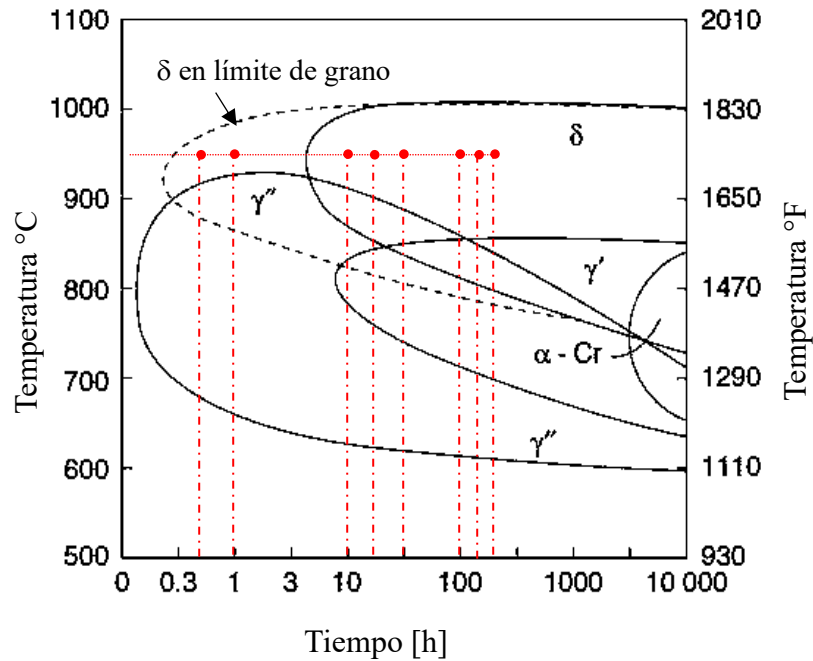


Figura 3.4 Puntos donde se ubican los tratamientos térmicos realizados de acuerdo al diagrama TTP [8].

3.4 Caracterización microestructural

Para relacionar la microestructura del material con los cambios de la microdureza, y corroborar los resultados que se obtuvieron a través de la medición de las técnicas no destructivas, se realizó el análisis de las muestras en un microscopio electrónico de barrido (MEB) modelo JEOL JS-6400. La preparación de la muestra para hacer metalografías fue desbastar y pulir mecánicamente mediante las técnicas estándar. Para obtener las metalografías, una vez pulidas las muestras se procedió a realizar un electroataque con ácido sulfúrico (H_2SO_4) y agua destilada (H_2O), en una proporción de 2 mL de H_2SO_4 en 25 mL de H_2O a un voltaje de 2V durante 10 segundos.

3.5 Técnicas no destructivas

3.5.1 Potencial termoeléctrico

Se realizaron mediciones de potencial termoeléctrico (PTE) mediante la técnica de punta caliente y punta fría. Los valores de PTE que se obtuvieron para los diferentes tiempos de envejecido, se utilizaron para determinar cambios microestructurales durante el envejecimiento térmico.

Se utilizó un equipo marca Walker Scientific, Inc. modelo ATS-6044T, el equipo de medición usa la técnica de punta caliente-punta fría y consta de dos electrodos (puntas metálicas) hechos de dos metales diferentes, una punta está a temperatura ambiente (punta fría), y la otra punta tiene una temperatura mayor (punta caliente), por lo que al ponerlos en contacto con la muestra generan entre estas una diferencia de temperatura, como se muestra en el esquema representativo de la Figura 3.5. La forma para hacer la medición de PTE, es colocar primero la punta fría y después la punta caliente y sostenerlas en la muestra tiempo aproximado de 3 segundos, el equipo de medición despliega una pantalla LCD los valores del voltaje generado por el efecto Seebeck. Las mediciones del voltaje hechas con este equipo son relativas, por lo que es necesario hacer una calibración con materiales con valores de PTE conocidos, metales como *Cobre*, *Alumel* y *Cromel* son usados generalmente ya que su PTE es conocido para una amplia gama de temperaturas. En este caso se utilizaron 4 materiales con PTE conocido Cromel, Cobre, Ti6-Al4-V y Alumel. Los resultados de voltaje obtenidos para estos materiales son graficados en función del voltaje como se muestra en la Figura 3.6.

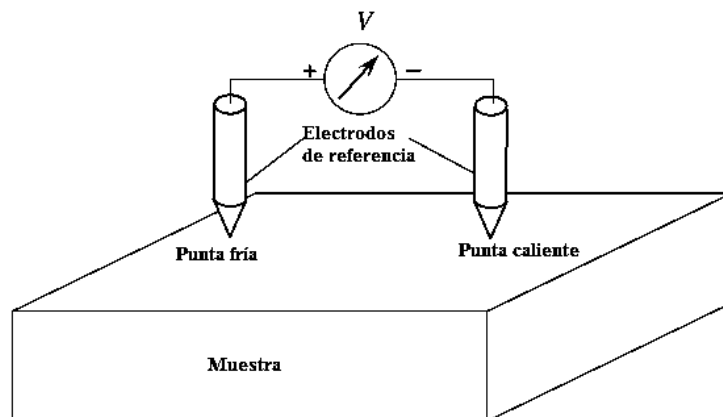


Figura 3.5 Esquema representativo para la medición de PTE [32].

Para poder obtener los valores de PTE de las muestras envejecidas, los resultados de PTE de muestras conocidas son ajustados mediante mínimos cuadrados a una línea recta ($y = mx + b$), y se obtiene la pendiente m y el intercepto b , el valor de TEP que se busca es y y x es el valor de voltaje obtenido con el equipo de medición.

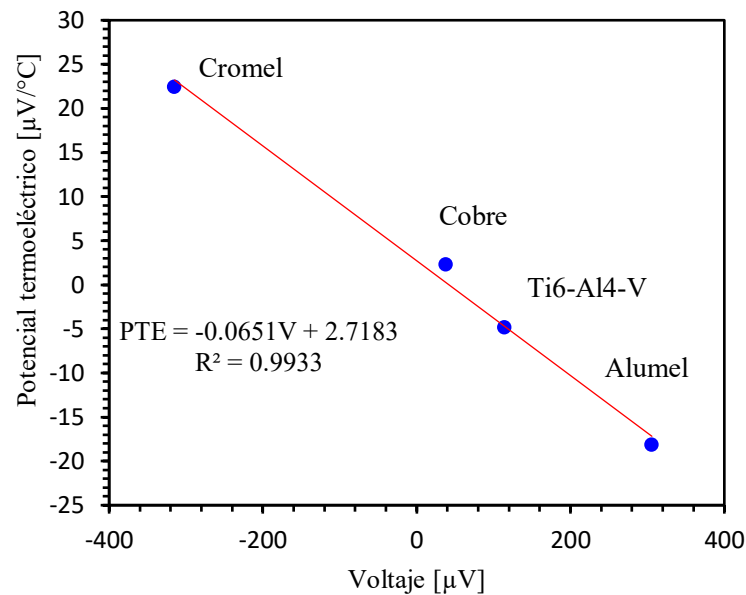


Figura 3.6 Curva de calibración para mediciones de PTE.

3.5.2 Ultrasonido

3.5.2.1 Velocidad de onda

La medición de velocidad de onda, fue de gran ayuda para caracterizar sus propiedades mecánicas, como lo es el módulo de elástico. Esto debido a que como se mencionó en la sección 2.4.2.1, la velocidad de onda es dependiente de las propiedades elásticas del material. Para las mediciones de velocidad se hizo uso de un transductor de ondas de corte de incidencia normal. La onda ultrasónica es generada por el transductor, propagándose por el medio de acople y transfiriéndose al material para viajar a través del espesor y reflejarse en la parte posterior de la muestra y de esta forma volver al transductor. El transductor recibe la señal y la transforma a un pulso eléctrico que se digitaliza en un osciloscopio marca LecroyWaveJet modelo 332, más adelante se muestra un diagrama esquemático de la configuración utilizada para esta medición.

Para determinar la velocidad de onda se utilizó la ecuación 12.

$$c = \frac{2d}{\Delta t} \quad (12)$$

Donde c es la velocidad de onda, d es el espesor del material y t es el tiempo de vuelo de la onda en el material.

3.5.2.2 Mediciones de atenuación ultrasónica

Las mediciones de atenuación ultrasónica fueron realizadas en las muestras envejecidas térmicamente a 950 °C, con el propósito de evaluar el efecto de la microestructura sobre la atenuación de la onda ultrasónica. La medición de la atenuación ultrasónica se calculó mediante una modificación de la ecuación 8, para tomar en cuenta todas las pérdidas de energía ultrasónica causadas por el arreglo experimental propuesto, ya que, el transductor mide una pérdida total (L_{total}) de energía que incluye la pérdida de energía por la dispersión del haz ultrasónico ($L_{\text{difracción}}$), la pérdida de energía causada por la diferencia de impedancias acústicas del agua (medio de acople) y la muestra ($L_{\text{impedancia}}$) y la pérdida causada por la microestructura del material (L_{material}), de tal forma que:

$$L_{\text{total}} = L_{\text{material}} + L_{\text{impedancia}} + L_{\text{difracción}} \quad (13)$$

Donde $L_{\text{impedancia}}$ es la pérdida causada por el desajuste de impedancias entre el medio de acople (agua) y el material a ensayar, L_{material} es la pérdida causada por la microestructura del material, $L_{\text{difracción}}$ es la pérdida causada por el ensanchamiento (difracción) del haz ultrasónico, y esta se puede estimar analíticamente mediante una corrección para la difracción del haz propuesta por Roger y Van Buren [33].

Para calcular el coeficiente de atenuación del material, primero es necesario calcular en forma individual cada una de estas pérdidas, la pérdida por impedancia acústica (la cual es el producto de la velocidad y la densidad del material) y se determina mediante el cálculo el coeficiente de

reflexión R (cuanta energía se refleja por la superficie del material en contacto con el agua), mediante:

$$R = \frac{Z_{\text{IN718}} - Z_{\text{agua}}}{Z_{\text{IN718}} + Z_{\text{agua}}} \quad (14)$$

Donde la impedancia acústica del agua (medio de acople) está dada por $Z_{\text{agua}} = \rho_{\text{agua}} c_{\text{agua}}$, es la impedancia acústica del agua que sirve como medio de acople, ρ_{agua} es la densidad del agua y c_{agua} es la velocidad del sonido en el agua, y la impedancia acústica del Inconel 718 es $Z_{\text{IN718}} = \rho_{\text{IN718}} c_{\text{dIN718}}$. Por otro lado, como se está hablando de energía, para un haz incidente en forma perpendicular a la probeta, $R_{\text{energía}} = R^2$. De acuerdo a la ley de conservación de energía, la energía acústica que se refleja en las caras de la probeta y la energía acústica que se transmite (T) del agua a la probeta y de la probeta al agua, debe conservarse por lo que el balance de energía está dado por:

$$R^2 + T^2 = 1 \quad (15)$$

La pérdida por impedancia acústica se calcula de la siguiente forma:

$$L_{\text{impedancia}} = 20 \log \left(\frac{R_n}{R_{n+1}} \right) \quad (16)$$

En este caso R_n es igual a R_0 , ya que en el experimento se utiliza el eco de la reflexión en la pared frontal del espécimen (superficie superior del espécimen) y R_{n+1} es el eco de la reflexión posterior del espécimen por lo que obtenemos que:

$$L_{\text{impedancia}} = 20 \log \left(\frac{R_0}{R_1} \right) \quad (17)$$

Sabiendo que $R_1 = RT^2$ y que $R_0 = R$ y sustituyendo estos valores en la ecuación 17, obtenemos que la pérdida por impedancia acústica para esta configuración está dada por:

$$L_{\text{impedancia}} = 20 \log \left(\frac{1}{T^2} \right) \quad (18)$$

La pérdida por difracción se debe a que el haz ultrasónico se origina por un número de puntos en la cara del transductor, la intensidad del sonido en el campo sonoro se ve afectada por el fenómeno de interferencia constructiva y destructiva, por lo que el haz ultrasónico sufre un efecto de difracción del haz ultrasónico, es decir que el haz ultrasónico no permanece como un cilindro sino que se ensancha conforme aumenta la distancia de propagación (z); este fenómeno es también conocido como divergencia del haz y sus efectos son función de la frecuencia ultrasónica (f) y el campo cercano ($N = D^2/4\lambda$) del transductor, donde D es el diámetro del transductor, y λ es la longitud de onda ultrasónica. La Figura 3.7, muestra el fenómeno de difracción del haz ultrasónico de forma esquemática.

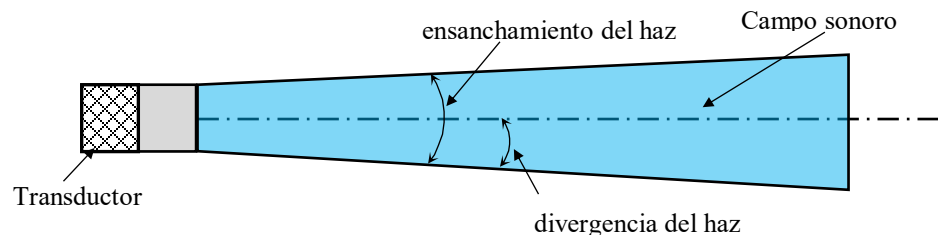


Figura 3.7 Representación esquemática del fenómeno de difracción del haz ultrasónico en un transductor plano.

En este arreglo experimental, se presenta el fenómeno de difracción en el agua, este fenómeno es amplificado en el material a ensayar debido a que se da transmisión de la onda ultrasónica del agua

hacia el Inconel 718, la diferencia en las velocidades del sonido en los medios de propagación da lugar a una refracción de la onda que incrementa aún más la divergencia del haz en la muestra, por los dos fenómenos, el de difracción y el de refracción inducen una pérdida de energía ultrasónica que recibe el transductor, por lo que es necesario realizar una corrección que compensa esta pérdida de energía por difracción ($L_{\text{difracción}}$), la cual puede ser calculada analíticamente usando la siguiente ecuación:

$$D_{(s)} = 1 - e^{-i(2\pi/s)} [J_0(2\pi/s) + iJ_1(2\pi/s)] \quad (19)$$

Donde $s = 2\pi z / ka^2$, z = la distancia entre el transductor y la muestra, a es el radio del transductor, $k = 2\pi / \lambda$ es el número de onda y J_0 y J_1 corresponden a la función de Bessel del primero tipo de orden cero y uno [33].

Como se explicó anteriormente, la atenuación es la pérdida proporcional que ocurre en un medio ocasionada por la propagación de la onda en el material. Para poder calcular la pérdida en el material es necesario utilizar la siguiente ecuación:

$$L_{\text{material}} = 2\alpha d \quad (20)$$

El número 2 se debe a que es el arreglo experimental es una medición con la técnica de *pulso-eco* donde la onda debe viajar 2 veces la distancia de propagación antes de regresar al transductor. Para esta medición se utilizó un transductor de la marca Panametrics modelo A311S de 12.7 mm de diámetro y frecuencia nominal de 10 MHz. Utilizando ecuación (20) y reescribiendo la ecuación (13), obtenemos que:

$$L_{\text{total}} = 2\alpha d + L_{\text{impedancia}} + L_{\text{difracción}} \quad (21)$$

El coeficiente de atenuación puede ser calculado utilizando la ecuación (21), una vez calculadas todas las pérdidas de energía que ocurren en la medición. Para este experimento se utilizó la configuración mostrada en la Figura 3.8.

La Figura 3.9 muestra una representación esquemática de las señales que se obtienen utilizando la técnica pulso-eco. La Figura 3.9 a) muestra las señales que se obtienen con el osciloscopio éstas señales representan las amplitudes de voltaje en el campo del tiempo se puede obtener una medición de atenuación con estas señales, pero esta no es exacta ya que no se conoce la frecuencia exacta de ese pulso. La Figura b) muestra la transformada rápida de Fourier de las señales cambiando del dominio del tiempo al dominio de la frecuencia (la señal representada en un espectro de frecuencia), la Figura c) muestra la pérdida total, resultado de restar aritméticamente las señales del primer y segundo ecos en el dominio de frecuencia, la Figura d) es el coeficiente de atenuación del material después de hacer las correcciones arriba mencionadas y realizando un mejor ajuste con los datos que se obtienen en las mediciones.

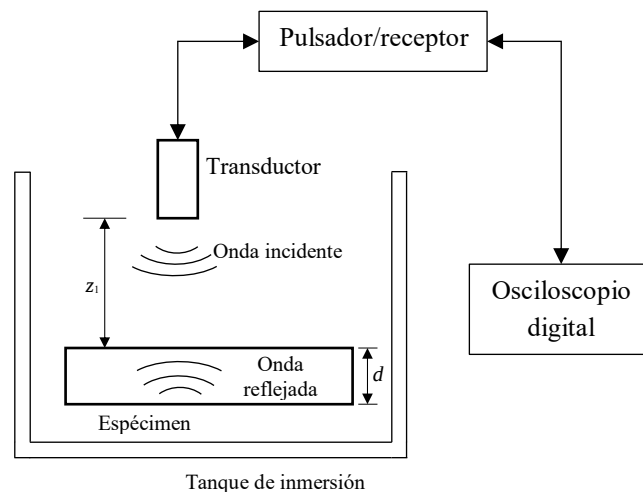


Figura 3.8 Representación esquemática para la medición de velocidad de onda y atenuación por la técnica de inmersión pulso/eco [34].

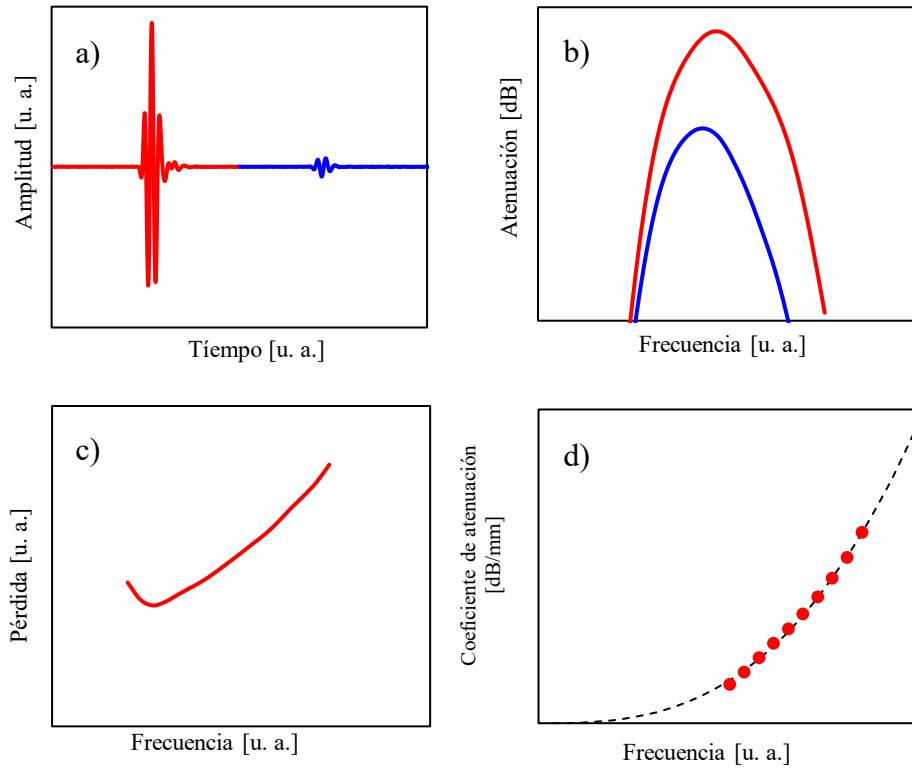


Figura 3.9 Medición de atenuación por el método pulso-eco para encontrar el coeficiente de atenuación.

3.5.3 Mediciones de caída de potencial de corriente alterna (ACPD)

Se realizaron mediciones utilizando la técnica ACPD para determinar la resistencia eléctrica de las probetas, a partir de la resistencia eléctrica se determina la conductividad eléctrica del material. Para ello se utilizó una variación del sensor típico con electrodos colocados en línea recta como se muestra en la Figura 3.10. En el sensor de la Figura 3.10, se inyecta una corriente eléctrica en electrodos de los extremos y se mide la caída de voltaje en los electrodos internos.

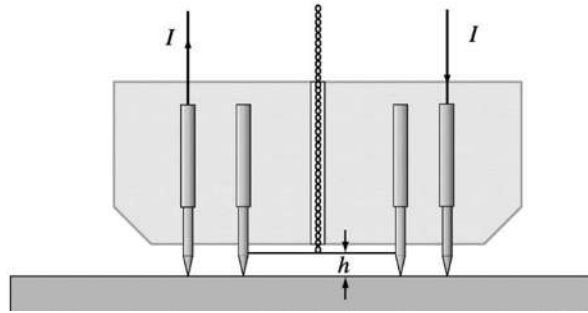


Figura 3.10 Sistema de medición de caída potencial de cuatro puntos utilizada por Bowler y colaboradores. La corriente alterna se aplica a la muestra a través del par exterior de puntos. La caída de potencial se mide entre el par de puntos internos [35].

En las mediciones de conductividad eléctrica usadas en este experimento, se usó la configuración propuesta por Prajapati y colaboradores [28], donde se utiliza un sensor con electrodos puestos en forma rectangular como se muestra en la Figura 3.11 a).

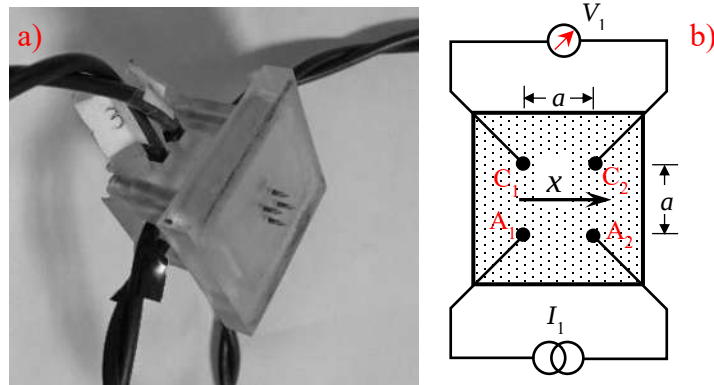


Figura 3.11 a) Fotografía del sensor con electrodos desplegables y b) Diagrama esquemático de mediciones de ACPD en la dirección x [30].

Usando esta configuración, se inyecta una corriente de 10 mA en los electrodos A_1 y A_2 y se mide la caída de voltaje en los electrodos C_1 y C_2 .

El equipo despliega en una pantalla LCD un valor de resistencia eléctrica, el cual es usado para calcular la conductividad eléctrica mediante la ecuación:

$$\sigma = \frac{1}{R\pi a} \left(1 - \frac{1}{\sqrt{2}} \right) \quad (22)$$

Donde σ es la conductividad eléctrica, a es la separación de los 4 electrodos desplegables que inducen la corriente al material, en este caso fue de 4 mm y R es la resistencia eléctrica medida con el equipo.

En el experimento se utilizó un puente de resistencias AC marca Stanford Research Systems modelo SIM 921. Los datos de conductividad eléctrica que se obtuvieron en cada probeta fueron graficados para representar el cambio en la conductividad eléctrica en función del tiempo de tratamiento térmico.

3.5.4 Microdureza

Con la finalidad de caracterizar los cambios microestructurales del Inconel 718 a lo largo del envejecido térmico, se realizaron mediciones de microdureza utilizando un microdurómetro de la marca Mitutoyo modelo HM-200 (Figura 3.13), se realizaron 30 identaciones de microdureza en cada probeta con una carga de 10 g, se calculó la media y la desviación estándar de las mediciones de cada probeta.



Figura 3.12 Microdurómetro marca Mitutoyo donde se realizaron las mediciones de microdureza.

3.5.5 Difracción de rayos X

La caracterización por difracción de rayos X, se llevó acabo usando un equipo de Sistema de difracción de rayos X, marca bruker, modelo D8 ADVANCE DAVINCI, entre los ángulos de 35° y 100°.

3.6 Ensayos de tensión

Para realizar los ensayos de tensión se utilizó una máquina servo hidráulica marca MTS, modelo Landmark de 100 kN, como la que se muestra en la Figura 3.13 a). Con el objeto de investigar el efecto del tratamiento térmico, para tratamiento de envejecido, se maquinaron probetas con las especificaciones de la norma ASTM E8, con las dimensiones mostradas en la Figura 3.2 y se realizó el ensayo de tensión con una velocidad en el cabezal de 0.005 mm/s. La deformación unitaria se determinó hasta una extensión de 2 mm utilizando para ello un extensómetro marca MTS modelo 634.31F-24 con una longitud calibrada de 20 mm, mostrado en la Figura 2.11 b).

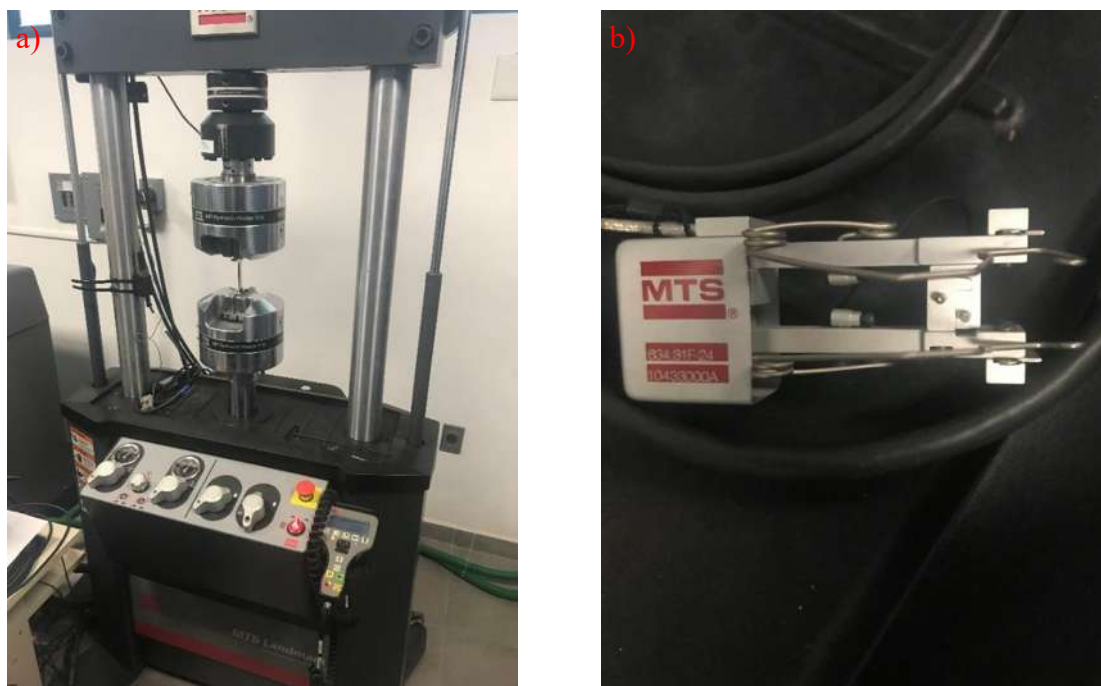


Figura 3.13 a) Máquina universal MTS utilizada para realizar ensayos de tensión. b) Extensómetro utilizado para monitorear la deformación unitaria.

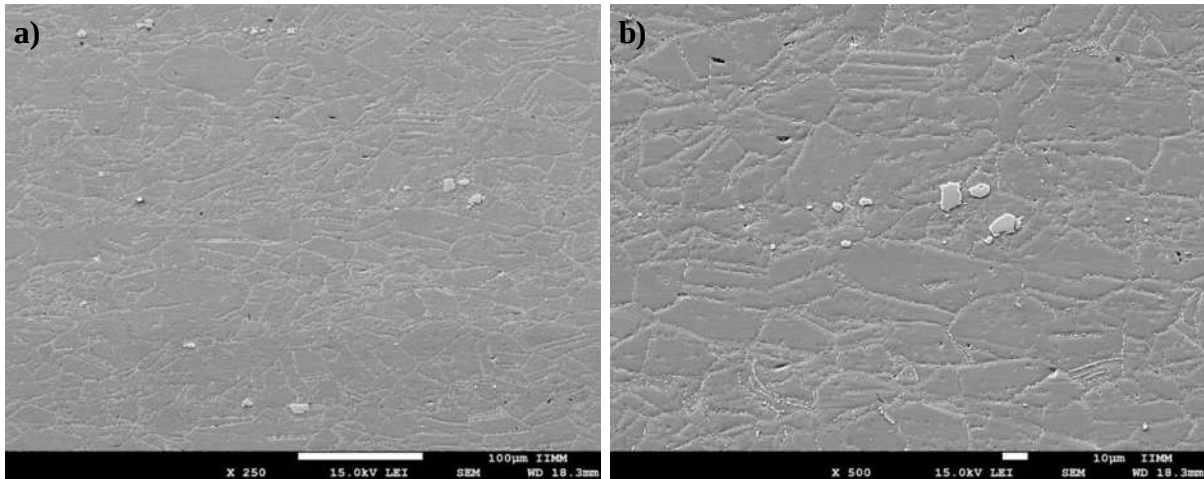
CAPÍTULO IV.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1 Caracterización microestructural

4.1.1 Metal base

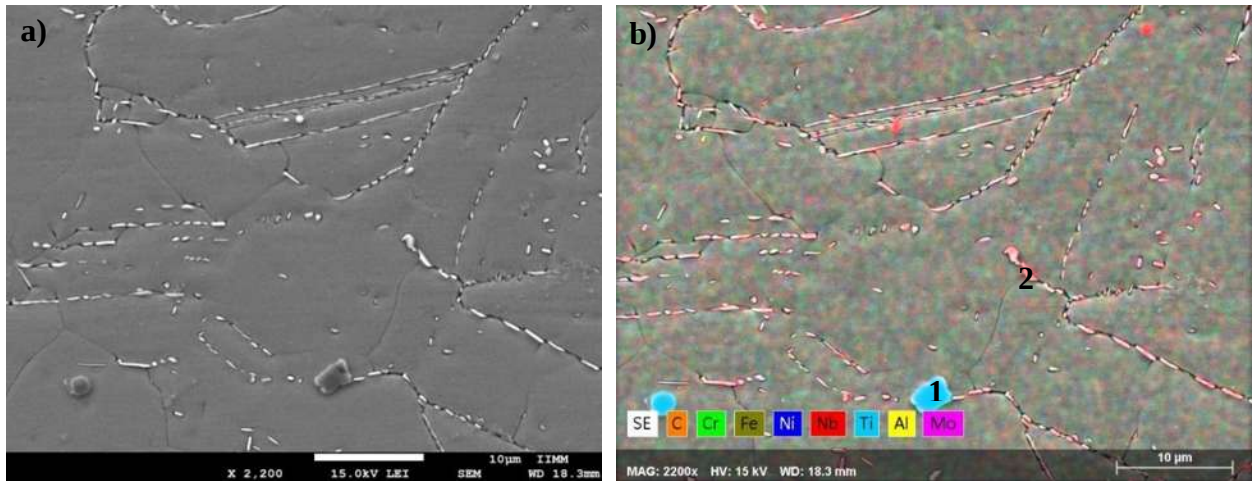
La microestructura de llegada del material se muestra en la Figura 4.1(a-b), se observa que presenta carburos de niobio los cuales precipitaron durante el proceso de fabricación, también se observa, que la aleación presenta una cantidad de precipitados en los límites de grano con la morfología de la fase δ , el tamaño de grano promedio es de 25 μm , aproximadamente. También se aprecian precipitados con formas rectangulares los cuales contienen elementos para considerarlos como nitruros de titanio.



Figuras 4.1 Imágenes de MEB de la microestructura de una aleación de Inconel 718 sin tratamiento térmico. a) 250x, b) 500x.

En la Figura 4.2(a-b) se muestra un mapeo de elementos químicos para analizar la composición de los precipitados que se encontraron. Con esto se corroboró la composición de los precipitados con formas rectangulares concuerda con los nitruros de titanio que algunas aleaciones base níquel contienen [9]. Se realizó unos análisis puntuales en los precipitados marcados con los números 1 y 2 de las micrografías. Esto se observa en la Figura 4.3, los elementos que mayormente contiene el precipitado 1 son nitrógeno y titanio. En el precipitado 2, se encontró niobio y níquel, que corresponden a la estequiometría de la fase δ . Con el objetivo de disolver fases laves y para

homogenizar las muestras que se utilizaron en los tratamientos posteriores de envejecido se realizó un tratamiento térmico de solubilizado.



Figuras 4.2 a) Imagen de MEB de la microestructura de una aleación de Inconel 718 en condición de recepción, b) Mapeo de elementos químicos

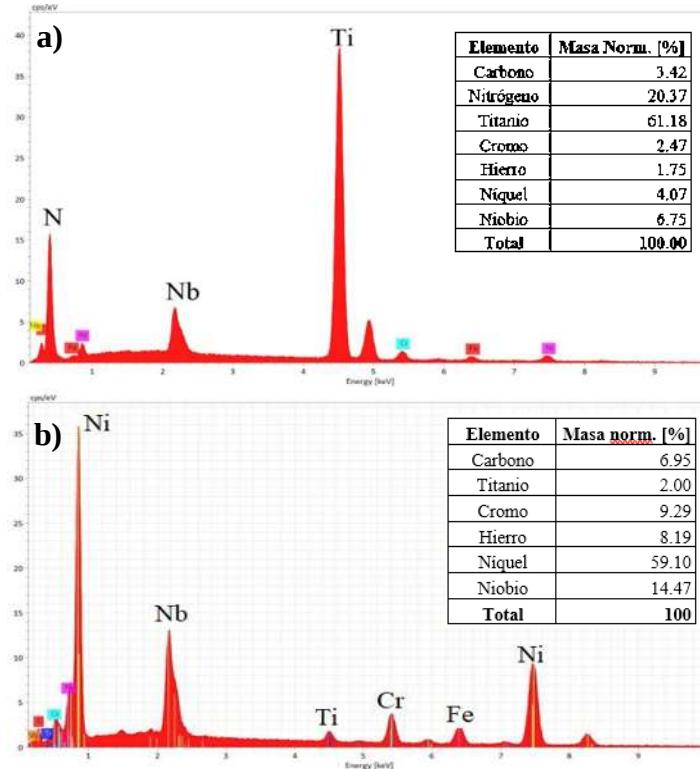
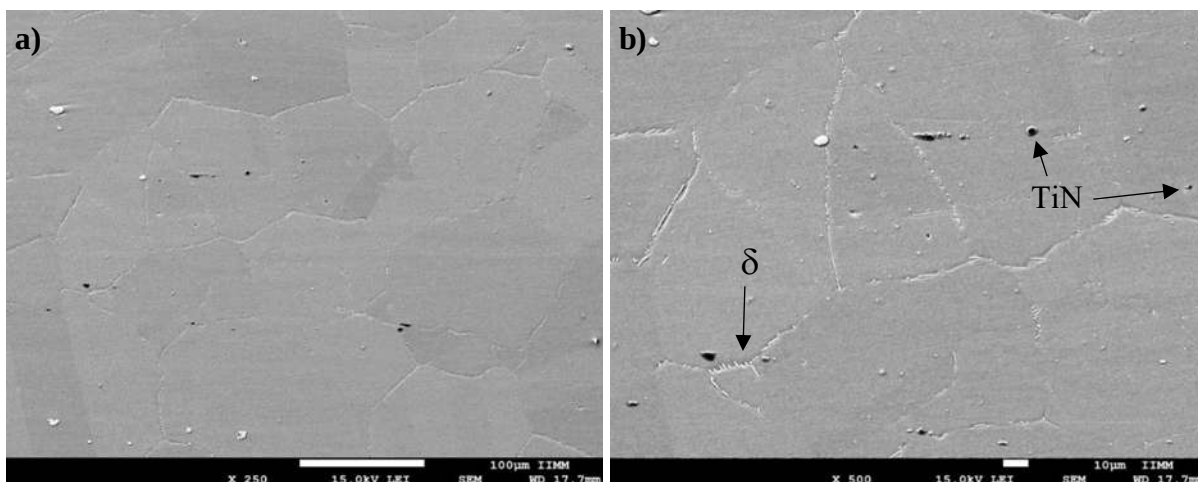


Figura 4.3 Análisis puntual EDS realizado en los precipitados encontrados en la Figura 4.2. a) corresponde al precipitado 1 con la composición de nitruro de titanio. b) precipitado 2, la fase δ .

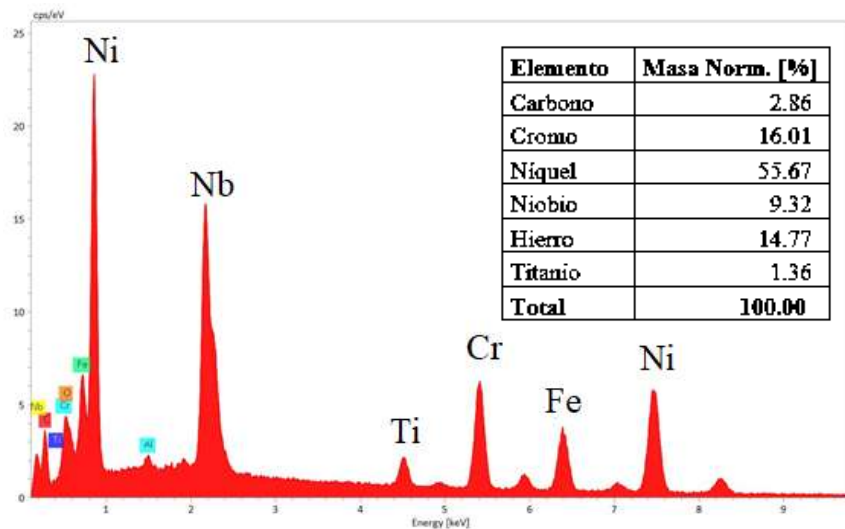
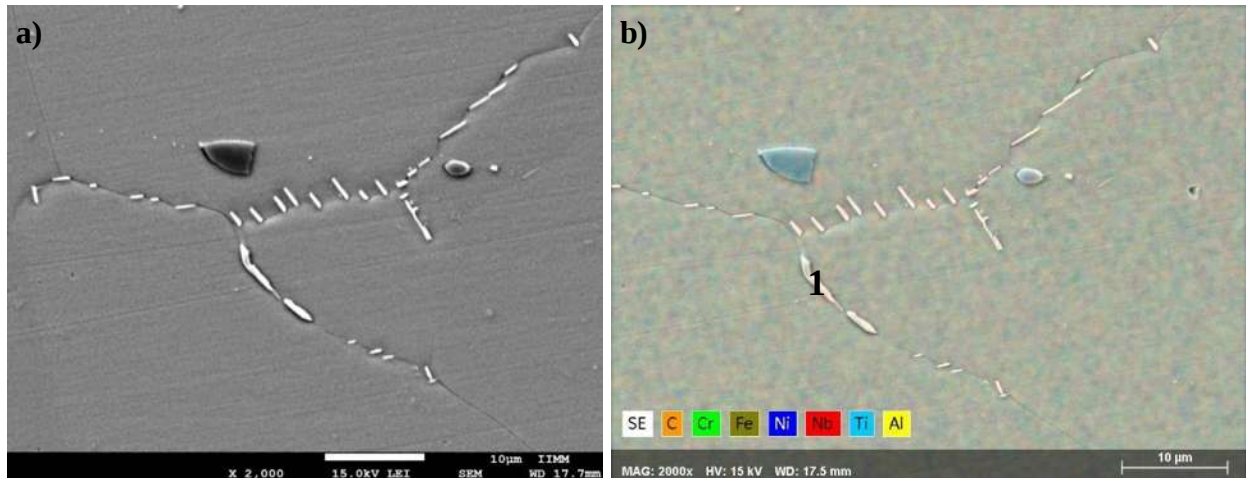
4.1.2 Envejecimiento térmico a 950 °C durante 0.5 horas

La Figura 4.4 muestra una imagen de MEB de la microestructura del Inconel 718 después de realizar un tratamiento de solubilizado, se realizó un tratamiento de envejecido a 950 °C durante 0.5 horas. La imagen muestra una microestructura más homogénea con un tamaño de grano promedio de 50 μm , aun así, se observan partículas que pudieran ser nitruros de titanio, cabe indicar que, para poder disolver estos nitruros, es necesario realizar un tratamiento de solubilizado a temperaturas muy altas. En los límites de grano se observan algunos precipitados de la fase δ en forma de pequeñas placas alargadas y paralelas.



Figuras 4.4 Imágenes de MEB de la microestructura de una aleación de Inconel 718 tratada térmicamente durante 0.5 h a una temperatura de 950 °C. a) 250x, b) 500x.

La Figura 4.5 muestra una imagen a 2000x y su correspondiente mapeo de elementos químicos, en esta se puede ver que los nitruros de titanio no se disolvieron completamente, los nitruros se caracterizan por su forma rectangular o cuadrada, y que en los precipitados encontrados en los límites de grano existe la presencia de niobio y níquel los cuales corresponden a composición química de la fase δ . La Figura 4.6(a-b) muestra el análisis puntual de un precipitado. En esta magnificación, se aprecia que el crecimiento de la fase δ se presenta de manera intergranular, mismo crecimiento que se ha visto en distintos estudios donde precipitan la fase δ a temperaturas superiores a 900 °C, esta inicia precipitando de modo intergranular para después cambiar su crecimiento a modo intragranular [2, 12, 36].

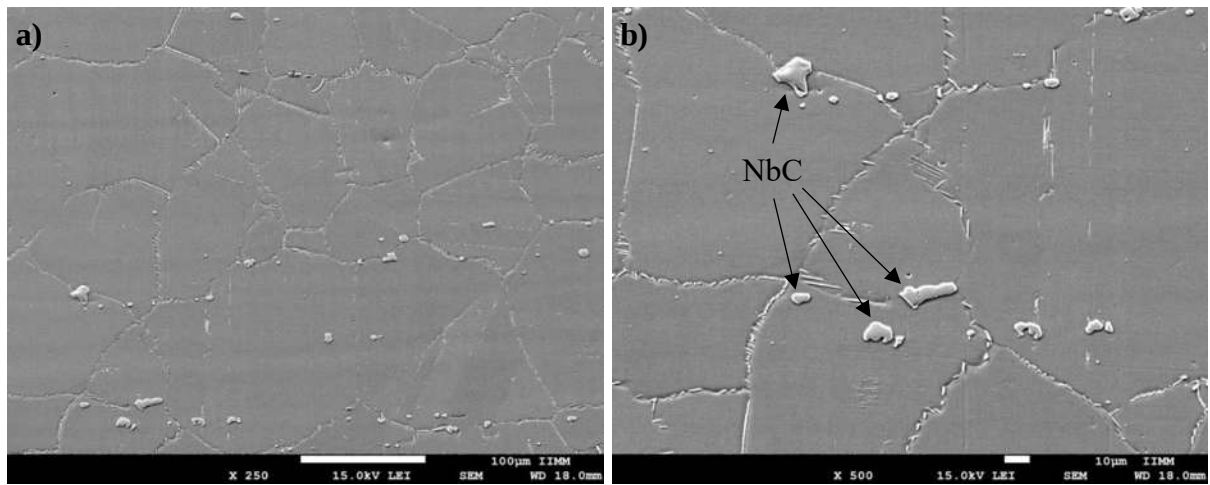


Figuras 4.6 Análisis puntual del precipitado 1 mostrado en el mapeo de elementos químicos.

4.1.3 Envejecimiento térmico a 950 °C durante 1 hora

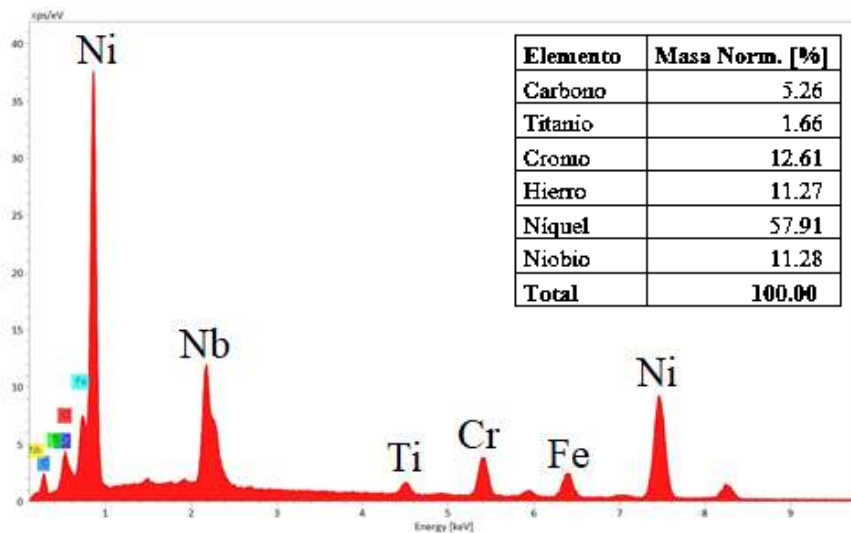
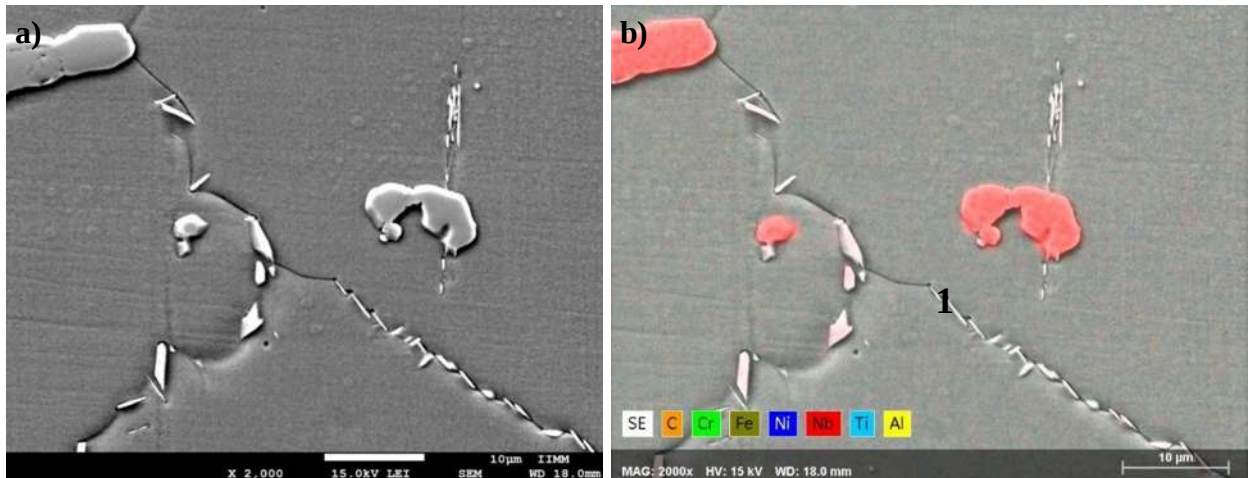
La Figura 4.7 muestra la microestructura de Inconel 718 después de un tratamiento realizado durante una hora a una temperatura de 950 °C, en las imágenes se observa que en los límites de grano la fase δ empieza a crecer, se observan más alargados los precipitados que la muestra tratada durante 0.5 horas, el crecimiento continúa siendo intergranular, el tamaño de grano promedio se encuentra en 77 μm . Ghosh y colaboradores [36], realizaron un tratamiento donde precipitaban la

fase δ y al igual su tratamiento realizado a una temperatura de 940 °C la precipitación inició en los límites de grano.



Figuras 4.7 Imágenes MEB de la microestructura de una aleación de Inconel 718 tratada térmicamente durante 1 h a 950 °C. a)250x, b)500x.

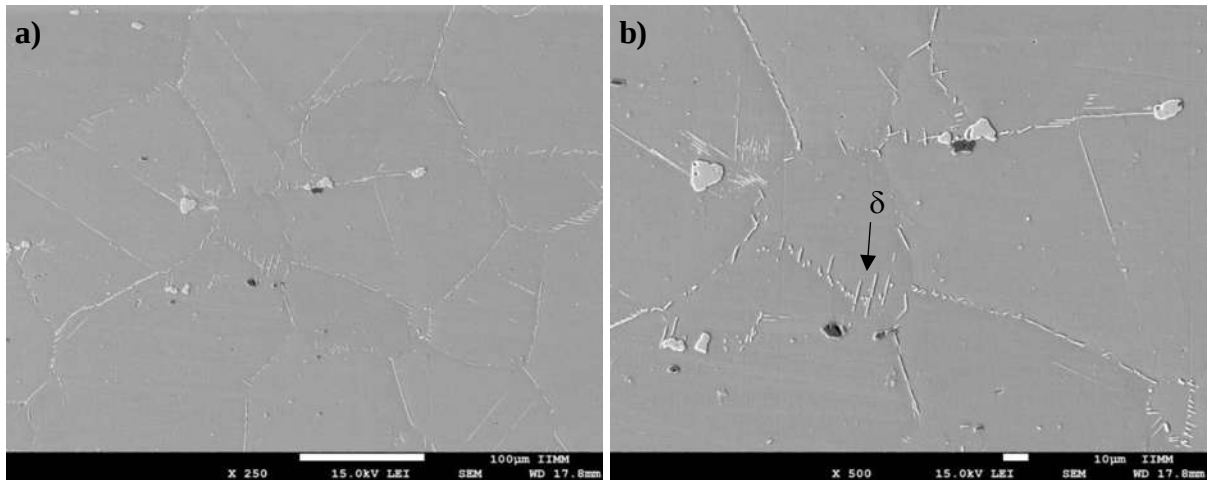
En la Figura 4.8(a-b) tomada a 2000x, se puede apreciar más claramente la posición de la fase δ en los límites de grano. También se observan carburos de niobio, estos precipitados se formaron durante el proceso de fabricación de la aleación, se caracteriza por su forma globular e irregular, para poder disolver estos carburos de niobio es necesario realizar un tratamiento térmico a una temperatura de 1400 °C aproximadamente, el propósito de este proyecto fue precipitar la fase δ , por lo que el tratamiento de solubilizado que se realizó previo a los tratamientos de envejecido fue para disolver fases de laves y homogenizar la microestructura. En la Figura 4.9 se muestra el análisis EDS del precipitado 1, encontrado en los límites de grano, se aprecia el contenido de níquel y niobio, por lo que típico de la fase δ , se destaca la forma de los precipitados rectangulares y alargados, con una orientación preferencial.



Figuras 4.9 Análisis puntual del precipitado 1 en la imagen de mapeo químico.

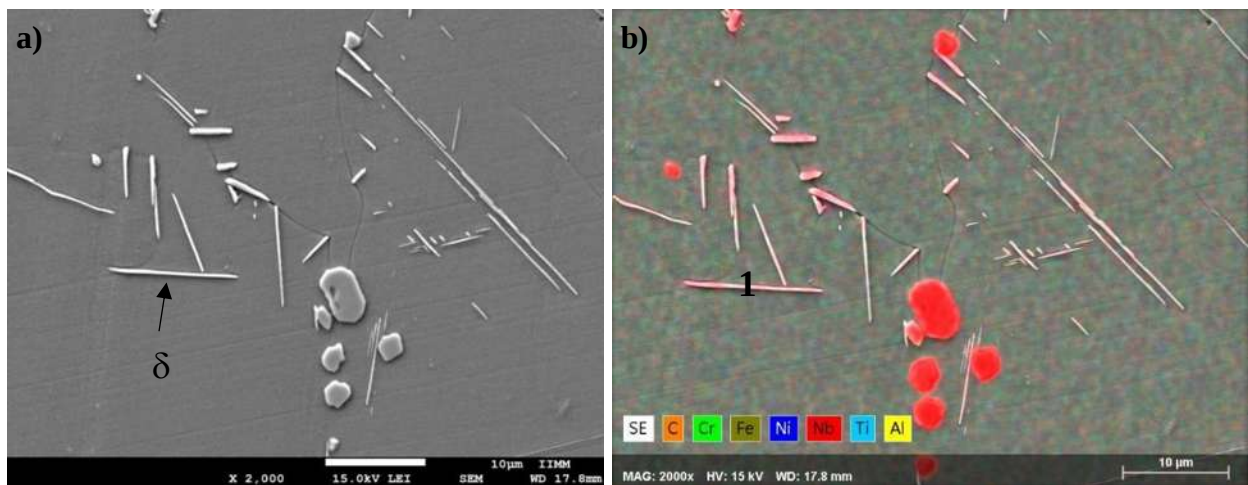
4.1.4 Envejecimiento térmico a 950 °C durante 10 horas

Al aplicar un tratamiento a 950 °C durante 10 horas, el tamaño de grano tiene un tamaño promedio de 109 μm , y la fase δ comienza a crecer en comparación al tiempo anterior de 1 hora, también se observa que a pesar de que la fase δ aún se encuentra en los límites de grano, inicia una transición en la forma en la que crece y precipita a pasar de modo intergranular a modo intragranular.



Figuras 4.10 Imágenes de MEB de la microestructura de una aleación de Inconel 718 tratada térmicamente durante 10 h a una temperatura de 950 °C. a) 250x b) 500x.

La Figura 4.10 muestra las imágenes del microscopio electrónico de barrido a 250x y 500x. En este tiempo de envejecido la fase δ se hace más visible a 500x. La Figura 4.11(a-b), muestra la microestructura a una magnificación de 2000x y su correspondiente mapeo químico de las fases presentes, en esta imagen, se puede ver a la fase δ con forma de agujas, presentando contenidos de niobio y exhiben una mayor longitud en comparación con la muestra tratada durante 1 hora, la presencia de precipitados con forma redonda y que presentan concentraciones de niobio, este tipo de precipitados corresponden a carburos de niobio formados durante la fabricación del material.



Figuras 4.11 a) Imagen de MEB de la microestructura de una aleación de Inconel 718 con un tratamiento térmico de 10 h a una temperatura de 950 °C. b) Mapeo de elementos químicos.

La Figura 4.12 muestra el análisis EDS realizado en el punto marcado con el número 1 de la Figura 4.11, se observa el contenido de níquel y niobio, similar en los tratamientos anteriores. En este tiempo la precipitación de la fase δ ha cambiado, de ser intergranular se puede apreciar que ahora la precipitación se volvió intragranular, ya que como se observa, la dirección de crecimiento de la fase δ ahora es hacia el centro del grano.

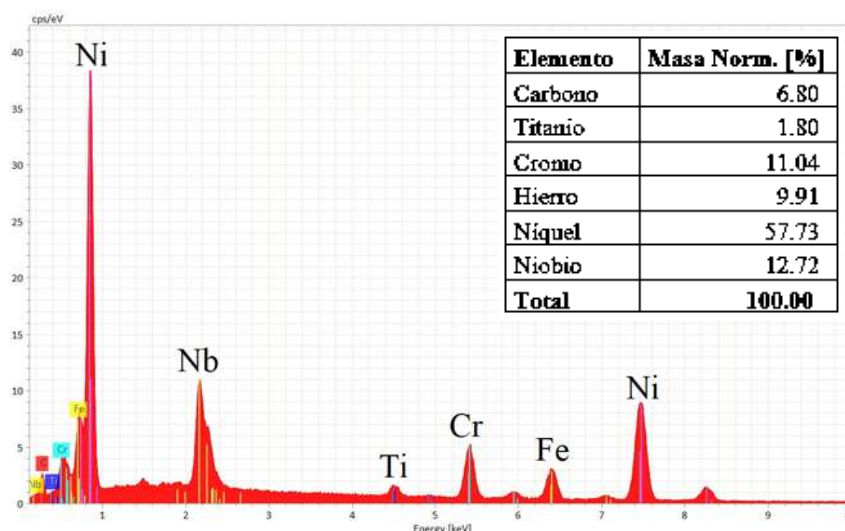
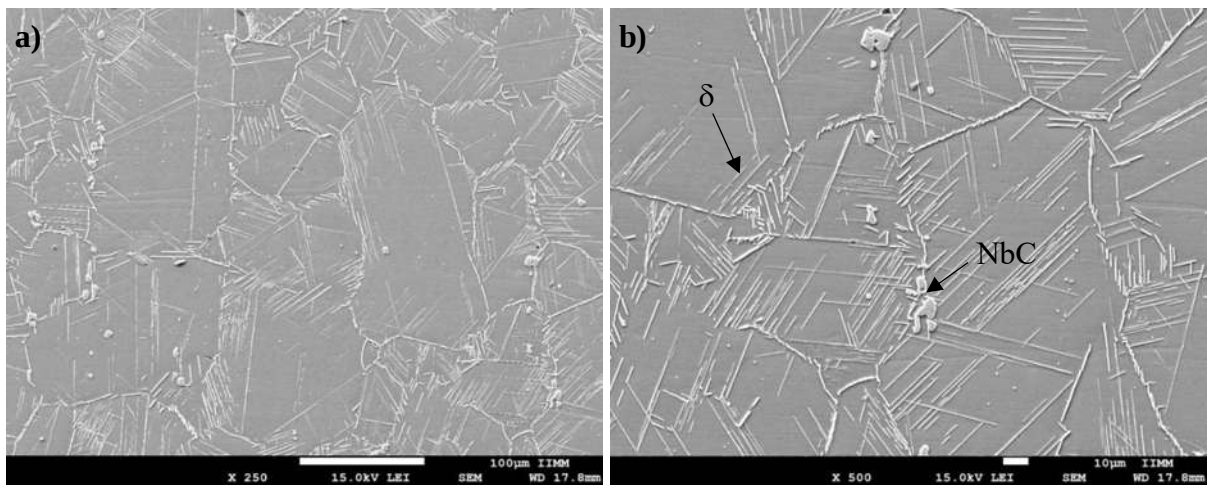


Figura 4.12 Análisis puntual realizado en el precipitado 1 marcado en la Figura 4.11.

4.1.5 Envejecimiento térmico a 950 °C durante 24 horas

La Figura 4.13(a-b) corresponde la microestructura de una muestra tratada durante 24 horas a una temperatura de 950 °C, se observa que el crecimiento de precipitados de la fase δ ha cubierto una parte del grano, producto del crecimiento intragranular, la microestructura tiene un tamaño estimado de grano promedio de 109 μm , similar al del tratamiento de 10 horas, la fase δ mantiene el tamaño de grano cuando ocurre la transición de crecimiento intergranular a intragranular. Estos mismos resultados fueron reportados en experimentos similares de precipitación de la fase δ [12, 13, 36], y donde se destacaron los dos mecanismos de precipitación de la fase δ , intergranular e intragranular. En la Figura 4.14(a-b), se observa la microestructura a una magnificación a 2000x y el correspondiente mapeo químico, donde se observa la composición de los precipitados presentes. Se distingue una tonalidad rojiza en los precipitados de la fase δ que representa la composición de niobio.



Figuras 4.13 Imágenes de MEB de la microestructura de una aleación de Inconel 718 tratada térmicamente durante 24 h a una temperatura de 950 °C. a) 250x b) 500x.

En un tratamiento de 24 horas el crecimiento de los precipitados de la fase δ tiene una dirección preferencial hacia el interior del grano, por lo que se puede decir que, a partir de un tratamiento térmico de 10 horas a 950 °C el crecimiento de los precipitados de la fase δ deja de ser intergranular para continuar creciendo de manera intragranular. Realizando un análisis puntual en el precipitado 1, se observa que contiene los mismos elementos correspondientes a la fase δ de los tratamientos anteriores con esto se logra determinar que el crecimiento de la fase δ continúa hacia el interior de grano mostrando un crecimiento intragranular

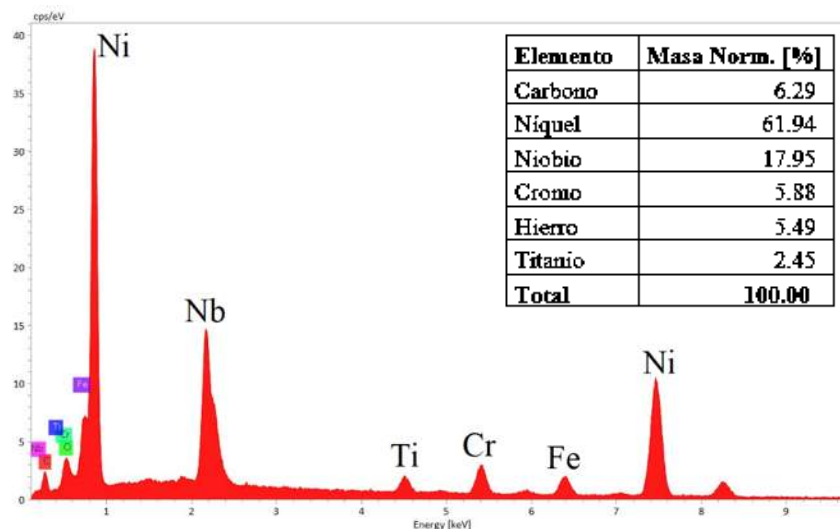
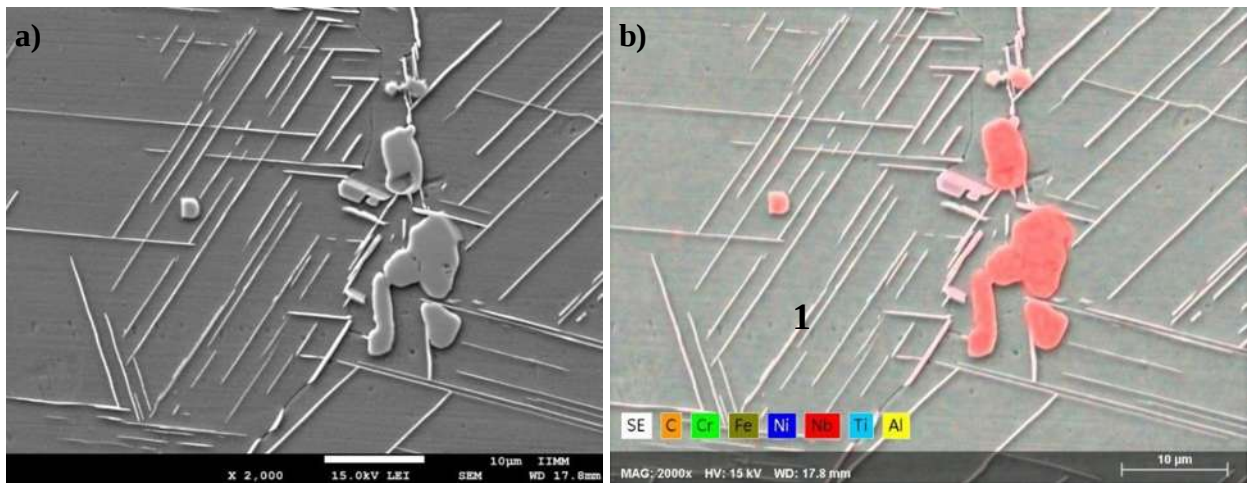
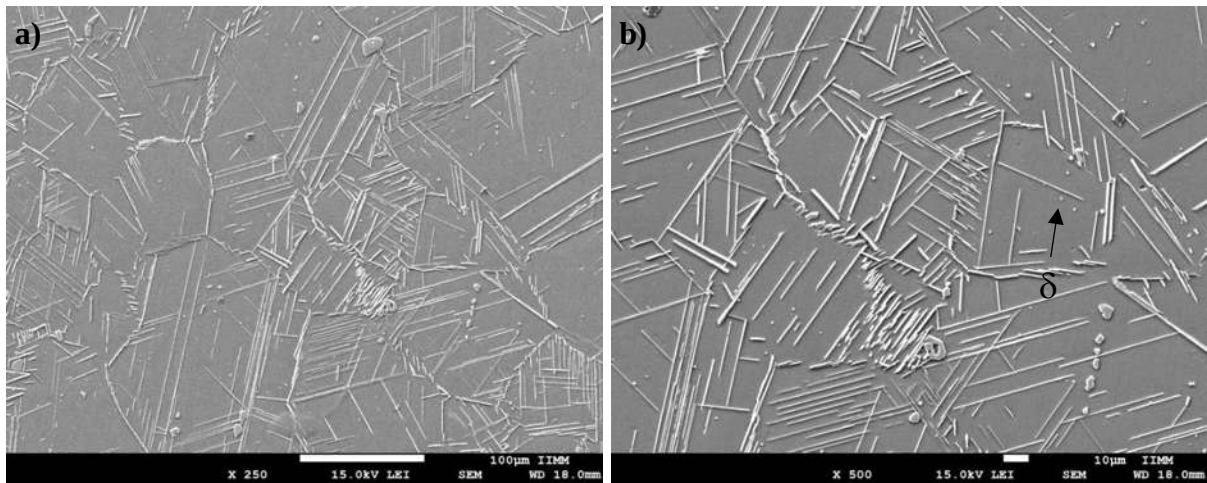


Figura 4.15 Análisis EDS realizado al precipitado 1 en la Figura 4.14.

4.1.6 Envejecimiento térmico a 950 °C durante 50 horas

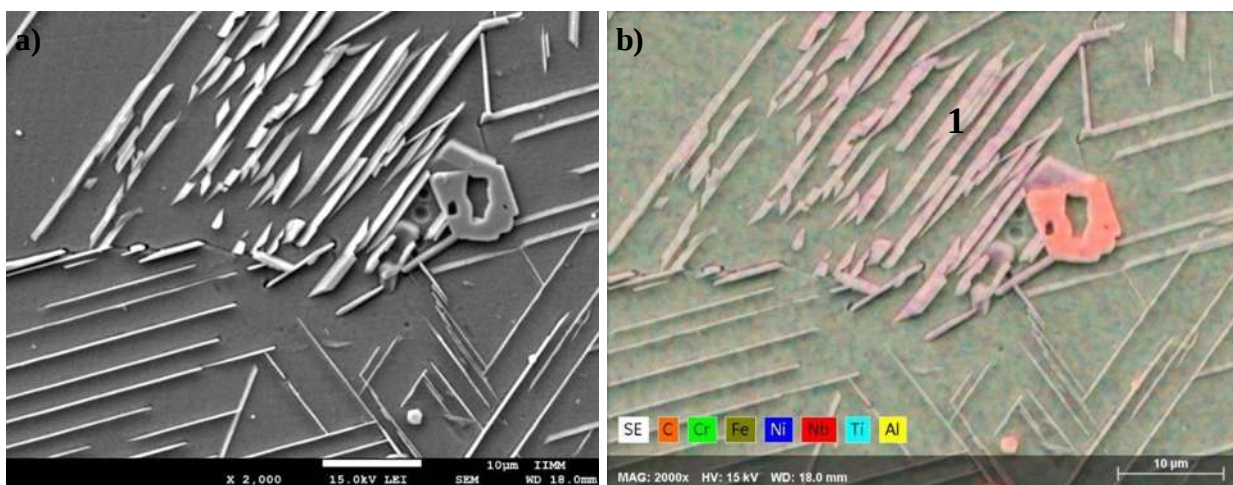
De acuerdo a las imágenes de la Figura 4.16, al llevar a cabo un tratamiento térmico a 950 °C durante 50 horas, se observa que la precipitación de la fase δ cubre mayormente la superficie de cada grano de la microestructura, debido a que el crecimiento de la precipitación de la fase δ continua siendo intragranular para un tiempo de permanencia de 50 horas, además, el tamaño de

grano promedio para este tiempo es de 111 μm . Se observan precipitados puntuales dentro del grano, estos precipitados corresponden a la fase δ , esto debido a que a medida que la precipitación avanza y los precipitados formados se volvían más gruesos, se forman continuamente nuevos precipitados que se forman a partir de estos punto como se observa en la Figura 4.16.



Figuras 4.16 Imágenes de MEB de la microestructura de una aleación de Inconel 718 tratada térmicamente durante 50 h a 950 °C. a) 250x, b) 500x.

Se realizó también un mapeo de elementos químicos donde se observa la presencia de níquel y niobio en lo que corresponde a la fase δ . Finalmente, se observa que en este tiempo la fase δ sigue creciendo de forma que muestra agujas más gruesas, y sigue su precipitación como se observan los precipitados con forma de puntos. El crecimiento continúa siendo preferencial e intragranular, manteniendo el tamaño de grano constante. Se realizó un análisis EDS puntual (ver la Figura 4.17) en el precipitado marcado con el número 1 y se corrobora que el contenido el cual corresponde a la fase δ aunque con distinta morfología. Mediante los análisis de EDS se continua monitoreando la precipitación de la fase δ en tiempos subsecuentes.



Figuras 4.17 Imagen de MEB de la microestructura de una aleación de Inconel 718 con un tratamiento térmico de 50 h a una temperatura de 950 °C. b) Mapeo de elementos químicos.

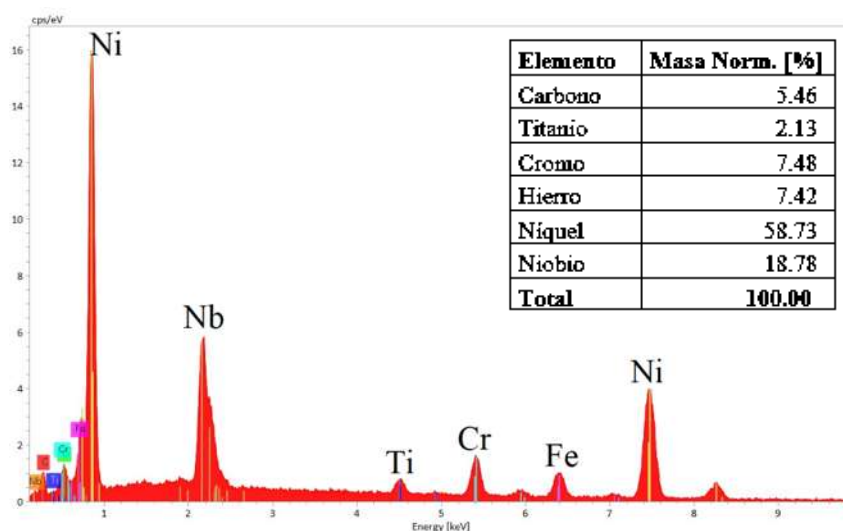
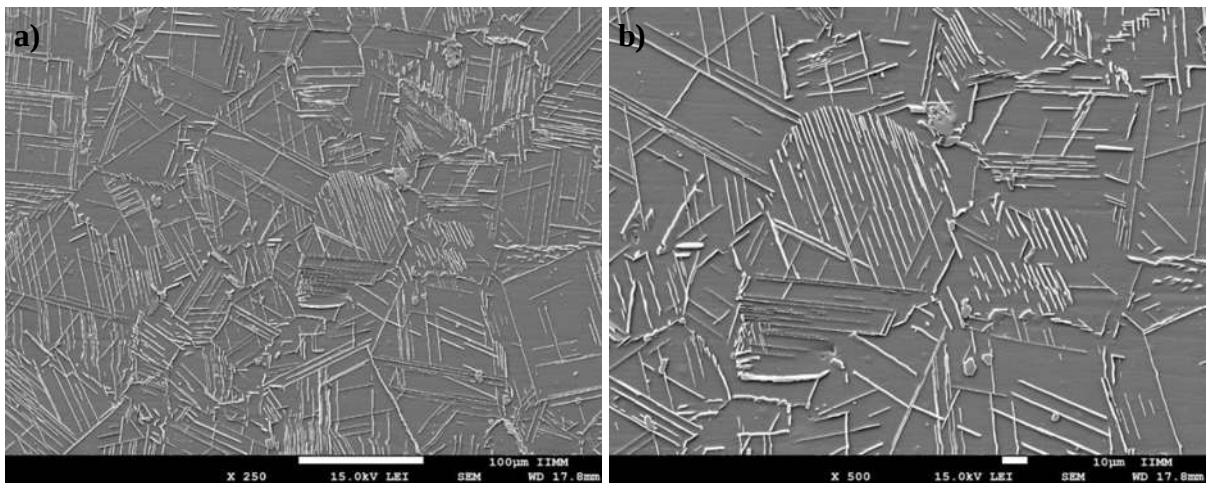


Figura 4.18 Análisis EDS realizado en el punto 1 de la Figura 4.16.

4.1.7 Envejecimiento térmico a 950 °C durante 100 horas

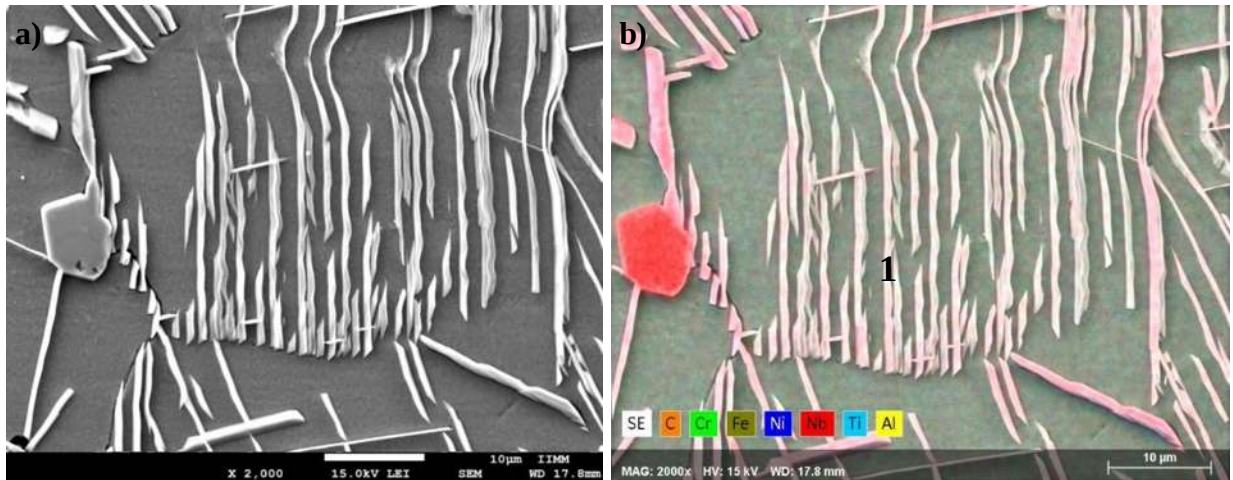
En el tratamiento realizado a una temperatura de 950 °C durante 100 horas (Ver la Figura 4.19), se observó que la precipitación de la fase δ continuó por el crecimiento de pequeñas colonias de plaquetas principalmente cerca de los límites de grano y luego hacia los centros de los granos, la cual aumentó de tal forma que se encuentran presentes en toda la estructura del grano. Se observa

la misma forma alargada, y la misma dirección de crecimiento en un grano, la microestructura del material muestra un tamaño de grano promedio de 121 μm , el tamaño de grano muestra un ligero crecimiento. Azadian y colaboradores [2] observaron que cuando precipita la fase δ se mantiene el tamaño de grano hasta cierto tiempo, después de exceder un determinado tiempo el tamaño de grano inicia nuevamente a incrementar su tamaño. En este tiempo se observa la mayor cantidad de precipitados de la fase δ en la microestructura.



Figuras 4.19 Imágenes de MEB de la microestructura de una aleación de Inconel 718 tratada térmicamente durante 100 h a una temperatura de 950 °C. a) 250x, b)500x.

En la Figura 4.20 se aprecia la misma muestra a una magnificación de 2000x, en ella, se puede apreciar la forma de los precipitados de la fase δ , observándose que se muestran más gruesos y tendiendo a una forma rectangular a diferencia de los tiempos cortos, en este tiempo, la fase δ ha alcanzado un valor máximo en cantidad de precipitados presentes en la microestructura del material. El crecimiento de los precipitados de la fase δ continúa siendo intragranular.



Figuras 4.20 a) Imagen de MEB de la microestructura de una aleación de Inconel 718 con un tratamiento térmico de 100 h a una temperatura de 950 °C. b) Mapeo de elementos químicos.

La Figura 4.21 muestra el análisis EDS realizado en el precipitado marcado con el número 1 de la Figura 4.20, en ella se muestran los elementos que componen a la fase δ , en este tiempo la mayoría de los precipitados muestran una morfología ancha y se observan con dificultad algunos precipitados con morfología delgada.

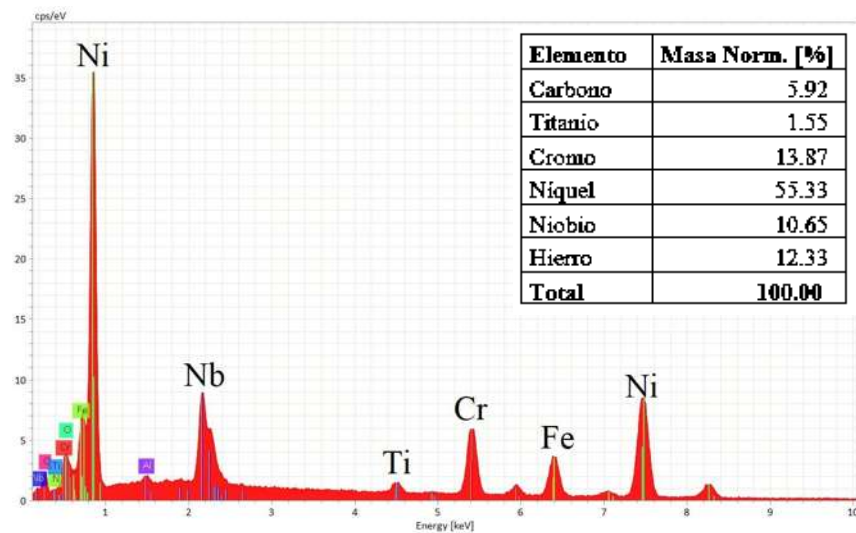


Figura 4.21 Análisis puntual realizado en el precipitado 1 de la Figura 4.19.

4.1.8 Envejecimiento térmico a 950 °C durante 150 horas

Se puede ver en la Figura 4.22 las micrografías obtenidas que en una muestra tratada a 950 °C durante 150 horas, se observa en la mayor parte de la microestructura precipitados correspondientes a la fase δ , el tamaño de grano promedio para esta muestra es de 135 μm . La morfología de la fase δ se observa alargada y gruesa, similar a una muestra tratada a 100 horas a la misma temperatura. Los precipitados crecieron en una misma dirección preferencial en cada grano y de forma intragranular. A partir de 100 horas se observa que la fase δ se encuentra en su máxima precipitación para una aleación de Inconel 718 con la composición mostrada en la Tabla 3.1.

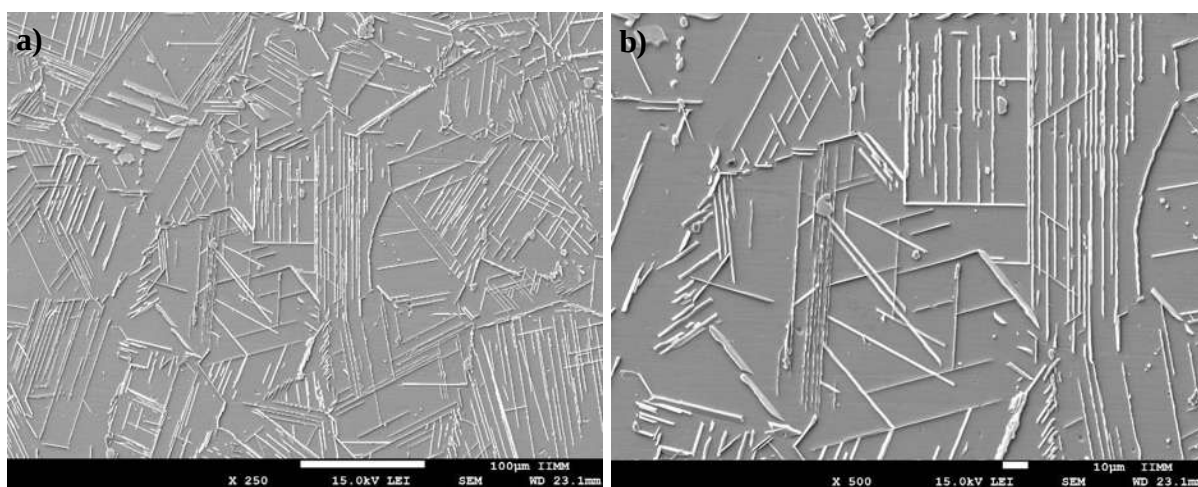


Figura 4.22 Imágenes de MEB de una aleación de Inconel 718 tratada térmicamente por 150 h a una temperatura de 950 °C. a) 250x, b) 500x.

La precipitación de la fase δ se encuentra limitada por el contenido de niobio, en tiempos superiores a 100 horas la morfología de la fase δ presenta cambios como su ensanchamiento y el tamaño de grano inicia su crecimiento, en la Figura 4.23 se llevó a cabo un mapeo químico donde se observa la composición de algunos precipitados mostrados. También se realizó un análisis puntual EDS del precipitado alargado marcado con el número 1, esto para corroborar que pertenece a la fase δ y continuar con su monitoreo. El análisis del EDS se puede ver en la Figura 4.24.

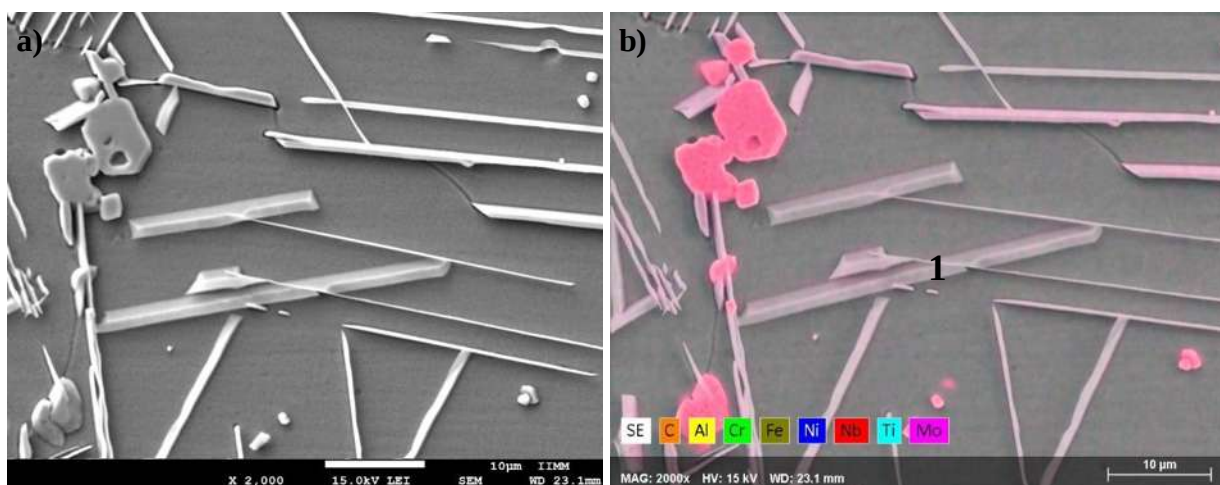


Figura 4.23 a) Imagen de MEB de la microestructura de una aleación de Inconel 718 con un tratamiento térmico de 150 h a una temperatura de 950 °C. b) Mapeo de elementos químicos.

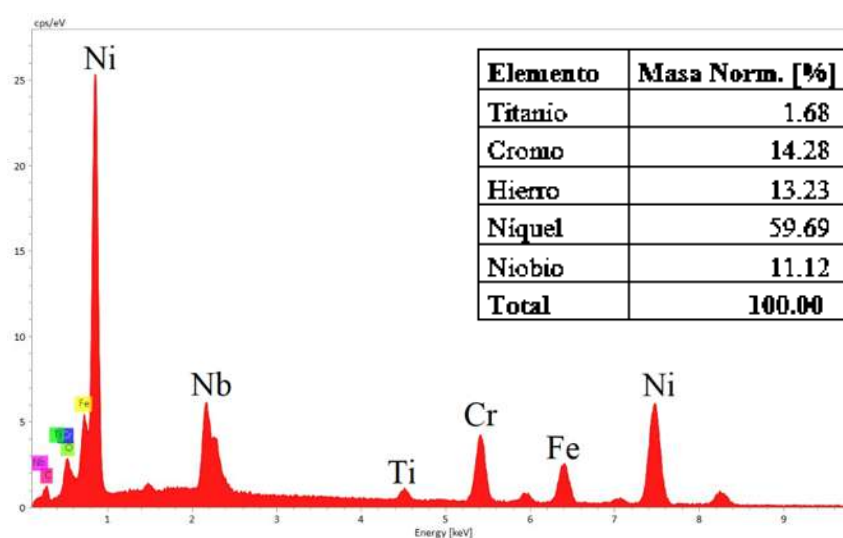
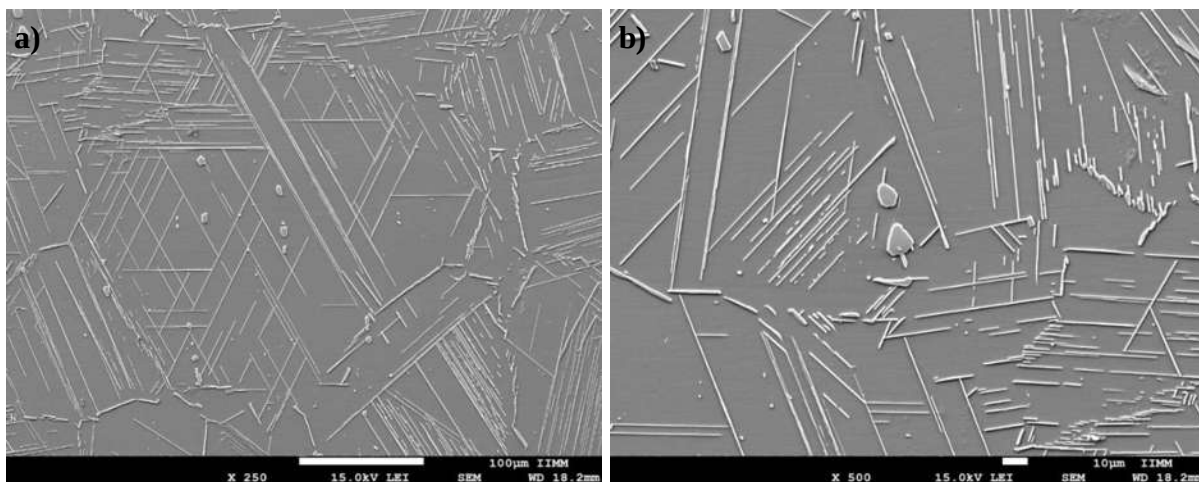


Figura 4.24 Análisis EDS realizado en el precipitado 1 de la Figura 4.22.

4.1.9 Envejecimiento térmico a 950 °C durante 300 horas

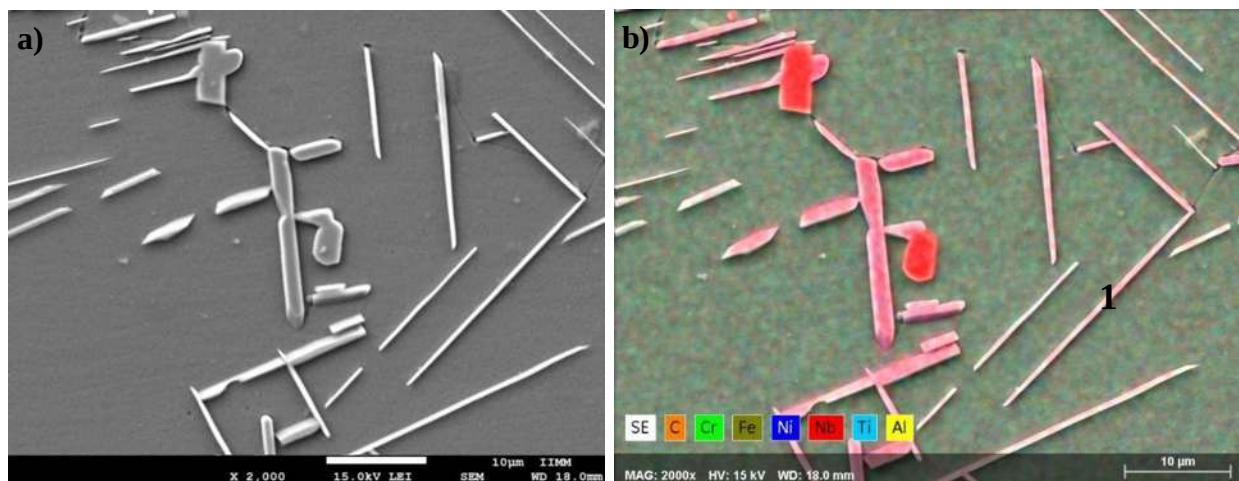
En la Figura 4.25 se aprecia la microestructura del Inconel 718 con un tratamiento térmico a 950 °C durante 300 horas, se observa un tamaño de grano promedio de 146 μm y también se observa que a comparación de la muestra tratada durante 100 h a 950 °C, los precipitados de la fase δ han cambiado su morfología es ligeramente más ancha que en el tiempo de 150, en 300 horas el ancho de los precipitados en promedio es de 0.92 μm mientras que en el tiempo de 150 horas el ancho de los precipitados es de 0.89 μm . Anderson y col. [13] precipitaron la fase δ para su estudio en distintos tiempos, el tratamiento que realizaron de 950 °C a 0.5 horas, 2 horas y 24 horas mostraron resultados donde precipitaron la fase δ de forma intergranular y eventualmente el crecimiento de los precipitados fue hacia el interior del grano.



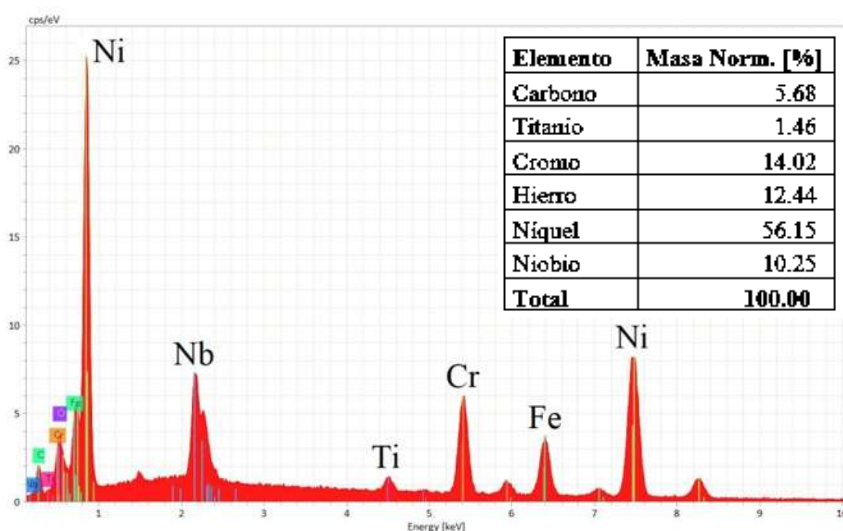
Figuras 4.25 Imágenes de MEB de la microestructura de una aleación de Inconel 718 tratada térmicamente durante 300 h a una temperatura de 950 °C. a) 250x, b) 500x.

En la Figura 4.26 se muestra la microestructura a una magnificación de 2000x y un mapeo de elementos químico de la pieza tratada a 950 °C durante 300 horas, se observa que la forma de los precipitados de la fase δ han cambiado, se visualizan ligeramente más anchos, se le atribuye a que en 300 horas podría existir una redistribución de elementos los cuales hacen cambiar la forma de los precipitados y posiblemente precipitar fase γ'' a esta tiempo y a 950 °C, debido a que la precipitación de la fase δ visualmente se observa en menor cantidad en el material. Se realizó un análisis EDS al precipitado 1 marcado en la Figura 4.26, con la finalidad de saber si aún mantenía

la composición de la fase δ , los resultados se muestran en la Figura 4.27, con esto se determina que a 300 horas los precipitados de la fase δ aún continúan en la microestructura del material, se observa en el precipitado 1 niobio y la morfología alargada.



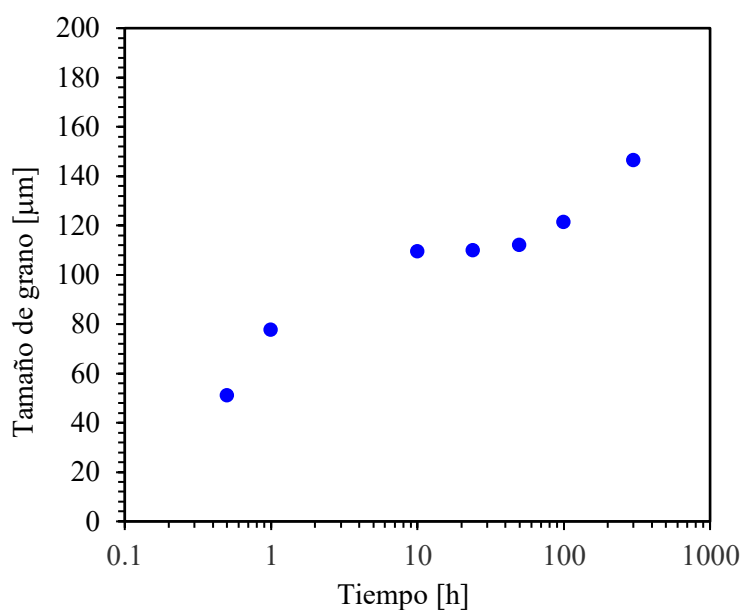
Figuras 4.26 a) Imagen MEB de la microestructura de una aleación de Inconel 718 con un tratamiento de 300 h a una temperatura de 950 °C. b) Mapeo de elementos químicos.



Figuras 4.27 Análisis EDS realizado en el precipitado 1 de la Figura 4.25.

4.2 Tamaño de grano

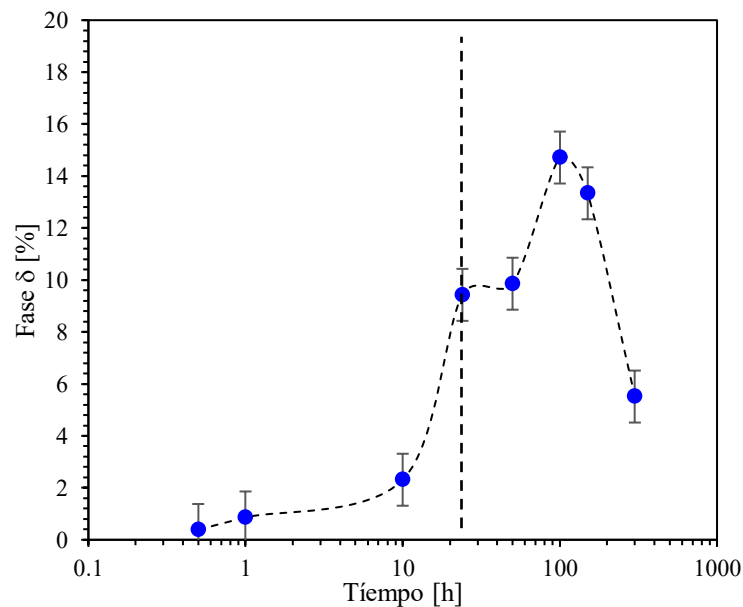
En la figura 4.28 se observa el comportamiento del tamaño de grano promedio en función del tiempo de permanencia a una temperatura de a 950 °C. En ella, se observa que a un tiempo de 0.5 hora existe un tamaño promedio de 50 μm el cual aumenta para el tratamiento de 1 hora a un valor promedio de 78 μm . El crecimiento continua hasta llegar a 10 horas cuando, que este se detiene en los tiempos de 10 a 50 h en un tamaño de grano promedio es de 110 μm , debido a la precipitación intragranular de la fase δ . A 300 horas la cantidad de la fase δ distribuida en la microestructura disminuye y el tamaño de grano promedio vuelve a incrementarse ahora a un tamaño aproximado de 150 μm . Los efectos del crecimiento del tamaño de grano se observan más claramente cuando se realizaron las mediciones de atenuación.



Figuras 4.28 Crecimiento de tamaño de grano promedio observado en los tratamientos térmicos realizados a 950 °C a diferentes tiempos de envejecido.

4.3 Cuantificación de fase δ

La cuantificación de la fase δ se realizó utilizando software comercial para procesamiento de las imágenes. En las mediciones se utilizaron imágenes de MEB tomadas en áreas representativas de la muestra con una magnificación de 1000x. Se observa en la Figura 4.29, que la fase δ tiende a aumentar en cantidad conforme el tiempo de envejecido aumenta, en tiempos cortos la presencia de la fase δ es menor pero en un tiempo de 10 horas, que es cuando la precipitación de la fase δ se vuelve intragranular, empieza a aumentar la cantidad de precipitados de esta fase, a un tiempo de 100 horas la cantidad de fase δ es aproximadamente del 15 %, en este tiempo se observó una mayor cantidad de precipitados de la fase δ y fue en este tiempo donde se detectaron cambios mediante las variables de diferentes técnicas utilizadas para monitorear la precipitación de la fase δ . Para un tiempo de 300 horas la cantidad de precipitados disminuye, esta disminución también se presentó en las variables de las diferentes técnicas utilizadas..



Figuras 4.29 Cuantificación de la fase δ utilizando software de la aleación de Inconel 718 a una temperatura de 950 °C durante diferentes tiempos de envejecido.

4.4 Velocidad de onda

La velocidad de onda ultrasónica es una propiedad característica de los materiales, en la Figura 4.30 se muestran los resultados obtenidos para las velocidades ondas de corte y ondas longitudinales en el Inconel 718 en función del tiempo de envejecimiento, en esta se puede apreciar que el tratamiento térmico de envejecido no altera a los modos de velocidad ultrasónica, ya que ambos modos se mantienen sin cambios con un promedio para la velocidad de onda longitudinal de 5.781 mm/ μ s y para la velocidad de onda de corte 3.077 mm/ μ s.

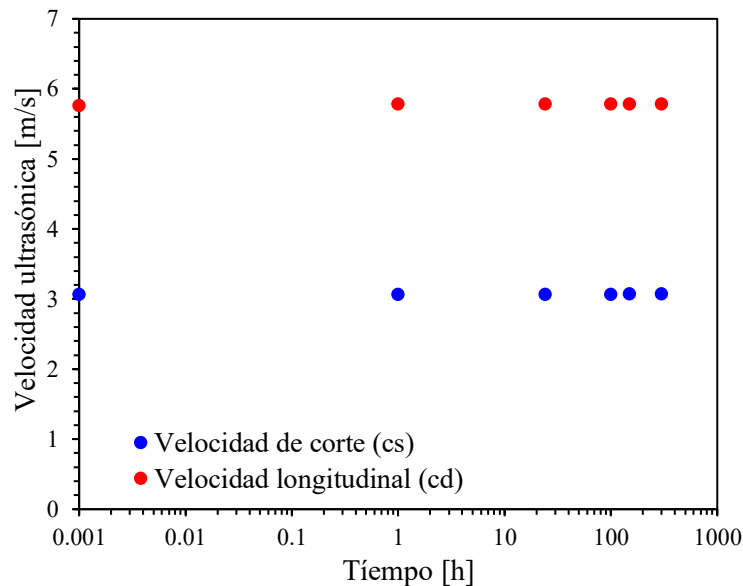


Figura 4.30 Velocidad de corte y longitudinal para muestras tratadas térmicamente a 950 °C durante distintos tiempos.

4.5 Atenuación

La Figura 4.31 muestra la curva de atenuación de las muestras tratadas térmicamente, se puede apreciar que conforme el tiempo de envejecimiento aumenta, el coeficiente de atenuación de igual forma aumenta, los puntos experimentales fueron ajustados a un modelo del tipo $\alpha = Cf^n$ de la Tabla 2.1 para el límite de Rayleigh, donde C es una constante que representa a $\Delta^2 D^3$. La curva de mejor ajuste se obtuvo realizando una operación de mínimos cuadrados, de donde se obtuvo un exponente n de aproximadamente 2.34 para todas las curvas de ajuste, lo cual pudiera indicar que los coeficientes de atenuación están en el límite de Rayleigh.

El aumento en el coeficiente de atenuación en las piezas tratadas térmicamente se debe a los cambios que sufrió la microestructura del material durante el envejecimiento principalmente el aumento en el tamaño de grano. Como se mostró en la serie de metalografías que se obtuvieron del material, el tamaño de grano aumenta en los primeros tiempos de tratamiento térmico, por lo que se aprecia en la Figura 4.1 que el coeficiente de atenuación en los tratamientos de 24 horas y 0.5 horas no existe diferencia considerable. En los tratamientos térmicos intermedios de 10 a 50 horas, el tamaño de grano se mantuvo con poco cambio, del mismo modo el coeficiente de atenuación no cambió considerablemente para estos tiempos. En el tiempo de envejecido de 100 horas, el grano en el material empieza a aumentar nuevamente, al igual se midió un aumento el coeficiente de atenuación.

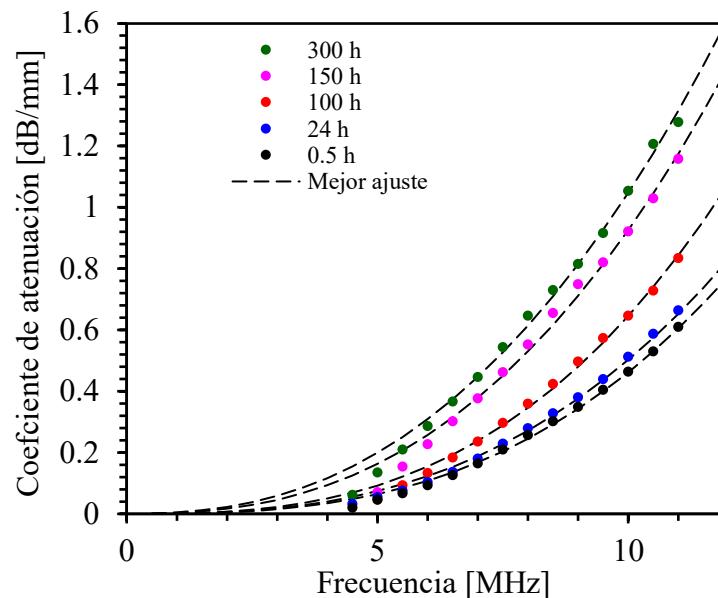


Figura 4.31 Coeficiente de atenuación de las muestras tratadas térmicamente a 950 °C en función de la frecuencia para distintos tiempos de envejecido.

Es bien sabido que la atenuación por dispersión es atribuida a los límites y orientación de los granos en la microestructura y esto ha sido confirmado por Du y col. [23]. En los tratamientos térmicos realizados se observó que aumentaba el tamaño de grano, es decir, disminuían los límites de grano, por lo tanto, la microestructura del material presenta una menor desorientación. Estos cambios en la microestructura provocaron el incremento en el coeficiente de atenuación.

La curva de la Figura 4.31, muestra que a frecuencias bajas es difícil detectar cambios en el coeficiente de atenuación, mientras que a frecuencias mayores el fenómeno es más fácil de medir ya que el coeficiente de atenuación es más sensible porque la dispersión en la frontera de grano es mayor debido a la menor longitud de la onda ultrasónica. Por lo que la determinación del coeficiente de atenuación puede ser utilizado para determinar los cambios microestructurales que ocurren en el Inconel 718 a causa del envejecimiento térmico.

4.6 Potencial termoeléctrico

La Figura 4.32 muestra las mediciones de las piezas tratadas térmicamente durante 0.5, 1, 10, 24, 50, 100 y 300 horas a 950 °C de temperatura. En los tiempos de envejecimiento cortos entre 0.5 y 10 horas, el potencial termoeléctrico cambia muy poco pero muestra un aumento gradual, como se ha mostrado, en estos tiempos de envejecimiento, la fase δ comienza a precipitar en los límites de grano. El PTE aumenta a valores de aproximadamente 2.76 $\mu\text{V}/^\circ\text{C}$ en 24 y 50 h.

El PTE disminuye rápidamente en 100 h de tratamiento térmico por lo que es posible que cuando los precipitados de la fase δ se encuentran intragranularmente causan un cambio en el flujo de electrones. En el tiempo de 150 h existe un aumento en el PTE y en 300 h el PTE disminuye, muy posiblemente por la precipitación de la fase γ' o γ'' . Estos cambios en el PTE en 150 y 300 h, necesitan ser investigada con detalle para corroborar la precipitación de la fase γ' o γ'' lamentablemente estas precipitaciones salen del alcance de esta tesis. Aunque como se observa en la microestructura de 150 y 300 horas, la fase δ se encuentra precipitada abarcando el grano, por lo que esta precipitación tiene influencia en el cambio que ocurre en el PTE. La fase δ influye directamente en la medición de PTE, esto se observó en los tiempos cortos de envejecimiento donde la fase δ se encontraba intergranularmente y progresivamente crecía hacia el interior del grano. Sin embargo, en los tiempos de 150 y 300 horas muy posiblemente se esté precipitando otra fase como la fase γ' o γ'' . En los tratamientos de 10 horas en adelante, no se encuentran nitruros de titanio y la fase δ se encuentra intergranularmente.

Pereira y colaboradores [27] afirman que en aleaciones recocidas de Inconel 718, los elementos como: cromo, hierro, niobio, titanio y aluminio, se encuentran presentes en la matriz, teniendo diferencias en su radio atómico entre 1 y 13 %; estos elementos inducen una distorsión en el

parámetro de la matriz. La conductividad eléctrica relativa del níquel puro se reduce debido a el parámetro de red de la matriz, modificando los patrones libres de los electrones incrementando su distorsión, cuando se lleva a cabo la medición de PTE se crea una excitación en el material induciendo al desplazamiento de electrones a un estado más estable debido a la dispersión de electrones que ocurren dentro del material.

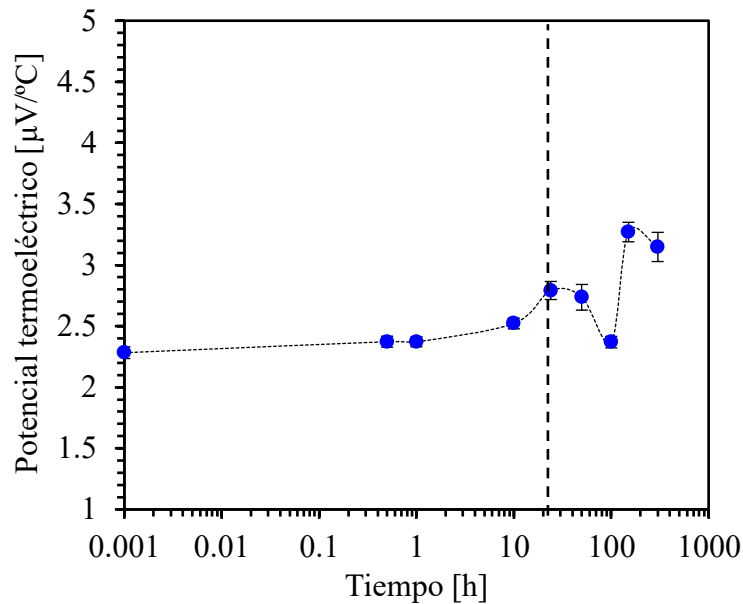


Figura 4.32 Mediciones de PTE de muestras envejecidas a 950 °C durante distintitos tiempos de permanencia.

4.7 Mediciones de conductividad eléctrica mediante ACPD

La Figura 4.33 muestra los resultados de las mediciones de conductividad eléctrica de las muestras tratadas térmicamente, se observa que existe en comparación con la probeta de material base un aumento en la conductividad eléctrica en la pieza tratada a 1 hora, este ligero aumento se debe a la precipitación de la fase δ localizada en los límites de grano, de forma intergranular. En los tiempos posteriores de envejecido la conductividad eléctrica tiende a aumentar en 50 horas, para llegar a su máximo valor a las 100 horas de tratamiento térmico, el aumento se debió a la precipitación excesiva de la fase delta en este tiempo. A las 300 horas, disminuyo la conductividad eléctrica, a este tiempo como se mencionó en apartados pasados, la fase δ disminuyó con respecto a la pieza tratada térmicamente durante 100 horas.

De acuerdo a Pereira y col. [27] la forma, distribución y tamaño de precipitado de la fase δ tiene efecto en la dispersión de electrones. La conductividad se incrementa en condiciones de sobre envejecido, se obtiene un valor máximo en la conductividad eléctrica cuando existe una combinación de precipitados intragranulares y precipitados intergranulares. Los precipitados de la fase δ con forma de láminas delgadas en muestras sobre envejecidas tienen gran impacto en la dispersión de electrones. Por lo que, a 100 horas es el tiempo en el que se obtiene un valor máximo en la conductividad

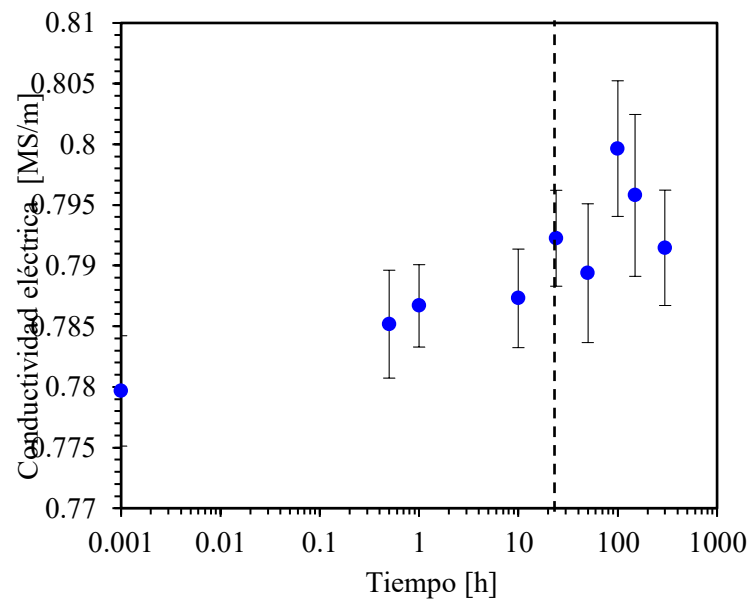


Figura 4.33 Mediciones de conductividad eléctrica del Inconel 718 en muestras tratadas térmicamente a distintos tiempos.

4.8 Microdureza

La Figura 4.34 muestra mediciones de microdureza Vickers (HV) realizadas a las muestras tratadas térmicamente durante 0.5, 1, 10, 24, 50, 100, 150 y 300 horas, partiendo de una muestra solubilizada se observa que la dureza aumenta en 0.5 horas de 216.78 a 244.36 HV, después de este cambio disminuye un poco y se mantiene relativamente similar la dureza a los tiempos de 1 hora, 10 horas y 24 horas, en estos tiempos el tamaño de grano se mantiene y la fase δ empieza a precipitar en los límites de grano. El mayor valor de la dureza ocurre en 150 horas con 262 HV, después de esto a 300 horas disminuye la dureza a 236 HV.

El aumento en la dureza a partir del tiempo de envejecido de 24 horas es debido a la precipitación de la fase δ , esta precipitación obstaculiza el deslizamiento de partículas incrementado la dureza de esta. Como se observa en el apartado de metalografías, en 100 horas la precipitación de la fase δ se encuentra distribuida en mayor proporción en los granos.

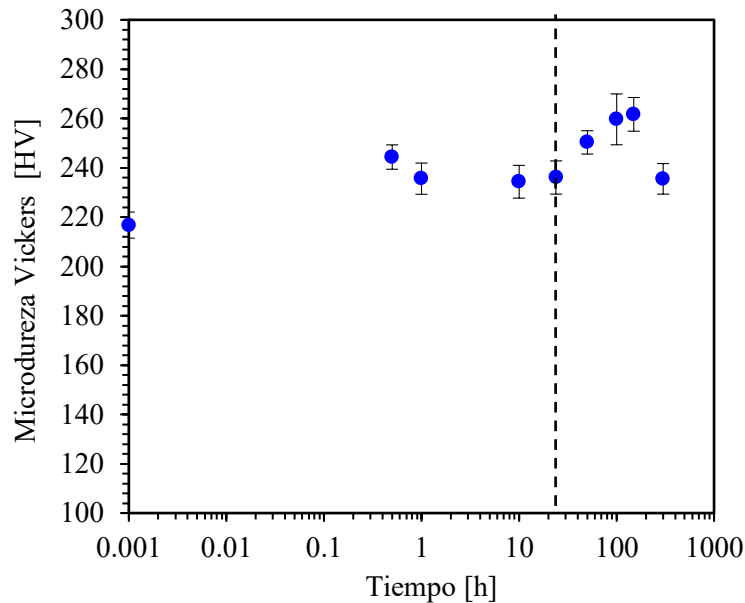


Figura 4.34 Mediciones de microdureza Vickers de muestras envejecidas a 950 °C durante distintos tiempos de permanencia.

4.9 Relación entre el PTE y la microdureza

La Figura 4.35 muestra la relación que existe entre las mediciones de PTE y las microdurezas obtenidas, se aprecia que tienen un comportamiento inverso cuando se realiza un tratamiento de 100 horas el mayor valor de microdurezas se obtiene un valor menor con el PTE.

El valor máximo de la microdureza se alcanza cuando en los tiempos de envejecido se precipita la fase δ en forma abundante y distribuida en todo el grano, debido a esta precipitación se obstaculiza el deslizamiento de planos, incrementando la dureza. Por otro lado, como afirma Pereira y colaboradores [27], ocurre una dispersión de electrones asociada a la fase δ , en este caso la máxima distribución de precipitados ocurre a un tiempo de 150 horas a 950 °C. Por lo tanto, la relación que

existe entre la microdureza y las mediciones de PTE están correlacionadas con la precipitación de la fase δ .

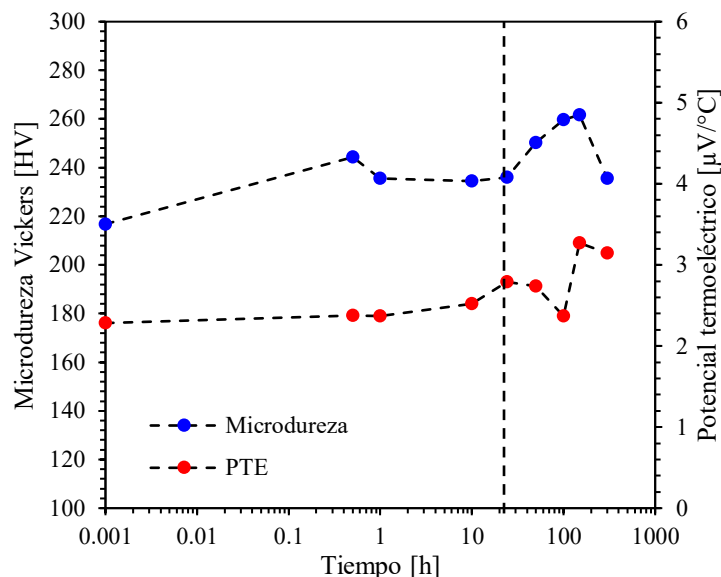


Figura 4.35 Relación entre las mediciones de microdureza Vickers y PTE para muestras tratadas térmicamente a 950 °C en distintos tiempos de envejecido.

4.10 Relación entre conductividad eléctrica y la microdureza

En la Figura 4.36 se observa la relación que existe entre las mediciones de microdureza y conductividad eléctrica realizadas a las muestras tratadas térmicamente, se puede distinguir una tendencia en la que ambas medidas tiende a aumentar después del tratamiento de 24 horas, a este tiempo la precipitación de la fase δ se encontraba intragranularmente, a partir de este tiempo cuando se evaluaba la microdureza la fase δ obstaculizaba el desplazamiento de planos incrementando su dureza, mientras que en las mediciones de conductividad eléctrica la precipitación de la fase δ favorecía el desplazamiento de electrones disminuyendo su dispersión y con esto incrementando su conductividad eléctrica. Por lo tanto, la relación que existe entre estas dos mediciones es proporcional, es evidente que conforme el tiempo de permanencia aumenta la fase δ precipita de forma intergranular a intragranular aumentando los valores de microdureza Vickers y conductividad eléctrica.

En un tiempo de 300 horas, los precipitados de la fase δ tienden a disminuir, y con esto también disminuye la microdureza y la conductividad eléctrica. Ambas técnicas están relacionadas con la precipitación de la fase δ , entre mayor cantidad de precipitados se encuentren en la microestructura del material se obtendrán mayores valores, pero si disminuye la cantidad de precipitados por consecuencia los valores de estas técnicas también tendrán un decremento.

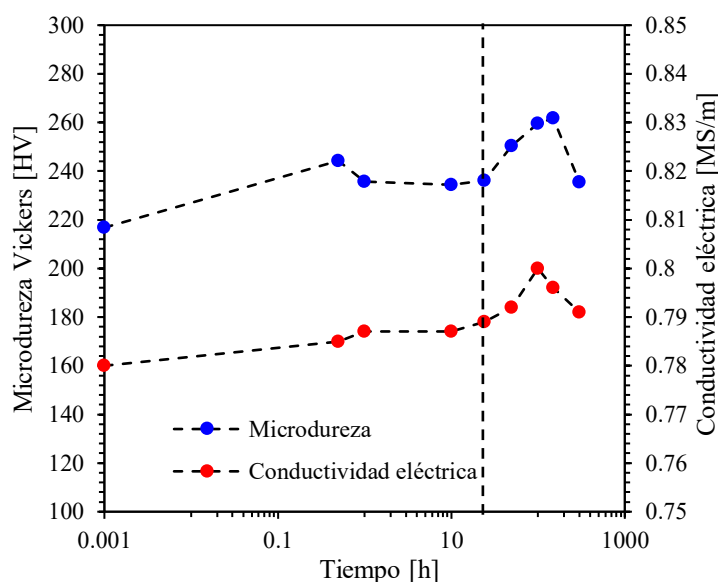


Figura 4.36 Relación entre las mediciones de microdureza Vickers y conductividad eléctrica para muestras tratadas térmicamente a 950 °C en distintos tiempos de envejecido.

4.11 Difracción de rayos X

La Figura 4.37 muestra los patrones de difracción de rayos X de las probetas tratadas térmicamente, se observa que presentan los mismos picos los cuales corresponden a la matriz γ , entre los ángulos de 44° y 50°. En la Figura 4.38 se observa una ampliación de los patrones de difracción donde se observan los picos correspondientes a la fase δ , se observa que en las probetas tratadas térmicamente durante 0.5 horas y 1 hora no existen estos picos, debido a que la presencia de la fase δ en estos tiempos está iniciando su precipitación en los límites de grano, en 24 horas la precipitación de la fase δ se vuelve intragranular debido a esto los patrones de difracción muestran unos pequeños picos entre 45° y 47° correspondientes a la fase δ . En los tiempos de 100, 150 y 300 horas, la precipitación de la fase δ se observan en la mayor parte de la microestructura de la aleación,

por lo que la intensidad de los picos entre los ángulos de 45° y 47° aumentan, en comparación con el patrón de difracción de la muestra tratada durante 24 horas.

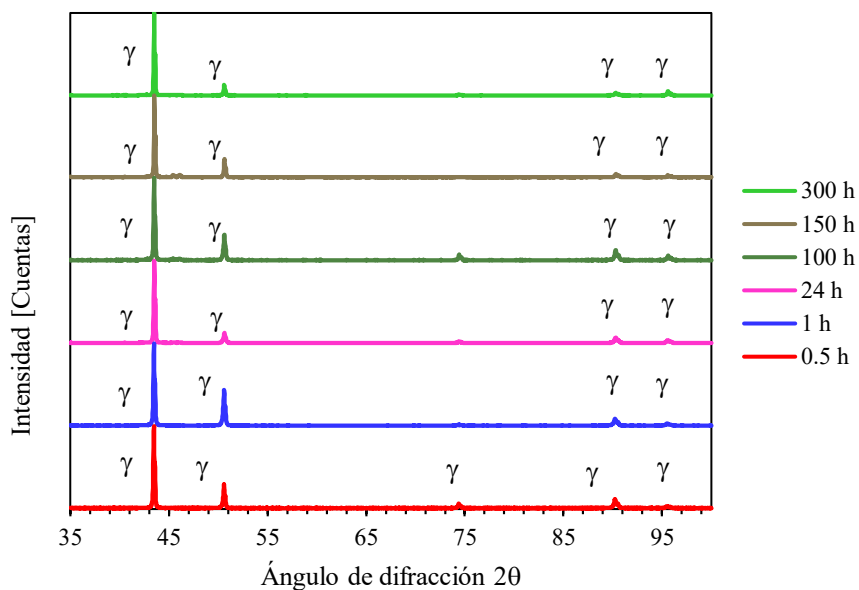


Figura 4.37 Patrones de difracción de rayos X de muestras tratadas térmicamente a distintos tiempos a una temperatura de 950°C

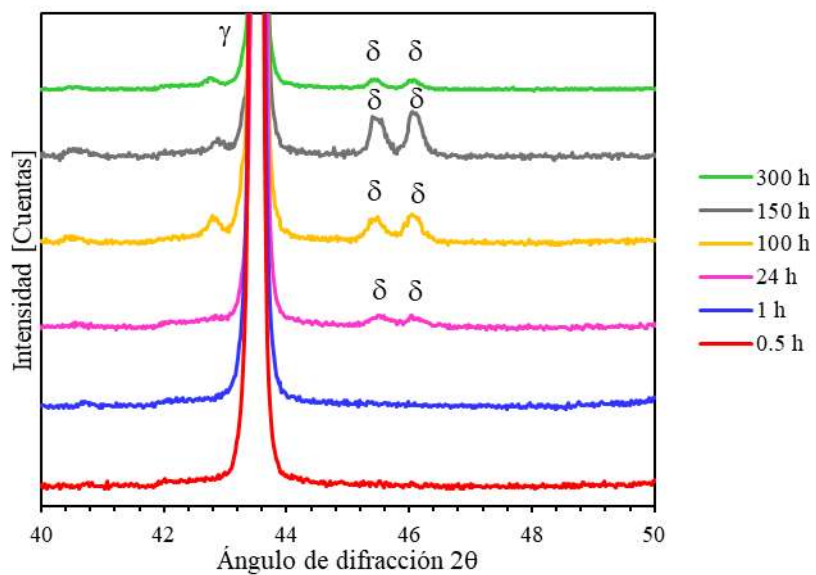


Figura 4.38 Acercamiento de los patrones de difracción de rayos X de muestras tratadas térmicamente a distintos tiempos a una temperatura de 950°C

4.12 Ensayos de tensión

Se realizaron ensayos de tensión a distintas probetas tratadas térmicamente a diferentes tiempos de envejecido, se realizó este ensayo con la finalidad de determinar las propiedades mecánicas. Los resultados experimentales se muestran en la Figura 4.39. Los resultados muestran un comportamiento mecánico con muy poca variación a excepción de la muestra tratada térmicamente durante 150 horas a 950 °C.

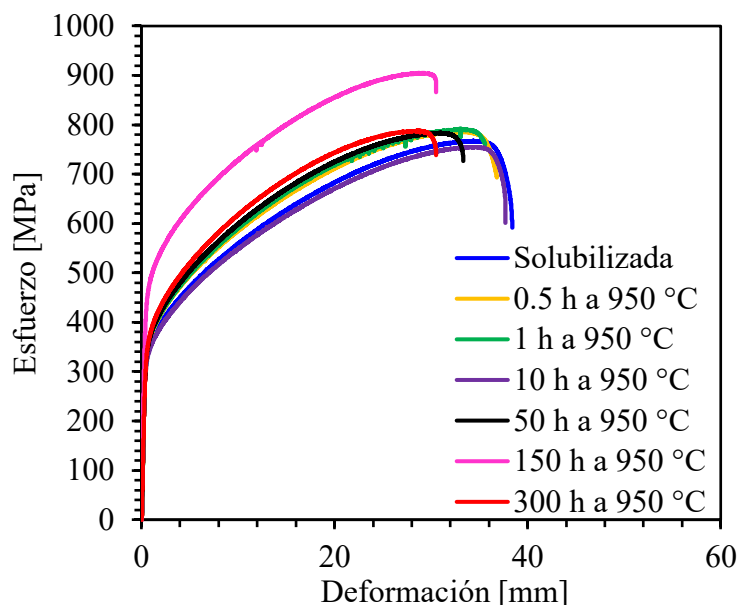


Figura 4.39 Curvas esfuerzo-deformación de muestras tratadas térmicamente a 950 °C en distintos tiempos de envejecido.

La Figura 4.40 muestra el esfuerzo máximo y el esfuerzo de fluencia de las probetas tratadas térmicamente, se aprecia que los esfuerzos máximos se mantienen relativamente igual, en estos tiempos el tamaño de grano se mantiene con poca variación y la fase δ empieza a precipitar hacia el interior del grano. También se observa que en 150 horas hay un aumento tanto en el esfuerzo máximo como en el esfuerzo de fluencia, en el tratamiento de 100 horas la fase δ se encuentra propagado por todo el grano como se observa en la Figura 4.14, para después haber un decremento en 300 horas, en 300 horas el grano empieza a aumentar y la fase δ disminuye en su propagación del grano, a ese tiempo se lleva a cabo un sobre envejecido.

Anderson y colaboradores [12] realizaron un estudio sobre la precipitación de la fase δ y cómo ésta influía en las propiedades mecánicas como se mencionó anteriormente existen dos tipos de precipitación, encontraron que la precipitación intragranular incrementa la dureza significativamente pero disminuye su ductilidad. La precipitación intergranular incrementa la ductibilidad del material y disminuye su esfuerzo de cedencia.

En la muestra tratada térmicamente durante 150 horas alcanzó una resistencia a la tensión de 864 MPa y un esfuerzo a la cedencia de 422 MPa, siendo esta la que alcanzó un valor máximo, atribuyéndolo a la precipitación de la fase δ .

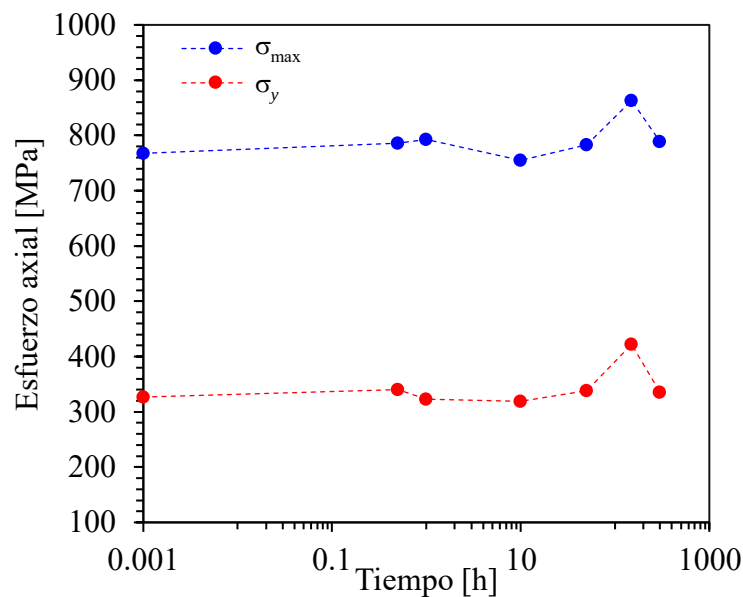


Figura 4.40 Resultados de esfuerzos máximos y esfuerzos de fluencia obtenidos en las muestras tratadas térmicamente a 950 °C en distintos tiempos de envejecido.

En la Figura 4.41, se muestran los resultados obtenidos por los ensayos de tensión, se observa el cambio en el módulo elástico cuando las muestras fueron tratadas térmicamente durante distintos tiempos de permanencia a 950 °C. Se observa que el módulo elástico se mantiene relativamente constante en tratamientos térmicos cortos de hasta 24 horas, que es donde el crecimiento de los precipitados de la fase δ deja de ser intergranular, en 100 horas el módulo elástico disminuye en este tiempo los precipitados de la fase δ cubren en mayor parte el área de los granos en la

microestructura, por lo que se asocia este decremento en el módulo elástico a la precipitación intragranular.

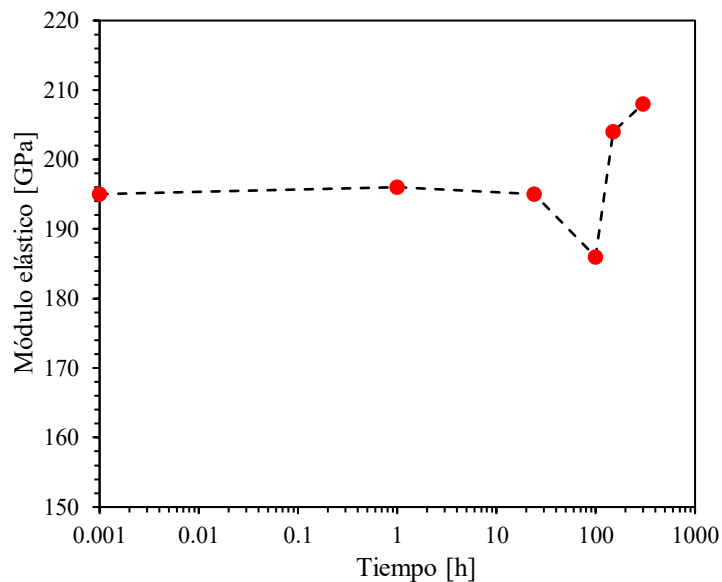


Figura 4.41 Resultados de módulo elástico obtenidos en las muestras tratadas térmicamente a 950 °C en distintos tiempos de envejecido.

La Tabla 4.1 muestra los valores obtenidos de las propiedades mecánicas que se registraron al realizar los ensayos de tensión. Se observa que la probeta que obtuvo mayores valores es la probeta tratada térmicamente durante 150 horas a 950 °C.

Tabla 4.1 Propiedades mecánicas obtenidas por los ensayos de tensión de las probetas tratadas térmicamente a 950 °C.

	Solubilizada	0.5 h	1 h	10 h	50 h	150 h	300 h
Resistencia a la tensión [MPa]	767.20	785.79	792.51	755.05	783.49	863.17	788.74
Módulo Elástico [GPa]	195	171	196	187	184	204	208
Esfuerzo de cedencia al 0.02% [MPa]	327	340	323	319	338	422	335
Esfuerzo último [MPa]	591.58	618.80	653.30	601.12	726.69	826.87	738.19
% de Elongación	38.42	37.14	36.60	37.73	33.37	30.56	30.55

CAPÍTULO V.

CONCLUSIONES

- El tratamiento térmico de envejecimiento a una temperatura de 950 °C en una aleación de Inconel 718 tiene dos efectos principales. i) produce un crecimiento de grano y ii) fomenta la precipitación de fase δ . En tiempos cortos (menores a 10 h) de envejecimiento, se observó que la fase δ crece de forma intergranular, mientras que a tiempos mayores a 10 horas el crecimiento de la fase δ , se vuelve intragranular, además de esto, se observa que la precipitación de la fase δ ocurre mediante dos mecanismos en el crecimiento de manera intergranular e intragranular.
- Las mediciones de PTE, mostraron un cambio conforme el tiempo de envejecido aumentaba esto debido a la precipitación de la fase δ , en un tiempo de envejecido de 100 h el PTE disminuía por la cantidad de la fase δ , la cual se encontraba precipitada en el grano y estos precipitados actúan como dispersores de electrones. En 300 horas el PTE volvía a aumentar, esto ocurría ya que la precipitación de la fase δ disminuía al igual que la dispersión de electrones al hacer las mediciones.
- Las mediciones de ACPD, mostraban un aumento cuando la aleación fue sometida a un tratamiento térmico de envejecido de 100 horas, esto indica que las mediciones de ACPD fue sensible a la precipitación de la fase δ , aunque el cambio que se obtuvo no era significativo, la técnica utilizada mostró un incremento cuando la fase δ se encontraba precipitada en una cantidad máxima en el grano.

- La medición de atenuación indica que existe un aumento asociado al crecimiento de grano esto se debe a la disminución de los límites de grano. Los resultados de ensayos no destructivos indican que la atenuación por dispersión se puede relacionar con el crecimiento del tamaño de grano en la aleación Inconel 718 a frecuencias altas (10 MHz) por lo que el coeficiente de atenuación puede ser utilizado para evaluar el comportamiento microestructural de esta aleación en elementos en servicio.
- Las microdurezas realizadas a las muestras tratadas térmicamente mostraron que la dureza aumentaba conforme se extendía el tiempo de envejecido a 950 °C, la dureza incrementaba con respecto el tamaño de grano crecía y los precipitados de la fase δ se extendían por la microestructura del material.
- En los ensayos de tensión se observó que a un tiempo de 150 horas, tiempo en el que la fase δ se encuentra en su tasa máxima de precipitación en la microestructura del material, existía una mejora en las propiedades mecánicas obteniendo un mayor esfuerzo máximo, esto atribuido a la precipitación de la fase δ la cual obstaculizaba el desplazamiento dentro de la microestructura del material.

RECOMENDACIONES

Como recomendaciones, cuando se trabaje con este tipo de aleaciones como lo es el Inconel 718 y se pretendan hacer algún tratamiento térmico donde se busque precipitar alguna fase típica de las aleaciones base níquel, se debe tener cuidado con las temperaturas en las que se va a trabajar para evitar la precipitación de fases no deseadas, de igual forma cuando se realice un tratamiento de solubilizado.

Cuando se realicen los electroataques para revelar la microestructura, en esta aleación, considerar el tiempo y el voltaje, debido a que, a un voltaje mayor a 2 V, podría perjudicar el revelado de la microestructura.

TRABAJO FUTURO

Como trabajo futuro sería interesante evaluar la influencia de la precipitación de la fase δ en la corrosión y establecer una correlación entre la fase y los resultados que se obtengan, conocer si esta fase es perjudicial cuando se lleva a cabo el proceso electroquímico de corrosión.

Evaluar si existe precipitación de la fase γ'' a 950 °C utilizando microscopio electrónico de transmisión.

REFERENCIAS

- [1] THOMAS A, EL-WAHABI M, CABRERA J M, PRADO J M. High temperature deformation of Inconel 718. *Journal of Materials Processing Technology*. 177(1–3), 469–472, 2006.
- [2] AZADIAN S, WEI L-Y, WARREN R. Delta phase precipitation in Inconel 718. *Materials Characterization*. 53(1), 7-16, 2004.
- [3] GARCIN T, SCHMITT J H, MILITZER M. In-situ laser ultrasonic grain size measurement in superalloy INCONEL 718. *Journal of Alloys and Compounds*. 670, 329-336, 2016.
- [4] KUO C M, YANG Y T, BOR H Y, WEI C N, TAI C C. Aging effects on the microstructure and creep behavior of Inconel 718 superalloy. *Materials Science and Engineering: A*. 510–511, 289-294, 2009.
- [5] SLAMA C, ABDELLAOUI M. Structural characterization of the aged Inconel 718. *Journal of Alloys and Compounds*. 306(1–2), 277-284, 2000.
- [6] SUNDARARAMAN M, MUKHOPADHYAY P, BANERJEE S. Precipitation and room temperature deformation behavior of Inconel 718. *Superalloys*. 718(625), 419-40, 1994.
- [7] LIPPOLD J C, KISER S D, DUPONT J N. *Welding metallurgy and weldability of nickel-base alloys*. John Wiley & Sons. 2011.
- [8] REED R C. *The Superalloys: Fundamentals and Applications*. Second Ed. New York. Cambridge University Press. 2008.
- [9] DONACHIE M J, DONACHIE S J. *Superalloys: A Technical Guide*. 2nd Edition. Ohio. ASM International. 2002.
- [10] LI R B, YAO M, LIU W C, HE X C. Isolation and determination for δ , γ' and γ'' phases in Inconel 718 alloy. *Scripta Materialia*. 46(9), 635-638, 2002.
- [11] COZAR R, PINEAU A. Morphology of γ' and γ'' precipitates and thermal stability of inconel 718 type alloys. *Metallurgical Transactions*. 4(1), 47-59, 1973.
- [12] ANDERSON M, THIELIN A L, BRIDIER F, BOCHER P, SAVOIE J. δ Phase precipitation in Inconel 718 and associated mechanical properties. *Materials Science and Engineering: A*. 679, 48-55, 2017.

- [13] ZHANG H Y, ZHANG S H, CHENG M, LI Z X. Deformation characteristics of δ phase in the delta-processed Inconel 718 alloy. *Materials Characterization*. 61(1), 49-53, 2010.
- [14] DAVIS J R. ASM specialty handbook: nickel, cobalt, and their alloys. ASM International, Member/Customer Service Center, Materials Park, OH 44073-0002, USA, 2000. 442. 2000.
- [15] HANDBOOK A. Volume 4: Heat Treating. ASM International. 10, 1991.
- [16] ABO ZEID E F, GAFFAR M A, GABER A, MOSTAFA M S. Correlative study of the thermoelectric power, electrical resistivity and different precipitates of Al-1.12Mg2Si-0.35Si (mass%) alloy. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*. 122(3), 1269-1277, 2015.
- [17] CUÉLLAR E L, MORIN M, MELO E R, MÉNDEZ U O, GUAJARDOMARTÍNEZ H, CORTÉZ J Y. In situ strained Inconel 718 superalloy studied by thermoelectric power technique. *Journal of Alloys and Compounds*. 467(1-2), 572-577, 2009.
- [18] LAVAIRE N, MASSARDIER V, MERLIN J. Quantitative evaluation of the interstitial content (C and/or N) in solid solution in extra-mild steels by thermoelectric power measurements. *Scripta Materialia*. 50(1), 131-135, 2004.
- [19] KAWAGUCHI Y, YAMANAKA S. Mechanism of the change in thermoelectric power of cast duplex stainless steel due to thermal aging. *Journal of Alloys and Compounds*. 336(1-2), 301-314, 2002.
- [20] LUIGGI N J A. Characterization by thermoelectric power of a commercial aluminum-iron-silicon alloy (8011) during isothermal precipitation. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 29(11), 2669-2677, 1998.
- [21] XAVIER K, LAURENCE S, FRANCIS F, MARC D. Thermoelectric power of a two-dimensional metal/metal composite: a numerical approach. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*. 13(3), 341, 2005.
- [22] POPOVIĆ M, ROMHANJI E. Characterization of microstructural changes in an Al-6.8 wt.% Mg alloy by electrical resistivity measurements. *Materials Science and Engineering: A*. 492(1), 460-467, 2008.
- [23] DU H, TURNER J A. Ultrasonic attenuation in pearlitic steel. *Ultrasonics*. 54(3), 882-887, 2014.

- [24] KUMAR A, SHANKAR V, JAYAKUMAR T, RAO K B S, RAJ B. Correlation of microstructure and mechanical properties with ultrasonic velocity in the Ni-based superalloy Inconel 625. *Philosophical Magazine A*. 82(13), 2529-2545, 2002.
- [25] HELLIER C. *Handbook of nondestructive evaluation*. 2001.
- [26] STANKE F E, KINO G. A unified theory for elastic wave propagation in polycrystalline materials. *The Journal of the Acoustical Society of America*. 75(3), 665-681, 1984.
- [27] PEREIRA D, CLARKE T, MENEZES R, HIRSCH T. Effect of microstructure on electrical conductivity of Inconel 718 alloys. *Materials Science and Technology*. 31(6), 669-676, 2015.
- [28] PRAJAPATI S, NAGY P B, CAWLEY P. Potential drop detection of creep damage in the vicinity of welds. *NDT & E International*. 47, 56-65, 2012.
- [29] SPOSITO G, CAWLEY P, NAGY P B. Potential drop mapping for the monitoring of corrosion or erosion. *Ndt & E International*. 43(5), 394-402, 2010.
- [30] GUTIÉRREZ-VARGAS G, LÓPEZ V H, CARREÓN H, KIM J-Y, RUIZ A. ACPD detection and evaluation of 475° C embrittlement of aged 2507 super duplex stainless steels. *AIP Conference Proceedings*. Eds. AIP Publishing. 110018. 2017.
- [31] WARREN B E. *X-ray Diffraction*. Courier Corporation. 1969.
- [32] LARA N O, RUIZ A, RUBIO C, AMBRIZ R R, MEDINA A. Nondestructive assessing of the aging effects in 2205 duplex stainless steel using thermoelectric power. *Ndt & E International*. 44(5), 463-468, 2011.
- [33] ROGERS P H, VAN BUREN A L. An exact expression for the Lommel-diffraction correction integral. *the Journal of the Acoustical Society of America*. 55(4), 724-728, 1974.
- [34] LARA N O. Caracterización no destructiva, microestructural y mecánica de acero inoxidable dúplex 2205 envejecido térmicamente. Ph. D. thesis. Instituto de investigación en metalurgia y materiales, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo. Morelia, Michoacán 2012.
- [35] BOWLER J R, BOWLER N. Theory of four-point alternating current potential drop measurements on conductive plates. *Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Science*. 463(2079), 817-836, 2007.

- [36] GHOSH S, YADAV S, DAS G. Study of standard heat treatment on mechanical properties of Inconel 718 using ball indentation technique. *Materials Letters*. 62(17), 2619-2622, 2008.