



*República de Cuba
Ministerio de Educación Superior
Instituto Superior Minero Metalúrgico
"Dr. Antonio Núñez Jiménez"
Facultad de Metalurgia- Electromecánica
Departamento de Metalurgia*

Trabajo de Diploma

*Título: Estudio preliminar de la precipitación de
partículas coherentes en aleaciones HK-40.*

*Autores: Lindi Aneya Gonzáles Rodríguez
Javier Montero Pérez*

*Moa - 2004
"Año del 45 Aniversario del Triunfo de la Revolución"*



*República de Cuba
Ministerio de Educación Superior
Instituto Superior Minero Metalúrgico
"Dr. Antonio Núñez Jiménez"
Facultad de Metalurgia- Electromecánica
Departamento de Metalurgia*

Trabajo de Diploma

*Título: Estudio preliminar de la precipitación de
partículas coherentes en aleaciones HK-40.*

*Autores: Lindi Aneya Gonzáles Rodríguez
Javier Montero Pérez*

*Tutores: M.Sc. Maritza Mariño Cala
Dr. Alberto Velázquez del Rosario*

*Moa - 2004
"Año del 45 Aniversario del Triunfo de la Revolución"*

Dedicatoria



Dedicatoria (Lindy Aneya):

- *A mis padres, por existir, por ser lo mejor que me ha dado la vida.*
- *A mis hermanos, por comprenderme y ayudarme a pesar de todo.*
- *A mis abuelos, por quererme tanto.*
- *A toda mi familia, gracias por estar siempre cerca de mí.*

Dedicatoria (Javier):

- *A mi madre, con todo el amor que se merece.*
- *A mi tío Ariel por apoyarme en todo, guiarme y darme sus consejos.*
- *A mi hermana, por quererme.*
- *A Lirian y a toda la familia por dar todo su amor.*
- *A mi papá y mi abuela, que aunque no estén entre nosotros, siempre anhelaron mi superación y por siempre vivirán en mi corazón.*

Especialmente: A nosotros, por lograrlo a pesar de todo.

Agradecimientos



Agradecimientos

- *A nuestros Tutores por su ayuda y guía en esta investigación.*
- *A Manuel Gonzáles Guilarte por su apoyo y preocupación en la realización de este trabajo.*
- *A nuestra familia.*
- *A Eddy Tito por su apoyo en los momentos difíciles.*
- *A nuestros compañeros por compartir estos cinco años.*
- *A todos los trabajadores del Taller de Fundición por su atención y paciencia.*
- *A Carlos Remón por siempre prestarme su ayuda*
- *A todas las personas que hicieron posible esta realidad.*
- *A todos gracias por su incondicionalidad.*

Resumen



Resumen

A partir de la necesidad de producir aleaciones cada vez más resistentes desde el punto de vista mecánico y corrosivo, producto de las posibilidades y experiencias de la Empresa Mecánica del Níquel y el interés de la Empresa Comandante Ernesto Che Guevara y la industria del Ferroníquel de aumentar la vida útil de los elementos metálicos que componen sus equipos, se realizó un estudio preliminar acerca de la posibilidad de aumentar la resistencia de la aleación HK-40 a través de la precipitación de partículas o compuestos intermetálicos en la matriz de la aleación. Se realiza un análisis de la influencia de la adición de Aluminio entre 3 y 18 % en la microestructura y propiedades mecánicas de las aleaciones HK-40 mejoradas y se obtiene como principal resultado que las mejores combinaciones de características microestructurales y de resistencia corresponde con el 3 % de Aluminio.

Abstract

From the necessity of producing more heat-resistant alloys from the mechanical and corrosive point of view, due to the possibilities and experiences of the Mechanical Company of Nickel and particularly interest of the Ernesto Che Guevara Company and the industry of Ferronickel in order to increase the useful life of the metallic elements of the equipments, a preliminary study about the possibility of increasing the mechanical resistance of the alloy HK-40 through the precipitation of particles or intermetallic compounds inside the matrix of the alloy was done. An analysis of the influence of the addition of Aluminum between 3 and 18 % in the microstructure and mechanical properties of the improved alloys HK-40 is carried out and the best combinations of microestructural characteristic and mechanical resistance with 3 % of Aluminum was obtained as main result.

Indice



Indice	Pág
Introducción	1
Antecedentes y estado actual del tema	3
Aluminuros de Níquel	6
Aluminuro de Níquel (III).....	8
Aluminuros de Titanio	9

Capítulo I. Superalaciones

1.1. Superalaciones más comunes	12
1.1.1. Superalaciones de base Hierro.....	12
1.1.2. Superalaciones de base Níquel.....	12
1.2. Fases y estructuras.....	14
1.3. Métodos de obtención.....	15
1.3.1. Tecnología de obtención de piezas a partir de superalaciones.....	15
1.3.2. Métodos tradicionales.....	15
1.3.3. Tendencias Modernas.....	16
1.3.4. Otros Procesos actuales en la tecnología de obtención de las superalaciones.....	19
1.3.5. Solidificación rápida.....	20
1.4. Propiedades de las superalaciones.....	23
1.5. Aplicaciones.....	24
1.6. Aumento de la resistencia de las aleaciones a través de la precipitación de partículas coherentes.....	24

CAPÍTULO II. Metodología de la investigación

2.1. Diseño de la investigación.....	26
2.1.1. Elección de las variables de la investigación.....	26
2.1.2. Criterios de selección de las variables.....	27
2.1.3. Matriz experimental utilizada en el desarrollo de los experimentos.....	27
2.2. Obtención de las probetas metálicas.....	28
2.2.1. Plantillas y moldes.....	28
2.2.2. Cálculo de carga.....	28



2.3. Metodología para la realización de ensayos.....	29
2.3.1. Fundamento del ensayo de resistencia al impacto.....	29
2.3.2. Fundamento del ensayo de resistencia a la tracción.....	31
2.3.3. Fundamentos del ensayo de dureza.....	35
2.3.4. Caracterización de la morfología de las partículas.....	35

Capítulo III. Discusión y análisis de los resultados

3.1. Análisis químico.....	39
3.2. Dureza.....	40
3.3. Resistencia al Impacto.....	40
3.4. Tracción.....	41
3.5. Examen metalográfico.....	41
3.5.1. Microestructura del HK-40 mejorado con adición de un 3 % de Aluminio.....	43
3.5.2. Microestructura del HK-40 mejorado con adición de un 18 % de Aluminio.....	44
Conclusiones.....	47
Recomendaciones.....	48
Bibliografía.....	49
Anexos	



Simbología

μ : Fase del sistema en equilibrio Fe-Ni-Al

γ : Fase del sistema en equilibrio Fe-Ni-Al

β : Fase del sistema en equilibrio Fe-Ni-Al

σ : Fase del sistema en equilibrio Fe-Ni-Al

γ' : Fase secundaria del sistema en equilibrio Fe-Ni-Al

F.c.c: Red cúbica centrada en las caras (idioma inglés F.c.c)

b.c.c: Red cúbica centrada en el cuerpo (idioma inglés b.c.c)

c.c.c: Red cúbica centrada en las caras

hcp: Red hexagonal compacta

σ_{adm} : Tensión admisible

N_v : Número medio de huecos de electrones

Hf: Hafmio

Zr: zirconio

Si: Silicio

Al: Aluminio

Ni: Níquel

B: Boro

Tf: Temperatura de fusión

Al_2O_3 : Óxido de Aluminio

Ni_3Al : Aluminuro de Níquel (I)

$NiAl$: Aluminuro de Níquel (III)

Fe_3Al : Aluminuro de Hierro (I)

$FeAl$: : Aluminuro de Hierro (III)

Ti_3Al : Aluminuro de Titanio (I)

$TiAl$: Aluminuro de Titanio (III)

Cr_2O_3 : Óxido de Cromo (III)

Antecedentes y estado actual del tema

Los primeros estudios sobre materiales intermetálicos se deben a Kurnakov y Cole en 1916 y se refieren a un estudio de compuestos intermetálicos del sistema Au-Cu (10). Pero realmente la actividad científica en este campo se inició a principios de los años 50, aunque se produjo un importante declive a finales de los 60 por el problema de la gran fragilidad que presentaban estos materiales a temperatura ambiente. Aunque los estudios que se habían realizado hasta ese momento habían sido fundamentalmente de carácter básico, quedaba implícita la idea de sus posibles aplicaciones estructurales (22).

Los aceros inoxidables austeníticos, que se desarrollaron entre 1910 y 1915, establecieron la base para la fabricación posterior de superaleaciones.

En 1929, Bedford y Pilling y simultáneamente Merica (10) añadieron pequeñas cantidades de Titanio y Aluminio a una aleación de base Hierro con un 10 % de Ni y un 20 % Cr existente, observando una considerable mejora de la resistencia en caliente. Con la adición inicial del Titanio obtuvieron endurecimiento por precipitación, mejorado con la adición de Aluminio que proporcionó, además, una mayor resistencia, dando lugar así a la primera superaleación con aplicaciones prácticas. En 1940, Bradley y Taylor atribuyeron a la mejora de las propiedades a altas temperaturas a la presencia de pequeñas partículas de una fase coherente con matriz, detectada mediante la difracción de rayos X. Más tarde Taylor y Floyd identificaron la fase como γ , en aleaciones de base cobalto endurecidas por la presencia de carburos.

En 1952, Taylor y Floyd (10) fueron los primeros en determinar, mediante estudios de difracción de rayos X, secciones isotermales a cuatro temperaturas. La mayoría de estas aleaciones preparadas están sustentadas en el campo bifásico ($\gamma + \gamma'$). Desde entonces, se han publicado muy pocos trabajos sobre diagramas de equilibrio de este sistema. H. Haradas (7) realizó estudios más detallados de este sistema obteniendo resultados similares a los de Taylor y Floyd. Más tarde, determinó una sección isotérmica de este tipo de aleaciones a 1.423 K en el intervalo de composición 10-50 % de Al añadido.

Hacia 1960, los buenos resultados obtenidos mediante la adición de Aluminio y Titanio animaron a los fabricantes a incrementar el número y cantidades de elementos aleantes, principalmente Niobio y Tantalio (21). Desgraciadamente, pronto aparecieron problemas relacionados con la presencia de fase fragilizantes, tales como σ , μ y fases de Laves y con el

aumento de segregaciones en piezas coladas en diferentes dimensiones. También se añadieron aleaciones con una compleja estructura de fronteras de grano, con carburos $M_{23}C_6$ rodeados de γ' creando una película que los mantenía unidos.

Como consecuencias de las investigaciones, se consiguió la optimización de elementos aleantes y se comenzaron a sentar las bases de la metalurgia física de las superaleaciones. Todo esto fue posible gracias al empleo de los metalurgistas, de las nuevas técnicas de microscopía electrónica, que permitieron observar directamente las fases presentes y establecer una relación de las propiedades de las superaleaciones.

El mejor conocimiento de la física del estado sólido en la década de los 70, permitió el desarrollo de nuevos procesos como la solidificación direccional, fabricación de piezas monocristalinas, pulvimetalurgia y solidificación rápida. La introducción de estos procesos originó numerosos estudios encaminados a optimizar a los elementos aleantes llegando, en algunos casos, a poder reducir su número (24).

Se han realizado investigaciones (9) cuyo resultado ha mostrado la superioridad de las aleaciones de base Hierro, Níquel y Cromo con adiciones de elementos formadores de compuestos intermetálicos ordenados en la matriz metálica.

A principios de los 80, tras el descubrimiento por parte de Aoki e Izumi (10) que pequeñas adiciones de Boro ductilizaban el Ni_3Al , se produce un resurgimiento del interés por estos materiales y de sus posibles aplicaciones.

En los últimos años la investigación y el desarrollo de los materiales intermetálicos para aplicaciones estructurales a altas temperaturas se han visto favorecidas por las demandas de la industria aeroespacial, de materiales alternativos a las superaleaciones con el objetivo de desarrollar materiales más ligeros, más resistentes y con una temperatura de trabajo superior.

En los últimos años, se han diseñado y desarrollado aleaciones más complejas que se utilizan a temperaturas cada vez más altas (10). Actualmente, algunas superaleaciones se utilizan al 90 % de su temperatura de fusión absoluta, valor que parece difícilmente superable.

Estados Unidos y Japón son los países que más activamente han trabajado en la investigación y desarrollo de este tipo de materiales siendo la actividad en Europa comparativamente muy baja. La actividad desarrollada es tal que están identificados en la

literatura una enorme cantidad de intermetálicos monofásicos (en algunos casos polifásicos) aunque sólo unos pocos se han considerado potencialmente candidatos para aplicaciones estructurales a intermedias y elevadas temperaturas.

Los materiales intermetálicos son fases o compuestos con relaciones atómicas enteras y bien definidas con un intervalo muy limitado de composiciones posibles (12). Poseen una estructura cristalográfica con orden de largo alcance que en unos compuestos pueden mantenerse hasta la temperatura de fusión y en otros pueden desordenarse a una temperatura característica más baja. Esta estructura ordenada hace que los coeficientes de autodifusión sean menores que en una aleación desordenada, proporcionándoles una mayor estabilidad estructural a altas temperaturas y buena resistencia a la fluencia. Combinan, además, propiedades como baja densidad, elevada resistencia mecánica a altas temperaturas y buena resistencia a la oxidación. Los principales inconvenientes son la escasa ductilidad y tenacidad a temperatura ambiente.

Las propiedades mecánicas se explican por estructuras de superdislocaciones complejas que impiden el deslizamiento mediante diferentes procesos. En unos casos se forman configuraciones de núcleos de dislocaciones extendidas que producen elevadas fuerzas de fricción. También las superdislocaciones se disocian produciendo configuraciones de dislocaciones inmóviles o deslizamiento plano, lo que en definitiva provoca aumentos del límite elástico, de la velocidad de endurecimiento y de la fragilidad. Otra causa de la escasa ductilidad de policristales de estos materiales es la debilidad de las fronteras del grano.

Hay evidencia experimental que demuestra que las propiedades mecánicas de los intermetálicos multifásicos son mejores que las de los intermetálicos monofásicos. Esto es especialmente claro en el caso de los Aluminuros de Níquel y de Titanio. Por ello, una de las líneas de investigación actual es el desarrollo de intermetálicos con más de una fase, mediante el control del proceso y de la composición. Así mismo, se está realizando una gran tarea en el estudio de intermetálicos exóticos, con temperatura de trabajo potencialmente muy alta.

La mayor actividad científica, sobre todo de carácter fundamental, se ha desarrollado en aluminuros que se derivan de la fcc. A continuación le siguen los que presentan estructuras derivadas de la bcc. La razón es sencilla y se debe a que la mayoría de las aleaciones empleadas en aplicaciones estructurales a alta temperatura poseen estructuras fcc o bcc y

sólo unas pocas hcp (los metales con estructura fcc y bcc son más dúctiles que los que poseen estructuras más complejas). Por analogía se supuso que algo similar ocurriría con los intermetálicos y este ha sido el criterio seguido la elección de intermetálicos a investigar (12).

Aluminuros de Níquel (Ni_3Al)

Este es el intermetálico más estudiado debido por una parte a que su estructura es cúbica centrada en las caras, ocupando los átomos de Níquel las posiciones del centro de las caras y los átomos de Aluminio los vértices. Esto le confiere la propiedad singular de que su límite elástico aumenta con la temperatura alcanzando un máximo que se sitúa hacia los 650°C . La presencia de pequeñas concentraciones de elementos como Hf, Zr, Si, etc. modifica el máximo situándolo en el intervalo $600 - 800^\circ\text{C}$. Además, el presentar esta estructura cristalina sencilla ha permitido estudiar y comprender muchos aspectos fundamentales del comportamiento de esta familia de materiales. Debido a la peculiaridad del fenómeno conocido como comportamiento anómalo del límite elástico, éste se tratará más adelante.

Otros aspectos interesantes del Ni_3Al son que se mantiene ordenado hasta la temperatura de fusión (1390°C), su buena resistencia a la oxidación al aire mediante la formación de películas protectoras de óxidos ricos en Aluminio y que presenta un alto coeficiente de endurecimiento, en especial desde temperatura ambiente hasta 200°C .

Todas estas propiedades permiten considerar que cuando ocurre la precipitación de Ni_3Al , el material está apto para su empleo en una amplia gama de aplicaciones a elevadas temperaturas, tales como turbinas de gas y de vapor y otras piezas de motores, así como para componentes empleados en ambientes corrosivos (procesos de la industria química, ambientes marinos o yacimientos de gas y petróleo). También pueden encontrar aplicación en la fabricación de pistones de automóviles, válvulas, troqueles, cojinetes, tuberías, etc.

Entre los principales inconvenientes que presenta este material es su gran fragilidad a temperatura ambiente cuando el material es policristalino. Se admite que los límites de grano del Ni_3Al son inherentemente frágiles de modo que la rotura del material se produce de un modo frágil e intergranular. Diferentes autores (12) han comprobado además que la segregación de impurezas en los límites de grano, y especialmente el Azufre, contribuyen a aumentar la fragilidad del material.

Teorías recientes (10) asocian el problema de la fragilidad a temperatura ambiente del intermetálico exento de Boro, a un fenómeno de interacción con el medio ambiente. Se ha observado que el Ni_3Al muestra un comportamiento totalmente frágil cuando los ensayos se efectúan al aire o en atmósferas que contengan vapor de agua e Hidrógeno. El fenómeno parece que es debido a la penetración de Hidrógeno atómico tanto a través de la red como de las fronteras de grano. Algunos autores (9) indican que se puede eliminar la fragilidad ambiental del Ni_3Al procesándolo por técnicas de solidificación unidireccional. En estas condiciones, el material presenta una fractura dúctil transgranular como consecuencia de la menor concentración de tensiones en las fronteras de grano, por ser de bajo ángulo.

Las adiciones de Boro aumentan la ductilidad del intermetálico de una manera espectacular, cambiando el modo de fractura a transgranular. Se ha demostrado, sin embargo, la efectividad del Boro y la ausencia de fractura intergranular para materiales con contenidos de Aluminio por debajo del 25 %.

Otro inconveniente que presentaba este material es el aumento de la fragilidad a temperaturas intermedias y altas, relacionado con un fenómeno de fragilización dinámica por penetración de Oxígeno atómico a través de las fronteras de grano. Actualmente este problema, aunque no se ha resuelto, sí se ha aliviado controlando la forma del grano y añadiendo Cromo, ya que facilita la formación rápida de óxidos ricos en Cromo que reducen la penetración de Oxígeno a través de las fronteras de grano.

Así mismo se están realizando muchas investigaciones encaminadas a la obtención de películas protectoras y adherentes mediante tratamientos superficiales y mediante la adición de elementos que favorezcan su formación.

En cuanto al comportamiento en fluencia de este material es notablemente mejor si se adicionan elementos como el Zr, Hf y Ta ya que aumentan el límite elástico, es claramente peor en la vida a rotura que cualquiera de las superaleaciones empleadas en la fabricación de discos o álabes de turbinas. El comportamiento a fatiga es sin embargo bueno. A temperatura ambiente, la velocidad de crecimiento de grietas en el intermetálico con Boro es mucho menor que en las superaleaciones, aunque esta velocidad aumenta a medida que aumenta la temperatura experimentando una fuerte sensibilidad al medio ambiente, especialmente al Oxígeno. El comportamiento a fatiga a altos ciclos es excelente.



En resumen, se puede decir, que el empleo de este intermetálico como precipitado a bajas temperaturas está todavía limitado por los problemas que presenta su trabajado en frío. A temperaturas intermedias tampoco pueden competir, por el momento, con las superaleaciones base Ni por la limitación que representa su baja resistencia a fluencia. Sin embargo, dada sus buenas condiciones de resistencia a la fatiga térmica, este material en forma monocristalina es adecuado para la fabricación de piezas no rotatorias (distribuidor) que trabajan a altas temperaturas y en atmósferas oxidantes.

Aluminuros de Níquel (III)

El interés de este intermetálico para aplicaciones estructurales a alta temperatura se debe a que posee una estructura ordenada, una temperatura de fusión de 1638°C , baja densidad (6 gr/cm^3), alto módulo elástico (1896 Pa), y una elevada solubilidad para un tercer elemento, lo que le produce un reforzamiento adicional y una elevada resistencia a la oxidación. Este intermetálico es el principal constituyente de los recubrimientos resistentes a la oxidación a altas temperaturas. Su principal inconveniente es su escasa ductilidad a temperatura ambiente, causa por lo que sus aplicaciones son muy limitadas. En este caso, la fragilidad no está relacionada con la debilidad de las fronteras de grano si no con el escaso número de sistemas de deslizamiento ya que posee únicamente tres $\{110\}$ en las direcciones $\langle 100 \rangle$. Hay diferentes estudios que muestran que la ductilidad crece a medida que disminuye el tamaño de grano por debajo de $20 \mu\text{m}$.

Cuando el material se procesa por técnicas de solidificación rápida se produce un aumento importante del alargamiento como consecuencia de la disminución de tamaño de grano y del grado de orden. La transición dúctil-frágil tiene lugar en el intervalo $300\text{-}600^{\circ}\text{C}$ y la temperatura depende de la estequiometría y del tamaño de grano. Se puede concluir que la resistencia y ductilidad de este intermetálico precipitado en matrices base Cromo no es aún competitiva con las de las superaleaciones de alta resistencia. Sin embargo, sí se ha demostrado muy interesante, para la fabricación de álabes de turbinas, el sistema NiAlTi y en concreto la aleación bifásica $\text{NiAl-Ni}_2\text{AlTi}$.

Las ventajas de utilizar esta aleación en la fabricación de álabes de turbinas en sustitución de las aleaciones actuales son claras, la menor densidad de esta aleación bifásica proporcionaría un ahorro de peso considerable y menores tensiones en el disco de la turbina.



Aluminuros de Titanio

Dentro de esta familia, el Ti_3Al ha sido el más estudiado. Recientemente, sin embargo, es al $TiAl$ al que se le está dedicando mayor atención motivado por la puesta en marcha de programas para materiales estructurales para vehículos hipersónicos.

Ninguno de los intermetálicos tratados hasta ahora pueden utilizarse a temperaturas por encima de $1000^{\circ}C$, a excepción del $NiAl$ cuya temperatura potencial es de $1050^{\circ}C$. Fleischer, de General Electric, hizo una selección de unos 300 compuestos binarios cuyas temperaturas de fusión estaban comprendidas en el intervalo $1500-2500^{\circ}C$ y estudió mediante ensayos de microdureza a alta temperatura, su comportamiento plástico (el estudio de las microgrietas generadas alrededor de la huella proporciona una medida aproximada de la ductilidad/fragilidad).

El criterio a seguir a la hora de seleccionar entre todos estos materiales, los que han de investigarse es fundamentalmente analizar si cumplen los requisitos mínimos para la aplicación a la que va a ser destinado. Además es necesario tener en cuenta las propiedades que se requieran para esa determinada aplicación para estudiarlas. Así, si se está buscando un material para fabricar componentes de álabes de turbina para sustituir a las aleaciones monocristalinas de base Níquel, es necesario analizar el comportamiento en fluencia a tiempos largos, la estabilidad microestructural, resistencia al ambiente, comportamiento a fatiga mecánica y térmica, resistencia al impacto y proceso de fabricación. Con este planteamiento es posible eliminar alguno de los candidatos no idóneos en alguna de las fases de la investigación.

Teniendo en cuenta las posibles aplicaciones industriales es posible focalizar la investigación y el desarrollo en unos pocos intermetálicos bien seleccionados. La resistencia a la oxidación es una de las propiedades más importantes que deben presentar los intermetálicos para la mayoría de las aplicaciones a alta temperatura. Con lo cual los intermetálicos más atractivos serán aquellos que tengan un alto contenido en Aluminio, Cromo y Silicio con el fin de que dispongan de capas protectoras. Por otro lado, la elección de una estructura cristalina es importante para lograr plasticidad. En general las estructuras con alta simetría ofrecen mejores expectativas para alcanzar una razonable ductilidad. Finalmente una resistencia mecánica a alta temperatura adecuada se obtiene con materiales de alto punto de fusión ya que estos materiales retienen una resistencia significativa hasta $0.5-0.6 T_f$.



Si bien el diseño básico de las piezas que trabajan en ambientes severos permanece casi invariable desde hace 30 años, también se han creado metales capaces, de resistir mayores temperaturas y, mayores esfuerzos; que se han incorporado a esta tecnología y han reemplazado componentes fabricados con otras aleaciones menos adecuadas, incrementando, por tanto, las prestaciones y la fiabilidad.

Cuando se habla de los nuevos metales, es lógico centrar la discusión en sus aplicaciones. Puesto que la construcción del turborreactor ha constituido una de las principales fuerzas motrices del desarrollo de nuevas aleaciones, y que la ingeniería de una turbina de avión presenta casi todos los tipos de condiciones extremas que han de afrontar los metales desarrollados, estudiarlas en otro contexto y en específico en la rama metalúrgica, constituye un reto y una novedad.

Las experiencias que existen en la obtención de superaleaciones de base Hierro, son numerosas. En algunos aceros inoxidable de matriz austenítica se han obtenido muy buenos resultados a través del endurecimiento por deformación o por precipitación de fases intermetálicas. Sin embargo, no se han publicado resultados de investigaciones que demuestren que se puede incrementar la resistencia de aleaciones del sistema Fe-Cr-Ni-C con matriz austenítica a través de la precipitación de compuestos intermetálicos ordenados.

Como se ha demostrado (23) que la aleación HK-40 se puede emplear eficientemente para la fabricación de elementos que trabajen en regímenes de alta temperatura y medios altamente agresivos; por lo que se pretende continuarlos utilizándola en la fabricación de brazos para hornos de reducción de mineral laterítico.

La pre-reducción del mineral laterítico para la producción de Ferroníquel se realizará en hornos de soleras múltiples, las condiciones de trabajo se tornan más difíciles por lo que se impone aumentar las condiciones de resistencia de la aleación HK-40.

Por todo lo anteriormente expuesto se tiene la siguiente **Situación Problemática:** La necesidad de producir materiales metálicos resistentes para hornos de tostación reductora de la Industria de Ferroníquel.

Como **Problema Científico:**

El incremento de la resistencia mecánica de la aleación HK-40 por precipitación controlada de partículas coherentes.



Se define como **Objeto de la Investigación:**

La precipitación controlada de partículas coherentes en la aleación HK-40.

Como **Hipótesis** se puede establecer:

La determinación de las características estructurales en presencia de partículas coherentes obtenidas en la aleación austenítica HK-40 mejorada con diferentes porcentajes de Aluminio, permitirá plantear criterios sobre la composición química óptima de una aleación súper-resistente.

Por lo tanto se propone el siguiente **Objetivo General:**

Aumentar la resistencia de la aleación HK-40 a partir de la precipitación de partículas o compuestos intermetálicos en la matriz de la aleación.

Para dar cumplimiento al objetivo planteado se realizarán las siguientes **Tareas de trabajo:**

1. Obtener muestras de composición química controlada variando los contenidos de elementos aleantes.
2. Evaluar las propiedades de las aleaciones obtenidas a través de la realización de los ensayos de resistencia a la tracción y al impacto.
3. Caracterizar la microestructura de las aleaciones modelos obtenidas.
4. Evaluar los efectos de la microestructura en las características de resistencia de la aleación.

Capítulo I

Superafeaciones

Capítulo I. Superalcaciones

Las superaleaciones constituyen el grupo de materiales que mejores propiedades presentan a altas temperaturas (8), debido, principalmente, a la cuidadosa selección de elementos aleantes y a los ciclos de tratamiento recibidos en función de las condiciones de servicio.

Generalmente, son aleaciones de base Hierro, Níquel o Cobalto, con diferentes contenidos de Cromo para mejorar la resistencia a la oxidación y a la corrosión en caliente, y que contienen otros elementos que mejoran su resistencia a alta temperatura. Sus mejores aplicaciones incluyen motores de aviación, reactores nucleares, plantas químicas y petroquímicas.

1.1. Superalcaciones más comunes

1.1.1. Superalcaciones de base Hierro

Se utilizan a temperaturas que superan 643 K, valor que coincide con el límite superior de utilización de los aceros con contenido medio de carbono sometidos a carga. Dentro de este grupo se incluyen los aceros inoxidables austeníticos, aceros para altas temperaturas y, las más importantes, las aleaciones endurecidas por precipitación, que contienen valores de resistencia aceptables a temperatura comprendidas entre 813 y 923 K.

Las buenas propiedades de estas aleaciones se deben a que tienen una matriz austenítica (c.c.c.) endurecidas, tanto por solución sólida como por precipitación de fases intermedias.

Para mejorar la resistencia a la oxidación suelen ser distintos contenidos de Cromo, pudiendo llegar a alcanzar un 12 % en masa. También suelen llevar elementos formadores de carburos, cuya misión es mejorar las propiedades mecánicas a altas temperaturas.

Este grupo de aleaciones suelen utilizarse como productos forjados, si bien inicialmente se desarrollaron para piezas coladas.

1.1. 2. Superalcaciones de base Níquel

Dentro de las superaleaciones de base Níquel pueden distinguirse, al menos, tres grandes grupos:

- Aleaciones endurecidas por solución sólida y, parcialmente, por precipitación de carburos (Hastelloy X).
- Aleaciones endurecidas por dispersión de óxidos (INMA-754). Estos son partículas inertes, tales como óxidos de ltrio, acompañados en casos por precipitación de (IN6000E).
- Aleaciones endurecidas por precipitación de la fase (Ni_3Ti). La morfología y distribución de estos precipitados son determinantes para las propiedades de este tipo de aleaciones.

Las aleaciones más modernas, que presentan a veces hasta más de diez elementos en su composición, pueden contener una fracción de volumen de la fase γ' superior al 50 %. Las causa principal de sus buenas propiedades mecánicas es la proximidad entre su parámetro de red y el de la matriz en que precipita, que difieren en menos del 0.25 %. Adicionalmente, la velocidad de coalescencia de los precipitados, dependiendo de la composición y de la coherencia, es muy lenta, incluso al 70 % de su temperatura de fusión, lo que resulta importante y que en una distribución inadecuada de los precipitados pueden considerarse un defecto estructural.

Para controlar la morfología y distribución de estos precipitados, las aleaciones reciben tratamientos térmicos adecuados a la temperatura de servicio. Cuando la fracción de volumen de precipitados es muy alta, resulta virtualmente imposible templar una superficie con la suficiente rapidez como para suprimir la precipitación de γ' durante el temple. Cuando más elevada es la temperatura de disolución, tanto mayor es la cantidad de γ' disuelta y, en consecuencia tanto mayor es el endurecimiento cuando tiene lugar una precipitación fina.

Este fenómeno es más importante en las proximidades de la línea *solvus* de γ' , donde la velocidad de disolución puede ser del 0.5 %/K (9).

Un inconveniente que presentan las superaleaciones en servicio es la tendencia que manifiestan a la formación de fases fragilizantes, tales como las fases σ , μ ó las fases de Laves. Un método empírico conocido como PHACOMP, basado en el número medido en el hueco de electrones N_v , permite predecir la formación de fases σ en determinados grupos de aleaciones (L.C.Woodyatt y otros (10)). Asumiendo que dicha fase se forma directamente de la matriz γ' (y no mediante reacción en los carburos), el riesgo de que



aparezca la fase σ es mayor cuando N_v está comprendido entre 2.45 y 2.50 (9). Sin embargo, esta técnica ha demostrado su utilidad en la aplicación en aleaciones sustancialmente diferentes.

1.2. Fases y estructuras

En este epígrafe se describen las fases de equilibrio y estructuras que pueden aparecer en los subsistemas Fe-Ni-Al.

Fase γ

Es la solución de base Níquel, que cristaliza en el sistema cúbico centrado en las caras. Puede llevar en solución uno o varios elementos, cuyo efecto endurecedor es proporcional a la diferencia entre los diámetros atómicos de estos y el Níquel (del 1-3 %).

Fase γ' (Ni_3Al)

La fase se basa en la estructura ordenada, red del sistema cúbico centrado en las caras, que los átomos de níquel ocupan las caras de los cubos y el Aluminio y el Cromo en los vértices. El compuesto intermetálico permanece ordenado hasta 1.548 K, justo 10 grados por debajo de la línea de *solidus*. El cromo produce una disminución de la temperatura de orden. La variación está en proporción a la concentración del elemento aleante. Una de las características más importantes es el aumento del límite elástico con el aumento de la temperatura, hasta aproximadamente 1.073 K. En las aleaciones endurecidas por precipitación, la morfología, composición y distribución de esta fase son determinantes para las propiedades finales.

Loomis (30) demostró que la morfología del precipitado está condicionada por la energía superficial de la intercara γ/γ' y por las deformaciones elásticas generadas por la diferencia de sus parámetros de red. Si la deformación es baja (diferencia $<0.5\%$), la morfología será esférica. Sin embargo, si la deformación es suficientemente alta, precipita en forma de cubos.

Fase α

Es la solución sólida terminal de base cromo que cristaliza en el sistema cúbico centrado. Su parámetro de red es muy similar al de la fase β , con la que muestra un gran paralelismo estructural.

Fase β (NiAl)

Esta fase cristaliza en el sistema cúbico centrado. Se trata de un compuesto electrónico ordenado $3/2$ con un amplio intervalo de homogeneidad alrededor del 50/50 de composición. Se ha encontrado que, si el contenido de Níquel disminuye por debajo del 50 % at, la estructura contiene un gran número de vacantes produciéndose una disminución análoga de la densidad y del parámetro de red (5).

1.3. Métodos de obtención

1.3.1. Tecnología de obtención de piezas a partir de superaleaciones

Una superaleación se fabrica fundiendo una pieza de base Níquel o Hierro y agregando Aluminio u otros elementos que favorezcan la ocurrencia de mecanismos precipitación de partículas coherentes.

Normalmente, se agrega cierto porcentaje de Cromo y/o Silicio para proteger de la corrosión al producto final, y pequeñas cantidades de otros metales como el Titanio y el Tungsteno, para aumentar aún más la estabilidad.

Luego, la mezcla líquida se enfría, aparece una masa de fase gamma Níquel-Aluminio, ya que el punto de solidificación de la fase gamma es superior al de la fase gamma prima. Cuando la aleación experimenta un posterior enfriamiento en su estado sólido, precipitan pequeños cubos de fase gamma prima dentro de la matriz de fase gamma. El tamaño final de las partículas de gamma prima se controla variando la velocidad de enfriamiento de la aleación para los sistemas de base Ni.

1.3.2. Métodos tradicionales

El empleo de energía eléctrica como fuente de calor para la producción de acero, en lugar de la energía producida por combustión de un combustible ha proporcionado un gran cantidad de ventajas termotécnicas, constructivas y productivas.

La utilización de energía eléctrica reduce la pérdida de tiempo, calor y combustible en el calentamiento del horno y sus equipos; así se garantiza el desarrollo de una fusión óptima y la disminución de la pérdida de calor en el calentamiento de gases residuales producto de la combustión.

Durante el empleo de la energía eléctrica, el calentamiento del metal se puede regular fácilmente (velocidad de calentamiento), así como la posibilidad de alcanzar valores de

temperatura que no se logran quemando un combustible. Además, el calor se produce en el área de fusión (en la misma carga).

En los hornos eléctricos es considerablemente menor la pérdida de los elementos químicos que se añaden en forma de aleaciones ferrosas o en forma de retornos de aceros aleados. En estos hornos se garantiza el rápido ascenso y la precisa regulación de la temperatura del metal líquido. En ellos es fácil crear una atmósfera oxidante, reductora o neutra. Además, se puede lograr la fusión de aceros y aleaciones de cualquier composición química, pues las altas temperaturas permiten fundir cualquier material o aleación.

En el caso del horno de inducción el calor aparece como consecuencia de la inducción electromagnética de las líneas magnéticas de corriente, producida por el enrollado que envuelve la carga. Este enrollado forma alrededor de la carga metálica una fuerza electromotriz inducida que es capaz de calentar el metal hasta su fusión.

1.3.3. Tendencias Modernas para el procesamiento de superaleaciones

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

Una de las técnicas más importantes de procesamiento es la solidificación direccional. El concepto de solidificación direccional se inició con los trabajos realizados en 1960 por Francis L. VerSnyder y Ray W. Guard, en la General Electric (12). Con ellos demostraron que la resistencia a la termofluencia de ciertas aleaciones de Níquel puede aumentar dramáticamente si, en el momento de la obtención de estas aleaciones, se opera de modo que los límites de los granos se orienten paralelamente a un esfuerzo aplicado uniaxialmente.

La solidificación direccional, muy útil para moldear álabes de turbinas de superaleaciones de Níquel, se aplica también a otras aleaciones. En particular, se usa para fabricar un nuevo tipo de material conocido como superaleación eutéctica que se forma añadiendo a la aleación líquida de Níquel y Aluminio cierta cantidad de Molibdeno y solidificando



direccionalmente la mezcla. Una vez solidificado, el Molibdeno aparece en forma de filamentos incrustados en una matriz de la superaleación gamma y gamma prima de Níquel-Aluminio y alineados paralelamente a la dirección de solidificación. Los filamentos de Molibdeno actúan reforzando considerablemente el material, tal y como las fibras de grafito robustecen la matriz epoxi de ciertos materiales calificados de "compuestos". La diferencia más notable entre "híbridos" eutécticos y convencionales es que las fibras de los eutécticos tienen un diámetro inferior al micrómetro (una millonésima de metro) y aparecen separadas por unos pocos micrómetros. Estas características serían imposibles de conseguir con los procedimientos tradicionales, basados en introducir las fibras en un molde y luego agregar el material de la matriz.

A principios de los años sesenta, se descubrió también otra nueva técnica de fabricación de piezas metálicas por medio del efecto superplástico. Ciertos metales son susceptibles de experimentar deformaciones de su longitud inicial del orden del mil por ciento sin romperse, después de haber conseguido afinar el tamaño de grano hasta dimensiones inferiores a cinco micrómetros. La razón de este comportamiento radica en que los granos muy pequeños se deforman lentamente y deslizan unos respecto a otros sin perder su mutua cohesión. Debido a su notable capacidad para deformarse, los materiales superplásticos se pueden forjar en formas complejas, eliminando muchas etapas de mecanizado y de terminación.

En 1963, Joseph B. Moore y Roy L. Athey, de Pratt & Whitney, descubrieron que ciertas superaleaciones de Níquel con grano muy pequeño podían fabricarse gracias a su superplasticidad.

El pequeño tamaño de grano necesario se consigue deformando vigorosamente el material a una temperatura inferior a la que permite la cristalización de la fase gamma prima. Es fundamental la presencia de partículas de gamma prima para evitar la recrystalización de la matriz de fase gamma y, por tanto, el crecimiento. Cuando las partículas γ' se obtienen a partir de finos polvos prealeados, exhiben una notable uniformidad química y microestructural. Esta característica repercute en el logro de mejores propiedades en las aleaciones forjadas, particularmente en la resistencia a la fatiga de baja frecuencia. Otra ventaja de tal microestructura homogénea es que, mediante el recocido se transforma en una estructura columnar direccionalmente alineada. El procedimiento consiste en desplazar lentamente el elemento calefactor a lo largo de la muestra en una determinada dirección. La microestructura resultante muestra



un parecido superficial con la obtenida por solidificación direccional, pero tiene un grano más pequeño, es más homogénea y puede recrystalizar en una amplia variedad de texturas.

Los polvos prealeados pueden moldearse también por el procedimiento conocido por compactación isostática en caliente. Primero, se empaquetan en un molde variable de paredes delgadas, que es una versión geométrica aumentada de la forma final prevista.

Después, el molde se coloca en un horno de vacío a elevada temperatura, para eliminar las moléculas absorbidas de gas; luego, se sella el molde y se introduce en una prensa especial. Aquí, el molde se expone a elevadas presiones y temperaturas, reduciendo sus dimensiones y soldando los polvos entre sí (sinterización). Finalmente, se arranca el molde y la pieza obtenida se mecaniza a su forma final.

La compactación isostática en caliente no sólo sirve para fabricar polvos en una determinada forma, sino que también se aplica para subsanar defectos en piezas premoldeadas y para rejuvenecer álabes del estator y del rotor, así como otros componentes.

La compactación isostática en caliente permite también construir un componente a partir de secciones de distintas aleaciones. La técnica de alear mecánicamente, introducida, en 1970, por John S. Benjamín, de la Internacional Níquel (7), se ha convertido en un procedimiento eficaz para conseguir este tipo de mezcla. Los materiales a alear se introducen, en forma de pequeñas partículas en un molino de bolas de gran velocidad, que consiste esencialmente en un conjunto de agitadores y un gran número de pequeñas bolas de acero inoxidable. Los agitadores giran rápidamente, propiciando colisiones de las bolas entre sí y con las pequeñas partículas metálicas. De este modo, las partículas se sueldan en frío entre sí, formando aglomerados metálicos de mayores dimensiones y en posteriores colisiones con las bolas se vuelven a desmoronar y a soldar repetidamente. El resultado final es un polvo de partículas muy pequeñas y homogéneas. A continuación, este polvo se compacta y se sinteriza por extrusión en caliente. Finalmente, se procesa y se recrystaliza direccionalmente.

Quizá la técnica de fabricación que ha despertado recientemente mayor interés es la solidificación rápida; gracias a la cual los metales fundidos se enfrían a velocidades de hasta un millón de grados por segundo. Las aleaciones enfriadas rápidamente tienden a

ser bastante homogéneas, pues los cristales no disponen de tiempo suficiente para nuclear y crecer.

Frecuentemente, los materiales que tienen microestructura homogénea presentan resistencia mecánica y puntos de fusión altos de salida. Los cristales de la segunda fase (tales como los de gamma prima), que precipitan en el seno de la matriz, son pequeños, están homogéneamente distribuidos y aumentan la resistencia de la aleación porque obstaculizan el desplazamiento de las dislocaciones. Estos cristales frenan también el desplazamiento de los límites de los granos de la propia aleación, impidiendo el crecimiento de los granos en las aplicaciones a elevada temperatura. Además, la solidificación rápida puede dar lugar a fases metaestables: fases cristalinas o casi cristalinas dotadas de cierta estabilidad, aunque menor que la de las fases de las aleaciones obtenidas por enfriamiento lento. Las fases metaestables ofrecen interesantes propiedades que empiezan a explotarse con detenimiento.

Aleaciones especiales utilizadas en dispositivos quirúrgicos, se han obtenido por compactación isostática en caliente. A medida que los costos de procesado continúen disminuyendo, irán abriéndose nuevas áreas de aplicación. Los propios sectores industriales de la economía más general, como es el caso del transporte, acabarán beneficiándose de la investigación de nuevas aleaciones de metales y de nuevos procedimientos.

Las partículas se introducen en las regiones vulnerables del acero endureciéndolo, lo cual le permite resistir la fractura hasta mil veces más que otros aceros convencionales de alta resistencia.

1.3.4. Otros Procesos actuales en la tecnología de obtención de las superaleaciones

La introducción de los elementos aleantes en combinación con tratamientos térmicos adecuados, ha sido la base para el gran desarrollo experimentado por las superaleaciones. La composición varía con el tipo de producto (colado o forjado) y con las condiciones de servicios esperadas.

Se han destacado los elementos presentes habitualmente en las superaleaciones, así como el papel que desempeñan (12). Su proporción ha ido variando a lo largo del tiempo como consecuencia de la optimización de la composición para conseguir determinadas

propiedades. También ha ocurrido que durante su desarrollo algunos han alcanzado la condición de elementos geoestratégicos, obligando a los investigadores a la búsqueda de composiciones alternativas menos costosas. Es conocido el caso del Cobalto, pero en otros momentos ha ocurrido algo similar con el Cromo y el Níquel, si bien en menor proporción.

En la década de los 80 el desarrollo de sofisticados procesos de fabricación ha hecho posible el empleo de menos elementos aleantes, produciéndose una racionalización en su uso. Por ejemplo, en las piezas solidificadas direccionalmente se ha podido prescindir de aquellos elementos cuya misión primordial es proporcionar mayor resistencia a las fronteras del grano (Zr, B, C).

Es importante señalar que algunos elementos añadidos para mejorar determinadas propiedades pueden ser, simultáneamente, perjudiciales para otras. Así, el Cromo, que mejora la resistencia a la corrosión en caliente, disminuye la ductilidad de la aleación y rebaja la temperatura de disolución de la fase γ , por lo que su contenido debe estar limitado entre 10 y 15 % en masa.

El papel de estos elementos, y sus efectos, han sido revisados por H. Parada et. al (6) quienes hacen una clasificación sencilla de dichos elementos, basándose en investigadores recientes. Los elementos traza interaccionan con los elementos presentes en el caldo, dando lugar a la formación de carburos, bromuros, nitruros, sulfuros y óxidos. Algunas de estas fases pueden ser eliminadas en el proceso de afino o quedan retenidas en la aleación solidificada e influir en las propiedades finales.

Entre los procesos tecnológicos que han supuesto un salto cualitativo en las propiedades mecánicas de las superaleaciones cabe destacar la solidificación direccional y la solidificación monocristalina y, más recientemente, la solidificación rápida.

Los primeros ya se utilizan ampliamente a nivel industrial en aplicaciones en las que el rendimiento de la pieza justifica el elevado coste del proceso. El último es, en la actualidad, centro de numerosas investigaciones con el objeto de hacerlo extensible a distintas aleaciones y ampliar el campo de aplicación.

1.3.5. Solidificación rápida

Ya se ha indicado cómo la solidificación es una de las etapas del procesamiento de una aleación que más importancia tiene en las propiedades del producto final. Los nuevos

procesos, basados en la solidificación rápida, se dirigen al desarrollo de nuevas e inusuales microestructuras con mejores propiedades mecánicas.

El concepto de transición de solidificación convencional a solidificación rápida es un tanto arbitrario y todavía objeto de discusión. Y. Gu et. al (24) sugieren que la transición tiene lugar a velocidades de enfriamiento de 100 K/s, aproximadamente. Con mayor precisión, los procesos de solidificación rápida engloban aquellas técnicas que producen microestructuras más finas, más homogéneas o distintas de las estructuras obtenidas a velocidades de solidificación inferiores a 100 K/s.

El objetivo principal de esta técnica es conseguir, en la aleación líquida prealeada, velocidad de enfriamiento muy rápida. Para ello, se han diseñado distintos procesos, cuya diferencia principal radica en el procedimiento de extracción de calor de una masa pequeña de líquido. Entre ellos pueden citarse los siguientes:

- Obtención de polvos mediante técnicas de atomización por flujo de gas o atomización centrífuga por proyección sobre un disco, seguida de una compactación en piezas por procedimientos pulvimetalúrgicos.
- Preparación de cintas continuas o discontinuas por la técnica de la rueda.
- Fusión *in situ* mediante láser o haz de electrones con posterior solidificación en pequeñas capas superficiales.

En el primer proceso, el calor se extrae por convección y en los dos últimos por conducción. Estas condiciones de extracción de calor impuestas por los distintos procesos tienen, durante la solidificación, una gran influencia sobre la velocidad en la intercara sólido-líquido y en consecuencia, sobre la microestructura resultante.

La estabilidad de la intercara de solidificación, asociada con un crecimiento rápido, es importante a la hora de determinar las propiedades del producto final. La teoría clásica de subenfriamiento constitucional se ha usado en una primera aproximación para determinar las condiciones de crecimiento que origina una intercara inestable.

Esta teoría, que principalmente describe casos de pequeñas velocidades del frente, es esencialmente una aplicación de la termodinámica para determinar si el líquido, delante de la intercara, está subenfriado. El parámetro de estabilidad viene dado por la relación entre el gradiente de temperatura en el líquido, G , y la velocidad del frente, R ; la

estabilidad en la intercara será tanto mayor cuanto mayor sea dicha relación. Por su parte, el producto GR es una medida de la velocidad media de enfriamiento durante la solidificación.

La solidificación rápida, para la que los valores de este producto sean elevados, se corresponde con las microestructuras más finas. Si se reúnen los requisitos de frente plano, la solidificación tiene lugar sin partición.

Una de las técnicas más versátiles de enfriamiento rápido utiliza rayos láser con elevada densidad de potencia. El haz láser se proyecta rápidamente sobre la superficie del material, formando finas capas de material fundido. Estas capas delgadas se enfrían merced a la masa del sólido que no ha sido afectada por el láser. Por medio de esta técnica se consiguen velocidades de enfriamiento que alcanzan los 10 millones de grados por segundo.

La ventaja del procedimiento, denominado vitrificado con láser, estriba en que se modifica la microestructura superficial de un material sin afectar el núcleo. Es posible añadir capas de mayor espesor de material enfriado rápidamente de manera gradual depositando de forma continua polvos aleados y aplicando láser alternativamente. Si el control del láser es suficientemente versátil, se obtienen capas de formas muy complejas. La aplicación potencial del vitrificado por láser incluye el endurecimiento de los extremos de los álabes de las turbinas y la construcción de los filos de las partes giratorias.

Los aspectos microestructurales de la solidificación rápida no se conocen lo suficiente. Entre las ventajas que se atribuyen al proceso cabe destacar: tamaño del grano más fino, aumento de la solubilidad sólida de elementos aleantes, disminución de segregaciones, dispersión uniforme de precipitados y formación de fases metaestables.

La disminución del tamaño del grano conduce, además, a la mejora de las propiedades mecánicas a temperatura ambiente. Sin embargo, dado que las superaleaciones se diseñan para trabajar a altas temperaturas, y en este estado un tamaño de grano fino debilita el material por deslizamiento de fronteras de grano, en la mayor parte de los casos es necesario realizar tratamientos térmicos posteriores.

Según Y. Gu et. al (24), las de propiedades mecánicas de las aleaciones de base Níquel obtenidas por solidificación rápida pueden asegurarse en dos categorías. La primera engloba los desarrollos basados en la mayor homogeneidad química y en consecuencia, en el aumento de la temperatura de fusión incipiente. Esto último es de una gran

importancia práctica en aquellos procesos que requieren tratamiento térmico posterior a la temperatura más alta posible. Por ejemplo, en el caso concreto de la recristalización direccional, el proceso debe llevarse a cabo por encima de la temperatura de solubilización de la fase γ ya que estos precipitados impiden el libre movimiento de las fronteras del grano. Los mejores resultados se obtienen cuando el gradiente de temperatura en la intercara de recristalización es el máximo, lo que implica que la diferencia entre la temperatura de solubilización de la fase γ y la fusión incipiente deberá ser la mayor posible.

También se incluyen dentro de esta categoría los procesos de compactación dinámica del líquido. Estos se caracterizan porque la etapa de consolidación en estado sólido durante el proceso el polvo, se elimina mediante la recogida del metal atomizado mientras está en estado pastoso.

La segunda categoría recoge los desarrollos experimentados como consecuencia del tamaño del grano más fino, la extensión de la solubilidad sólida, y la formación de fases metaestables. Una técnica reciente es alear con suficientes metaloides para obtener una fase amorfa en la solidificación. Una cristalización posterior origina una fina dispersión de bromuros o carburos.

1.4. Propiedades de las superaleaciones

Las superaleaciones deben sus propiedades mecánicas a la presencia de precipitados ordenados con una estructura, los cuales están inmersos coherentemente en una matriz de estructura desordenada. El desajuste reticular entre matriz y partículas tiene influencia en las propiedades y vida útil del material, al determinar los cambios morfológicos y la correlación espacial de los precipitados durante el engrosamiento. Así, la medición de las deformaciones dentro de la red del precipitado y en diferentes puntos alrededor de las partículas es necesaria para el entendimiento de los cambios que las superaleaciones sufren en su microestructura durante su operación a altas temperaturas.

Las propiedades de las aleaciones dependen de su composición y del tamaño, forma y distribución de sus fases o microconstituyentes. La adición de un componente aunque sea en muy pequeñas proporciones, incluso menos de 1 % pueden modificar intensamente las propiedades de dicha aleación. En el caso de los aceros inoxidables son las aleaciones ferrosas más importantes a causa de su alta resistencia a la corrosión

en medios oxidantes para que el acero alcance la propiedad de inoxidable debe contener al menos 12 % de Cromo.

Entre los requisitos específicos que deben reunir los materiales para su uso a altas temperaturas cabe destacar:

- Buena resistencia mecánica a la temperatura, garantizada en condiciones de tensión multiaxial y cargas cíclicas generadas por esfuerzos mecánicos y gradientes térmicos.
- Estabilidad microestructural. La microestructura, normalmente conseguida mediante ciclos térmicos adecuados a las condiciones de servicio, no se debe degradar con el tiempo, ni deben aparecer nuevas fases por una exposición prolongada a altas temperaturas de trabajo.
- Estabilidad química frente a los agentes externos.
- Bajo coste, evitando la utilización de elementos aleantes estratégicos.

1.5. Aplicaciones

Las superaleaciones se emplean para la fabricación de piezas que deban trabajar en difíciles condiciones de servicio: alta resistencia a ácidos, vapores, corrosión, aguas marinas, erosión, cavitación, grietas por tensión, temperaturas etc.

En el caso de los brazos del sistema de barrido de los hornos de reducción, a manera de ejemplo, soportan una acción combinada de altas temperaturas, altas fuerzas centrífugas, vibraciones de bajo nivel, tensiones térmicas, fatigas térmicas asociadas con arranques y paradas, además de corrosión en caliente por la acción de los gases reductores y oxidación (23).

1.6. Aumento de la resistencia de las aleaciones a través de la precipitación de partículas coherentes

Para lograr el mejoramiento de las condiciones de resistencia del HK-40 se han tenido en cuenta los criterios que hasta el momento se han publicado con respecto a la producción de superaleaciones, y en específico aquellas investigaciones encaminadas a fortalecer materiales a través de la precipitación de partículas coherentes.



Se consideró la capacidad de elementos como el Aluminio y el Boro de favorecer la ocurrencia de mecanismos de formación y crecimiento de partículas coherentes. Estos elementos además, mejoran las propiedades de los aceros que se emplean para condiciones severas de servicio. Así, las adiciones de Boro aumentan la ductilidad del compuesto intermetálico que se forma de una manera espectacular, cambiando el modo de fractura a transgranular que se presenta generalmente a temperatura ambiente.

Los Aluminuros de Hierro tienen elevada resistencia a la oxidación y a la sulfuración a altas temperaturas, debido a la formación de una capa protectora de Al_2O_3 , muy adherente. Además, la estructura ordenada que presentan, en el caso del Fe_3Al y FeAl no excluye, en principio, la posibilidad de presentar un buen comportamiento plástico. Con lo cual los intermetálicos más atractivos serán aquellos que tengan un alto contenido en Aluminio, Cromo y Silicio con el fin de que dispongan de capas protectoras.

La elección de una estructura cristalina es importante para lograr plasticidad, esta con alta simetría ofrecen mejores expectativas para alcanzar una razonable ductilidad. Finalmente una resistencia mecánica a alta temperatura se obtiene con materiales de alto punto de fusión ya que estos materiales retienen una resistencia significativa hasta 0.5-0.6 Tf.

Capítulo II

Metodología de la investigación



CAPÍTULO II. Metodología de la investigación

2.1. Diseño de la investigación

Existen dos métodos de planificación de experimentos, el método estadístico y el método clásico. Los métodos de planificación estadísticos se utilizan generalmente cuando se requieren encontrar las variantes óptimas de un proceso complejo con gran número de variables y donde es necesaria la variación de diversos factores simultáneamente. Por otra parte, el campo del método clásico se limita a la obtención de las dependencias particulares entre dos o tres parámetros. Estas dependencias son interesantes, principalmente para la interpretación teórica (15).

El desarrollo de la metodología de trabajo y del estudio experimental de la obtención de aleaciones HK-40 mejoradas a través de la adición de diferentes porcentos de Aluminio, se realiza con el objetivo de comprobar la predicción teórica sobre la capacidad de mejorar las características de resistencia a altas temperaturas a través de la precipitación controlada de partículas coherentes dispersas en la matriz.

La metodología incluye la selección de variables que puedan ejercer una influencia significativa en el proceso, el desarrollo de la matriz experimental, la obtención de las muestras, la realización de los ensayos y la corroboración de los resultados obtenidos a través de la caracterización microestructural.

2.1. 1. Elección de las variables de la investigación

A partir del análisis realizado, se determinaron las variables a estudiar en el diseño y se seleccionaron los niveles de trabajo. Tabla No.1.

Se escogieron como variables de entrada:

- Porcentaje de Aluminio añadido.
- Temperatura de envejecimiento.
- Tiempo de calentamiento.

Tabla No. 1. Variables definidas

Variables	Nivel Inferior	Nivel Medio	Nivel Superior
Porcentaje de Al (%)	3	10	18
Temperatura de Envejecimiento (°C)	750	800	860
Tiempo de Calentamiento (h)	2	3,5	5

Las variables de salida:

- Resistencia al impacto
- Resistencia a la tracción
- Dureza

2.1.2. Criterios de selección de las variables

La selección de los porcentos de Al que se adicionan estuvo basada en referencias existentes, tomando en consideración que en una aleación austenítica los compuestos Ni_3Al y NiAl , se forman cuando el contenido de Al es menor que 3 ó cuando se encuentra en el rango entre 17 y 25 %.

La temperatura de envejecimiento se determina por la correspondencia entre esta y las temperaturas representativas de los hogares de los hornos que se emplean en la pre-reducción de minerales para la producción de Ferroníquel.

Los tiempos totales de calentamiento se escogieron de acuerdo con la experiencia industrial y las posibilidades reales del equipamiento existente.

2.1.3. Matriz experimental utilizada en el desarrollo de los experimentos

Para el desarrollo de los experimentos se usó el método factorial completo (2^k), o sea, dos niveles con k factores ($k=3$), el cual se basa en el análisis de las combinaciones que se establecen entre las variables y los niveles escogidos. El diseño incluyó la realización de tres réplicas para un total de 24 experimentos.

En la tabla No. 2 se expone la matriz experimental descodificada, con los experimentos distribuidos de forma aleatoria.

Tabla No. 2 Matriz de experimentos

No. Ensayo	Factor			Parámetro de Optimización
	% Al	T	t	
1	3	750	2	Y_1
2	18	750	2	Y_2
3	3	860	2	Y_3
4	18	860	2	Y_4
5	3	750	5	Y_5
6	18	750	5	Y_6
7	3	860	5	Y_7
8	18	860	5	Y_8

2.2. Obtención de las probetas metálicas

2.2.1. Plantillas y moldes

Las plantillas se obtuvieron en el taller de plantillería de la Empresa Mecánica del Níquel. Se solicita la elaboración de plantillas sueltas sin sistema de alimentación, pues son estas las que se emplean cuando se va a fabricar una sola pieza o una serie de pequeñas cantidades.

Se pretenden obtener semiproductos que se puedan emplear luego para la elaboración de las probetas según el ensayo correspondiente y se fabricaron a partir de croquis elaborados por los autores.

El moldeo se realizó en el Taller de fundición de la EMNi mediante el moldeo manual. Las arenas empleadas para la fundición de las piezas de la aleación HK-40 son arenas Sílice y Cromita, las cuales responden a las exigencias del proceso tecnológico tales como permeabilidad, penetrabilidad del gas, poder gasógeno, higroscopicidad, ect; todo esto con el objetivo de lograr una mejor obtención de piezas fundidas.

2. 2.2. Cálculo de carga

Para la evaluación de la influencia del porcentaje de Al como agente formador de partículas coherentes, se obtuvieron probetas de HK-40 con adiciones de 3 y 18 porcentaje de Aluminio.



Para el cálculo de carga se empleó el programa ORCAC (22). Este Software tiene soporte en el Microsoft Excel del Windows 2000 y es el que se emplea actualmente en el Taller de Fundición de la EMNi para todas las operaciones de fusión.

Los resultados obtenidos se muestran en la tablas No.1 y No.2 de los anexos.

2.3. Metodología para la realización de ensayos

2.3.1. Fundamentos del ensayo de resistencia al impacto

En elementos sometidos a efectos exteriores instantáneos o variaciones bruscas de las cargas, las que pueden aparecer circunstancialmente, su falla se produce generalmente, al no aceptar deformaciones plásticas o por fragilidad, aún en aquellos metales considerados como dúctiles. En estos casos es conveniente analizar el comportamiento del material en experiencias de choque o impacto.

El ensayo de tracción estático proporciona valores correctos de la ductilidad de un metal, no resulta preciso para determinar su grado de tenacidad o fragilidad, en condiciones variables de trabajo.

Los ensayos de choque determinan, pues, la fragilidad o capacidad de un material de absorber cargas instantáneas, por el trabajo necesario para introducir la fractura de la probeta de un solo choque, el que se refiere a la unidad de área, para obtener lo que se denomina resiliencia. Este nuevo concepto, tampoco ofrece una propiedad definida del material, sino que constituye un índice comparativo de su plasticidad con respecto a las obtenidas en otros ensayos realizados en idénticas condiciones, por lo que se deben tener muy en cuenta los distintos factores que inciden sobre ella.

O sea, que el objeto del ensayo de choque es el de comprobar si una máquina o estructura fallará por fragilidad bajo las condiciones que le impone su empleo, muy especialmente cuando las piezas experimentan concentración de tensiones por cambios bruscos de sección, maquinados incorrectos, fileteados, etcétera, o bien verificar el correcto tratamiento térmico del material ensayado.

Método de ensayo

Los ensayos dinámicos de choque se realizan generalmente en máquinas denominadas péndulos o martillo pendulares, en las que se verifica el comportamiento de los materiales al ser golpeados por una masa conocida a la que se deja caer desde una altura determinada, realizándose la experiencia en la mayoría de los casos, de dos maneras distintas el método Izod y el método Charpy. En ambos casos la rotura se produce por flexión de la probeta, por lo que se los denomina flexión por choque.

Flexión por choque sobre barras simplemente apoyadas (Método Charpy)

Con la finalidad de que el material esté actuando en las más severas condiciones, el método Charpy utiliza probetas ensayadas (estado triaxial de tensiones) y velocidades de deformación de 4,5 a 7 m/s, entorno recomendado por las normas el de 5 a 5,5 m/s.

Las probetas se colocan, como muestra la figura siguiente, simplemente apoyadas sobre la mesa de máquina y en forma tal que la entalladura se encuentra del lado opuesto al que va a recibir el impacto. En la misma figura se puede observar la correcta posición del material así como también la forma y dimensiones de los apoyos.

Es aconsejable realizar el ensayo de choque por el método Charpy, con el empleo de probetas entalladas aprobadas por ISO (Internacional Standard Organización, I.S.A) que tienen las dimensiones indicadas en la Figura No. 1 (ver en las fotos No. 3 y No.4 de los anexos las probetas que se utilizaron para realizar el ensayo de resistencia al impacto.)

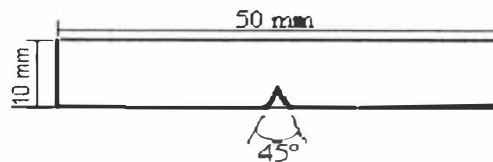


Fig. No. 1. Probeta entallada

La resiliencia al choque resulta, según este método, el trabajo gastado por unidad de sección transversal para romper al material de un solo golpe. Así, la resistencia al impacto, K, responde a la expresión:

$$K = A_0/S$$

Donde:

Ao: Trabajo (J)

S: Área de la Sección transversal (mm²)

2.3.2. Fundamento del ensayo de resistencia a la tracción

Las probetas para los ensayos de tracción pueden ser: industriales o calibradas; estas últimas, se emplean en experiencias más rigurosas y adoptan formas perfectamente cilíndricas o prismáticas con extremos ensanchados, no solo para facilitar su sujeción en la máquina de ensayo, sino para asegurar la rotura dentro del largo calibrado de menor sección. En estos se marcan los denominados "Puntos fijos de referencia" a una distancia inicial preestablecida que permitirá después de la fractura, juntando los trozos, determinar la longitud final entre ellos (L).

Estos hechos han motivado la normalización de la longitud inicial, estipulándose que dos o más ensayos pueden compararse en sus alargamientos si las probetas son geométricamente semejantes, lo que se logra cuando lo es proporcional al diámetro o raíz cuadrada de la sección. O sea, que los ensayos sobre probetas distintas resultan comparables si se cumple que la *ley de semejanza*:

$$L_0 = K \sqrt{S_0} \quad \therefore \quad K = \frac{L_0}{\sqrt{S_0}} \quad \frac{L_0}{\sqrt{S_0}} = \frac{L_0}{\sqrt{S_0}}$$

El gráfico de la probeta de tracción a utilizar es según ISO es la que se representa en la figura No. 2 (ver en las fotos No. 5 de los anexos las probetas que se utilizaron para realizar el ensayo de resistencia al impacto.)

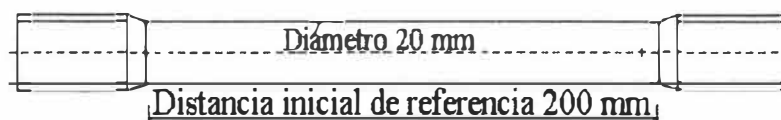


Fig. No. 2. Probeta de tracción



Un cuerpo se encuentra sometido a tracción simple cuando sobre sus secciones transversales se le aplican cargas normales uniformemente repartidas de modo de tender a producir su alargamiento.

Por las condiciones de ensayo, el de tracción estática es el que mejor determina las propiedades mecánicas de los metales, o sea aquella que definen sus características de

resistencia y deformabilidad. El ensayo de tracción permite obtener, bajo un estado simple de tensión, el límite de elasticidad o el que lo reemplace prácticamente, la carga máxima y la consiguiente resistencia estática, en base a cuyos valores se fijan los de las tensiones admisibles o de proyecto (σ_{adm}) y mediante el empleo de medios empíricos se puede conocer el comportamiento del material sometidos a otro tipo de sollicitaciones (fatiga, dureza, etc.).

Cuando la probeta se encuentra bajo un esfuerzo estático de tracción simple a medida que aumenta la carga, se estudia esta en relación con las deformaciones que produce. Estos gráficos, permiten deducir sus puntos y zonas características y se pueden obtener directamente de la máquina.

Modo y tiempo de aplicación de las cargas

La carga debe aplicarse de tal manera que el esfuerzo resulte uniformemente destruido sobre la sección transversal del material.

Tratándose de ensayos estáticos el incremento de carga se efectúa en forma muy lenta, para evitar los efectos de las fuerzas de inercia, velocidad que se fija según las normas y materiales, adoptándose generalmente una variación de 0,1 Kgf/mm² y por segundo aproximadamente hasta alcanzar el límite de fluencia, a partir del cual puede llegarse como máximo a 50 Kgf/mm² por minuto.

Resulta de gran importancia la velocidad de la aplicación de la carga de ensayo, pues su incremento produce un retraso en la aparición de las deformaciones plásticas y un aumento de la resistencia del material. Si las cargas se aplican en forma extremadamente lentas, se obtiene una disminución del límite de fluencia y un aumento de la resistencia, aunque a expensas de la ductilidad, que disminuye considerablemente.

Determinaciones efectuar en un ensayo de tracción estático

El ensayo de tracción es el que mejor define las "propiedades mecánicas" de los metales sometidos a la acción de cargas estáticas. Estas propiedades quedan determinadas si se calcula la aptitud del material a resistir las cargas que le pueden ser aplicadas (propiedades de resistencia) y las deformaciones que experimente por la acción de estas (propiedades de deformaciones).

Propiedades Mecánicas de Resistencia

Del gráfico de ensayo pueden determinarse los valores de las cargas a los límites proporcionales y de fluencia y la que corresponde a la máxima, que permiten calcular las tensiones convencionales que fijan las propiedades de resistencia.

Resistencia estática a la tracción:

$$\sigma_{ET} = \frac{P_{max}}{S_0} \left[\text{Kgf/mm}^2 \right]$$

Tensión al límite inicial de fluencia:

$$\sigma_f = \frac{P_f}{S_0} \left[\text{Kgf/mm}^2 \right]$$

Tensión al límite convencional 0,2:

$$\sigma_{0,2} = \frac{P_{0,2}}{S_0} \left[\text{Kgf/mm}^2 \right]$$

Donde:

P_{max} : Carga máxima (Kgf)

P_p : Carga al límite proporcional (Kgf)

P_f : Carga de fluencia (Kgf)

S_0 : Área de la sección transversal (mm^2)

La determinación de los límites convencionales requiere el empleo de extensómetro o máquinas con registradores electrónicos.



Propiedades Mecánicas de Deformabilidad

Alargamiento de Rotura: si antes de comenzar las experiencias se marcan sobre la probeta, en una generatriz o recta, los puntos de referencia de acuerdo con la norma aplicada después del ensayo, juntando los trozos, es factible medir la distancia que los separa, de modo que el “alargamiento total” resulta:

$$\delta\% = \frac{L_f - L_i}{L_i} \cdot 100 \text{ (Alargamiento de rotura)}$$

Donde:

L_i : Longitud inicial (mm)

L_f : Longitud final (mm)

Conocido este valor, se puede determinar el “alargamiento de rotura”, que no es más que el alargamiento unitario convencional correspondiente a la fractura.

Estricción

Una vez alcanzada la carga máxima se produce un estrangulamiento en una zona determinada de la probeta. Esta disminución de sección hace que se llegue a la rotura cuando la carga es inferior a la máxima aplicada, diferencia que se acrecienta con la ductilidad del material.

$$\Psi\% = \frac{S_i - S_f}{S_i} \cdot 100 \text{ (Estricción)}$$

Donde:

S_f : Sección final (mm)

S_i : Sección inicial (mm)

La estricción será, entonces, la disminución relativa porcentual de la sección transversal de la rotura.



2.3.3. Fundamentos del ensayo de dureza

Por medio de este método se obtienen características mecánicas importantes en forma rápida y no destructiva y se pueden realizar en piezas ya elaboradas.

Definición:

"La mayor o menor resistencia que un cuerpo opone a ser rayado o penetrado por otro" o "la mayor o menor dureza de un cuerpo respecto a otro tomado como elemento de comparación".

Métodos de dureza

- Ensayo estático de penetración.
- Ensayo de rebote.
- Ensayo de rayado.
- Ensayo de abrasión y erosión.

Dureza Rockwell

Se calcula la dureza en base a la profundidad de penetración y la carga total no se aplica en forma continua. Hay una carga inicial y otra adicional (varía según las condiciones de ensayo).

El valor se obtiene en lectura directa del dial del indicador. La dureza está dada por el incremento de penetración debido a la acción de la carga adicional y una vez suprimida esta, la carga inicial es de 10 kgf y las adicionales son de 50, 90 y 140 Kgf y los penetradores utilizados son: bolilla de 1/16", 1/8", 1/4", 1/2" o cono de diamante. Las escalas más usadas son HRC (con cono de diamante y carga de 150Kgf) y HRB (con bolilla de 1/16" y carga de 100 kgf).

Las probetas para el ensayo de dureza se pueden observar en el la fotos No.1 y No.2 de los anexos.

2.3.4. Caracterización de la morfología de las partículas

El instrumento básico con que se trabaja es el microscopio metalográfico. Con él, se puede determinar el tamaño y la morfología de los granos así como el tamaño, forma y



distribución de las diversas fases o inclusiones presentes, parámetros muy relacionados con las propiedades del material examinado.

Pueden usarse otras técnicas como la medición de dureza, resistometría, difracción de rayos X y microscopía electrónica, por ejemplo, pero nunca se prescinde del microscopio óptico metalográfico.

El éxito de este primer análisis depende en gran medida de la preparación previa de la muestra o probeta, por lo que esta constituye, sobre bases científicas, prácticamente todo un arte ya que depende mucho de la habilidad y experiencia personal del operario.

Se pretende conseguir una superficie espectacular, perfectamente plana y exenta de toda raya, a lo que resulta en la práctica muy difícil si no se tiene un gran experiencia. Para ello, se sigue una metodología adecuada y se observan determinadas reglas y precauciones.

La muestra debe ser lo más representativa posible de la estructura que se pretende estudiar. Si, por ejemplo, se trata de estudiar un fallo del material (grieta o rotura), la muestra debe tomarse de una zona lo más próxima a la región donde se produjo el fallo y compararla luego con otra obtenida en una región normal.

Los cortes para hacer las muestras pueden hacerse manualmente o con sierras especiales a base de abrasión, según la dureza del material objeto de estudio. En todos los casos, sin embargo, es una precaución fundamental, evitar que las muestras se calienten para impedir cambios en la estructura, lo que falsearía el análisis.

Desbaste y Pulido

a) Desbaste

El método más empleado actualmente es el de usar pulidoras mecánicas de rotación, que trabaja con papeles abrasivos de inmersión, generalmente de Carburo de Silicio, bajo un chorro constante de agua que actúa como lubricante y como refrigerante.



La muestra se sostiene con firmeza, se presiona uniformemente y se coloca de modo que las rayas del pulido sean transversales a la dirección en que rota el papel, de modo que cada pase de un papel de esmeril a otro borre las huellas que dejó el anterior.

Los papeles abrasivos se usan en una secuencia, que lógicamente, va de mayor a menor y esto se regula según ciertos códigos numéricos.

La secuencia está determinada por el tamaño de grano del abrasivo. Los números están relacionados con la cantidad de granos del abrasivos por unidad de superficie, por lo que se entiende que el número debe ir de menor a mayor en la medida que el tamaño del grano del abrasivo disminuye. En caso una secuencia aproximada de estos papeles podría ser de 80, 120, 220, 280, 400, 600 y 800.

b) Pulido

Los fundamentos del método y también sus objetivos son los mismos, pero la base material cambia. Aquí se emplean las pulidoras mecánicas de paños cuyos abrasivos son pastas hechas a base de materiales como Dióxido de Cromo, polvo de Diamante, Aluminio y otros; sus lubricantes son agua alcohol y otros especiales.

Es importante destacar que durante toda la etapa del desbaste y pulido, debe tenerse especial cuidado con el lavado minucioso de la muestra antes de pasar de un abrasivo a otro, ya sea de papel o en paño, pues de lo contrario se contaminaría y se echaría a perder. El medio de lavado puede ser agua, alcohol, u otro, según el caso.

También existe el método del pulido electrolítico que puede sustituir al paño. Cuando se emplea el electropulido como etapa final del pulido, se elimina esta capa por medio de la acción química del electrolito sobre la muestra que actúa disolviéndola. Ciertamente este es un método más refinado, pero también más engorroso y caro, luego solo se emplea justificadamente.

Ataque químico

Aunque en la etapa anterior se logre alcanzar lo que se llama un pulido especular, esto no basta para revelar la estructura de la muestra o probeta.

En efecto, si se logra un pulido así, bajo el microscopio solo se ve una luz intensa, muy brillante, reflejada en la superficie pulida que se ha convertido en un pequeño espejo plano.

Para poder revelar la estructura interna de la muestra (microestructura), las fronteras de grano, las fases presentes y los subgranos, es necesario que cada parte de la muestra refleje la luz de modo desigual. Debe haber un necesario contraste para poder diferenciar las partes constituyentes, que es el objetivo deseado. Todo esto se logra mediante el ataque químico que es selectivo en su velocidad de reacción.

Los reactivos de ataque pueden ser las sustancias químicas más diversas, pero un lugar primordial lo ocupan los ácidos inorgánicos como el nítrico, clorhídrico y fluorhídrico en diversos medios fluidos, entre los que abundan el agua y el alcohol etílico.

El ataque escogido depende de lo que se desee revelar (por ejemplo: fronteras de grano o diferenciar una fase de otra). Una vez más, al finalizar esta etapa de ataque químico, la muestra debe lavarse muy bien y secarse rápidamente, tanto para detener el ataque y evitar el posible deterioro de la muestra antes de su estudio (que se queme o se oxide muy rápidamente), como para proteger los lentes del microscopio óptico de posibles vapores o incluso pequeñas gotas de reactivo que puedan dañarlos de forma irreversible.

Las fotografías obtenidas de estos exámenes (ensayos micrográficos), genéricamente llamados "Microfotografías", se logran con la ayuda del microscopio metalográfico, cuyos principios ópticos y de observación no difieren mayormente de los comunes.

Por otra parte, con la observación de las estructuras micrográficas y por comparación con microfotografías, es posible deducir el contenido aparente de Carbono, finura y variedad de los componentes, clasificación de aceros, reconocer las inclusiones por defectos de fabricación (óxidos, silicatos, oxisulfuros, silicoaluminatos), etc.

Capítulo III

Discusión y

Análisis de los resultados

Capítulo III. Discusión y análisis de los resultados

3.1. Análisis químico

Se trabajó con aceros provenientes de tres barras, una de cada material; el material fue provisto por el Taller de Fundición de la EMNi el cual garantiza las características y composición química solicitada. Pero para asegurar que se trabaja con el material especificado se le realiza un análisis químico que tiene como objeto obtener los porcentajes de cada uno de los componentes que lo integran.

Análisis químico de las probetas

En este caso se recurrió al Laboratorio de muestras del Taller de Fundición para realizar los análisis de la aleación a la que se le adicionó un 3 % de Aluminio. Los resultados se obtuvieron en un Espectrofotómetro de Admisión (para base Hierro, o sea para solo análisis químicos de materiales ferrosos), marca SPECTROLAB. El análisis consiste en una chispa que ataca la muestra, lee el espectro y en función de la longitud de onda de este espectro se determinan los componentes. El chispeo se realiza en varios lugares de la muestra con una atmósfera de Argón para eliminar el Oxígeno. De la serie de mediciones se hace un promedio obteniendo así el % de cada componente que forma el acero.

Como el equipo de este Laboratorio no es tan completo en función a los elementos que detecta, fue necesario llevar las muestras correspondientes al 10 y el 18 por ciento al Laboratorio Químico del Centro de Investigaciones del Níquel. La técnica empleada en este caso fue el de absorción atómica en un equipo PIE-IUNICAM de procedencia británica. Los resultados obtenidos se muestran en las tablas No.3 y No.4 de los anexos.

Se comprobó la composición química de las muestras para verificarlas con los estándares y establecer su correspondencia con la aleación a investigar. De los valores anteriores se concluye que todos los valores se corresponden con un **ACERO HK 40**. Las adiciones de Al no alteraron de manera significativa la composición química de esta aleación.

3.2. Dureza

Se realizaron tres ensayos de dureza en puntos diferentes de cada muestra en un durómetro Rockwell del tipo SNIZU P01 modelo 2018 TP de procedencia soviética, utilizando la escala Rockwell C.

Tabla No. 3. Dureza de las aleaciones HK-40 mejoradas.

No. Ensayo	Factor			Dureza Rockwell C
	% Al	T	t	
1	3	750	2	38
2	18	750	2	22
3	3	860	2	45
4	18	860	2	33
5	3	750	5	40
6	18	750	5	29
7	3	860	5	48
8	18	860	5	35

De acuerdo con los resultados obtenidos se nota que los mejores resultados se corresponden con los menores porcentos de Aluminio, la mayor temperatura de envejecimiento y el mayor tiempo de calentamiento.

3.3. Resistencia al Impacto

Los ensayos de impacto se emplean para medir la habilidad de una muestra o de un artículo acabado para resistir el choque. El valor obtenido en el ensayo se corresponde con la energía absorbida por el equipo de ensayo durante el proceso de rotura de la probeta bajo un único conjunto de valores para las variables que influyen en el comportamiento.

Este experimento se realizó en la máquina de Charpy de procedencia checa marca 40-jncns del Laboratorio de Resistencia de Materiales del ISMM. Los resultados se muestran en la tabla No. 5 del anexo.

Estos resultados no demuestran una gran resistencia al impacto, sin embargo, coinciden con los resultados hasta ahora obtenidos en el ensayo de dureza.

Estos valores relativamente bajos se deben a que estos ensayos se realizaron a bajas temperaturas (250-350°C) y este tipo de material posee dentro de sus características, la más peculiar: tener un comportamiento frágil a temperatura ambiente a bajas temperaturas.

3.4. Resistencia a la Tracción

Este ensayo es uno de los que sus resultados están más relacionados con las condiciones de rotura en servicio. A través de él, se determinan algunas de las propiedades mecánicas de los metales, o sea aquellas que definen sus características de resistencia y deformabilidad. El permitir obtener bajo un estado simple de tensión, el límite de elasticidad, la carga máxima y la consiguiente resistencia estática, en base a cuyos valores se fijan los de las tensiones admisibles o de proyecto lo convierten en un ensayo muy importante.

Los ensayos se realizaron en una máquina ТНЛ-Р-50 de procedencia soviética perteneciente al laboratorio de Calidad de la Empresa Mecánica del Níquel.

Para acercar aún más el comportamiento del material a las condiciones de servicio, el ensayo se realizó calentando las probetas a temperaturas mayores que la temperatura ambiente, en este caso hasta 550 ° C.

Los resultados se muestran en la tabla No. 6 de los anexos.

En esencia se repiten los mejores resultados de resistencia para aquellas combinaciones en las que el porcentaje de Al es más bajo (3 %). En el caso de las combinaciones del HK-40 con adiciones de 18 % de Al las probetas no resistieron y se rompieron con la aplicación de la carga inicial.

3.5. Examen metalográfico

Las operaciones de corte de las muestras se realizaron con una cortadora de metales aplicando refrigeración intensa con emulsión refrigerante para evitar transformaciones adicionales en la estructura producto del calentamiento durante el corte. Las muestras, debidamente marcadas, se sometieron a procesos de preparación para su posterior caracterización.

La preparación de las muestras para la caracterización metalográfica se realizó según los procedimientos establecidos en las normas NC 10-56:86 y ASTM E3-95.

Durante el pulido se emplearon máquinas herramientas, pulidoras de laboratorio aplicando técnicas de pulido manual. Las operaciones de clasificación, preparación y pulido de las muestras se realizaron siguiendo la siguiente secuencia de operaciones:

1. **Cepillado:** Se aplicó el cepillado en dos caras aproximadamente paralelas en una Máquina acepilladora
2. **Rectificado:** Horizontal 6T-82-1 con refrigeración continua. Se designó una de las caras para el pulido y ataque y la otra para el análisis químico.
3. **Pulido:** Las muestras se pulieron en una Pulidora Metalográfica modelo Montasupal empleando papel abrasivo de las series 350, 500, 600 y 800, paños de fieltro y una solución de pasta abrasiva de Cr_2O_3 con granulometría de $3\ \mu\text{m}$.
4. **Limpieza, lavado y secado:** Después de la adecuada preparación de las superficies, las probetas se lavan con acetona para eliminar restos de grasa, polvo y pasta de pulir cuidando no frotar la superficie pulida. Posteriormente se limpian con etanol absoluto para eliminar cualquier vestigio de humedad.
5. **Ataque de las superficies a investigar:** Inmediatamente después de la limpieza, se procedió a realizar el ataque de las superficies a investigar. Se emplearon las técnicas de ataque manual por inmersión según ASTM E262-Practice A. En los laboratorios del ISMM y el ISPJAE se aplicó el ataque por inmersión de las muestras durante 5 segundos con los reactivos de Marble.
6. **Limpieza y secado:** Después de atacadas, las superficies de las muestras se lavan con agua destilada y posteriormente en alcohol para finalmente secarlas en aire caliente.

A continuación se expondrán los resultados de la caracterización metalográfica según un orden establecido teniendo como criterio la calidad de las aleaciones obtenidas.

3.5.1. Microestructura del HK-40 mejorado con adición de un 3 % de Aluminio

El material de partida se sometió a un tratamiento térmico de envejecimiento a diferentes temperaturas y diferentes tiempos de calentamiento, obteniéndose 4 grupos de probetas según el tratamiento térmico aplicado.

En sentido general las muestras aleadas con 3 % de Aluminio presentan tamaños de granos entre 6 y 7 según GOST 5639-65, con diámetro promedio de los granos de 38.25 μm . En todas las muestras se observó una estructura austenítica con cristales equiaxiales y precipitación de carburos a lo largo de las fronteras del grano, típico de las aleaciones del sistema Fe-Cr-Ni-C, con un ordenamiento de los cristales que revelan la ocurrencia de los procesos de recrystalización durante el envejecimiento.

En las características metalográficas de la aleación, como se observa en la micrografía de la Figura No. 1, no existen zonas de empobrecimiento del Cromo en la matriz evidenciado por el ataque selectivo en presencia del reactivo de Marble. De acuerdo con las tonalidades obtenidas, solo se distinguen dos zonas: el borde de los granos, constituido por las franjas de carburos coloreados en tono claros y el interior del grano, coloreado en tono casi uniforme en tonalidad más oscura. Esa regularidad permite afirmar que la presencia de Aluminio en cantidades de hasta 3 %, no incrementa la velocidad de difusión del cromo desde la matriz hasta el borde de los granos.

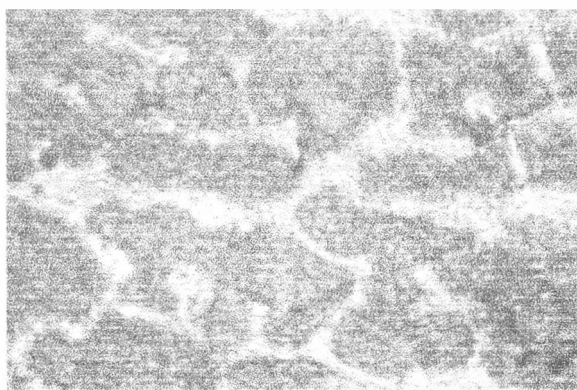


Figura No. 3. Acero HK-40 con un 3 % de Al envejecido a 860°C por 2 horas.

Aleación No. 7. En el interior de los granos se revelaron finos precipitados de partículas que se extienden uniformemente hasta el límite de los carburos en la frontera del grano

como se observa en la Figura No. 2. Se puede apreciar, además, alrededor de las franjas de carburos precipitados en los bordes de los granos, la existencia de una delgada franja coloreada en un tono más oscuro que el interior del grano como resultado del empobrecimiento en Cromo de la matriz metálica.

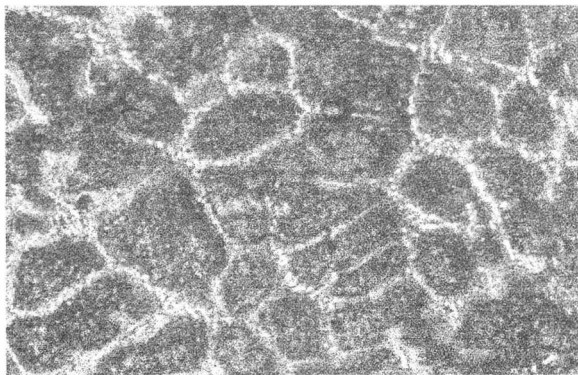


Figura No. 4. Acero HK-40 con un 3 % de Al envejecido
a 860°C por 5 horas.

Aleación No. 3. Los precipitados finos de partículas en el interior del grano se revelaron con un grado de dispersión ligeramente inferior a lo observado en la aleación 7, apreciando a su vez una delgada zona contorneando las franjas de carburos en el borde de los granos coloreada de un azul ligeramente más intenso que el interior.

Aleación No. 5. En este caso la microestructura se reveló de forma similar a la aleación 7, con la diferencia de que la franja de carburos se mostraron más irregulares con tendencia a estructuras aciculares.

Aleación No. 1. Para esta combinación fue característica la existencia de precipitados de partículas más dispersas y por lo tanto interiores de zonas con menor densidad de partículas, fenómeno que se atribuye al insuficiente tiempo de envejecimiento.

3.5.2. Microestructura del HK-40 mejorado con adición de un 18 % de Aluminio

Al igual que en caso anterior, se obtienen cuatro grupos de probetas cuyo análisis microestructura se presenta a continuación.

En el caso de la adición de un 18 % de Aluminio, sí se observan diferencias en las tonalidades, y esto se puede observar en la Figura No. 3. En sentido general, el tamaño

los de granos fue de 5 según GOST 5639-65 con un diámetro promedio de los granos de 54 μm .

Por lo tanto, en la zona coloreada de carmelita, existe un empobrecimiento del Cromo en las zonas adyacentes de las frontera de los granos. Esta regularidad evidencia que con el incremento de contenido de Aluminio hasta el 18 % se favorece la difusión del Cromo desde la matriz hasta la frontera de los granos.



Figura No. 5. Acero HK-40 con un 18 % de Al envejecido a 860°C por 5 horas.

Aleación No. 8. En el interior de los granos se observaron partículas finas precipitadas en forma muy densa, con un nivel de dispersión mucho menor que las muestras de 3% de Aluminio; pero distribuidas en todo el interior del grano y extendiéndose hasta la frontera de los mismos. Las franjas de carburos, como regularidad, poseen un mayor ensanchamiento y grado de acicularidad que las franjas de carburos precipitadas en los bordes de los granos de las muestras con 3 % de Al. En el interior de los granos se revelaron ante el ataque con el reactivo de Marble, dos zonas perfectamente diferenciadas: una zona central coloreada de verde azul y una franja intermedia entre esta porción central y la franja de carburos coloreada en carmelita como resultado del empobrecimiento en Cromo de la franja intermedia. Hay que destacar que las partículas precipitadas aparecieron distribuidas con una densidad uniforme independientemente del contenido de Cromo en el interior del grano.

Aleación No. 4. Se obtuvo una microestructura similar a la de la aleación 8, pero con menor dispersión de las partículas precipitadas.

Aleación No. 6. Las características microestructurales en este caso no se diferenciaron sustancialmente de las aleaciones 8 y 4, excepto el grado de acicularidad de las franjas de carburos que se incrementó ligeramente y la dispersión de las partículas fue menor, prevaleciendo la regularidad en la distribución de las mismas a través del interior del grano.

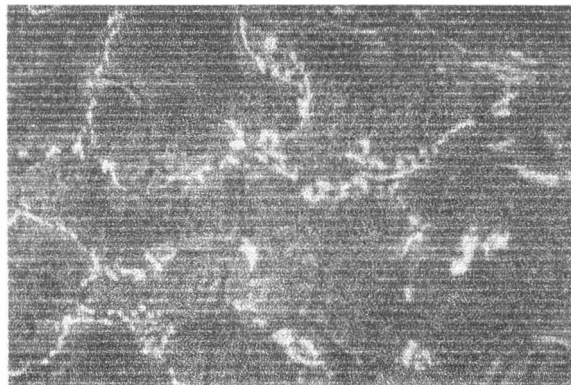


Figura No. 6. Acero HK-40 con un 18 % de Al envejecido a 750 °C por 5 horas.

Aleación No. 2. En la muestra envejecida a 750°C durante 2 horas la dispersión de las partículas fue también menor, manteniéndose las características en cuanto a la acicularidad de los carburos en el borde de los granos y el empobrecimiento en Cromo en las zonas adyacentes de las mismas.

Conclusiones



Conclusiones

A través de la realización de este trabajo llegamos a las siguientes conclusiones:

1. La adición de Aluminio garantiza la precipitación de compuestos intermetálicos en la matriz y el incremento de la resistencia mecánica de la aleación HK-40.
2. La aleaciones HK-40 mejoradas que poseen mejores propiedades de resistencia y cuyas microestructuras representan una estructura austenítica reforzada con partículas de un compuesto intermetálico son aquellas en las que se adicionó un 3 % de Aluminio.
3. Del análisis microestructural de las aleaciones de hasta 3 % Aluminio resultó que en todas las muestras se observó una estructura austenítica con cristales equiaxiales y precipitación de carburos a lo largo de las fronteras del grano, típico de las aleaciones del sistema Fe-Cr-Ni-C, con un ordenamiento de los cristales que revelan la ocurrencia de los procesos de recristalización durante el envejecimiento, además no hay manifestaciones de la existencia de zonas de empobrecimiento del Cromo en la matriz.
4. El tratamiento térmico de envejecimiento aplicado a las aleaciones influye de una manera decisiva en la obtención de propiedades de resistencia de la aleación, obteniéndose mejores parámetros a mayor temperatura (860°C) y mayor tiempo de calentamiento (5 horas).

Recomendaciones



Recomendaciones

1. Estudiar aleaciones HK-40 con adiciones de Aluminio menores de un 3 %.
2. Estudiar el efecto del Boro en el aumento de la plasticidad en la aleación HK-40.
3. Aplicar técnicas de microscopía electrónica de barrido y microanálisis para la realización de un estudio completo y más profundo de la influencia de la adición del Aluminio en la aleación HK-40.
4. Realizar el procesamiento estadístico de los resultados obtenidos para definir la dependencia entre las variables involucradas en los análisis.

Bibliografía

Bibliografía

1. E. Valencia, "Origen y endurecimiento por dispersión de carbonitruros en aceros comerciales microelaborados de Novio y laminados en caliente" Revista de Metalurgia, Madrid, No 6, 1989.
2. Gollos, L. "Tecnología de la Fundición II". Editorial ISPJAE.
3. Guliaev A. P. Tomo II. Metalografía. Editorial Mir, 1983, Moscú.
4. H. Harada et. al. "High temperature strengths of Ir-based refractory superalloys", Key Engineering Materials, Vols 171-174, (2000).
5. H. Harada et. al. "Influence of Ni addition on mechanical properties and fracture behaviors of Ir-15Nb two-phase refractory superalloys", Mat. Res. Soc. Symp Proc. Vol. 552 (1999).
6. H. Harada et. al. "Phase separation in two kinds of $\text{Li}_2\text{-Ni}_3\text{Al}$ and Ir_3Nb of refractory superalloys", Scripta Materialia, Vol. 41, No.11 (1999).
7. H. Harada et. al. "Microstructures and Fracture Behaviors of Ir-15Nb-XNi and Rh-15Nb-XNi Two-phase Refractory Superalloys", International Conference on Advanced Technology in Experimental Mechanics '99 ATEM'99, (1999).
8. J. Botella, "Fenómenos de endurecimiento y oxidación a altas temperaturas en tres aceros inoxidable altamente aleados", Revista de Metalurgia, Madrid, No 1, 1999.
9. J.L. González Carrasco, "Caracterización microestructural de aleaciones Ni-Cr-Al preparados en horno de inducción", Revista de Metalurgia, Madrid, No 1, 1989.
10. J.L. González Carrasco, "Estado actual de la Tecnología aleaciones de base Ni", Revista de Metalurgia, Madrid, No 3, 1989.
11. Lajtin, Yu. M. Metalografía y Tratamiento Térmico de los metales. Editorial Mir, 1978, Moscú.
12. M. Osawa et. al. "Microstructure and Mechanical Properties of Quaternary Ir-Nb-Ni-Al Alloys", TMS (2000).



13. Martínez F. y Torres M. "Laboratorio de ciencias de los materiales", Edición Interna de la Ciudad de la Habana, 1989, Cuba.
14. Martínez, A. B. "Técnicas de impacto de materiales plásticos y compuestos", Revista Ingeniería de los materiales, Ediciones de la Universidad Politécnica de Catalunya.
15. Mitrofánov, S. "investigación de la capacidad de enriquecimiento de los minerales". Editorial Mir, 1982.
16. Pero-Sanz, José A. "Ciencia e Ingeniería de los Materiales". Editora Dossat 2000, 1996.
17. Ramírez, J et. al. "Tratamiento Térmico", Moldeo y Fundición, 2003.
18. S.H. Avner. Introducción a la Metalografía Física. Editorial Mir, 1978, Moscú.
19. Salcines, C. "Tecnología de Fundición". Tomo II. Editorial Pueblo y Educación, 1985.
20. Salcines, C. Tecnología de Fundición". Tomo I. Editorial Pueblo y Educación, 1985.
21. T. Yokokawa et. al, "Properties of the Ir₈₅Nb₁₅ two-phase refractory superalloys with Nickel additions", Metallurgical and materials transactions Vol. 31A (1999).
22. Tabera Leyva, Orestes. Programa para el cálculo de carga, Empresa Mecánica del Níquel, 2004.
23. Velázquez, A. "Fragilización de la aleación HH por precipitación de fases". Tesis presentada en opción al grado científico de Doctor en Ciencias Técnicas, 2002.
24. Y. F. Gu et. al. "Microstructure and fracture behaviours of Ir-Nb two-phase refractory superalloys containing various amounts of Nb, Ni, Mo, C and B", Key Engineering Materials Vols. 171-174 (2000).
25. Y. F. Gu, "Microstructure and compressive properties of Ni alloyed Rh-15 at.% Nb two-phase refractory superalloys", Materials Letters 41 (1999).



26. Y. Gu et. al. "Microstructure and High temperature strength of strength of Ir-base refractory superalloys", International Conference on Advanced Technology in Experimental Mechanics '99 ATEM'99, (1999).
27. Y. Ro et. al. "Design of Quaternary Ir-Nb-Ni-Al Refractory Superalloys", Metallurgical and materials transactions, Vol 31A (2000).
28. Y. Yamabe-Mitarai et. al. "Microstructure dependence of strength of Ir-base refractory superalloys", Intermetallics, 7, (1999).
29. Yoshikazu Ro et. al. "Development of quaternary Ir-Ta-Ni-Al refractory superalloys", Scripta Materialia, Vol. 41, No.6 (1999).
30. Yuefeng Gu et. al. "Effect of precipitate morphology on strength of Ir-Nb alloys with two-phase coherent structures", Scripta Materialia, Vol. 41, No.3 (1999).

Anexos



Tabla No.1. Cálculo de carga del HK-40 mejorado para un 18 % de Al.

Elementos de Carga	Masa (Kg)
Carbón	2.7
FeSi	7.2
Mn	0.0
FeMn	0.0
FeCr	176
Sinter de Níquel	108
FeMo	0.0
Cu	0
FeTi	0.0
FeV	0.0
Al	85.1
Zn	0
Sn	0
Ca	0
P	0
S	0
Chatarra	121
Horno	Inducción
Cantidad de material	500 Kg



Tabla No.2. Cálculo de carga del HK-40 mejorado para un 3 % de Al.

Elementos de carga	Masa (Kg)
Carbón	0.4
FeSi	1.2
Mn	0.0
FeMn	0.0
FeCr	30
Sínter de Níquel	17
FeMo	0.0
Cu	0
FeTi	0.0
FeV	0.0
Al	4.8
Zn	0
Sn	0
Ca	0
P	0
S	0
Chatarra	26.6
Horno	Inducción
Cantidad de material	80 Kg



Tabla No. 3. Composición química del HK-40 con adición de un 3 % de Al.

Elemento	% en masa
C	0.51
Si	0.83
Mn	1.03
P	0.016
S	0.022
Cr	23.84
Mo	0.8
Ni	21.99
Al	3.00
Co	0.21
Cu	0.07
Ti	0.014
V	0.02
PB	0.002
Sr	0.09
As	0.006
B	0.001
Fe	



Tabla No. 4. Composición química del HK-40 con adición de un 18 % de Al.

Elemento	% en masa
C	0.49
Si	0.85
Mn	1.05
P	0.014
S	0.020
Cr	12.51
Mo	0.9
Ni	22.63
Al	18.00
Co	0.23
Cu	0.08
Ti	0.012
V	0.03
PB	0.009
Sr	0.05
As	0.007
B	0.0010
Fe	43.12



Tabla No. 5. Resultados del ensayo de Resistencia al impacto.

No. Ensayo	Factor			Resistencia al Impacto	
	% Al	T	t	Energía de Impacto (J)	Resistencia a la rotura (J/mm ²)
1	3	750	2	54.8	56
2	18	750	2	52.7	54
3	3	860	2	56.5	58
4	18	860	2	47	49
5	3	750	5	65.8	70.58
6	18	750	5	49.8	50.08
7	3	860	5	70.05	75.4
8	18	860	5	33.7	37.02



Tabla No. 6. Resistencia estática y límite inicial de fluencia de aleaciones HK-40 mejoradas.

No. Ensayo	Factor			Resistencia a la tracción (Kf/mm ²)	
	% Al	T	t	σ_{TF}	σ_f
1	3	750	2	71.43	68.75
2	18	750	2	38.45	22.81
3	3	860	2	75.07	70.36
4	18	860	2	35.02	18.29
5	3	750	5	73.98	71.02
6	18	750	5	38.30	23.34
7	3	860	5	75.89	72.65
8	18	860	5	36.76	20.44

Foto No.1. Probetas para el ensayo de dureza.

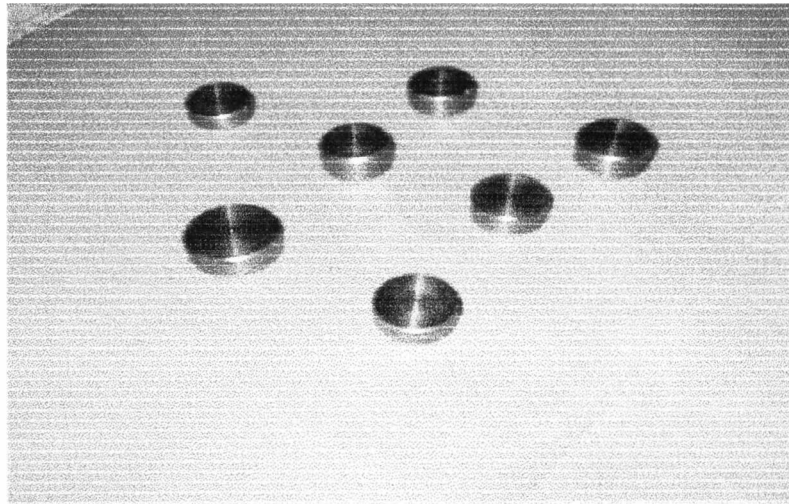


Foto No.2. Probetas para el ensayo de dureza (vista superior).

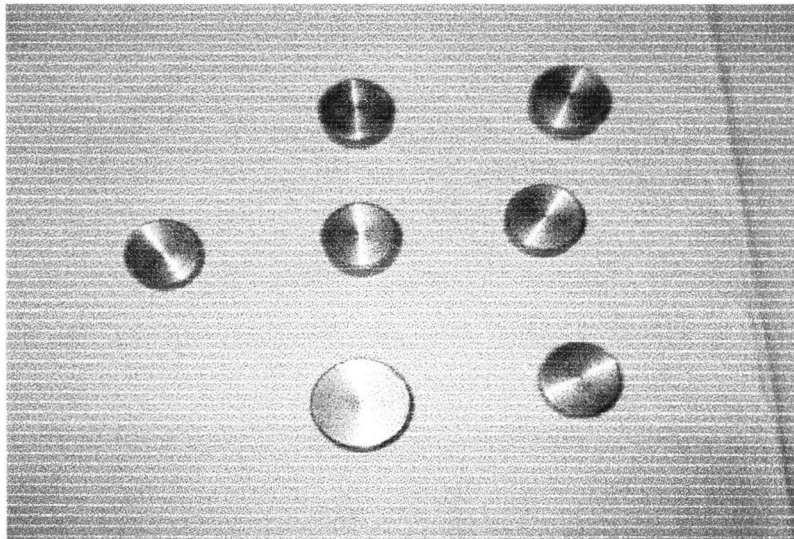


Foto No.3. Probetas para el ensayo de resistencia al impacto (vista superior).

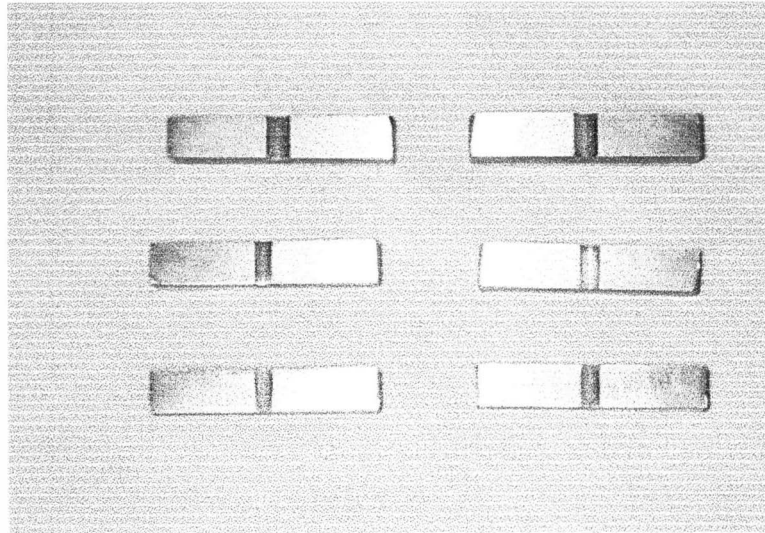


Foto No.4. Probetas para el ensayo de resistencia al impacto.

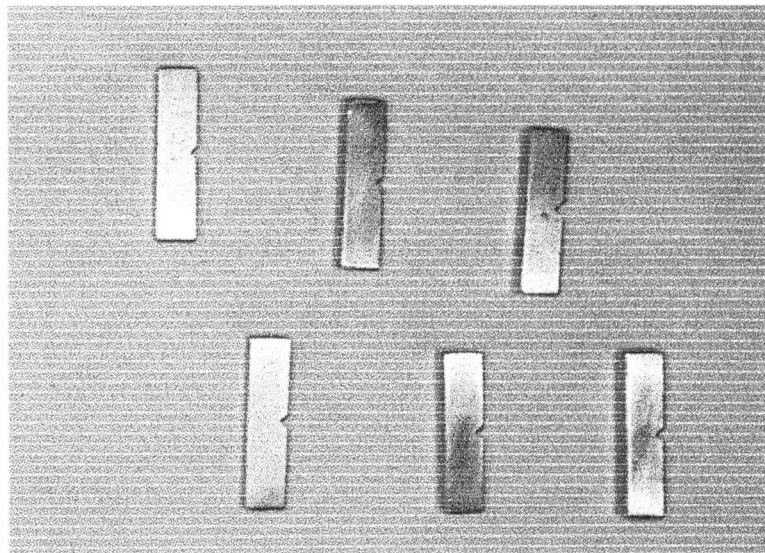


Foto No.5. Probetas para el ensayo de tracción.

