



INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN
EN METALURGIA Y MATERIALES

UNIVERSIDAD MICHOACANA DE SAN NICOLÁS DE HIDALGO

INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN METALURGIA Y
MATERIALES

PROGRAMA DE MAESTRÍA EN METALURGIA Y CIENCIAS DE LOS MATERIALES

**“DETERMINACIÓN DE LAS CONSTANTES ELÁSTICAS MEDIANTE TÉCNICAS NO
DESTRUCTIVAS EN UNA ALEACIÓN INCONEL 625 ENVEJECIDA
TÉRMICAMENTE”**

Tesis que para obtener del Grado de Maestro en Metalurgia y Ciencias de los Materiales presenta:

ING. JOSÉ RODRIGO BRAVO ROSALES

Director de Tesis

DR. ALBERTO RUIZ MARINES

Morelia, Michoacán septiembre del 2022



Instituto de Investigación
en Metalurgia y Materiales

Of. Num. IIMM-ST-040-2022
Morelia, Mich., a 21 de Septiembre de 2022

ING. JOSE RODRIGO BRAVO ROSALES
Presente

Por medio de la presente, esta dirección del Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales de la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, tiene a bien informarle que para presentar su examen de grado de Maestro en Metalurgia y Ciencias de los Materiales con la tesis titulada: "DETERMINACIÓN DE LAS CONSTANTES ELÁSTICAS MEDIANTE TÉCNICAS NO DESTRUCTIVAS EN UNA ALEACIÓN INCONEL 625 ENVEJECIDA TÉRMICAMENTE", le ha sido asignada la siguiente mesa sinodal:

97003948	DR. ALBERTO RUIZ MARINES	(PRESIDENTE)
01003062	DR. ARNOLDO BEDOLLA JACUINDE	(Co-director)
02001616	DR. CARLOS ALBERTO LEON PATIÑO	(Vocal)
19000243	DR. FRANCISCO VAPEANI GUERRA LOPEZ	(Vocal)
91002524	DR. GERARDO ANTONIO ROSAS TREJO	(Vocal)
01000489	DR. JORGE ALEJANDRO VERDUZCO MARTINEZ	(Suplente)

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

Atentamente


Dr. Víctor Hugo López Morelos
Director

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

UMSNH



Instituto de Investigación
en Metalurgia y Materiales
DIRECCIÓN

AGRADECIMIENTOS

Agradezco principalmente a mi asesor el Dr. Alberto Ruiz Marín por darme la oportunidad de trabajar con él por su notable dedicación, paciencia, guía y apoyo durante este proyecto de investigación, siempre mostró su lado más profesional y humano hacia mi persona, su soporte, regaños y consejos fueron de gran ayuda para poder culminar mi tesis de maestría, me llevo un gran aprendizaje de su parte y una gran admiración hacia su persona. Agradezco a mis sinodales Dra. Noemí Ortiz, Dr. Guillermo Carreón, Dr. Rafael García y al Dr. Francisco Curiel por sus consejos y observaciones durante mis 2 seminarios de investigación y por la retroalimentación académica. También quiero agradecer al Dr. Arnoldo Bedolla y al Dr. Víctor H. López por las clases impartidas, consejos y apoyo durante mi estancia en el programa de maestría.

A mis compañeros del laboratorio Martín, Fernando, Sagrario, Vania y Sergio por el apoyo académico, pero sin embargo más por el apoyo moral, los llevo como compañeros de escuela, pero también como amigos de vida, muchas gracias.

También a los técnicos Antonio y Sayil por su amistad y profesionalismo durante mi estancia en la maestría. Por otra parte, a todos los miembros del instituto de investigaciones metalúrgicas (IIMM-UMSNH) por tener un lugar, equipo y personal con la mejor disposición de apoyar.

Por otro lado, quiero agradecer a la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo por darme oportunidad de ser parte de su historia como estudiante de la gran casa de estudios del estado de Michoacán. Por último, pero no menos importante al consejo nacional de ciencia y tecnología (CONACYT) por su apoyo económico durante estos dos años de maestría, sin su recurso no hubiera sido posible este proyecto.

DEDICATORIA

Dedico principalmente esta tesis de maestría a mis padres, José Bravo y Esmeralda Rosales por el apoyo que me han dado toda la vida. Ellos son el mejor ejemplo que tengo en la vida y todos mis logros son el reflejo y dedicación de ellos hacia mi persona, gracias por impulsarme a ser cada día mejor y superarme en todos mis aspectos, todo lo que soy es gracias a ustedes, muchas gracias. También dedico y agradezco a mis hermanas, Sofia y Laura por su apoyo incondicional y por ser siempre tener una familia tan unida.

ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE GENERAL	iii
ÍNDICE DE FIGURAS	vii
ÍNDICE DE TABLAS	x
RESUMEN	xi
ABSTRACT	xii
CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN	1
1.1. Objetivo general	3
1.2. Objetivos específicos	3
1.3. Justificación	4
1.4. Hipótesis	4
1.5. Metas científicas	5
CAPÍTULO 2. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA	6
2.1. El Níquel	6
2.2. Las súper aleaciones	7
2.3. Súper aleaciones base níquel	7
2.4. Endurecimiento de las súper aleaciones base níquel	8
2.5. Inconel 625	9
2.5.1. Características microestructurales de la aleación Inconel 625	10
2.5.2. Matriz γ	11
2.5.3. Fase γ'	11
2.5.4. Fase γ''	12
2.6. Tipos de carburos en las súper aleaciones base níquel	13
2.6.1. Carburos MC	13
2.6.2. Carburos $M_{23}C_6$	14

2.6.3. Carburos M_6C	14
2.7. Fases no deseables en las súper aleaciones base níquel	14
2.7.1. Nitruros y carbonitruros	14
2.7.2. Fases de laves	15
2.7.3. Fases TCP.....	15
2.7.4. Fases sigma (σ).....	15
2.7.5. Fases delta (δ).....	15
2.8. Tratamiento térmico para la aleación Inconel 625	16
2.8.1 Tratamiento térmico de solubilizado	16
2.8.2 Tratamiento térmico de envejecimiento	16
2.9. Ensayos destructivos	17
2.9.1. Ensayo de dureza	17
2.9.2. Ensayo de tensión	17
2.9.3. Ensayo de impacto.....	17
2.10. Ensayos no destructivos.....	18
2.10.1. Ultrasonido	18
2.10.2. Velocidad ultrasónica	19
2.10.3. Atenuación ultrasónica	20
2.10.4. Potencial termoeléctrico.	20
2.10.5. Antecedentes teóricos de acustoelasticidad.....	21
2.11. Estado del arte	24
CAPÍTULO 3. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL.....	29
3.1. Material.....	29
3.2. Preparación de las muestras.....	30
3.3. Tratamientos térmicos	30

3.4. Ensayos de microdureza Vickers.....	31
3.5. Ensayos de tensión	31
3.6. Ensayo de impacto.....	32
3.7. Difracción de rayos X.....	32
3.8. Determinación de las constantes acustoelásticas.....	33
3.9 Medición de potencial termoeléctrico	34
CAPÍTULO 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	36
4.1. Caracterización microestructural.....	36
4.1.1. Microscopia Óptica.....	36
4.1.2. Metal Base	36
4.2. Microscopia electrónica de barrido	37
4.2.1. Metal base.....	37
4.2.2. Tratamiento térmico con 10 horas de envejecimiento.....	40
4.2.3. Tratamiento térmico con 50 horas de envejecimiento.....	41
4.3.4. Tratamiento térmico con 90 horas de envejecimiento.....	42
4.2.5. Tratamiento térmico con 216 horas de envejecimiento.....	45
4.2.6. Tratamiento térmico con 503 horas de envejecimiento.....	46
4.3. Tamaño de grano	48
4.4. Ensayos mecánicos	49
4.4.1. Microdureza Vickers	49
4.4.2. Ensayos de impacto	50
4.4.2.1. Fracturas de impacto.....	51
4.4.3. Ensayos de tensión	51
4.4.3.1. Análisis del comportamiento plástico en tensión	55
4.4.3.2. Fracturas de tensión.....	58

4.5. Ensayos no destructivos	61
4.5.1. Potencial termoeléctrico	61
4.5.1.1. Correlación potencial termoeléctrico y dureza.....	61
4.5.2. Velocidad ultrasónica	62
4.5.3. Acustoelásticidad.....	63
4.6. Difracción de Rayos X	67
CAPÍTULO 5. CONCLUSIONES	69
TRABAJO A FUTURO	71
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	72

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1 Celda unitaria (FCC) del elemento metálico níquel [13].	6
Figura 2.2 Elementos de aleación utilizados en las súper aleaciones base níquel [12].	8
Figura 2.3 Microestructura de la aleación Inconel 625 [15].	10
Figura 2.4 Panorama de la microestructura de una súper aleación base níquel [12].	10
Figura 2.5 Diagrama TTP aleación Inconel 625 [16].	11
Figura 2.6 Diagrama Al-Ni representando diversas fases sólidas [14].	12
Figura 2.7 Morfología de la fase metaestable gamma biprima γ'' en las super aleaciones base níquel [19].	13
Figura 2.8 Circuito de punta fría y caliente para medir el potencial termoeléctrico [28].	21
Figura 2.9 Ilustración esquemática de las velocidades de ondas y dirección de aplicación del esfuerzo en un sistema ortogonal de ejes. $c_{s,np}$ = velocidad de onda de corte con polarización normal, $c_{s,pp}$ = velocidad de onda de corte con polarización paralela, $c_{d,p}$ = velocidad de onda longitudinal con polarización paralela, $c_{d,n}$ = velocidad de onda longitudinal con polarización normal.	22
Figura 2.10 Fase metaestable γ'' precipitada en la aleación Inconel 625 [14].	25
Figura 2.11 Variación de a) esfuerzo de fluencia, b) Esfuerzo último, c) Porcentaje de elongación, d) Tenacidad [14].	25
Figura 2.12 Resultados de las mediciones de microdureza con efecto del envejecimiento [33].	26
Figura 2.13 Resultados del parámetro de no linealidad β , la línea vertical representa el esfuerzo de fluencia donde inicia la deformación plástica como se muestra en la figura de la derecha [34].	26
Figura 2.14 a) Cambios de la velocidad ultrasónica, la dureza de la ferrita y los parámetros ultrasónicos no lineales obtenidos mediante generación de armónicos de ondas superficiales y de acustoelasticidad en función del tiempo de envejecimiento b) Superficie de fractura que muestra una fractura frágil (clivaje) en un espécimen envejecimiento por 100 h [9].	27
Figura 2.15 Microestructura del recubrimiento de la aleación Inconel 625 sobre la superficie de un acero de baja aleación y envejecimiento a diferentes condiciones; a) 815°C/1h, b) Magnificación en el área rectangular amarilla, c) 815°C/10h, d) Magnificación en el área rectangular amarilla, e) 871°C/1h, f) Magnificación en el área rectangular amarilla, g) 871°C/10h, h) Magnificación en el área rectangular amarilla [16].	28

Figura 3.1	Diagrama de flujo del procedimiento experimental.....	29
Figura 3.2	Rampa de temperaturas para los tratamientos térmicos de envejecimiento.....	30
Figura 3.3	a) Maquina universal MTS modelo Lankmark y b) extensómetro con capacidad de 4 mm.....	31
Figura 3.4	Probeta de tensión bajo la norma ASTM E8/E8M. Nota: cotas en mm.	32
Figura 3.5	Probeta de tensión bajo la norma ASTM E23. Nota: cotas en mm.	32
Figura 3.6	Diagrama esquemático de la medición de constantes acustoelásticas.	33
Figura 3.7	Esquema representativo de potencial termoeléctrico [28].	34
Figura 4.1	Metalografía Inconel 625 en condición de recibido a)50x, b)100x y c)200x.	36
Figura 4.2	Mapeo de composición química de la aleación Inconel 625.	39
Figura 4.3	Microscopia electrónica de barrido aleación Inconel 625 metal base.	39
Figura 4.4	Microestructura de la aleación Inconel 625 con un tratamiento térmico envejecimiento de 10 h a)500x, b) 20,000x, c) 40,000x y d) 100,00x.....	40
Figura 4.5	Mapeo de la composición química de la condición envejecida 10 h.	41
Figura 4.6	Microestructura de la aleación Inconel 625 con un tratamiento térmico envejecimiento de 50 h.	42
Figura 4.7	Mapeo de la composición química de la condición envejecida 50 h.	43
Figura 4.8	Microestructura de la aleación Inconel 625 con un tratamiento térmico envejecimiento de 90 h.	44
Figura 4.9	Mapeo de la composición química de la condición envejecida 90 h.	44
Figura 4.10	Microestructura de la aleación Inconel 625 con un tratamiento térmico envejecimiento de 216 h.	45
Figura 4.11	Mapeo de la composición química de la condición envejecida 216 h.	46
Figura 4.12	Microestructura de la aleación Inconel 625 con un tratamiento térmico envejecimiento de 503 h.	47
Figura 4.13	Mapeo de la composición química de la condición envejecida 503 h.	48
Figura 4.14	Tamaño del grano en los diferentes tiempos de envejecimiento térmico.	49
Figura 4.15	Microdureza Vickers promedio en los diferentes tratamientos térmicos.....	49
Figura 4.16	Tenacidad a la fractura de la aleación Inconel 625.....	50
Figura 4.17	Superficie de fractura en las probetas de impacto para cada una de las condiciones tratadas térmicamente en la aleación Inconel 625.	53

Figura 4.18 Diagrama esfuerzo-elongación para las condiciones metal base y envejecida térmicamente.	53
Figura 4.19 Comparativa en las propiedades mecánicas de la aleación Inconel 625 envejecida.	55
Figura 4.20 Curvas esfuerzo-deformación real para la aleación Inconel 625.	56
Figura 4.21 Gráficos esfuerzo-deformación con las 3 etapas de endurecimiento.	57
Figura 4.22 Fracturas de perfil y superficie de la aleación Inconel 625 metal base y envejecida térmicamente.	59
Figura 4.23 Mapeo de composición química metal base y condiciones tratadas térmicamente en la aleación Inconel 625.	60
Figura 4.24 Mediciones de potencial termo eléctrico.	61
Figura 4.25 Correlación dureza y potencial termoeléctrico.	62
Figura 4.26 Velocidades ultrasónicas longitudinal y de corte en la aleación Inconel 625.	62
Figura 4.27 Módulo de elasticidad (E) y el coeficiente de Poisson (ν) ultrasónicos de la aleación Inconel 625.	63
Figura 4.28 Resultados obtenidos del porcentaje de cambio relativo de velocidad de onda en función del esfuerzo uniaxial aplicado en las condiciones: a) Metal base, b)10 h, c)90 h.	64
Figura 4.29 a) Precipitado incoherente y b) precipitado coherente [36].	66
Figura 4.30 Parámetro de no linealidad normalizado.	66
Figura 4.31 Patrones de difracción en los diferentes tiempos de envejecimiento.	67
Figura 4.32 Patrones de difracción en los diferentes tiempos de envejecimiento a detalle.	68

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 2.1 Composición química de la súper aleación Inconel 625 [% Peso] [14].	9
Tabla 3.1 Composición química de la súper aleación Inconel 625 en condición de recepción (heat: 529912-02) [% en peso].	30
Tabla 4.1 Valores de tenacidad en Joules para cada condición de la aleación Inconel 625.	51
Tabla 4.2 Propiedades mecánicas resultantes de los ensayos de tensión.	54
Tabla 4.3 Constantes n y K para las diferentes etapas de endurecimiento.	56
Tabla 4.4 Constantes acustoelásticas de primer orden de las condiciones MB, 10 h y 90h.	65
Tabla 4.5 Constantes de Murnaghan, Landau – Lifshitz y tercer orden de las condiciones metal base, 10 h y 90 h.	65

RESUMEN

Los componentes que trabajan a temperaturas elevadas durante tiempos prolongados puede ser afectados si los materiales son susceptibles a la precipitación de fases secundarias. La aleación Inconel 625 (IN 625) endurece por solución solida por la adición de Mo, Cr, Nb y otros elementos, pero, si es expuesta a altas temperaturas durante un largo tiempo puede endurecer por un mecanismo de precipitación gradual de la fase metaestable γ'' y por la precipitación de carburos del tipo $M_{23}C_6$. Este endurecimiento puede afectar el comportamiento mecánico una vez la microestructura entra en la etapa de sobre envejecimiento y comprometer el funcionamiento de la estructura, por lo que la detección en etapas tempranas de la precipitación es de interés particular en la industria. En etapas tempranas, los precipitados tienen dimensiones nanométricas lo que los hace difíciles de detectar con técnicas destructivas y no destructivas convencionales. Dentro de los ensayos no destructivos los métodos de ultrasonido y potencial termoeléctrico han sido usados para la detección de cambios microestructurales como aquellos producidos por la precipitación de segundas fases y por efectos deformación plástica. En esta investigación, se realizaron tratamientos térmicos de envejecimiento térmico en probetas a una temperatura de 700 °C y con diferentes tiempos de exposición. Con el fin de monitorear los cambios graduales, las probetas se caracterizaron mediante ensayos de tensión, de dureza y de impacto Charpy, los resultados experimentales mostraron un aumento en la dureza y cambios en los esfuerzos de fluencia y último de tensión, la ductilidad y en la resistencia al impacto. Los resultados experimentales de potencial termoeléctrico revelan un aumento significativo en el potencial termoeléctrico y este puede ser correlacionado a los cambios en propiedades mecánicas de la aleación. Los resultados de determinación de constantes elásticas de primer, segundo y tercer orden por medio de ultrasonido lineal (velocidad) y no lineal (acustoelasticidad) mostraron que el módulo elástico medido mediante velocidad ultrasónica no presenta cambios significativos para los diferentes tiempos de envejecimiento. Mientras que el parámetro β de no-linealidad ultrasónica medido a partir de mediciones de acusto-elasticidad ultrasónica es sensible a los cambios microestructurales graduales que se dan por el envejecimiento térmico. Estos resultados demuestran que el ultrasonido no lineal puede ser usado para la detección del envejecimiento en esta aleación.

Palabras clave: Inconel 625, ultrasonido, envejecimiento, precipitados, atenuación, parámetro no lineal

ABSTRACT

Components of equipment that work at high temperatures for long periods of time can be affected if the materials are susceptible to the precipitation of undesirable phases. Due to the Mo, Cr and Nb content, alloy Inconel 625 (IN625) is solution hardened, but if the alloy is exposed to high temperatures during long periods of time, the alloy undergoes an aging process resulting in a gradual precipitation of the metastable γ'' -phase and carbides of the type $M_{23}C_6$. The hardening may affect the mechanical properties once that the microstructure reaches the over aging condition and affect the structure's performance, therefore, the detection of the precipitation is of primary interest in the industry. At early stages of the aging process, the different precipitates may have Nano metric dimensions, which makes them difficult to detect with conventional destructive or non-destructive techniques. Within the non-destructive tests thermoelectric measurements and non-linear ultrasound have demonstrated their potential for different microstructural changes, since they offer a high sensitivity to microstructural changes such as those produced by the precipitation of second phases, by fatigue damage, by plastic deformation, and by radiation damage in metallic materials. In this investigation, aging heat treatment was performed at a temperature of 700 °C in samples of IN625 for different periods of time. To monitor the gradual precipitation, tension test, microhardness measurements, Charpy impact test. The experimental results showed an increase in hardness, and changes in yield, ultimate tensile stress, and ductility as well as in the impact resistance. Nondestructive measurements showed that the thermoelectric coefficient increases and can be correlated to the mechanical properties of the alloy. The experimental determination of first, second, and third order elastic constants using linear (velocity) and nonlinear ultrasound (acoustoelasticity) showed that the elastic modulus measured from ultrasonic velocity, does not exhibit appreciable changes for the different aging times. On the other hand, the non-linearity β parameter established from acoustoelastic measurements exhibits a high sensitivity to thermal aging and over aging effect on this alloy.

Keywords: Inconel 625, ultrasound, aging, precipitates, attenuation, nonlinear parameter.

CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN

La superlación base níquel Inconel 625 fue desarrollada para ser usada a temperaturas de servicio por debajo de 700 °C y es ampliamente usada en las industrias aeroespacial, química, marina y de generación de energía debido a su buena combinación de propiedades mecánicas esfuerzo de fluencia, esfuerzo último de tensión, resistencia al creep, resistencia a la corrosión a alta temperatura; además de que tiene una buena soldabilidad [1, 2]. Las buenas propiedades dependen en un mecanismo de endurecimiento por solución sólida de los elementos Nb y Mo en una matriz de níquel-cromo [1]. A pesar de que la aleación Inconel 625 endurece por solución sólida, se ha reportado la precipitación de fases intermetálicas y carburos cuando la aleación es envejecida en el rango de temperatura 500 a 750 °C [3]. La microestructura de esta aleación tiene un impacto importante en las propiedades mecánicas. Debido a que la aleación es susceptible a la precipitación de estos intermetálicos durante su manufactura y exposición a altas temperaturas por tiempo prolongado durante el servicio de los componentes. El endurecimiento por precipitación en el rango de temperaturas 550 a 750 °C se debe a la fase meta estable γ'' [$\text{Ni}_3(\text{Nb,Al,Ti})$] que tiene una estructura tetragonal centrada DO_{22} . En tiempos de envejecimiento prolongados, esta fase γ'' se transforma en la fase δ ortorrómbica [$\text{Ni}_3(\text{Nb,Mo})$]. La precipitación de carburos del tipo M_{23}C_6 , M_6C y MC ocurrirá en el rango de temperaturas 750 a 600 °C [3, 4]. Los carburos primarios MC que se encuentren en un estado no disuelto durante un tratamiento de solución se descomponen en M_{23}C_6 y M_6C cuando la aleación se expone a temperaturas elevadas por periodos prolongados. Los efectos de estas fases en las propiedades mecánicas son perjudiciales para las propiedades mecánicas en general y en la resistencia al creep en particular [4].

Los ensayos no destructivos son pruebas que se utilizan para detectar discontinuidades superficiales y/o internas para corroborar propiedades en metales, uniones soldadas, componentes mecánicos; usando técnicas por cuya aplicación no se altera el estado físico o constitución química, ni implican la destrucción de este o en su defecto el remplazo total de una pieza. Desde el punto de vista de ensayos no destructivos la evaluación de pérdida de propiedades permite su posible aplicación en campo lo cual es de gran interés para las diferentes industrias. Entre las técnicas no destructivas, la atenuación ultrasónica, la velocidad ultrasónica y el ultrasonido no lineal sobresalen sobre otras técnicas no destructivas convencionales debido a que presenta una mayor sensibilidad para detectar

cambios microestructurales mucho antes de que las propiedades mecánicas decaigan significativamente de tal forma que pueda ocurrir una falla. En el ultrasonido no lineal, señales armónicas de orden superior pueden generarse cuando las ondas ultrasónicas interactúan con la microestructura del material [5]. Este efecto se ha observado en la presencia de precipitados [6], daño térmico en aceros dúplex [7].

Otro método no lineal que es de interés práctico es en el fenómeno de la dependencia de la velocidad ultrasónica en el esfuerzo. Este fenómeno es conocido como el efecto acustoelástico [8]. Gutiérrez y colaboradores [9] realizaron mediciones del efecto acustoelástico en la detección de la fragilización a 475 °C en un acero inoxidable súper dúplex. La atenuación ultrasónica en metales policristalinos es primeramente causada por las pérdidas en la amplitud de la señal ultrasónica, esto se debe a que a nivel microestructural los granos tienen orientaciones cristalográficas diferentes. Este proyecto fue realizado para determinar el módulo elástico y la relación de Poisson a través de mediciones de ultrasonido lineal a través de mediciones de velocidad ultrasónica y para determinar constantes elásticas de segundo y de tercer orden mediante mediciones de acusto-elasticidad. Posibles cambios en el tamaño de grano fueron monitoreados mediante mediciones de atenuación ultrasónica, en una aleación de Inconel 625 envejecida térmicamente. Los resultados se compararon y correlacionaron a los resultados de propiedades mecánicas y características microestructurales y constantes elásticas obtenidas por medio de ultrasonido lineal y no lineal. Además se realizó la técnica de potencial termoeléctrico con el fin de monitorear los cambios antes mencionados.

1.1. Objetivo general

Determinar mediante mediciones de atenuación, velocidad ultrasónica y la técnica de no linealidad de acustoelásticidad el endurecimiento causado por del envejecimiento térmico de una aleación base níquel grado Inconel 625 y relacionarlos a los cambios en las propiedades mecánicas y microestructurales.

1.2. Objetivos específicos

- Caracterizar metalúrgica y mecánicamente las probetas en condición de recibido (AR).
- Establecer los tiempos de tratamientos térmicos de envejecimiento térmico en la aleación base níquel de inconel 625.
- Precipitar la fase metaestable γ'' y carburos del tipo $M_{23}C_6$ sometiendo la aleación a diferentes horas de tratamiento térmico de envejecido.
- Realizar tratamiento térmico de envejecimiento a las diferentes probetas de tensión, impacto, caracterización y acustoelásticidad.
- Realizar ensayos mecánicos de tensión, impacto y dureza en los metales en condición de recepción y en las probetas envejecidas.
- Estudiar y caracterizar microestructuralmente la zona de fractura en las probetas de tensión e impacto.
- Caracterizar el efecto en la aleación Inconel 625 de los tratamientos térmicos de envejecimiento por medio de la técnica de difracción de rayos X, microscopia electrónica de barrido y microscopia óptica.

- Realizar los ensayos de acustoelasticidad en los metales base y en las probetas para conocer su comportamiento con los diferentes tiempos de envejecimiento.

1.3. Justificación

En la industria de la generación de energía, los componentes son fabricados a partir de materiales que, dependiendo de la temperatura y el tiempo de sostenimiento resulta en cambios en la microestructura de los materiales. Debido a las altas exigencias temperaturas altas y de tiempos largos en condiciones de carga a los que son sometidos puede iniciar la pérdida gradual de propiedades mecánicas y dar inicio a una falla mecánica. Debido a que la microestructura es un factor determinante en el comportamiento mecánico del componente, es necesario determinar la variación gradual de los cambios en la microestructura.

Las técnicas no destructivas son capaces de determinar cambios microestructurales y entender el efecto de los diferentes tiempos de envejecimiento a las propiedades mecánicas de las probetas de tensión.

1.4. Hipótesis

La aleación Inconel 625 es una aleación que endurece por solución sólida y que puede presentar endurecimiento por precipitación cuando es expuesta a temperaturas en el rango de 550 a 750 °C. La precipitación y posterior crecimiento de carburos y de las fases γ'' y la precipitación de fase δ producen la distorsión de la red cristalina lo que conduce a cambios en las propiedades mecánicas de la aleación. Se ha reportado que el parámetro no lineal es sensible a la distorsión de la red cristalina y que las variables de ultrasonido lineal como el coeficiente de atenuación y la velocidad ultrasónica son sensibles a cambios microestructurales. Por lo que se espera que los cambios a nivel microestructural puedan ser detectados por estas técnicas no destructivas. La aleación es una aleación endurecible por solución sólida y está diseñada para ser usada a altas temperaturas, se ha encontrado que esta aleación puede presentar endurecimiento por precipitación cuando es expuesta a temperaturas en el rango de 600 a 750 °C, este endurecimiento es causado por precipitación de carburos y de la fase metaestables γ'' en la matriz austenítica γ , la fase γ'' puede transformarse en fase δ en tiempos de exposición prolongados [4, 10]. Estos cambios microestructurales afectan las propiedades mecánicas de la aleación.

1.5. Metas científicas

- Demostrar que mediante la medición de atenuación ultrasónica y los cambios en la velocidad de onda son un método de caracterización sensible para la detección de alteraciones microestructurales por el efecto de envejecimiento térmico.
- Monitorear el aumento de las fases mediante técnicas no destructivas sin inutilizar los especímenes de la aleación Inconel 625 monitoreando cambios de al menos 5% en el módulo elástico.
- Determinar que la aleación Inconel 625 envejecida térmicamente tiene cambios en las propiedades mecánicas en un 20% en el esfuerzo de fluencia, esfuerzo ultimo y esfuerzo de fractura.
- Lograr un incremento en la dureza de la aleación de hasta un 30% debido a los tratamientos térmicos de envejecimiento.

CAPÍTULO 2. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

2.1. El Níquel

En el año de 1751 el químico sueco Axel Frederik Cronstedt, intentando extraer cobre de la mineral niquelina, consiguió un metal color blanco al cual llamó níquel. El uso de este elemento metálico se remonta aproximadamente al siglo IV a. de C. Este metal tiene como característica buena resistencia a la corrosión y a la oxidación, también posee buenas propiedades mecánicas, así como la capacidad de formar aleaciones de solución sólida con gran variedad de metales comunes [11]. El níquel tiene una estructura cristalina en estado sólido hasta estado líquido 1455°C de geometría cubica centrada en las caras (FCC) como se puede observar en la **Figura 2.1**. El níquel es un metal muy denso (8907 kg/m^3) en comparación con algunos otros metales muy usados en la industria tales como aluminio $2698\text{ (kg/m}^3)$ y titanio $4508\text{ (kg/m}^3)$. Esto es debido a la corta distancia interatómica en la estructura cristalina (FCC), provocando alta fuerza de cohesión derivada de electrones externos, una característica de los metales de transición [12].

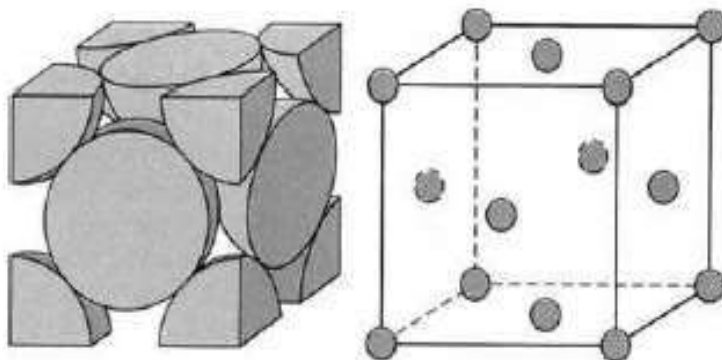


Figura 2.1 Celda unitaria (FCC) del elemento metálico níquel [13].

Aproximadamente el 60% del níquel producido mundialmente se utiliza como elemento de aleación en aceros inoxidable y aceros al níquel. La mayoría del remanente se emplea en aleaciones al alto níquel como son las superaleaciones y para electrodeposición. Debido a su alta resistencia a la corrosión y dureza el níquel es un recubrimiento ideal para piezas sometidas a ambientes altamente corrosivos y altas temperaturas [11].

2.2. Las súper aleaciones

Las súper aleaciones o aleaciones de alto rendimiento fueron descubiertas después de la segunda guerra mundial, las cuales se desarrollaron para uso en componentes tales como turbocompresores y turbinas de aviones las cuales requerían un alto rendimiento a temperaturas elevadas. Teniendo en cuenta lo anterior la lista de características que deben cumplir son las siguientes [12]:

- Resistencia al creep
- Resistencia mecánica
- Resistencia a vibraciones
- Resistencia a la fatiga
- Resistencia a la corrosión
- Expansión térmica

Este tipo de requerimientos hace que las superaleaciones sean muy usadas en campos de la ingeniería moderna con un amplio campo de aplicación, en general las superaleaciones se basan en elementos del grupo VIII B de la tabla periódica, así como otros elementos de aleación en pequeñas cantidades como W, Mo, Ta, Nb, Cr y Al con el fin de fortalecer la microestructura del material.

2.3. Súper aleaciones base níquel

Las súper aleaciones base níquel poseen un porcentaje de níquel mayor al 50%, 20% de cromo y hasta 5% de hierro y titanio. Debido a esto, poseen una alta resistencia a sustancias químicas en temperaturas altas, y una mayor resistencia a la corrosión.

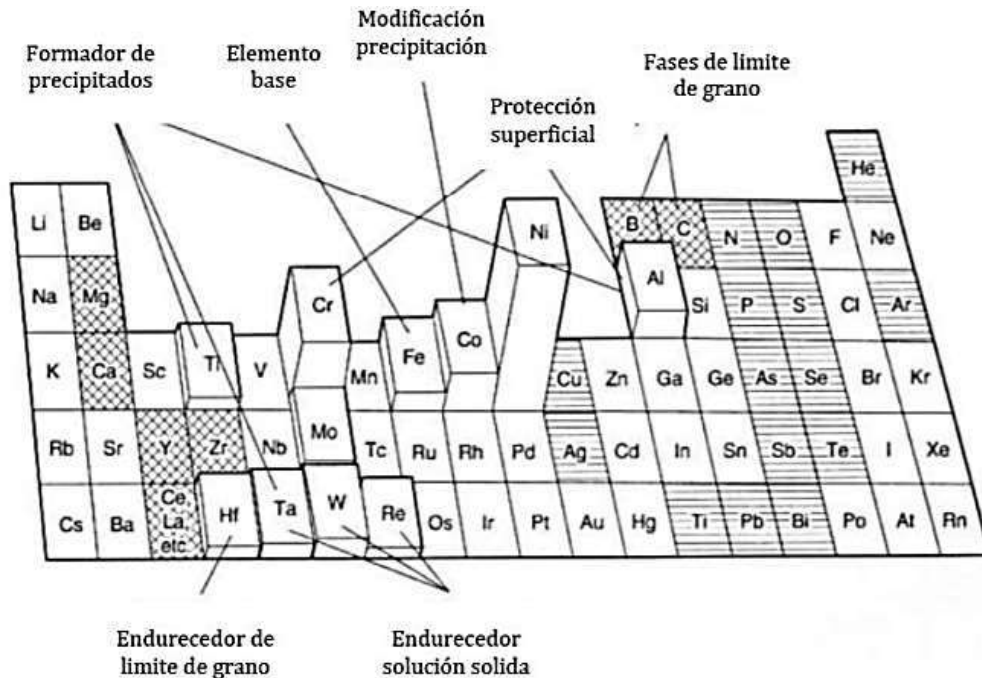


Figura 2.2 Elementos de aleación utilizados en las súper aleaciones base níquel [12].

En general con matriz austenítica; sin embargo, pueden estar sujetas a la precipitación y a la formación de fases de carburos, fases secundarias y fases indeseables al someterse al envejecimiento. Las superaleaciones de base níquel tienen un arreglo microestructural particular, el cual se puede atribuir a sus grandes propiedades mecánicas, se puede hallar una distribución de tres fases, Gamma γ la cual es la matriz y las fases secundarias Gamma prima γ' y Gamma biprima γ'' [12, 14].

Otras adiciones de elementos comunes son molibdeno, tungsteno, tantalio, y niobio. El Al y el Ti, endurecen la matriz austenítica a través de la precipitación de Ni_3 (Al, Ti) y un ordenamiento de componentes FCC conocidos como γ' al igual que un arreglo tetragonal γ'' [12]. En la **Figura 2.2** se pueden apreciar los principales elementos de aleación en las superaleaciones base níquel y su efecto en la microestructura.

2.4. Endurecimiento de las súper aleaciones base níquel

- El endurecimiento por medio de solución sólida: altas adiciones de cromo, molibdeno y tungsteno, pocas adiciones de tantalio, zirconio, niobio y boro dan el endurecimiento por solución sólida. Este tipo de efectos son muy estables, los cuales actúan en los límites de

grano como anclas en el deslizamiento de las dislocaciones atómicas, lo que provoca la resistencia a la termofluencia [12, 13].

- El endurecimiento por dispersión de carburos: todo tipo de superaleaciones tienen pocas cantidades de carbono, que en unión con algunos elementos de aleación proporciona una red de delgadas partículas de carburo que son sólidos. Este tipo de carburos, tales como TiC, BC, ZrC, Ta y C tienen altos valores de dureza [12].
- El endurecimiento por precipitación: Ciertos grados de súper aleaciones base níquel que contienen aluminio y titanio tienden a formar precipitados que endurecen, incoherentes y coherentes con la matriz, del tipo gamma prima y gamma biprima ($Ni_3Al, Ni_3Ti, Ni_3(Al, Ti)$) durante el envejecimiento termico, que aumentan el grado de propiedades mecánicas de las aleaciones base níquel [12].

2.5. Inconel 625

La súper aleación Inconel 625, es una aleación de base níquel, la cual tiene las virtudes de una buena mezcla de resistencia a la corrosión y unas buenas propiedades mecánicas a altas temperaturas. Este tipo de aleación es una solución sólida base níquel de matriz austenítica la cual es estabilizada por el alto contenido de níquel (Ni). La composición química de la aleación se muestra en la **Tabla 2.1**.

Tabla 2.1 Composición química de la súper aleación Inconel 625 [% Peso] [14].

Elemento	Ni	Cr	Fe	Mo	Nb	C	Si	P	S	Al	Ti	Co
	58.0	20-23	5.0	8-10	3-4	0.1	0.5	0.015	0.015	0.4	0.4	1
	min		max			max	max	max	max	max	max	max

La **Figura 2.3** muestra una micrografía de la aleación Inconel 625, microestructura se caracteriza por una matriz austenítica cúbica centrada en las caras (FCC por sus siglas en inglés), además se observa la presencia de maclas de deformación y de recocido.

Por otro lado, la aleación Inconel 625 es conocida por ser endurecible mediante solución sólida, sin embargo; también muestra endurecimiento por la formación de fases secundarias o precipitados; tales como, compuestos intermetálicos y carburos.

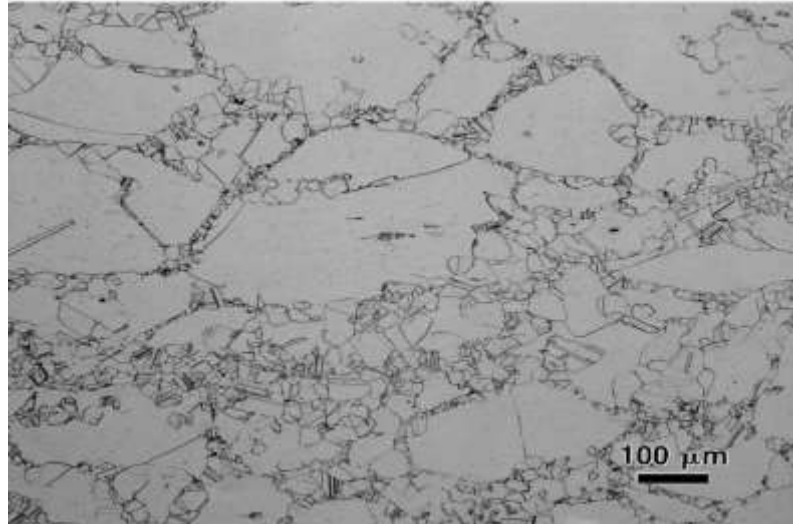


Figura 2.3 Microestructura de la aleación Inconel 625 [15].

2.5.1. Características microestructurales de la aleación Inconel 625

Las súper aleaciones base níquel son aleaciones metálicas multifásicas, su composición química hace que tenga varias fases, precipitados, carburos y fases no deseables.

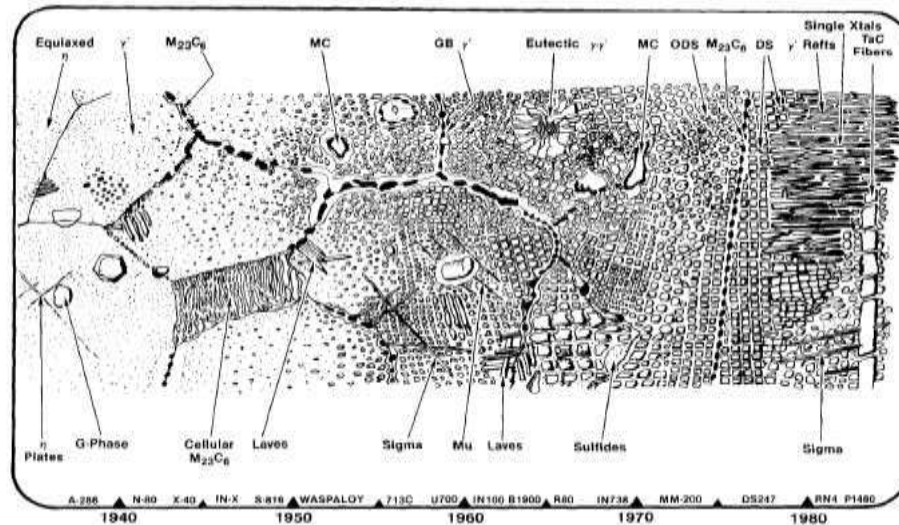


Figura 2.4 Panorama de la microestructura de una súper aleación base níquel [12].

El número de fases en la microestructura va depender directamente de los tratamientos térmicos empleados, así como su control durante la solidificación, en la **Figura 2.4** se puede apreciar las fases, carburos y precipitados que se pueden presentar en las aleaciones base níquel [12]. En base al diagrama TTP (tiempo, temperatura y precipitación) tal como se muestra en la **Figura 2.5** se

puede obtener una aproximación de que fases se tendrán en el tratamiento térmico de envejecimiento según la temperatura y el tiempo de exposición de la super aleación Inconel 625 [16].

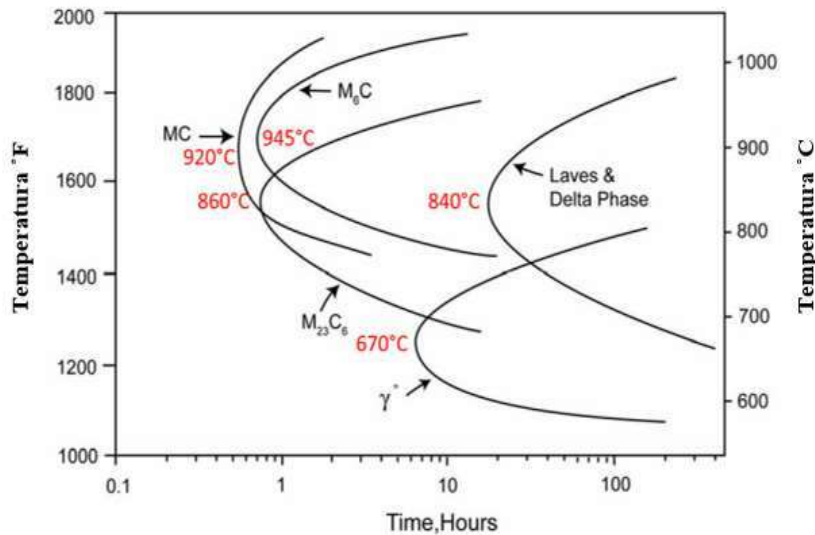


Figura 2.5 Diagrama TTP aleación Inconel 625 [16].

2.5.2. Matriz γ

La fase gamma γ con estructura cristalina cubica centrada en las caras (FCC) es la estructura idónea para las aleaciones que trabajan a altas temperaturas. Se debe a que la estructura (FCC) provee de excelentes propiedades mecánicas resistencia a la tensión, resistencia a la fluencia, fatiga y térmica debido a que tiene múltiples sistemas de deslizamiento, presenta una baja difusividad a altas temperaturas. También la estructura γ tiene una amplia solubilidad de elementos secundarios que le permiten precipitar compuestos intermetálicos, como la fases γ' y γ'' para su fortalecimiento y permite la disolución de elementos refractarios con alto punto de fusión [2].

2.5.3. Fase γ'

La fase gamma prima γ' es un precipitado coherente a la matriz, esta fase se caracteriza por endurecer a la fase matriz, gracias a los precipitados intermetálicos que contiene. La fase precipitada coherente es cúbica centrada en las caras γ' (Ni_3Al). La composición química de esta fase puede

ser: Ni_3Al , Ni_3Ti o $\text{Ni}_3(\text{Al Ti})$ debido a sus contenidos de titanio y aluminio tal como se puede apreciar en el diagrama binario en la **Figura 2.6** [2, 17].

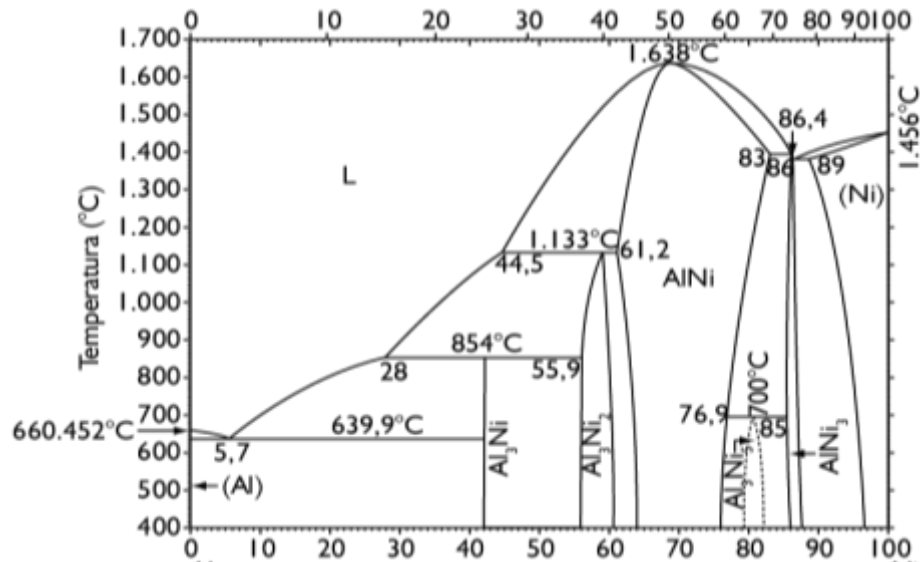


Figura 2.6 Diagrama Al-Ni representando diversas fases sólidas [14].

Aunque los elementos Ni y Al poseen la misma estructura cristalina y podría presentarse la solubilidad sólida mutua o completa, el sistema binario de Ni-Al exhibe un número de fases sólidas.

2.5.4. Fase γ''

La fase gamma doble prima, o por algunos autores gama biprima. Este compuesto muestra la estructura cristalina DO_{22} y una composición base Ni-Nb de estequiometría Ni_3Nb . Se puede observar una similitud de acomodo de los átomos en la celda cristalina con la estructura cristalina γ'' , de hecho, el parámetro es aproximadamente el doble de la celda cristalina de la fase γ o de la misma matriz austenítica γ [18]. Debido a esta similitud con γ y γ' , se le da el nombre de γ'' . La fase γ'' de 10 nm y el diámetro de aproximadamente 50 nm, en cuanto a la morfología de la aleación se le denomina que tiene forma lenticular o de disco como se puede observar en la **Figura 2.7** además se dice que la precipitación de la fase mencionada es en la familia de planos y direcciones atómicas [111] debido a ser el mayor plano de compactación atómica de la austenita γ por lo que será el de mayor energía termodinámica [13, 17].

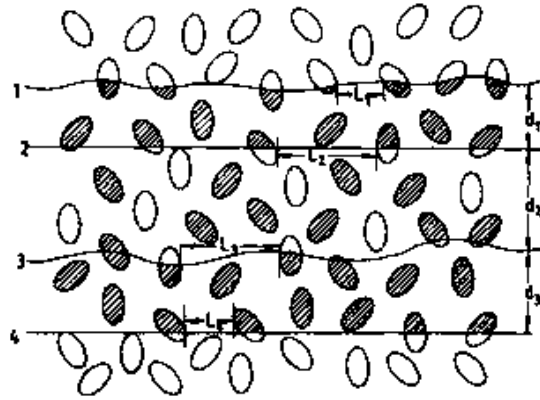


Figura 2.7 Morfología de la fase metaestable gamma biprima γ' en las superaleaciones base níquel [19].

2.6. Tipos de carburos en las súper aleaciones base níquel

Este tipo de súper aleaciones comúnmente contienen carburos, cuya formación está determinada por una combinación de composición y tratamiento térmico. Los carburos en las aleaciones base níquel se forman principalmente en los límites de grano. Existen dos efectos competitivos que provocan los carburos sobre las propiedades mecánicas a alta temperatura: los carburos dispersos en el límite de grano tienen un efecto benéfico sobre la resistencia a la ruptura al reducir el deslizamiento del límite de grano, mientras que los carburos de ciertas morfologías pueden tener efectos adversos sobre la ductilidad. El objetivo de estas aleaciones es utilizar carburos para mejorar las propiedades mecánicas a temperaturas elevadas y disminuir su efecto dañino sobre la ductilidad [2].

2.6.1. Carburos MC

Los carburos del tipo MC también llamado primarios debido que se forman durante el proceso de fusión y solidificación, que es generalmente ricos en Ti, Ta y Nb ya que estos son fuertes formadores de carburos que precipitan a altas temperaturas en el estado líquido. Por consiguiente, el carburo se encuentra a menudo en las regiones interdendríticas y ninguna relación de orientación con la matriz, este tipo de carburos se disuelven a temperaturas cercanas a las de fusión del material [13].

2.6.2. Carburos $M_{23}C_6$

Los carburos $M_{23}C_6$ se dan por la adición de elementos aleantes como Cr, Mo y W. Este tipo de carburos tienen un efecto significativo sobre las propiedades mecánicas de las aleaciones. Estos carburos precipitan en forma de grupos discontinuos sobre los límites de grano y son benéficos porque evitan el deslizamiento de límite de grano. Pero si forman películas continuas pueden tener efectos negativos provocando límites de grano frágiles. Sin embargo, incluso como carburo en forma de bloque se puede limitar la ductilidad de la aleación fracturando la interfaz carburo-matriz. En la mayoría de las condiciones de procesamiento tales como tratamientos térmicos, tratamientos termomecánico y solidificación, los carburos MC y $M_{23}C_6$ son los más comúnmente encontrados en estas aleaciones [1].

2.6.3. Carburos M_6C

El carburo M_6C se promueve por la adición de Mo y W, este tipo de carburo tiene efectos en las propiedades mecánicas similares a los que produce el carburo $M_{23}C_6$, excepto que son resistentes y estables a altas temperaturas los cuales no se disuelven con facilidad. El carburo M_6C precipita desde la matriz γ , su morfología es muy semejante al del carburo $M_{23}C_6$, este tipo de carburo precipita en forma de partículas discretas; los cuales se localizan a menudo en los límites de grano [13].

2.7. Fases no deseables en las súper aleaciones base níquel

Otras fases que se pueden presentar en las súper aleaciones base níquel pueden ser del tipo nitruros, carbonitruros, fases de laves, fases TCP, fases sigma σ y fases δ dichas fases aparecen en la microestructura en menor porción y tienden a ser dañinas en las propiedades mecánicas de la aleación [2].

2.7.1. Nitruros y carbonitruros

Mediante endurecimiento por precipitación, la solución sólida saturada empieza a formar fases secundarias, tales como, las fases intermetálicas llamadas, carburos, nitruros, boruros y carbonitruros.

Estas fases se llaman no deseables porque afectan las propiedades mecánicas de la súper aleación, estas se forman por no tener una atmosfera controlada durante el proceso de fundición [13].

2.7.2. Fases de laves

Este tipo de fase contiene una estructura del tipo cristalina hexagonal. En aleaciones ternarias, este tipo de fase puede tener cantidades altas de impurezas; en la Inconel 625, dicha fase contiene una variedad de composición química, que se ven reflejadas en la fabricación de la súper aleación, donde las partículas se formaron. No importa el proceso de fabricación, esta fase contiene a menudo elementos como niobio, molibdeno, silicio, fierro y cromo. [12].

2.7.3. Fases TCP

Súper aleaciones con altas cantidades de cromo, molibdeno y renio promueven la precipitación de fases intermetálicas que son ricas en estos elementos. Las fases que forman estos elementos tienen una alta y uniforme densidad de empaquetamiento de átomos, un grado no-metálico, una unión direccional y presentan estructuras cristalinas complejas. Estas fases son conocidas como TCP por sus siglas en inglés (topologically close-packed). En términos generales, las fases TCP tienen la fórmula química A_xB_y , donde A y B son metales de transición [2, 12].

2.7.4. Fases sigma (σ)

En las súper aleaciones base níquel, que tienen más de 20% de cromo, se presenta la fase Sigma (σ). Dicha fase tiene una estructura tetragonal, y nuclea en los límites de los Carburos $M_{23}C_6$ donde la estructura y la composición química tienen relación. En sistemas de aleaciones níquel-cromo, la fase puede formarse teniendo 10 wt% de molibdeno y más de 15 wt% hierro y algunos otros elementos que estabilizan esta fase el silicio y el tungsteno. La fase tiende a precipitar en los límites de grano a temperaturas de 500°C a 900°C [1, 15].

2.7.5. Fases delta (δ)

Cuando la aleación es expuesta a largos periodos de tratamiento térmico, la fase γ'' transforma a la fase δ la cual posee una estructura cristalina ortorrómbica y esta precipita a temperaturas superiores a los 700°C y por tiempos prolongados de exposición. La precipitación de la fase δ generalmente ocurre en los límites de grano seguido por el crecimiento en forma de placas delgadas extendiéndose en el interior del grano[12].

2.8. Tratamiento térmico para la aleación Inconel 625

Los tratamientos térmicos son operaciones de calentamiento a temperaturas y en condiciones determinadas, exponiendo la aleación metálica a una cierta temperatura durante un ciclo para conseguir cambios microestructurales y propiedades mecánicas más adecuadas para su empleo o transformación, especialmente la dureza, resistencia y tenacidad.

Los propósitos de los tratamientos térmicos son los siguientes [11, 20]:

- Mejorar la uniformidad estructural en piezas vaciadas, forjas y soldadas.
- Liberación de esfuerzos residuales.
- Refinación del grano en la microestructura.
- Aumentar la resistencia al desgaste y tensión.
- Aumentar la dureza.
- Mejoran la maquinabilidad.

2.8.1 Tratamiento térmico de solubilizado

Este tratamiento térmico consiste en eliminar las tensiones residuales obtenidas durante el proceso termomecánico, así como disminuir los gradientes de composición química producto de la segregación de solutos durante el proceso de solidificación. Disolver las fases precipitadas o secundarias; las cuales, se formaron durante el proceso de solidificación, consta en calentar el espécimen hasta una temperatura donde exista una región monofásica y enfriar rápidamente para mantener la fase buscada [21].

2.8.2 Tratamiento térmico de envejecimiento

La precipitación o endurecimiento por envejecimiento térmico, se define como la formación de una nueva fase como el resultado de la sobresaturación de la fase inicial, producida por un cambio de temperatura en la microestructura. El objetivo es crear en la aleación metálica tratada térmicamente, una dispersión fina y densa de partículas precipitadas en una matriz de metal. Las partículas precipitadas suelen aumentar las propiedades mecánicas de la aleación pero cuando existe un sobre-envejecimiento o niveles altos de exposición de temperatura la aleación tratada tiende a decrementar sus propiedades mecánicas [3, 19].

2.9. Ensayos destructivos

Los ensayos utilizados para conocer las propiedades mecánicas son los ensayos mecánicos o destructivos, que señalan las propiedades mecánicas de los materiales en condiciones bajo esfuerzo y deformación.

Un ensayo mecánico es aquel que inutiliza la pieza que inspecciona, pero depende del tipo de ensayo, la pieza experimentará desde una leve fisura, a una deformación permanente o incluso su rotura completa.

Las propiedades mecánicas de un material se definen como la forma en que soporta esfuerzos aplicados, incluyendo fuerzas de tensión, compresión, impacto, cíclicas (fatiga), o fuerzas a altas temperaturas (termofluencia). Las principales propiedades mecánicas son: tenacidad, dureza, cohesión, fragilidad, plasticidad, elasticidad, fatiga y resiliencia [11, 20, 21].

2.9.1. Ensayo de dureza

El ensayo Vickers o de dureza es una prueba mecánica por penetración, en el cual se usa una máquina ajustada para aplicar una carga en una área plana por medio de un penetrador con punta piramidal de diamante sobre la superficie. El ensayo mecánico consiste en hacer sobre la superficie de una probeta con superficie semipulida una huella con un penetrador en forma de pirámide recta de base cuadrada con determinado ángulo de 136° entre las caras opuestas, y medir las diagonales de la huella después de retirar la carga [11, 21].

2.9.2. Ensayo de tensión

Los ensayos de tensión brindan información sobre la resistencia y la ductilidad de los materiales que se someten a cargas de esfuerzo de tensión uniaxial. La información adquirida sirve para hacer comparación de los materiales, desarrollo de aleaciones, control de calidad y el diseño de materiales bajo ciertas circunstancias. El comportamiento uniaxial es obtenido por ensayos de tensión con probetas rectangulares o circulares sometidas a cargas monotónicas de tensión hasta que la probeta falla [22].

2.9.3. Ensayo de impacto

El ensayo de impacto o también conocido como Charpy consiste en golpear con un péndulo del tipo dinámico una muestra rectangular la cual contiene una muesca con un ángulo de 45° la cual

funciona como concentrador de esfuerzos. Este ensayo determina el comportamiento a la tenacidad del material ensayado es decir la energía absorbida por el espécimen golpeado por el péndulo mecánico la cual se expresa en unidades de Joules [23].

2.10. Ensayos no destructivos

Las pruebas mecánicas fueron creadas como respuesta a la necesidad de conocer el estado de los materiales que son sometidos a diferentes procesos de fabricación; sin embargo, las pruebas mecánicas tienen el inconveniente de ser destructivas. Los ensayos no destructivos se desarrollan de la necesidad de determinar el estado de los materiales sin causar un daño permanente en los mismos. Los ensayos no destructivos se usan principalmente para detección de defectos de fabricación como la segregación excesiva de inclusiones, agrietamiento interno, porosidad, efecto de laminación, tensiones internas, composición química deficiente, tensiones internas, entre otros. La mayoría de estos defectos están ocultos en el interior de volumen del material por lo que la mejor manera de encontrarlos es por medio de ensayos no destructivos. Los ensayos no destructivos se fundan principalmente en principios de física que se relacionan con las propiedades físicas de los materiales ensayados. Entre los ensayos no destructivos que son usados con más frecuencia se encuentra el ultrasonido lineal. En años recientes se ha hecho investigación para desarrollar otro tipo de ensayos entre ellos los ensayos ultrasónicos no lineales [7, 24].

2.10.1. Ultrasonido

La determinación de propiedades por medio de técnicas no destructivas se ha vuelto muy importante en el diseño y el posterior aseguramiento de la integridad estructural de componentes. Características mecánicas como los esfuerzos residuales, la tenacidad a la fractura, textura cristalográfica, detección y medición del tamaño de defectos son parámetros que pueden determinar si un componente es reparado y retirado de servicio. Durante el servicio, muchos componentes de maquinaria y estructuras de conducción como tuberías son expuestas a temperaturas y presión que pudieran inducir cambios microestructurales que pueden afectar su comportamiento mecánico. Los esfuerzos residuales, la precipitación de carburos y segundas fases por efecto de envejecimiento pudieran afectar las propiedades mecánicas como la tenacidad a la fractura de un material. El estudio y desarrollo de técnicas no destructivas pueden ayudar a que los diseñadores e ingenieros de mantenimiento optimicen el diseño y planes de mantenimiento

preventivo y correctivo. El método de ultrasonido como prueba no destructiva, es una prueba volumétrica, ha sido usado típicamente para la detección de discontinuidades (defectos) en componentes que han estado en servicio durante cierto tiempo. Ultrasonido es el nombre de las ondas de sonido que no pueden ser detectadas por el oído humano. Estas frecuencias están en el rango de 20,000 Hz hasta el orden de los giga-Hertz (GHz). Se ha hecho evidente que debido a su relación costo-efectividad la aplicación de los ensayos no destructivos se puede expandir a todos los aspectos de producción del material y aplicaciones. En tiempos recientes, se han incrementado los esfuerzos para desarrollar y perfeccionar técnicas no destructivas que tengan la capacidad de monitorear procesos de producción de materiales y evaluar la integridad de materiales ya sea después de la fabricación, en el transporte y/o durante el servicio [6, 9].

En general, tres ondas elásticas lineales y diferentes (llamadas ondas longitudinales, de corte y superficiales), pueden propagarse en una dirección dada de un material. En medios anisotrópicos, estas tres ondas, generalmente no son modos puros ya que cada onda normalmente tiene componentes de desplazamiento de las partículas en paralelo y perpendicular a la dirección de propagación de la onda y uno de estos componentes es usualmente mucho mayor al otro.

Las ondas longitudinales o de compresión se caracterizan porque las partículas del material vibran en la misma dirección en la que la onda ultrasónica se propaga. En este tipo de onda, la velocidad es más alta y pueden propagarse en sólidos y líquidos, son empleadas en la caracterización de materiales, en la medición de espesores y detección/evaluación de discontinuidades. Las ondas transversales o de corte se caracterizan porque las partículas del material vibran transversalmente a la dirección en que la onda ultrasónica se propaga. Estas ondas se propagan aproximadamente a la mitad de la velocidad de la onda longitudinal y no pueden propagarse en líquidos[25, 26].

2.10.2. Velocidad ultrasónica

La velocidad de fase ultrasónica es otro concepto usado en la propagación de onda y ésta fue creada para definir a la velocidad de la onda como la rapidez con la cual dos puntos sucesivos con fase constante pasan por un punto determinado. La velocidad de onda se considera constante en todas las direcciones en un material dado, y esta suposición es adecuada para la mayoría de las situaciones. Un material que tiene la misma velocidad de onda en cualquier dirección se considera que es isotrópico con respecto a la propagación de onda. Dos excepciones particulares a esta

consideración de isotropía ocurren cuando un material es sometido a esfuerzos (efecto acustoelástico) o cuando es trabajado mecánicamente (fenómeno de birrefringencia)[5, 24].

2.10.3. Atenuación ultrasónica

La atenuación ultrasónica es causada principalmente por la pérdida en la amplitud de la señal ultrasónica por la interacción de la señal ultrasónica con la microestructura del material conforme se propaga en este. En metales policristalinos, dicha pérdida se da en los límites de grano, los cuales tienen diferentes orientaciones cristalográficas y debido a esta diferencia en orientaciones cristalográficas la onda sufre reflexión/transmisión en la interface y también sufre desviación en su dirección de propagación por lo que la onda se dispersa. La medición de la atenuación debido a la dispersión y en muchos casos el tamaño de grano es un factor importante. Generalmente, el coeficiente de atenuación se describe como la suma de dos mecanismos de pérdida, uno es causado por absorción de la onda (α_a) y el otro por dispersión de la onda (α_d) y se puede representar como $\alpha = \alpha_a + \alpha_d$. El mecanismo de absorción consiste en que cuando la onda acústica llega al material este absorbe la energía acústica transformándola en calor. Esta energía es una pérdida irreversible debido a que se disipa en el medio y es despreciable en materiales policristalinos donde la atenuación por dispersión es mucho mayor[7, 9, 10, 27].

2.10.4. Potencial termoeléctrico.

La termoelectricidad es la diferencia de temperaturas que produce cambios en la distribución de electrones de un flujo de electricidad. Este principio se basa en el efecto conocido como Seebeck el cual involucra la conductividad térmica, eléctrica y la temperatura. Un termopar al cual se le aplica un voltaje entre dos uniones donde una punta es fría y la otra caliente se le conoce como termoelectricidad.

El potencial termoeléctrico es una técnica no destructiva la cual es sensible a cambios microestructurales que pueden afectar su medición. Composición química y precipitación de fases secundarias es una de las características que puede afectar el valor medido. En la **Figura 2.8** se muestra el arreglo de la punta fría y caliente para medir el potencial termoeléctrico [28] .

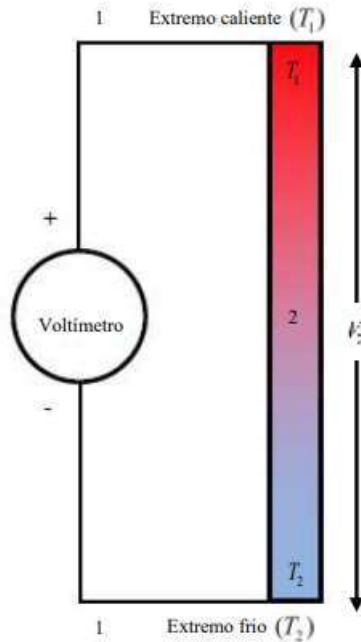


Figura 2.8 Circuito de punta fría y caliente para medir el potencial termoeléctrico [28].

2.10.5. Antecedentes teóricos de acustoelasticidad

El efecto acustoelástico se da por la interacción de ondas acústicas y deformaciones elásticas en un sólido. Este fenómeno se da cuando un material es sometido a esfuerzos por debajo del límite elástico y se refleja en cambios en la velocidad de las ondas acústicas.

La teoría de acustoelasticidad fue desarrollada en la década de 1960 por Toupin y Bernstein [8] y por Thurston and Brugger [25]. En un sólidos isotrópico, la teoría predice que la diferencia de velocidades de dos ondas transversales (c_{t1} y c_{t2}) que polarizan en dos direcciones ortogonales es proporcional a la diferencia de dos esfuerzos principales σ_1 y σ_2 . La dependencia de la velocidad ultrasónica en el esfuerzo está dada por [9].

$$c(\sigma) = c_0 + K_1\sigma + K_2\sigma^2 \quad (2.1)$$

Donde c_0 es la velocidad de onda en ausencia de esfuerzos, K_i es el i -avo coeficiente acustoelástico. Se ha encontrado que el coeficiente acustoelástico de segundo orden K_2 es sensible a daño por fatiga en uniones realizadas adhesivos [27], por esfuerzos residuales inducidos térmicamente en

compuestos [29] y a la precipitación de α' que conduce a la fragilización 475 °C en aceros inoxidables súper dúplex [9].

La teoría de deformación finita introduce tres constantes elásticas independientes conocidas como constantes elásticas de tercer orden (TOEC) por sus siglas en inglés, las cuales describen las relaciones no lineales esfuerzo-deformación en materiales isotrópicos. El comportamiento elástico no lineal se manifiesta a través de cambios de velocidad ultrasónica cuando se aplica un esfuerzo (deformación). Hughes y Kelly [30] derivaron las expresiones para determinar la velocidad de las ondas elásticas en sólidos sometidos a esfuerzos usando la teoría de deformaciones finitas de Murnaghan [31] y términos de tercer orden usando términos de energía de deformación.

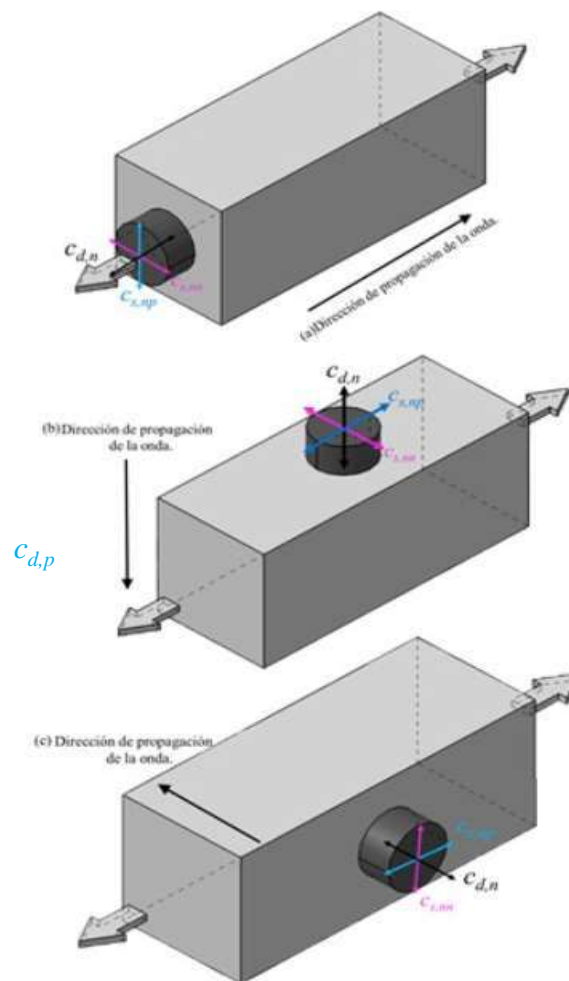


Figura 2.9 Ilustración esquemática de las velocidades de ondas y dirección de aplicación del esfuerzo en un sistema ortogonal de ejes. $c_{s,np}$ = velocidad de onda de corte con polarización normal, $c_{s,pp}$ = velocidad de onda de corte con polarización paralela, $c_{d,p}$ = velocidad de onda longitudinal con polarización paralela, $c_{d,n}$ = velocidad de onda longitudinal con polarización normal.

Diversos autores han propuesto diferentes juegos de TOEC entre las que se incluyen A , B and C usadas por Landau and Lifshitz [32]. Las cuales son combinaciones lineales de las constantes de Murnaghan [31] l , m and n . Para materiales isotrópicos existen dos constantes elásticas independientes de segundo orden y tres constantes independientes de tercer orden. En términos de las llamadas constantes de Lamé λ y μ y de los parámetros no lineales A , B and C . Por lo que sí se puede medir la velocidad de ondas ultrasónicas con diferentes polarizaciones en materiales sometidos a esos esfuerzos remotos y sin esfuerzo remoto las TOECs pueden ser calculadas. Para obtener las constantes acustoelásticas, se pueden realizar tres mediciones experimentales independientes de velocidad de ondas ultrasónicas.

Como se muestra en la **Figura 2.9**, tres tipos de onda pueden ser propagadas en un sólido ellas son onda longitudinal, y dos ondas de corte con velocidades $c_{d,n}$, $c_{s,np}$ y $c_{d,nn}$ donde los subíndices d y s indican onda longitudinal y de corte respectivamente y los subíndices indican la dirección de polarización normal y paralela con respecto a la aplicación del esfuerzo nn y np indican dependiendo de las direcciones de propagación, de polarización de las ondas y la aplicación de los esfuerzos, las velocidades de las ondas pueden ser determinadas en términos de la densidad ρ y de las constantes elásticas λ , μ , l , m y n :

$$\rho c_{d,n} = \lambda + 2\mu + \frac{\sigma}{3\lambda + 2\mu} \left[2l - \frac{2\lambda}{\mu} (m + \lambda + 2\mu) \right] \quad (2.2)$$

$$\rho c_{s,np}^2 = \mu + \frac{\sigma}{3\lambda + 2\mu} \left[m + \frac{\lambda n}{4\mu} + \lambda + 2\mu \right] \quad (2.3)$$

$$\rho c_{s,nn}^2 = \mu + \frac{\sigma}{3\lambda + 2\mu} \left[m - \frac{\lambda + \mu}{2\mu} n - 2\lambda \right] \quad (2.4)$$

Gutiérrez y colaboradores [9], invirtieron las ecuaciones anteriores para obtener las constantes elásticas de Murnaghan (l , m y n):

$$l = (3\lambda + 2\mu)(\lambda + 2\mu) K_{d,n} + 4\lambda(\lambda + \mu) K_{s,np} + 2\lambda^2 K_{s,nn} + \frac{\lambda^2}{\mu} \quad (2.5)$$

$$m = \mu \left[4(\lambda + \mu) K_{s,np} + 2\lambda K_{s,nn} - 2 \right] \quad (2.6)$$

$$n = 4\mu \left[2\mu (K_{s,np} - K_{s,nn}) - 1 \right] \quad (2.7)$$

Donde $K_{d,n}$ es la constante acustoelástica de onda longitudinal (d) propagándose en forma perpendicular (normal) al esfuerzo aplicado ver **Figura 2.9(b)**. $K_{s,np}$ y $K_{s,nn}$ son las constantes acustoelásticas para la onda de corte que se propaga como se muestra también en la **Figura 2.9(b)**, en forma perpendicular (normal) al esfuerzo aplicado con polarización paralela (p) y perpendicular (normal) (n) al esfuerzo aplicado. Si se usan las tres constantes elásticas de Landau y Lifshitz (A , B y C) junto con las constantes de Murnaghan como $l = B + C$, $m = (A + 2B)$ y $n = A$, la forma estándar de las constantes elásticas de tercer orden c_{111} , c_{112} , c_{144} y c_{166} , se pueden calcular como [9]

$$c_{111} = 2A + 6B + 2C = 2(l + 2m) \quad (2.8)$$

$$c_{112} = 2B + 2C = 2l \quad (2.9)$$

$$c_{144} = B = \frac{2m - n}{2} \quad (2.10)$$

$$c_{166} = \frac{1}{2}A + B = m \quad (2.11)$$

Las constantes elásticas de segundo orden c_{11} y c_{44} se pueden calcular mediante mediciones experimentales de velocidades de ondas longitudinal y de corte. Finalmente, el parámetro de no linealidad (β_σ) del material puede ser calculada a partir de los valores experimentales de las constantes elásticas de segundo y tercer orden mediante [26]:

$$\beta_\sigma = 3 + \frac{c_{111}}{c_{11}} \quad (2.12)$$

2.11. Estado del arte

Vani Shankar y col. [14], estudiaron como afecta en las propiedades mecánicas el exponer la aleación metálica Inconel 625 a temperaturas de 650 y 850 °C. Los autores llevaron a cabo diferentes tratamientos térmicos a las mencionadas temperaturas y distintos tiempos de envejecimiento. La aleación muestra una diferencia notable de propiedades mecánicas según el tratamiento térmico aplicado debido a que es endurecida por precipitación de la fase metaestable γ'' mostrada en la **Figura 2.10** la cual modifica las propiedades del material.

Vani Shankar y col. [14] adjudican que la fase γ'' hace que el esfuerzo de fluencia y esfuerzo último aumenten, pero también indican que la elongación del material y su tenacidad a la fractura disminuyan conforme aumentan el tiempo de envejecimiento representándolo de manera gráfica

en la **Figura 2.11**. Como se puede observar en la **Figura 2.10** se puede apreciar la morfología de la fase metaestable la cual menciona Sundararaman y col. [19] la cual tiene apariencia de pequeñas lenticulas o discos.

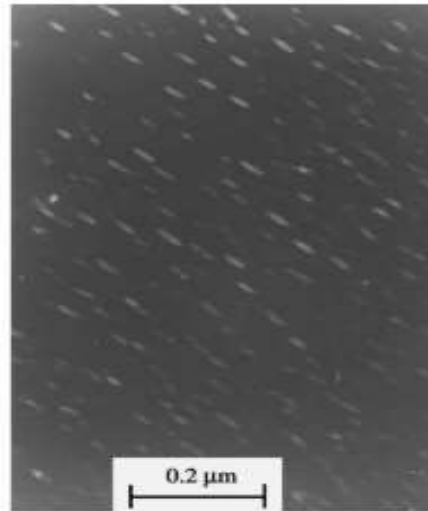


Figura 2.10 Fase metaestable γ'' precipitada en la aleación Inconel 625 [14].

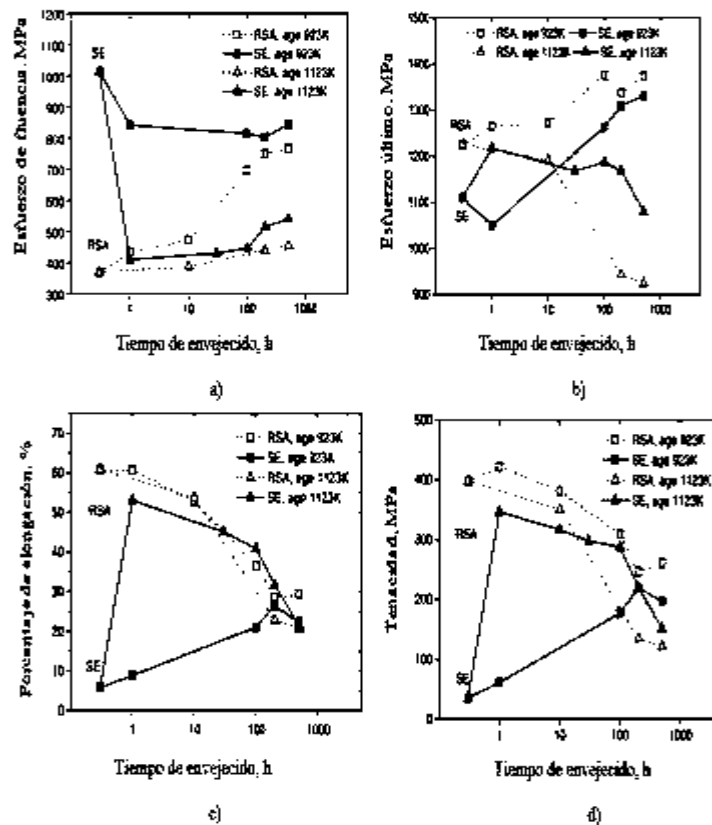


Figura 2.11 Variación de a) esfuerzo de fluencia, b) Esfuerzo último, c) Porcentaje de elongación, d) Tenacidad [14].

S. Malej y col. [33] realizaron un análisis en la evolución de la microestructura durante variados tiempos de envejecimiento, así como el cambio en la dureza en la aleación base níquel. Ellos establecen, que la aleación es endurecible por precipitación o envejecimiento, si la aleación es sometida dentro de un rango arriba de 700°C , entonces esta formará precipitados del tipo Ni_3Nb y M_{23}C_6 lo cual incrementa la dureza del material hasta 1000 h, después existirá una sobresaturación de precipitados en 2000h lo que se reflejó en una leve caída en el valor de dureza, producto del sobre envejecimiento, como se observa en la **Figura 2.12**.

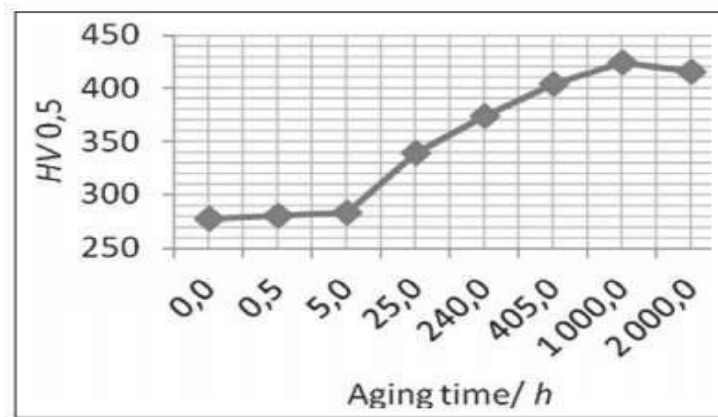


Figura 2.12 Resultados de las mediciones de microdureza con efecto del envejecimiento [33].

Pfeifer y col. [34] investigaron el daño por plasticidad en un acero para tubería X52 usando ondas superficiales no lineales, sus mediciones experimentales indican que el parámetro de no linealidad β determinado mediante ondas superficiales no lineales es sensible a los cambios microestructurales causados por deformación plástica, como se observa en la **Figura 2.13**.

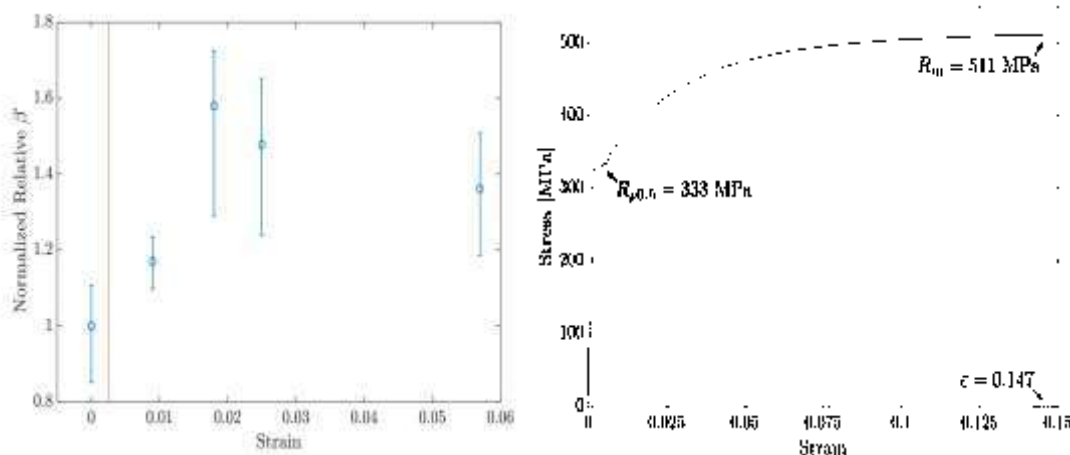


Figura 2.13 Resultados del parámetro de no linealidad β , la línea vertical representa el esfuerzo

de fluencia donde inicia la deformación plástica como se muestra en la figura de la derecha [34]. Gutierrez-Vargas y col. [9] investigaron la fragilización 475 °C de un acero inoxidable súper dúplex 2507, usando dos fenómenos no lineales diferentes, el primero fue la generación de armónicos de ondas Rayleigh, y el segundo mediante la determinación constantes acustoelásticas entre los principales resultados encontraron que la velocidad ultrasónica lineal no es sensible a los cambios microestructurales y que existe una relación entre los parámetros de no linealidad de material y el daño por fragilización 475 °C, en la **Figura 2.14** se observa esta comparativa.

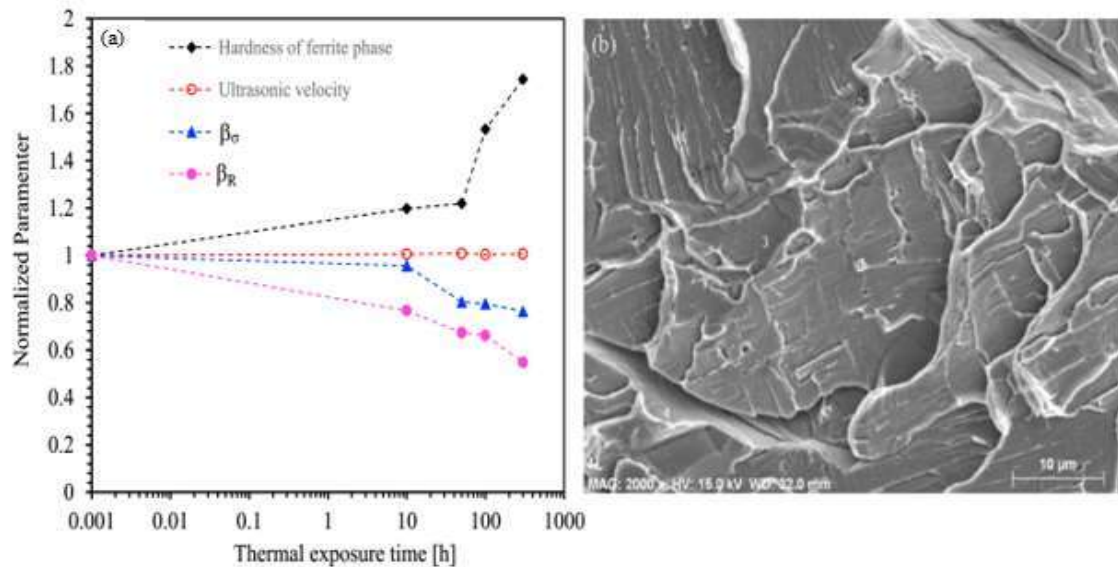


Figura 2.14 a) Cambios de la velocidad ultrasónica, la dureza de la ferrita y los parámetros ultrasónicos no lineales obtenidos mediante generación de armónicos de ondas superficiales y de acustoelástica en función del tiempo de envejecimiento b) Superficie de fractura que muestra una fractura frágil (clivaje) en un espécimen envejecimiento por 100 h [9].

T.Dai y col. [16] Investigaron como en una soldadura por proceso GMAW en un acero de baja aleación con un recubrimiento de Inconel 625 su respuesta a la dureza del revestimiento de soldadura de la aleación Inconel 625 sobre un acero de baja aleación, se evaluó en una variedad de condiciones de envejecimiento para determinar cómo cambian las propiedades del recubrimiento durante el tratamiento térmico de envejecimiento posterior a la soldadura. Se supuso que el endurecimiento comparado a la condición de soldadura inicial se produce debido a la precipitación de gamma biprima γ'' . Para confirmar esta suposición la investigación se llevó a cabo en muestras de recubrimiento de soldadura de Inconel 625 como metal de aporte en diferentes condiciones de envejecimiento, utilizando pruebas de dureza Vickers, caracterización de microestructural, análisis SEM y nanoindentación.

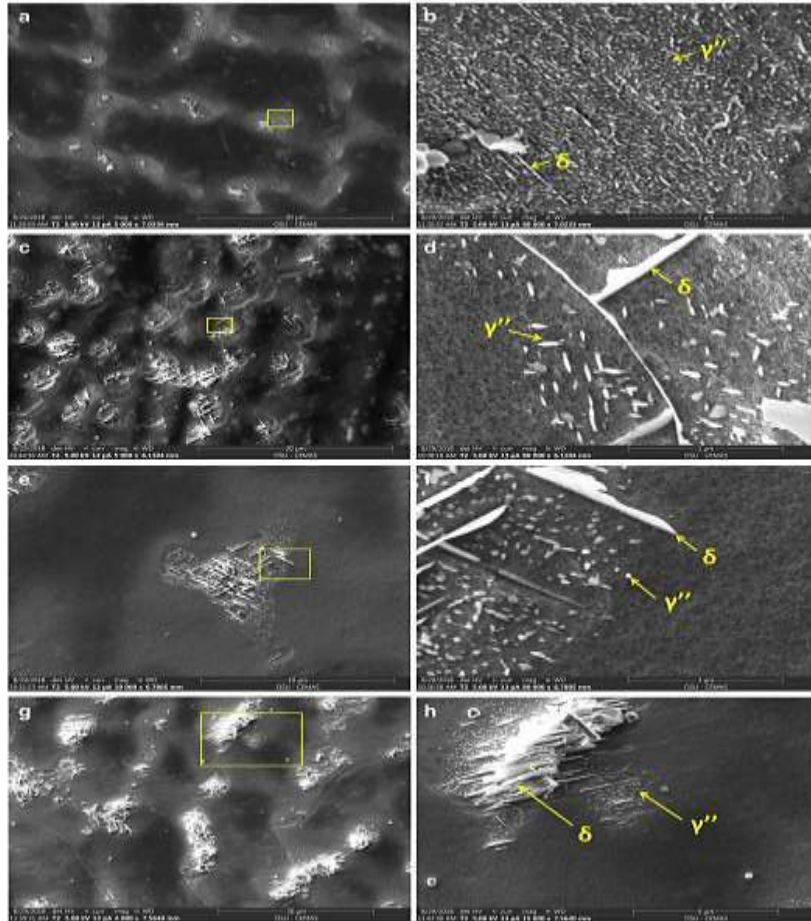


Figura 2.15 Microestructura del recubrimiento de la aleación Inconel 625 sobre la superficie de un acero de baja aleación y envejecimiento a diferentes condiciones; a) 815°C/1h, b) Magnificación en el área rectangular amarilla, c) 815°C/10h, d) Magnificación en el área rectangular amarilla, e) 871°C/1h, f) Magnificación en el área rectangular amarilla, g) 871°C/10h, h) Magnificación en el área rectangular amarilla [16].

Los valores de dureza del revestimiento de la soldadura en la aleación Inconel 625 indican un aumento inicial pero finalmente disminuyó con el aumento de la temperatura de envejecimiento. Se encontró precipitación γ'' en las regiones interdendríticas de las muestras de recubrimiento de soldadura. En la condición sobre envejecimiento, se produjo la disolución y el engrosamiento de los precipitados γ'' como se puede observar en la **Figura 2.15**. Además, se observa la transformación de la fase metaestable γ'' a la fase δ .

CAPÍTULO 3. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

A continuación, en la **Figura 3.1** se muestra la metodología experimental de forma esquemática el orden secuencial en que se llevó a cabo este proyecto de investigación.

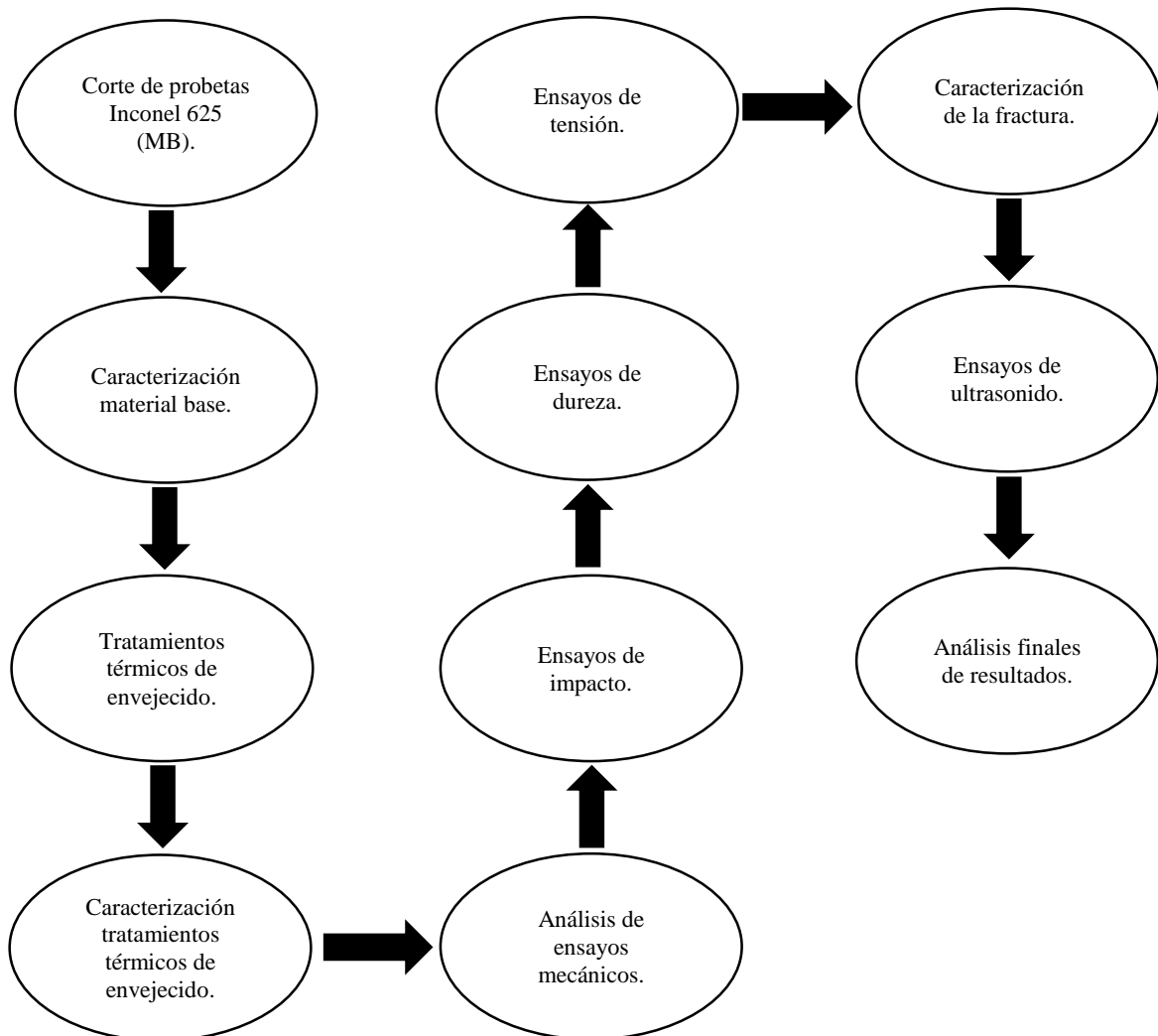


Figura 3.1 Diagrama de flujo del procedimiento experimental.

3.1. Material

En esta investigación, se utilizó una placa de 12.7 mm de espesor de una súper aleación de Inconel 625. La placa fue manufacturada por (ATI flat rolled products Washington, Pensilvania) con identificación "heat": 529912-02, laminada en caliente, recocida y decapada. La composición química reportada por el fabricante se muestra en la **Tabla 3.1**. Tres juegos de probetas fueron cortados de la placa, un juego con dimensiones $12.70 \times 10 \times 10 \text{ mm}^3$ para la caracterización metalográfica.

Tabla 3.1 Composición química de la súper aleación Inconel 625 en condición de recepción (heat: 529912-02) [% en peso].

Ni	Cr	Fe	Mo	Co	Mn	C	Si	P	S	Al	Ta	Ti	Cb	Cu
60.99	21.92	4.39	8.35	0.04	0.31	0.10	0.14	0.002	<0.001	0.11	0.010	0.18	3.43	0.07

3.2. Preparación de las muestras

Se realizó un desbaste mecánico con lijas de carburo de silicio del número 80 al número 2000 a cada una de las probetas. Se hizo un pulido manual con paño metalográfico y alúmina líquida, para tener un acabado tipo espejo. Para poder observar la microestructura en el microscopio óptico (MO) y en el microscopio electrónico de barrido (MEB) se llevó a cabo un ataque químico utilizando una solución llamada agua regia la consiste en mezclar 15mL de ácido clorhídrico y 10 mL de ácido nítrico.

3.3. Tratamientos térmicos

Los tratamientos térmicos que se aplicaron en la aleación Inconel 625 fueron los siguientes 11 tiempos 10, 50, 60, 75, 90, 105, 120, 145, 170, 216 y 503 h. Los tratamientos térmicos de envejecimiento se realizaron una temperatura de 700 °C

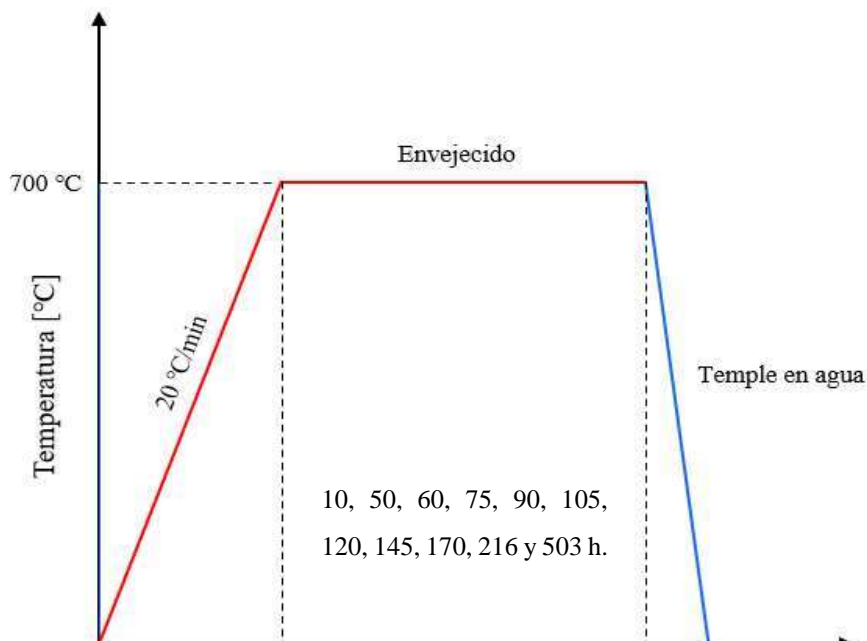


Figura 3.2 Rampa de temperaturas para los tratamientos térmicos de envejecimiento.

Se llevaron a cabo en un horno de la marca VULCAN sin protección atmosférica y un enfriamiento o temple en agua, en la **Figura 3.2** se muestra de manera esquemática como se realizó el tratamiento térmico de envejecimiento.

3.4. Ensayos de microdureza Vickers

Los ensayos de microdureza bajo la norma ASTM-E18 que se aplicaron al metal base y diferentes tiempos de envejecimiento se hicieron con un equipo marca Mitutoyo modelo HM200 con una carga de 500 gr, se realizaron 20 indentaciones por probeta con una separación de 300 μm entre indentaciones y un tiempo de carga de 15 segundos por ensayo. Los ensayos se realizaron en cada una de las probetas de caracterización metalúrgica con un acabado pulido con el fin de obtener una huella sin distorsión la cual pueda darnos información o penetraciones con error.

3.5. Ensayos de tensión

Los ensayos mecánicos de tensión se hicieron en una máquina universal del tipo servo-hidráulica marca MTS y modelo Landmark con una capacidad de hasta 100 kN mostrada en la **Figura 3.3**, además también con el fin de obtener datos más precisos de los ensayos de tensión se optó por usar un extensómetro dentro de la región central de las probetas de tensión en cada condición.

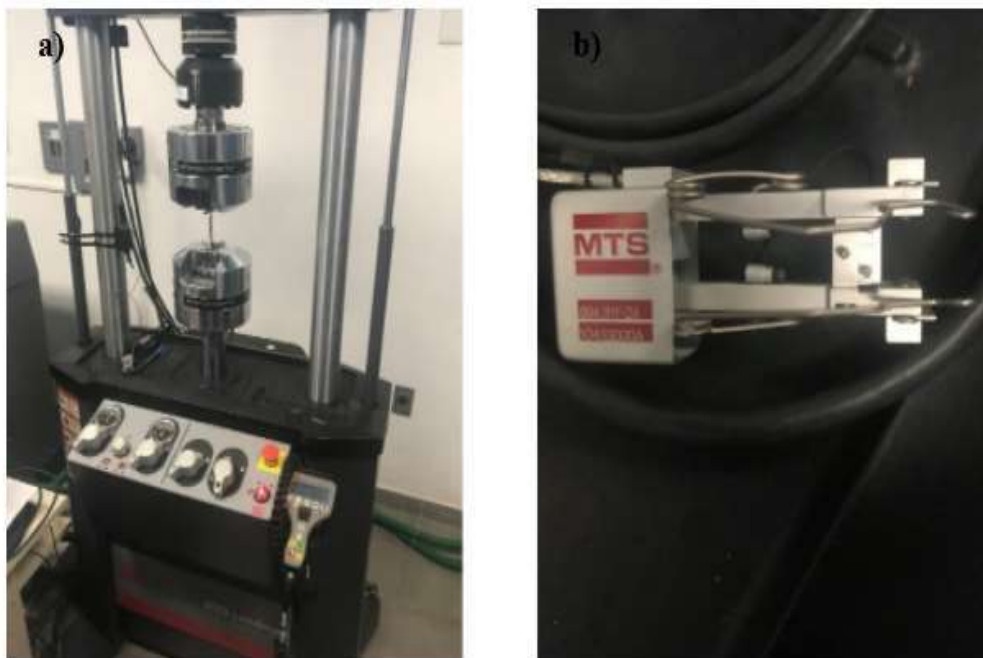


Figura 3.3 a) Máquina universal MTS modelo Landmark y b) extensómetro con capacidad de 4 mm.

Las probetas para los ensayos de tensión y mediciones de constantes acustoelásticas se fabricaron bajo la norma ASTM E8/E8M, en la **Figura 3.4** se muestran las dimensiones de las probetas que se fabricaron con este propósito. Con el fin de obtener resultados más precisos se optó por dejar las probetas de tensión con un acabado semipulido con el fin de eliminar todos los concentradores de esfuerzos que pudieran afectar los resultados de los ensayos mecánicos.

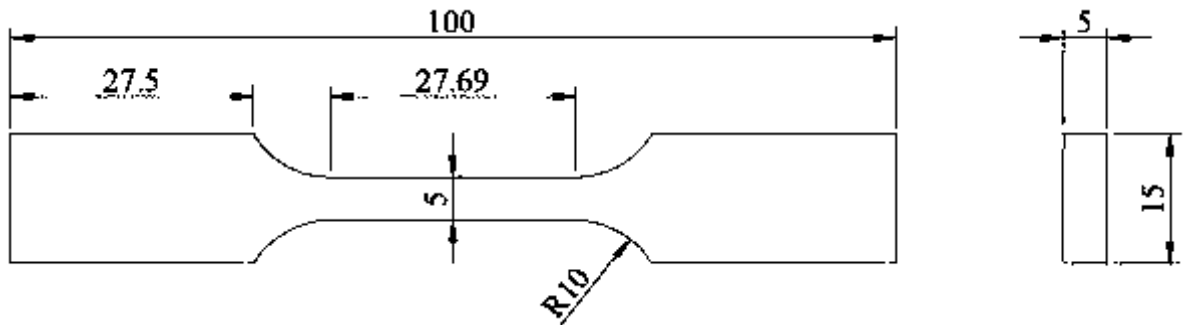


Figura 3.4 Probeta de tensión bajo la norma ASTM E8/E8M. Nota: cotas en mm.

3.6. Ensayo de impacto

Los ensayos de impacto fueron realizados en el posgrado de Ingeniería Mecánica (UMSNH) con un péndulo de la marca INSTRON. Los especímenes usados en esta prueba fueron hechos bajo la norma ASTM E23, en total se fabricaron un total de 10 especímenes con el fin de hacer 2 pruebas por cada condición de tratamiento térmico de envejecimiento.

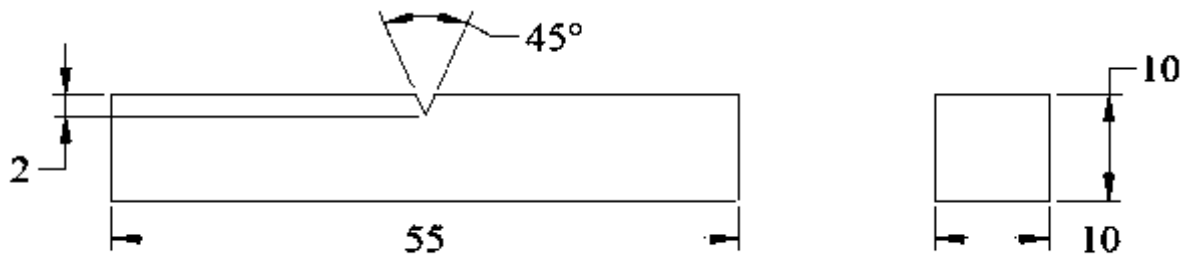


Figura 3.5 Probeta de tensión bajo la norma ASTM E23. Nota: cotas en mm.

3.7. Difracción de rayos X

Para determinar la evolución y monitorear las fases obtenidas durante los tratamientos térmicos de envejecimiento se utilizó la técnica de difracción de rayos X con un equipo de la marca BRUKER

el modelo D8 ADVANCE con un arreglo del tipo Bragg-Brenthano, acondicionado con un filtro de Níquel, tubo de rayos X de ánodo giratorio, detectos del tipo LynxEye y con las tarjetas más actualizadas de la base de datos de BRUKER. La corrida que se obtuvo fue con un incremento de 0.02° y un barrido de 30 a 100° . La interpretación de los diagramas obtenidos se hizo mediante el software MAUD.

3.8. Determinación de las constantes acustoelásticas

Previo a las mediciones, las superficies de los diferentes especímenes del tipo *dog bone* envejecimientos térmicamente fueron preparadas usando lijas de carburo de silicio hasta el número 1200. Las mediciones de acusto-elasticidad se realizaron usando un arreglo experimental como el mostrado en forma esquemática en la **Figura 3.6**, donde un pulsador/receptor marca Panametrics modelo 5073PR se usa para mandar pulsos eléctricos a transductores de ondas longitudinales y de corte, los transductores tendrán un diámetro de 6.36 mm y una frecuencia ultrasónica de 5 MHz.

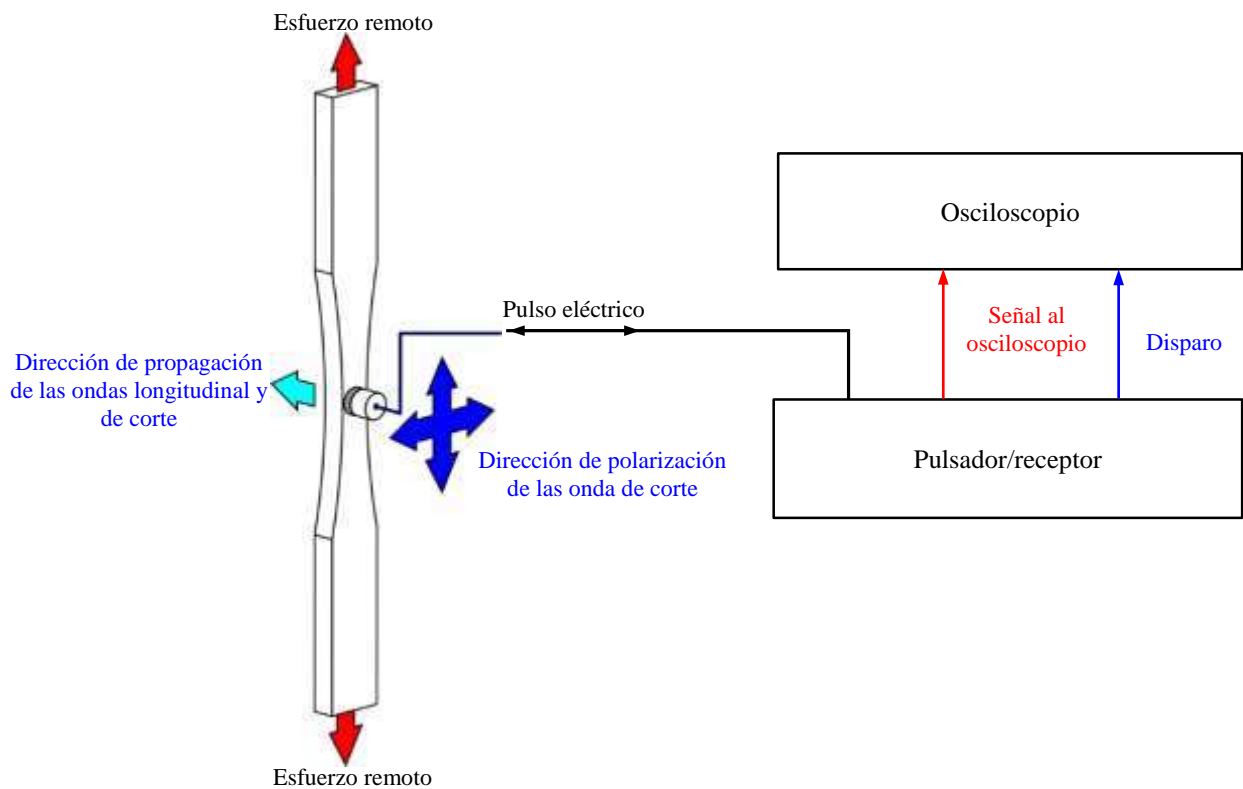


Figura 3.6 Diagrama esquemático de la medición de constantes acustoelásticas [Figura obtenida de los apuntes de la materia de Ultrasonido del Dr. Alberto Ruiz Marines.

De estas mediciones se establecieron las constantes acusto-elásticas a partir de mediciones de birrefringencia de ondas de corte y de velocidad de ondas longitudinales. Como se muestra en la Figura 3.6 se usaron la configuración de la Figura 2.8b), las velocidades dependientes de la velocidad fueron medidas mientras los especímenes están en tensión uniaxial de tal forma que las ondas de corte y longitudinales propagan en la dirección perpendicular al esfuerzo aplicado. También en la Figura 3.7, se observa que las ondas de corte polarizan en la dirección paralela y perpendicular a la dirección del esfuerzo aplicado. Para las mediciones de velocidad, se usaron variar los niveles de esfuerzos en las probetas entre 0 y 30 kN en intervalos de 2 kN. La señal ultrasónica fue procesada mediante un osciloscopio de alta definición marca Lecroy® modelo HDO 4034 que muestrea a 2.5 gigamuestras/s, lo que permitió medir los cambios en el tiempo entre la condición de carga y no carga. Los cambios relativos de la velocidad en función del esfuerzo aplicado fueron graficados una vez que se hizo la corrección para el efecto de Poisson. Las constantes acusto-elásticas (K_1) de la ecuación (2.1) a partir de regresiones lineales de los datos experimentales de cada modo de onda.

3.9 Medición de potencial termoeléctrico

Se realizaron 30 mediciones de potencial termoeléctrico para cada una de las condiciones de envejecimiento partiendo del metal base hasta la condición con 503 h de exposición térmica, para determinar el cambio en esta técnica no destructiva

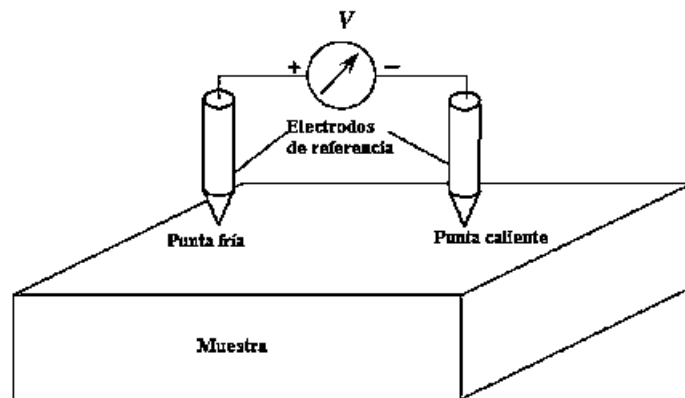


Figura 3.7 Esquema representativo de potencial termoeléctrico [28].

. Se llevó a cabo en un potencial termoeléctrico de la marca Walker Scientific, Inc. ATS-6044T, dicho equipo tiene la configuración de la punta caliente y punta fría los cuales son de metales diferentes. El funcionamiento para realizar una correcta medición es tocar primero la punta fría

enseguida de la caliente y sostenerlas por un periodo de 5 segundos hasta que un monitor LCD despliega un valor en microvolts. Las mediciones son corroboradas por un patrón de calibración de metales con valor ya conocido de potencial termoeléctrico tales como Cromel, Ti-6Al-4V, Alumen y Cobre. En la **Figura 3.8** se muestra el arreglo con el que se llevó esta experimentación.

CAPÍTULO 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1. Caracterización microestructural

En esta investigación científica se realizó la caracterización metalográfica de la súper aleación base níquel Inconel 625 de las probetas en condiciones de recibido (MB) y en las 11 condiciones de envejecimiento a distintos aumentos con el fin de observar los cambios microestructurales que ocurren en cada condición de envejecimiento.

4.1.1. Microscopia Óptica

4.1.2. Metal Base

En la **Figura 4.1** se muestra la microestructura a detalle de la aleación Inconel 625 obtenida mediante microscopia óptica en las condiciones tal como se recibió del fabricante, donde se puede observar una matriz austenítica de granos equiaxiales.

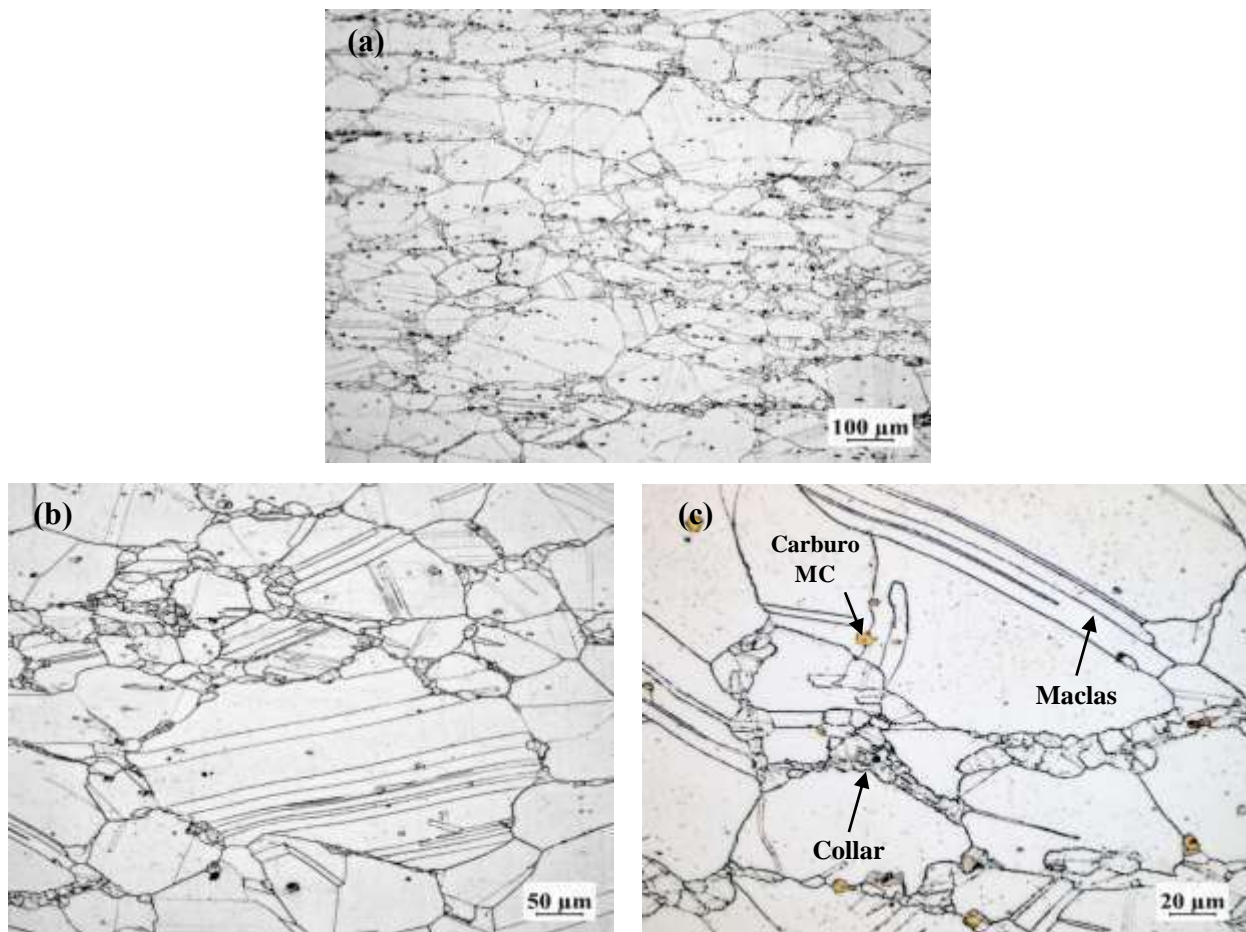


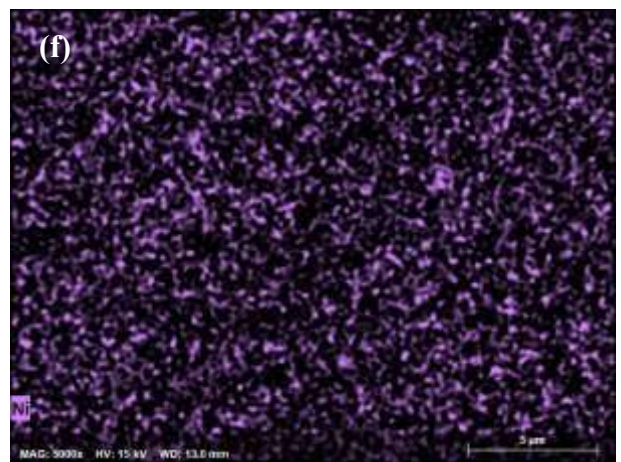
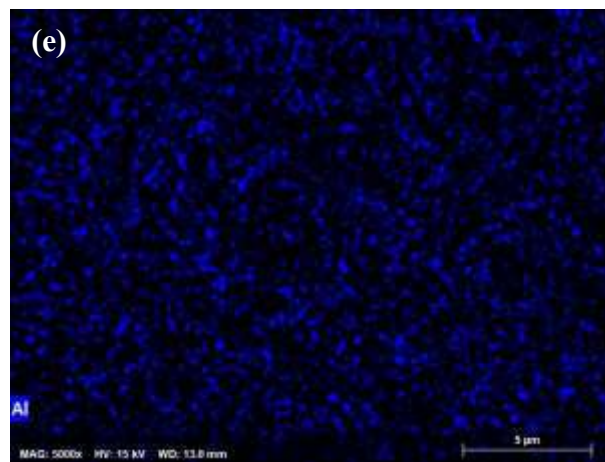
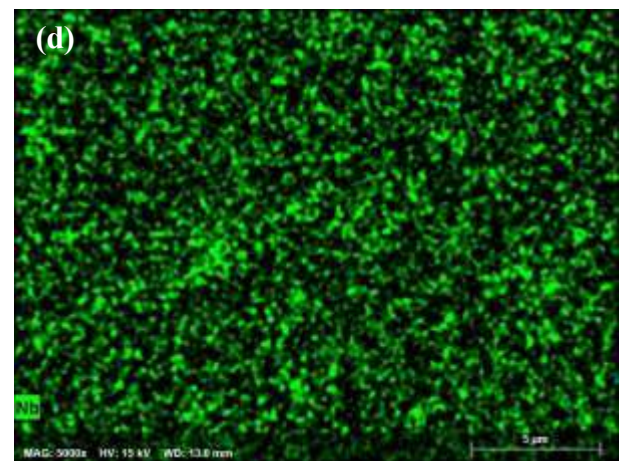
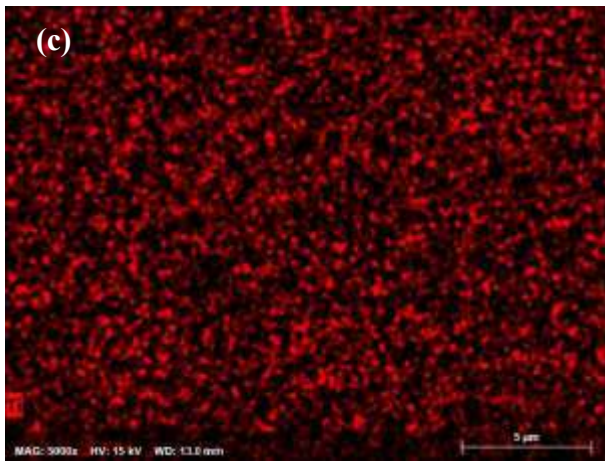
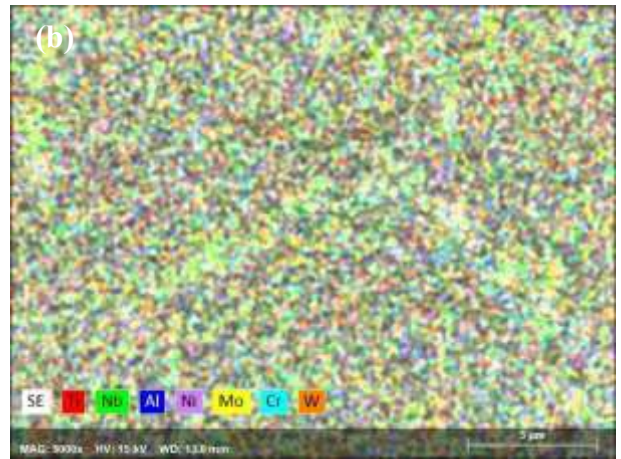
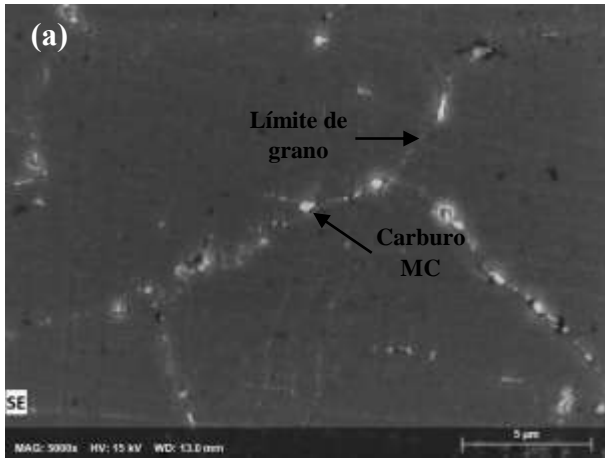
Figura 4.1 Metalografía Inconel 625 en condición de recibido a)50x, b)100x y c)200x.

También se pueden ver granos recristalizados en los límites de grano, este fenómeno se le conoce como collar y es debido a la recristalización dinámica que ocurrió en la aleación durante el proceso de laminación en caliente esto debido a que no existió un control adecuado de la temperatura al momento de pasar la aleación entre los rodillos del proceso termomecánico lo cual con llevo a tener este fenómeno conocido en el área de la metalurgia como collar, diversos autores [12, 18] mencionan que a este fenómeno se le puede denominar un defecto de fabricación debido a que en el área de granos recristalizados no se tendrá las mismas propiedades mecánicas que en los granos equiaxiados, es decir no será homogénea la microestructura. También se pueden observar maclas las cuales pueden provenir del mismo proceso termomecánico, así como del tratamiento térmico de recocido al cual fue sometido la aleación después de ser laminada. La presencia de carburos primarios también es notoria en la aleación los cuales son señalados y tienen una morfología como se observa en la Figura 2.4 los cuales se producen en el proceso de fusión y solidificación debido a la afinidad del carbono con elementos químicos tales como; niobio y titanio principalmente. En la Figura 4.1 (b) Se puede apreciar también con más detalle que los carburos primarios tienen un acomodo lineal este arreglo se debe a que como se menciona en el historial de la aleación fue tratada en laminación en caliente. La presencia de carburos le atribuye a la aleación mejoras en las propiedades mecánicas principalmente mayor dureza y resistencia al desgaste mecánico que puede ser útil y aprovechado para diversas aplicaciones industriales en las cuales sean requeridas estas necesidades.

4.2. Microscopia electrónica de barrido

4.2.1. Metal base

Las micrografías obtenidas mediante el uso de microscopia electrónica de barrido para la condición metal base se hizo con el fin de obtener más detalle de las condiciones que se aprecian en la **Figura 4.1** y obtener mapeos de composición química con el fin de conocer cuáles son los elementos principales que están sobre la aleación en la **Figura 4.2 (a-h)** se muestra el mapeo obtenido en el microscopio electrónico de barrido.



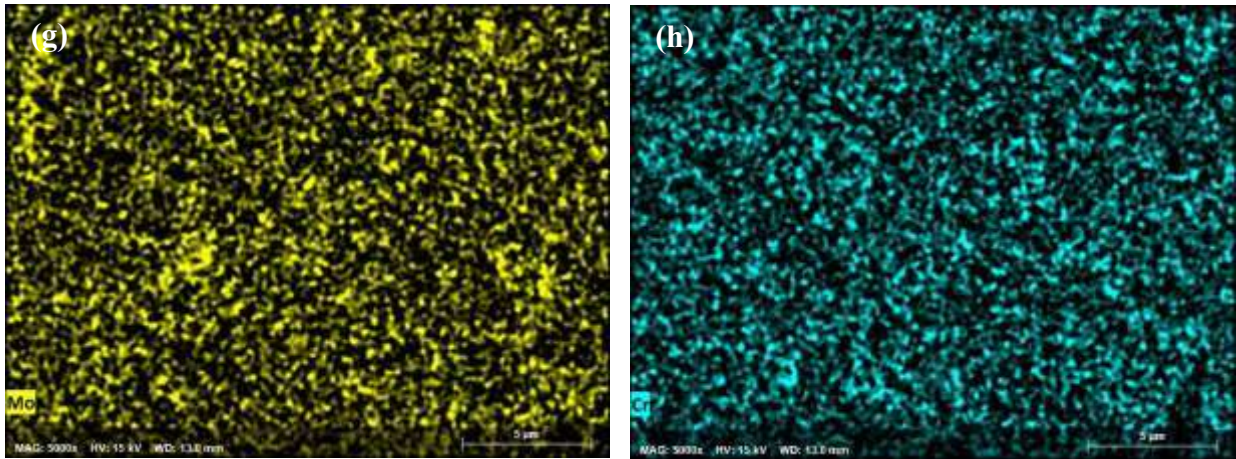


Figura 4.2 Mapeo de composición química de la aleación Inconel 625.

Como se puede observar en la **Figura 4.2 (d)** los carburos primarios que tiene la aleación formados durante su proceso de fabricación tienen una composición química principalmente de niobio y una morfología como se aprecia en la **Figura 2.4** lo que es respaldado por lo que dicen algunos autores [4, 14, 15, 33]. Además, se puede comprobar que los elementos aleantes que son reportados en la **Tabla 3.1** existen dentro de la matriz austenítica del metal.

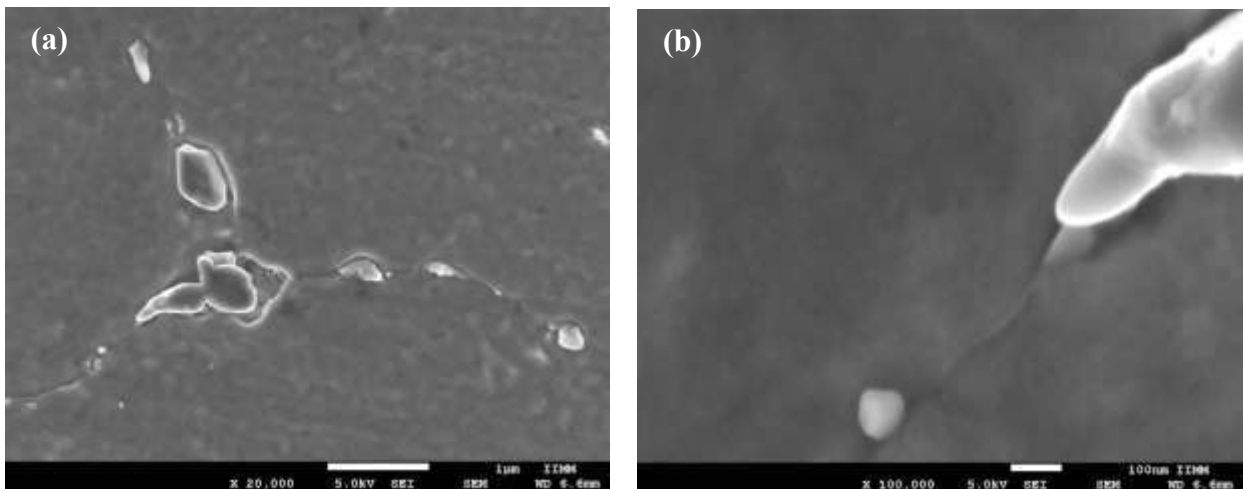


Figura 4.3 Microscopia electrónica de barrido aleación Inconel 625 metal base.

También con el fin de corroborar que no existieran más fases presentes de las ya mencionadas se tomaron distintas macrografías a mayor magnificación con el fin de revisar y monitorear alguna fase indeseable hecha durante el proceso de fabricación y como se puede observar en la **Figura 4.3** solo se encontró lo ya mencionado anteriormente su fase austenítica, maclas de recocido y laminado en caliente, así como los carburos primarios.

4.2.2. Tratamiento térmico con 10 horas de envejecimiento

La **Figura 4.4** muestra la microestructura de la aleación Inconel 625 ya tratada térmicamente por 10 horas donde comienza la precipitación de la fase metaestable γ'' y carburos del tipo $M_{23}C_6$ tal como se predice en el diagrama TTP de la Figura 2.5. Se pueden apreciar dentro de los granos como la fase γ'' empieza a crecer de tamaño nanométrico, estos precipitados tienen a crecer en el plano y dirección de mayor compactación de la austenita [111] por lo que se observa un crecimiento y textura a un ángulo de 45° muy similar como se observa en la **Figura 2.7** al igual como lo reportan T.Dai y col. [16] lo reportan en sus imágenes de microscopía electrónica de barrido.

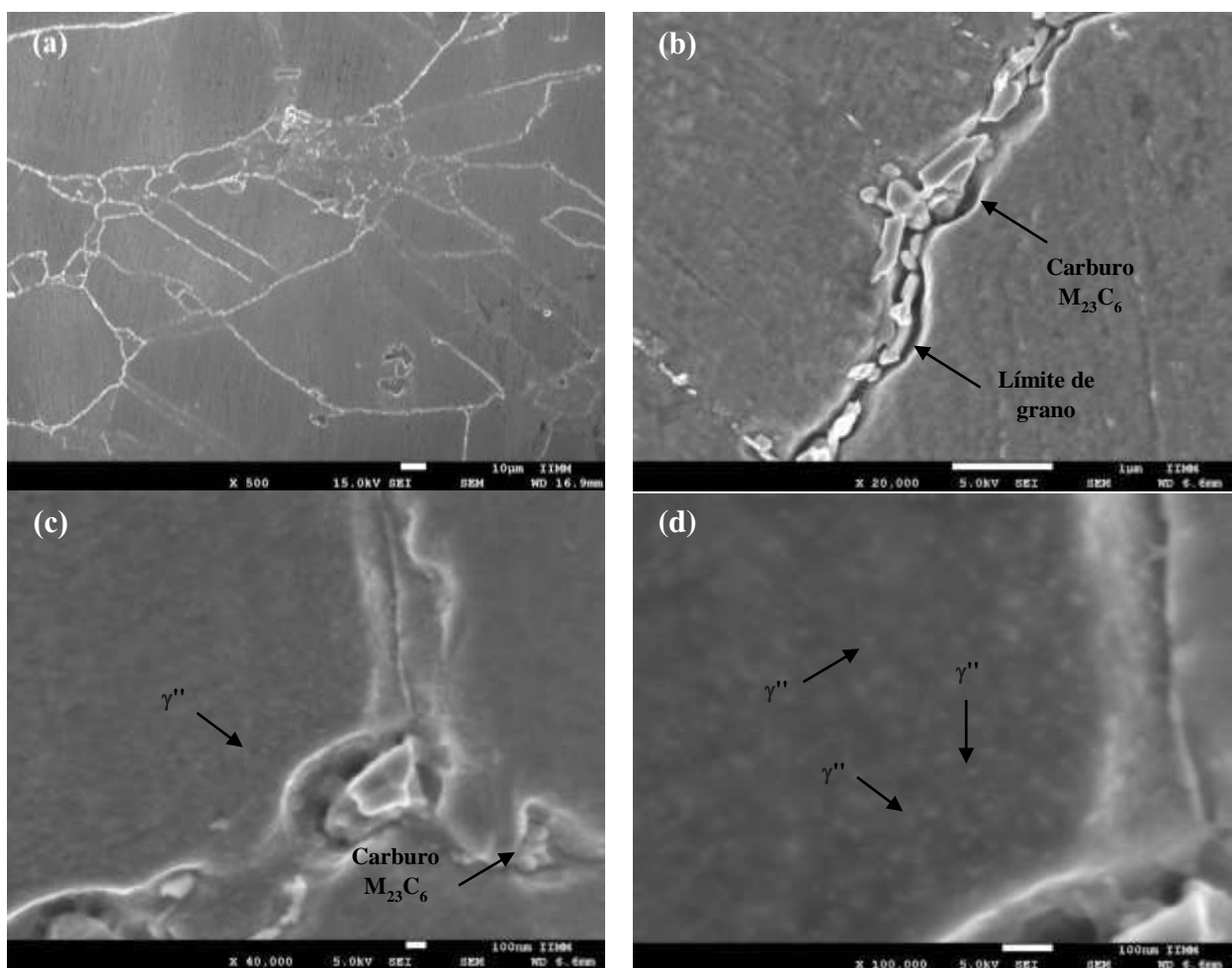


Figura 4.4 Microestructura de la aleación Inconel 625 con un tratamiento térmico envejecimiento de 10 h a) 500x, b) 20,000x, c) 40,000x y d) 100,000x.

También se pueden observar los carburos secundarios los cuales crecen dentro de los límites de granos los cuales tienen una composición química diferente a los primarios como se puede observar en la **Figura 4.5** donde se realizó un mapeo de composición química y se obtuvieron resultados tal

como se menciona en la literatura cromo, molibdeno y tungsteno son los elementos principales de este tipo de carburos secundarios precipitados en los límites de grano.

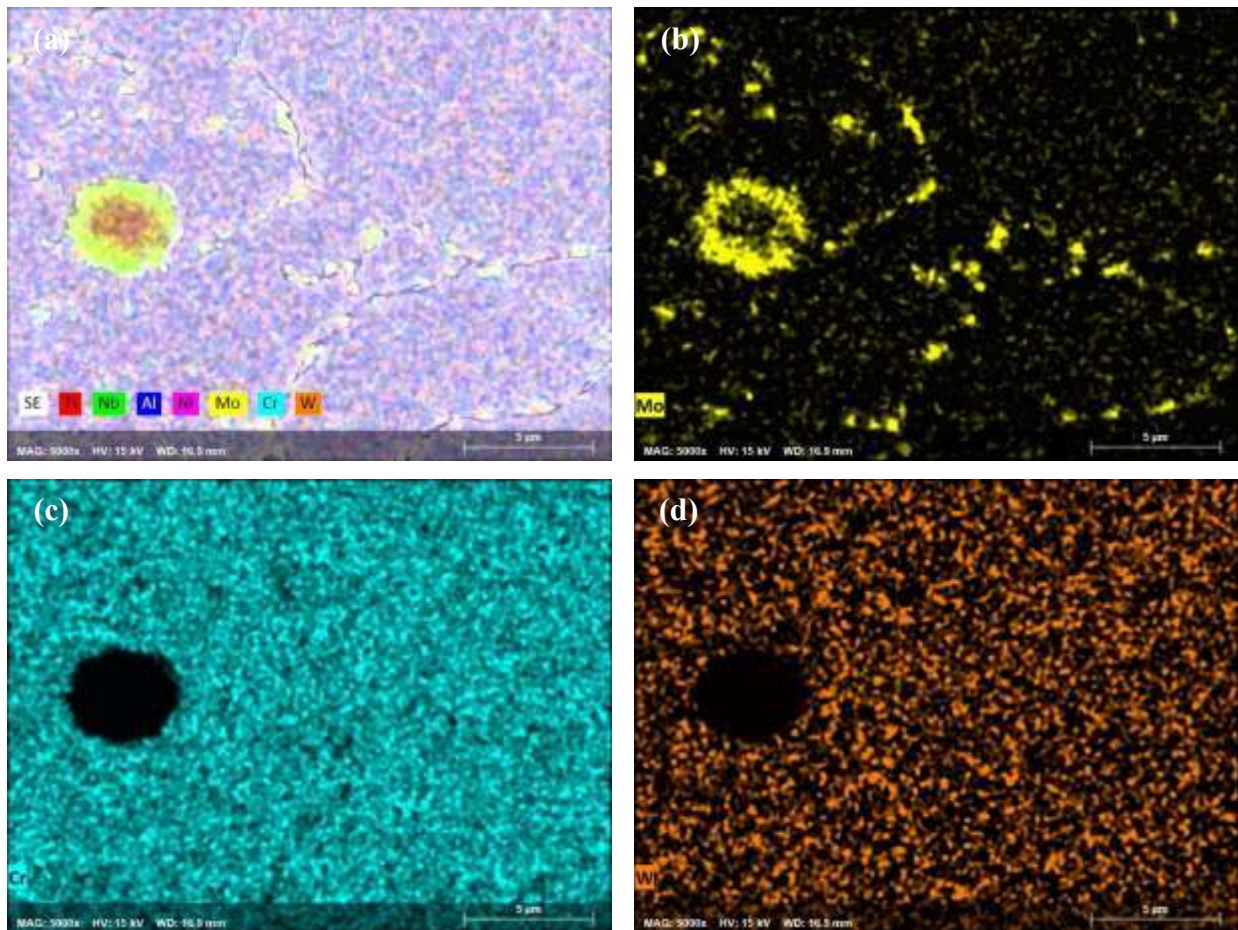


Figura 4.5 Mapeo de la composición química de la condición envejecida 10 h.

4.2.3. Tratamiento térmico con 50 horas de envejecimiento

Al aumentar el tiempo de exposición de la aleación Inconel 625 comienza un engrosamiento de los precipitados intermetálicos correspondientes a la fase metaestable γ'' así como también a la precipitación de más carburos secundarios del tipo $M_{23}C_6$ en la **Figura 4.6** se puede apreciar que a comparación de la **Figura 4.5** estos precipitados comienzan a crecer así como hay mayor presencia de carburos secundarios, además se muestra una mayor distribución dentro de los granos de la fase precipitada, además se puede apreciar una forma lenticular o de discos más desarrollada como algunos autores lo mencionan acerca de la morfología [17].

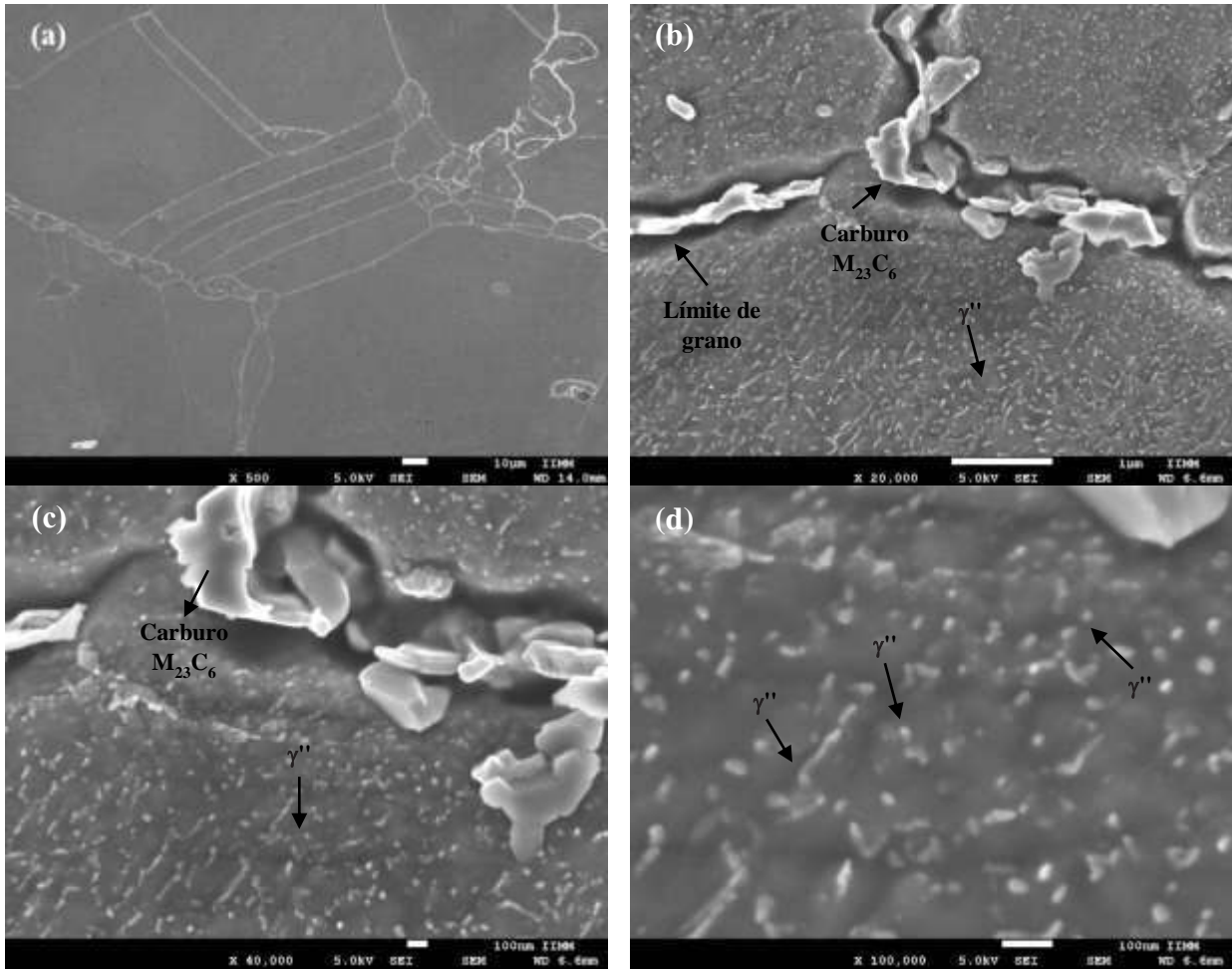


Figura 4.6 Microestructura de la aleación Inconel 625 con un tratamiento térmico envejecimiento de 50 h.

También se realizó un mapeo de composición química con el fin de obtener sus elementos químicos en estas condiciones de envejecimiento térmico y ver y apreciar los cambios que pudieron suceder en el tratamiento térmico de 10 h y 50 h, en la **Figura 4.7** se muestra los mapeos.

4.3.4. Tratamiento térmico con 90 horas de envejecimiento

En las condiciones de tratamiento térmico de 90 horas fue en la que se obtuvo mejores propiedades mecánicas en el apartado de la dureza es por eso que en la **Figura 4.8** se muestran los precipitados de manera bien distribuida dentro de los granos austeníticos los cuales son incoherentes respecto a la matriz es decir tienen una estructura cristalina diferente a la austenita la cual es tetragonal lo que causa distorsión dentro de la estructura cristalina FCC por lo que esta condición es la que más esfuerzos residuales provoca dentro de la matriz.

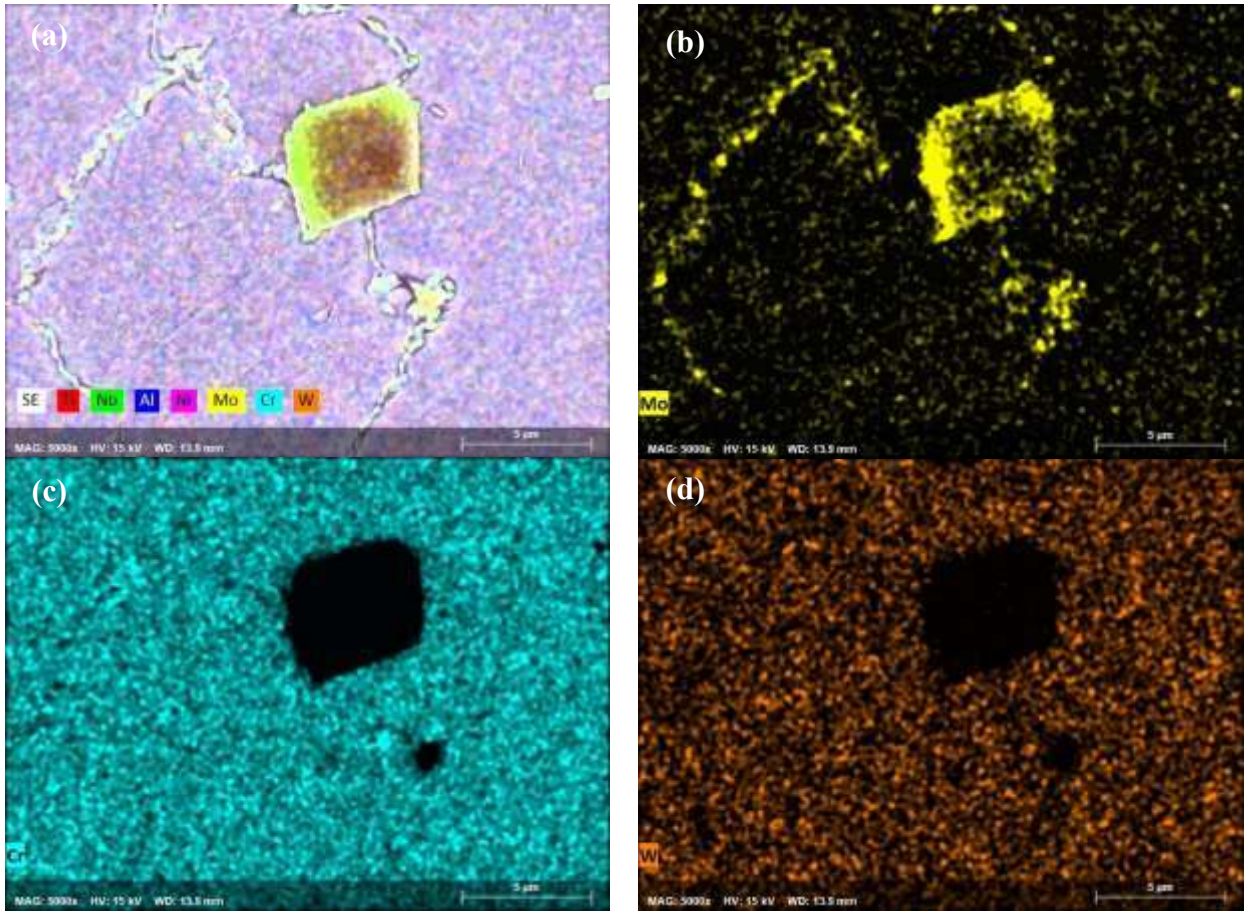
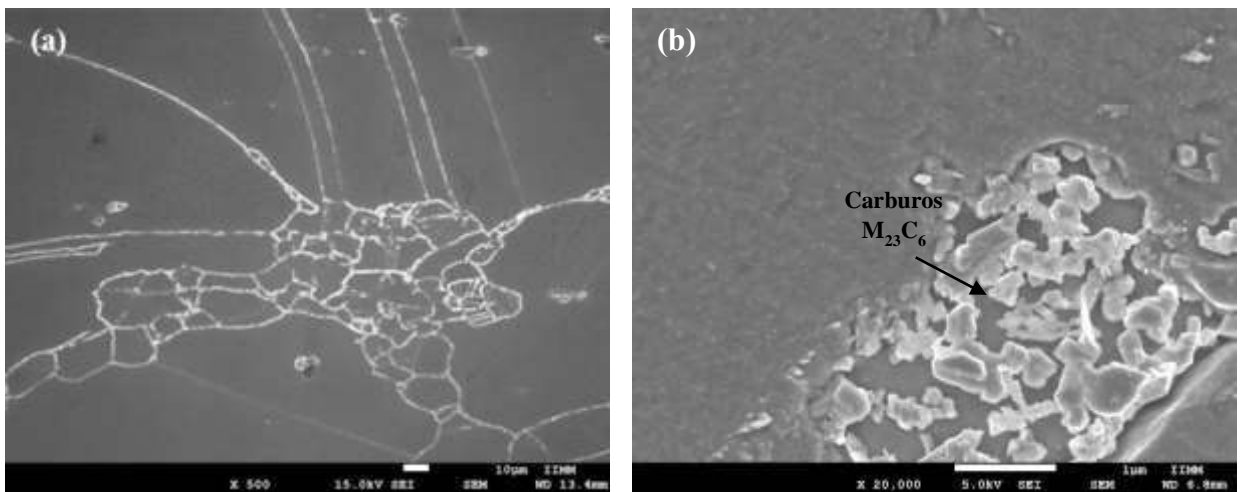


Figura 4.7 Mapeo de la composición química de la condición envejecida 50 h.



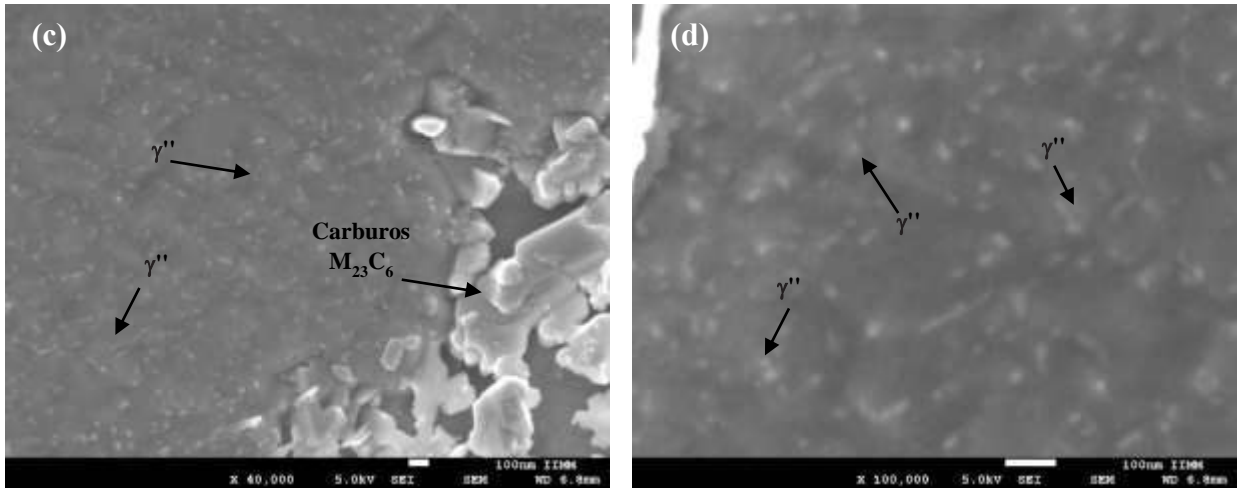


Figura 4.8 Microestructura de la aleación Inconel 625 con un tratamiento térmico envejecimiento de 90 h.

En la **Figura 4.9** se muestran los mapeos de composición química de la muestra tratada térmicamente por 90 horas de envejecimiento.

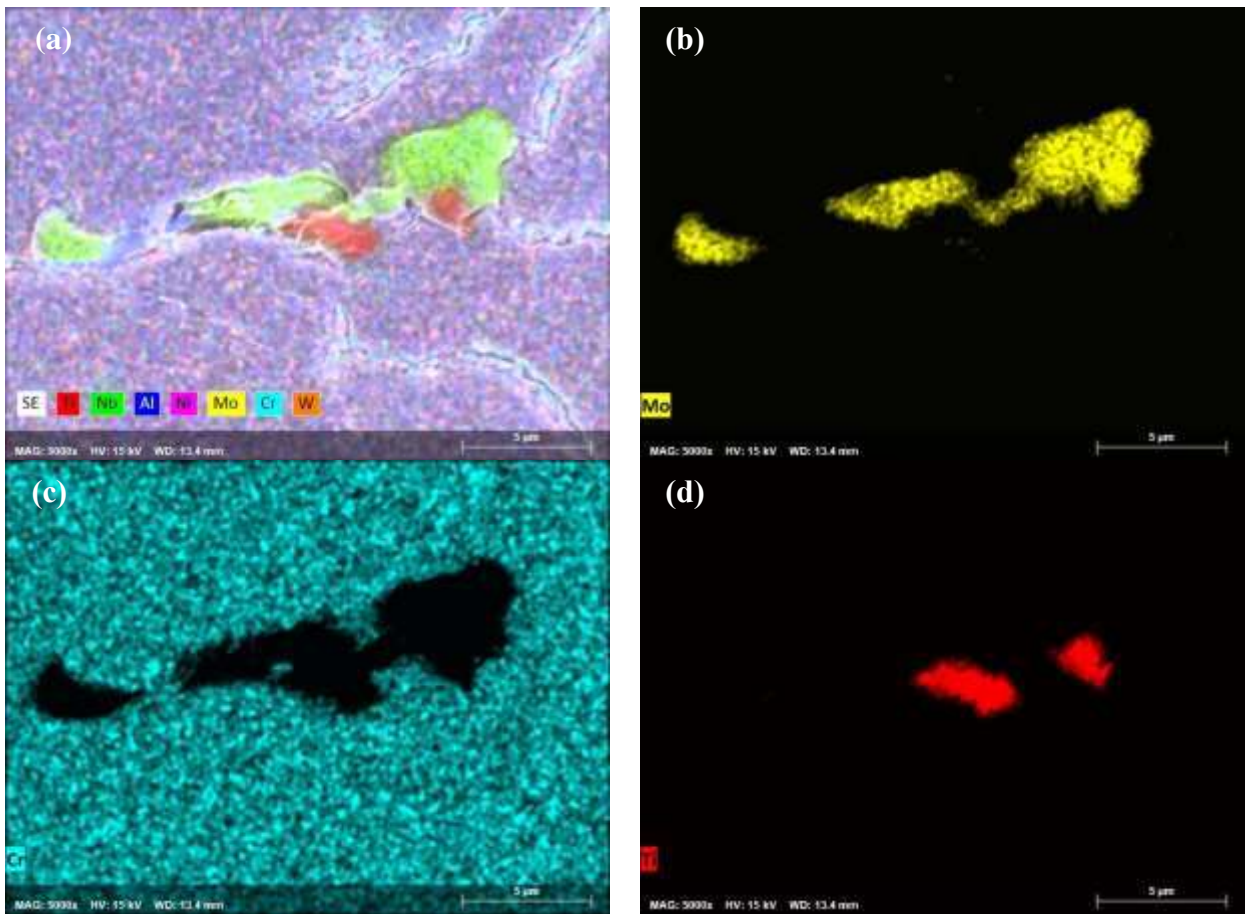


Figura 4.9 Mapeo de la composición química de la condición envejecida 90 h.

4.2.5. Tratamiento térmico con 216 horas de envejecimiento

En la **Figura 4.10** se muestra la condición de 216 horas donde se observa la misma precipitación de carburos del tipo $M_{23}C_6$ y la fase metaestable γ'' con un engrosamiento mayor a las horas anteriores de envejecimiento térmico.

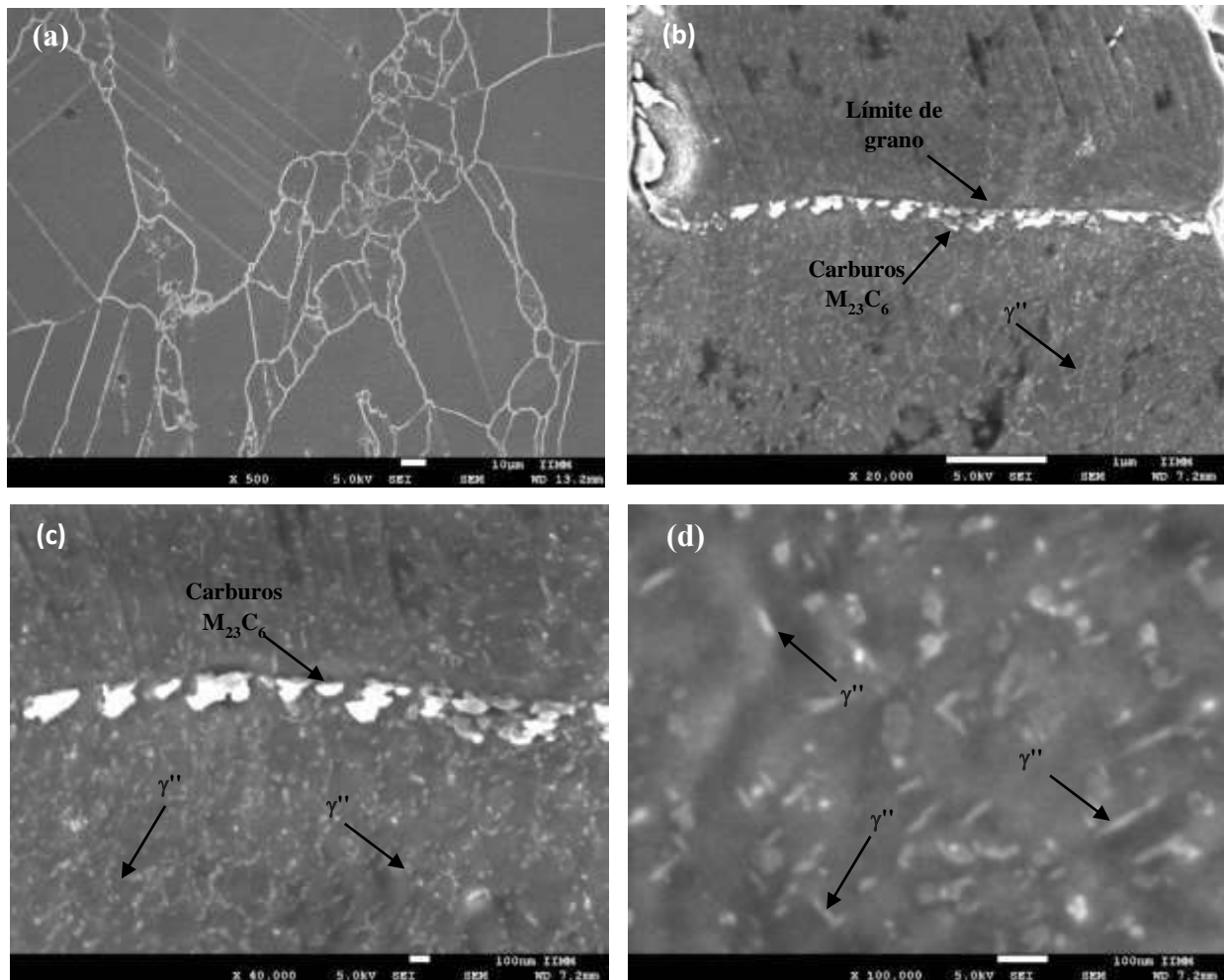


Figura 4.10 Microestructura de la aleación Inconel 625 con un tratamiento térmico envejecimiento de 216 h.

En la **Figura 4.11** siguiente se muestra el mapeo de composición química condición 216 h.

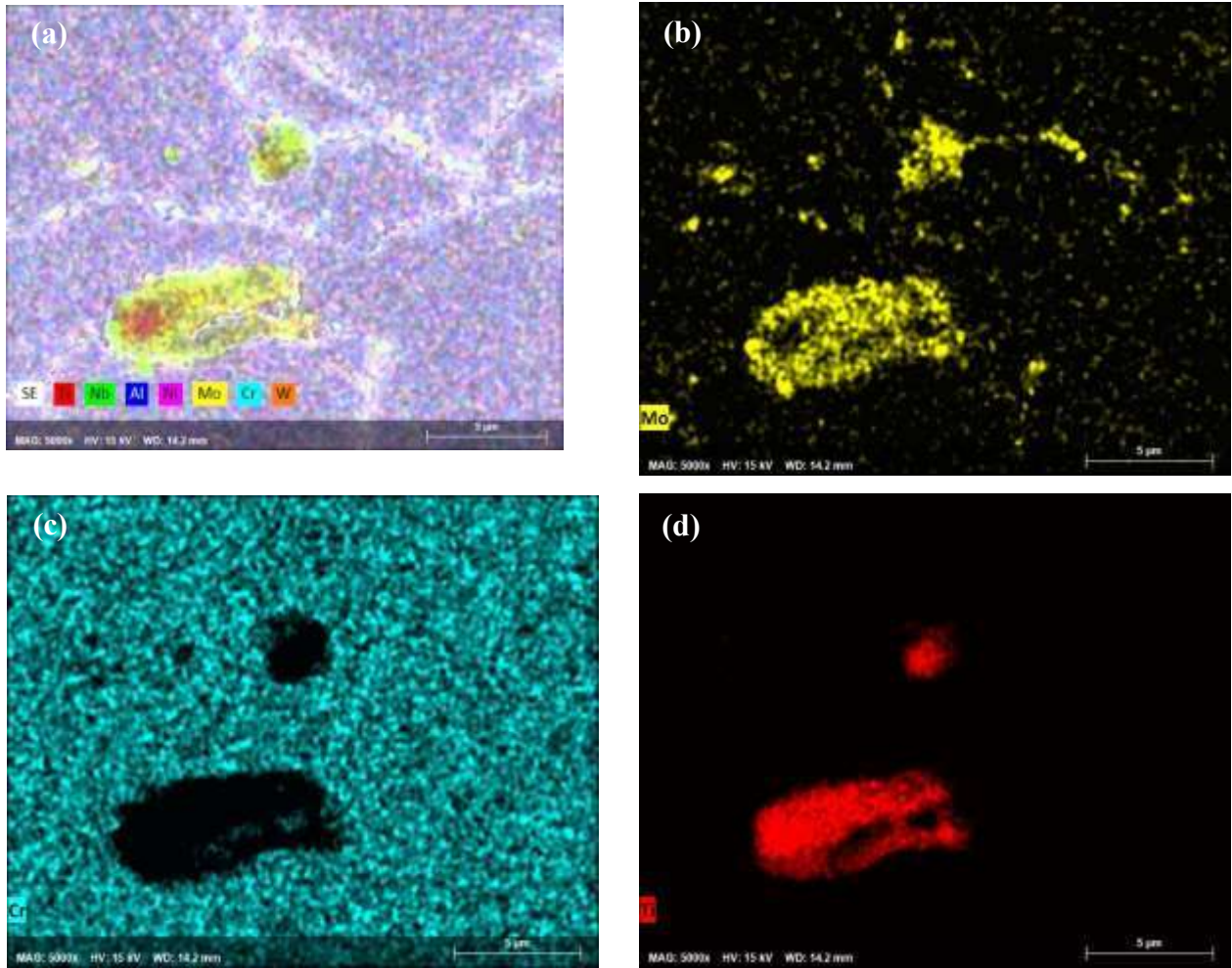


Figura 4.11 Mapeo de la composición química de la condición envejecida 216 h.

4.2.6. Tratamiento térmico con 503 horas de envejecimiento

En la **Figura 4.12** se observa la condición de 503 horas de envejecimiento térmico a 700 °C donde ya existe el sobre envejecimiento es decir los precipitados comienzan a salir de la matriz austenítica y por lo cual los esfuerzos residuales que provoca en la condición de más valor de dureza comienzan a disminuir debido a que la estructura FCC comienza a aliviar la compresión y tensión obtenida en los previos tratamientos térmicos.

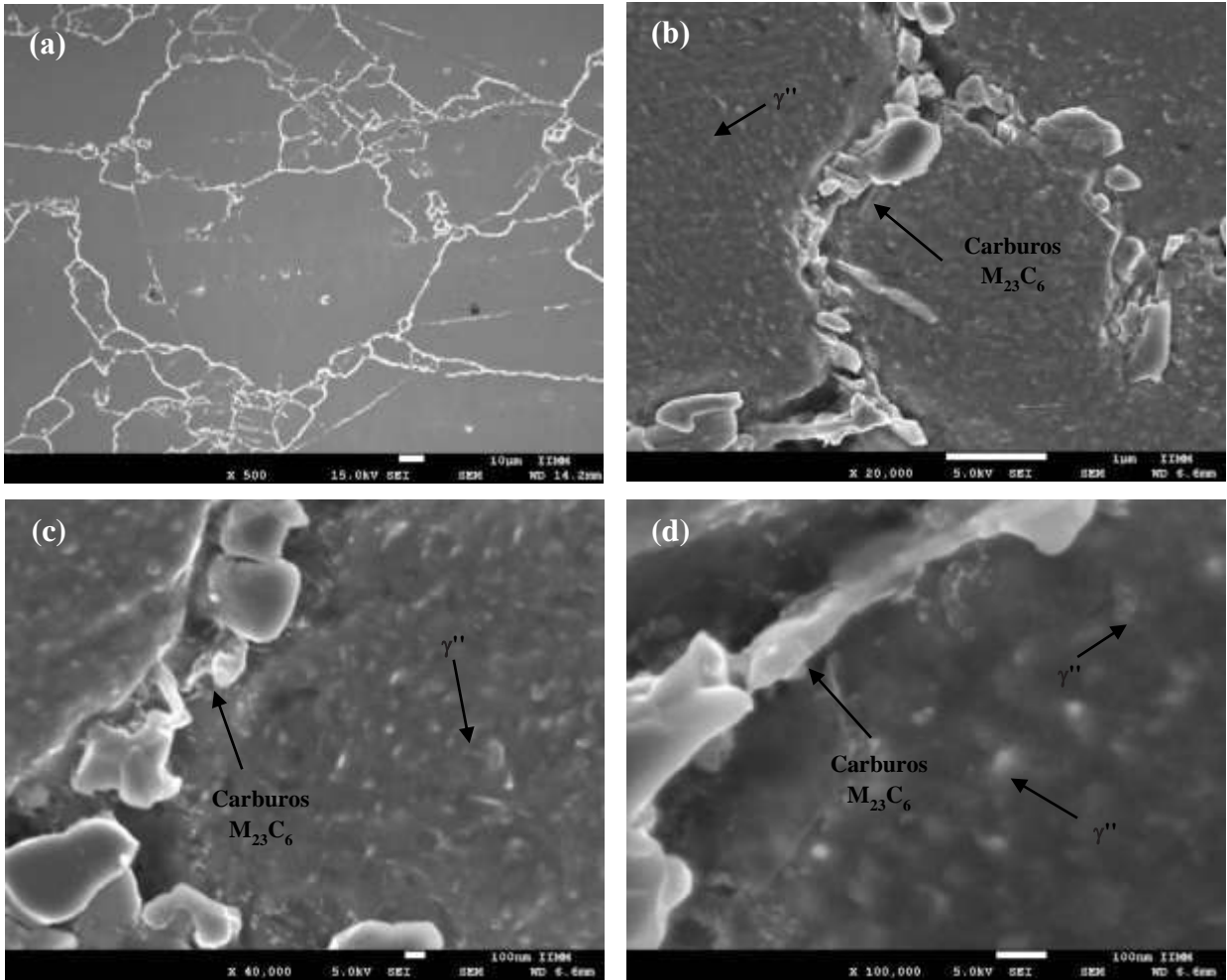


Figura 4.12 Microestructura de la aleación Inconel 625 con un tratamiento térmico envejecimiento de 503 h.

En la **Figura 4.13** se muestra el mapeo de composición química respectivo a la condición envejecida 503 horas, donde ya con el engrosamiento de la fase metaestable γ'' se representa rica en niobio lo cual concuerda con su composición química $[\text{Ni}_3(\text{Nb,Al,Ti})]$ [14, 17, 33]. Además, se observa en el mapeo más presencia de carburos secundarios del tipo M_{23}C_6 .

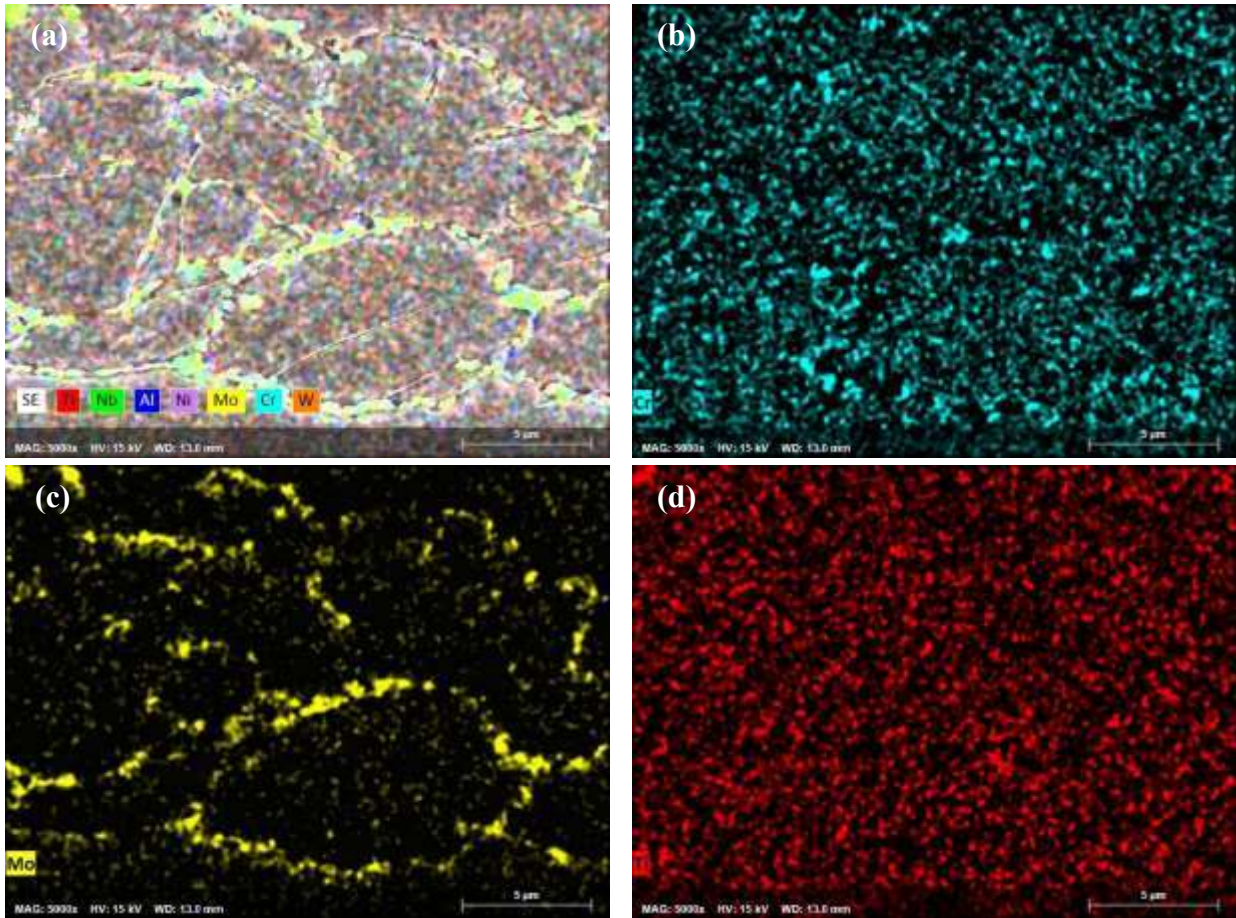


Figura 4.13 Mapeo de la composición química de la condición envejecida 503 h.

4.3. Tamaño de grano

En la **Figura 4.14** se puede observar que en el comportamiento del tamaño de grano con el paso del tiempo en el tratamiento térmico de envejecimiento a una temperatura 700 °C, obtenidas mediante microscopia óptica para los diferentes tiempos de envejecimiento y como se recibió la aleación. En los resultados obtenidos se muestra que no hay una variación entre cada uno de los resultados y esto es debido a que no hubo tratamiento térmico de solubilizado u homogenizado lo que hace que se mantuviera su tamaño en un rango de 72 a 105 µm.

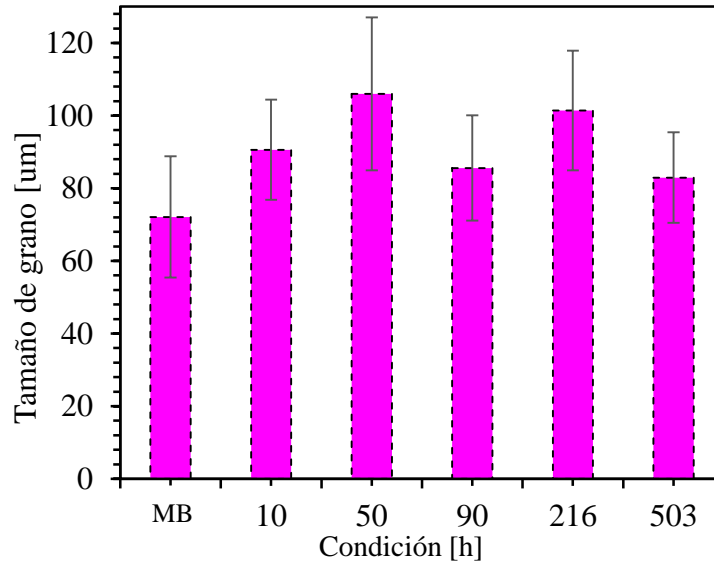


Figura 4.14 Tamaño del grano en los diferentes tiempos de envejecimiento térmico.

4.4. Ensayos mecánicos

4.4.1. Microdureza Vickers

En la **Figura 4.15** se muestran los resultados obtenidos de la microdureza en cada una de las once condiciones de tratamiento térmico de envejecimiento. Se puede apreciar que conforme pasa el tiempo de envejecimiento y precipita la fase metaestable γ'' y los carburos secundarios del tipo $M_{23}C_6$ como se observa en el apartado de caracterización metalúrgica la dureza comienza a incrementar llegando a un valor de 350 HV en un tiempo de envejecimiento de 90 h muy similar a lo que hizo S. Malej y col [33].

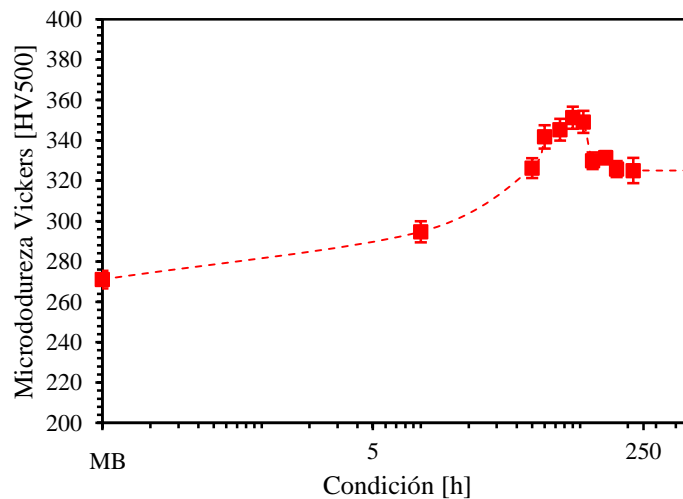


Figura 4.15 Microdureza Vickers promedio en los diferentes tratamientos térmicos.

Después se puede observar que al llegar a las 170 horas un decremento en la dureza hay un decremento en la aleación y esto se puede atribuir al sobre envejecimiento microestructural de la fase γ'' que comienza a salir de la matriz y comienza a aliviar esta por ende existen menos esfuerzos residuales causados por la precipitación de las fases secundarias.

4.4.2. Ensayos de impacto

Los ensayos de impacto se realizaron para las condiciones metal base y las siguientes condiciones de envejecimiento térmico 10, 90, 216 y 503 h se hicieron a temperatura ambiente. Los resultados obtenidos como se observa en la **Figura 4.16** que la tenacidad a la fractura disminuye cuando el tiempo de envejecimiento aumenta al igual que la dureza tal como lo reporta Vani Shankar y col. [14].

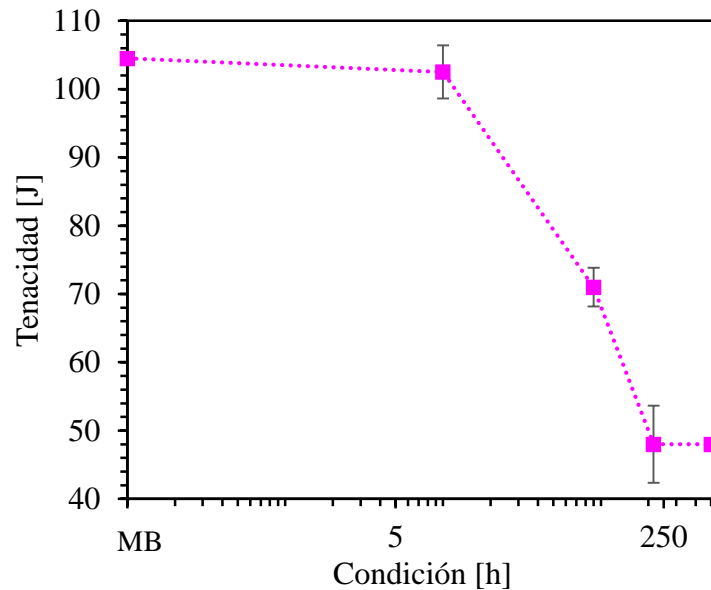


Figura 4.16 Tenacidad a la fractura de la aleación Inconel 625.

El comportamiento frágil se debe a la precipitación de la fase γ'' y los carburos secundarios $M_{23}C_6$ que actúan como fases endurecedoras de la aleación, pero estas decrecen la tenacidad a la fractura de la aleación. Se puede correlacionar el valor obtenido de 48 Joules para las condiciones 216 y 503 horas con el valor reportado en el apartado de la dureza el cual es el mismo por lo que se puede considerar que no hubo cambios significativos microestructuralmente para estas dos condiciones de envejecimiento térmico en la aleación Inconel 625.

En la **Tabla 4.1** se pueden ver como el valor de la energía absorbida de impacto decrece a mayor tiempo de exposición al envejecimiento térmico hasta llegar a las 216 horas donde se mantiene constante con la condición 503 horas cuando la aleación ya ha sido sobre envejecida, donde los precipitados comienzan a salir de la matriz austenítica debido al engrosamiento de estos mismo.

Tabla 4.1 Valores de tenacidad en Joules para cada condición de la aleación Inconel 625.

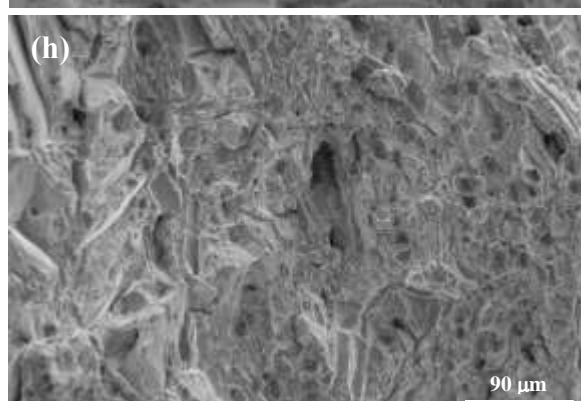
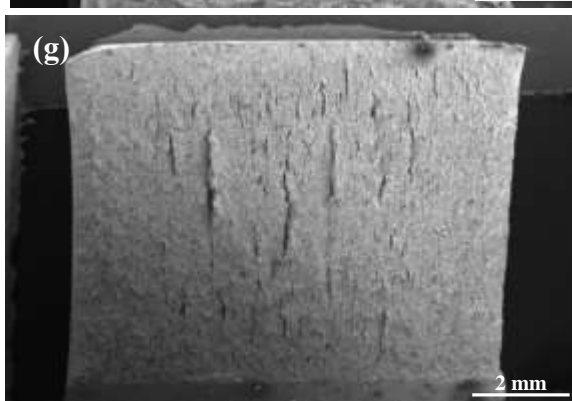
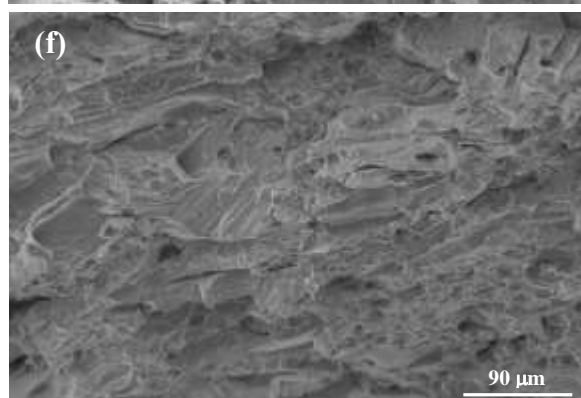
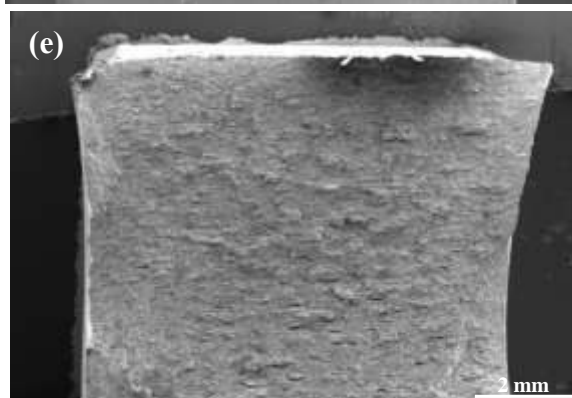
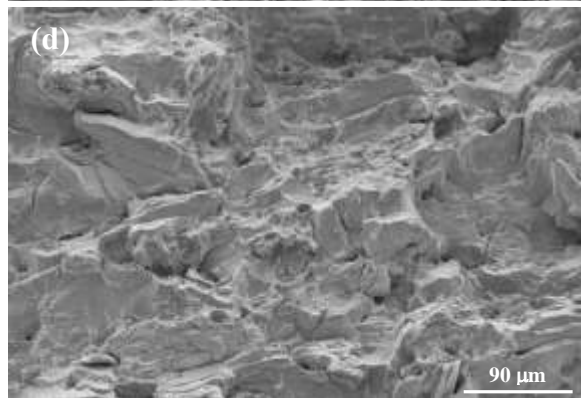
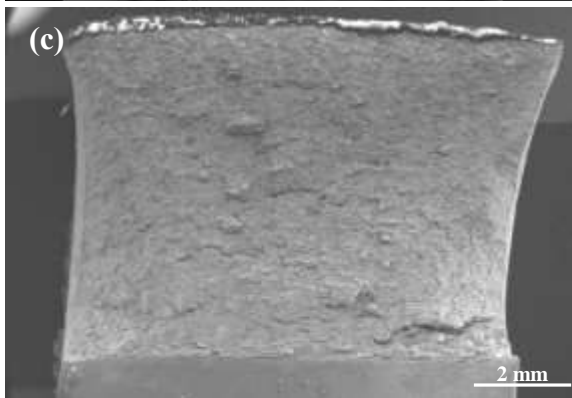
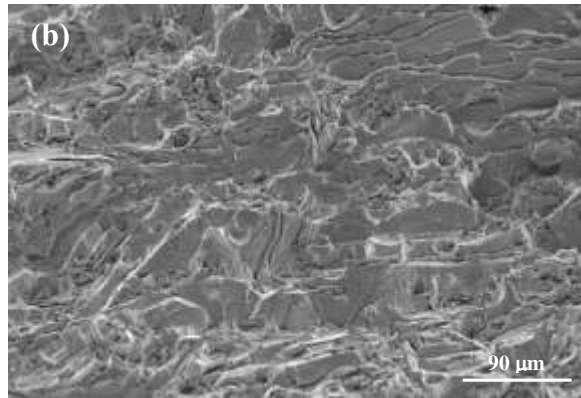
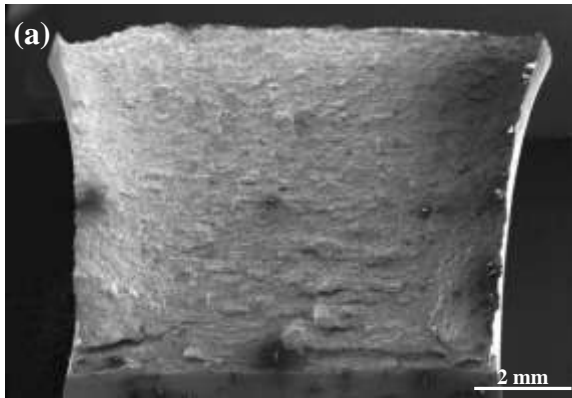
Condición	Energía [J]
AR	104.5
10 h	102.5
90 h	71
216 h	48
503 h	48

4.4.2.1. Fracturas de impacto

En la **Figura 4.17** se puede observar la superficie de la fractura en los especímenes de impacto para cada una de las condiciones donde se observa que conforme pasa el tiempo de envejecimiento, las probetas presentan una deformación plástica en su perímetro la cual va disminuyendo conforme aumenta el tiempo de envejecimiento. También, hay mayor presencia de microhuecos lo cual se debe al desprendimiento de carburos. En la superficie de fractura de las **Figuras 4.17(a-j)** se pueden observar características de clivaje que está asociado a fractura frágil.

4.4.3. Ensayos de tensión

Los ensayos de tensión muestran cambios de gran consideración en cuanto a las propiedades mecánicas de la aleación, estos cambios son atribuidos a la precipitación de la fase endurecedora γ " que actúa como ancla dentro de la matriz austenítica y la cual es incoherente a esta misma. En la **Figura 4.18** se muestra que la condición metal base tal cual se recibió del fabricante es la que mayor elongación tiene respecto a las tratadas térmicamente al igual que es la que menor esfuerzo último (UTS) y esfuerzo de fluencia, mientras que el comportamiento mecánico de las probetas de tensión tratadas térmicamente comienza un aumento abrupto en las propiedades mecánicas, pero en cuanto a la elongación disminuyen, esto debido a la fase endurecedora precipitada.



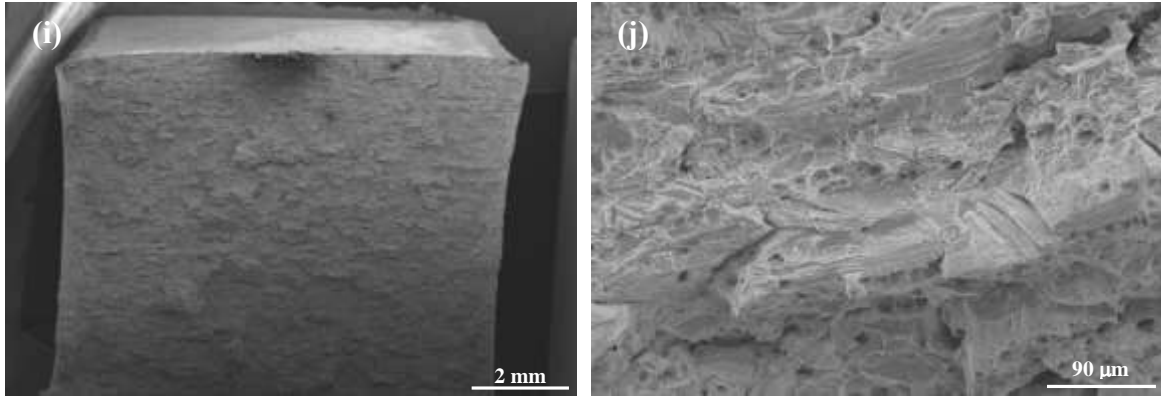


Figura 4.17 Superficie de fractura en las probetas de impacto para cada una de las condiciones tratadas térmicamente en la aleación Inconel 625.

Las dislocaciones juegan un papel importante en los cambios en propiedades mecánicas ya que son zonas altamente energéticas donde tienden a precipitar estas fases endurecedoras que obstruyen el deslizamiento de planos atómicos cuando la aleación es sometida bajo un esfuerzo uniaxial y a deformación plástica.

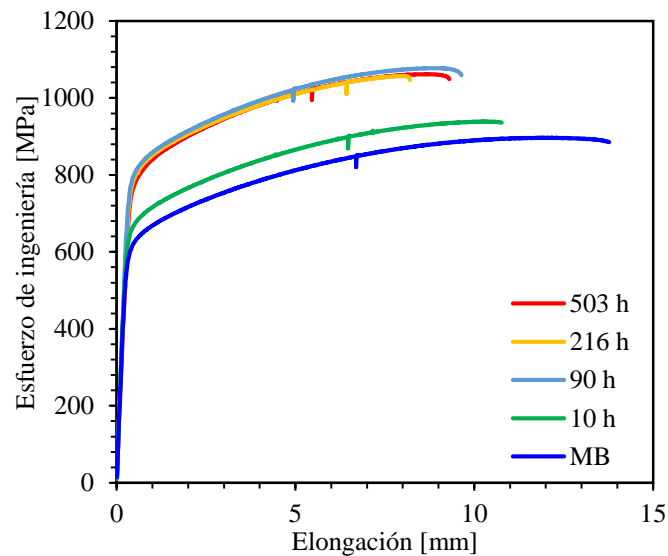


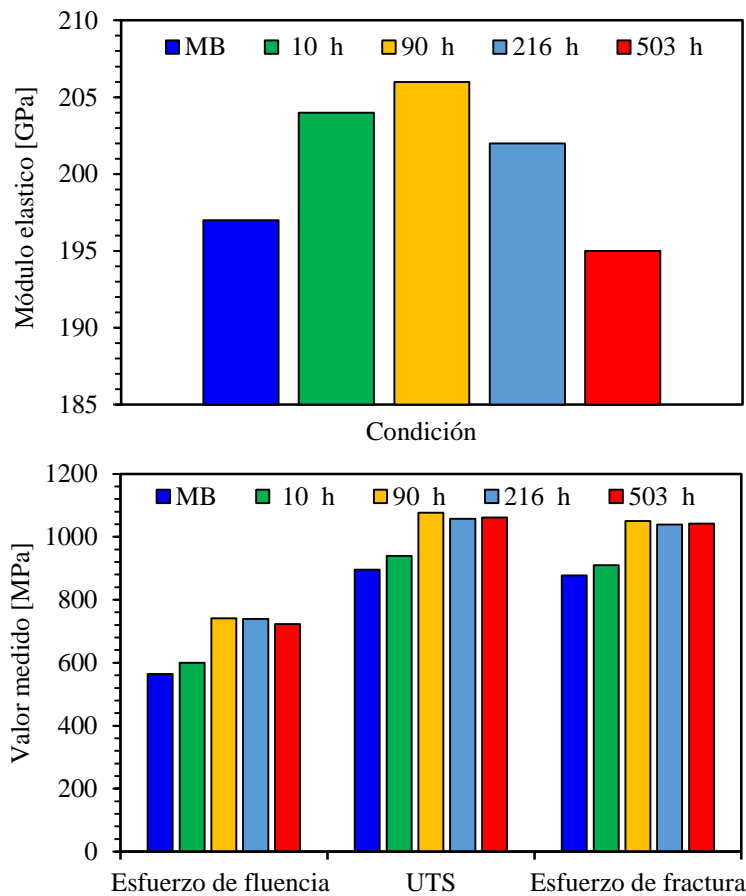
Figura 4.18 Diagrama esfuerzo-elongación para las condiciones metal base y envejecida térmicamente.

Los tiempos de envejecimiento térmico 216 y 503 horas a 700 °C se puede observar que tienen un comportamiento muy similar es decir las curvas se traslapan, mientras que la condición con mayor valor de dureza es la que alcanzó el mayor valor de esfuerzo de fluencia, así como de esfuerzo último, es decir fue la condición previa al sobre envejecimiento térmico.

La **Tabla 4.2** muestra las propiedades mecánicas obtenidas en cada una de las condiciones ya mencionadas, así como la elongación y reducción de área en los especímenes usados.

Tabla 4.2 Propiedades mecánicas resultantes de los ensayos de tensión.

Condición	E [GPa]	$\sigma_{y(0.2\%)}$ [MPa]	σ_{UTS} [MPa]	σ_f [MPa]	Elongación [%]	Red. Área [%]
MB	197	564	896	877	14.19	57.96
10 h	204	600	939	910	10.13	54.7
90 h	206	741	1077	1050	8.92	47.24
216 h	202	739	1057	1039	7.66	45.68
503 h	195	723	1061	1042	8.56	41.87



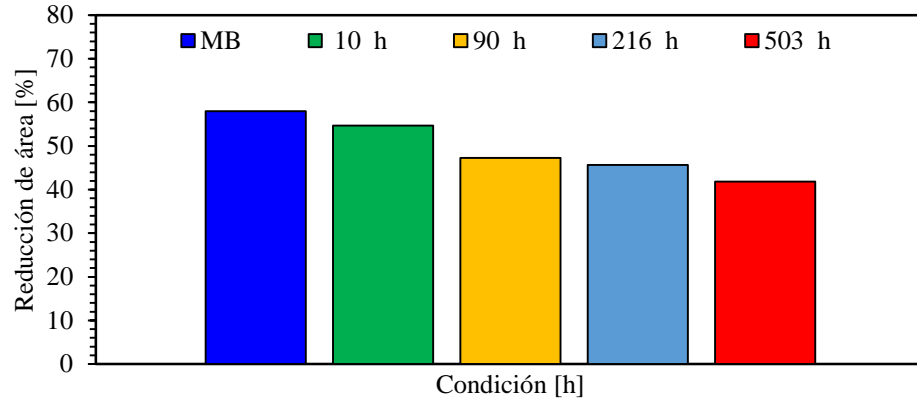


Figura 4.19 Comparativa en las propiedades mecánicas de la aleación Inconel 625 envejecida.

Los valores obtenidos reflejan que la elongación y reducción de área fueron disminuyendo conforme aumento el valor de dureza y tiempo de envejecimiento, así como el esfuerzo de fluencia, esfuerzo ultimo y esfuerzo de ruptura fue inversamente proporcional al decremento de la elongación y reducción de área.

En la **Figura 4.19** se muestra en graficas una comparación del módulo de Young, esfuerzo último, esfuerzo de fluencia y reducción de área para cada una de las condiciones tratadas, donde se puede apreciar que la barra amarilla que es la condición con mayor valor de dureza sobre sale en enfuerzo de fluencia, módulo de Young, UTS y esfuerzo de fractura, estas propiedades son atribuidas totalmente a la precipitación, distribución y tamaño de la fase metaestable γ'' y los carburos secundarios $M_{23}C_6$.

4.4.3.1. Análisis del comportamiento plástico en tensión

El diagrama de esfuerzo deformación se obtienen datos y características del material como lo son el módulo de Young, esfuerzo de fluencia, esfuerzo máximo y esfuerzo de ruptura, sin embargo en el diagrama esfuerzo deformación real se puede obtener el exponente de endurecimiento de Hollomon $n = 1/n_{RO}$ y el módulo de plasticidad k mediante el proceso de ajuste lineal de la **Ecuación 4.1** en los datos obtenidos del diagrama esfuerzo deformación de la zona plástica y en un gráfico $\ln(\epsilon_p)$ vs $\ln(\sigma_p)$, el valor obtenido n refleja la habilidad de un material para resistir deformación.

$$\ln(\epsilon_p) = n_{RO} \log(\sigma) - \log(k) \quad (4.1)$$

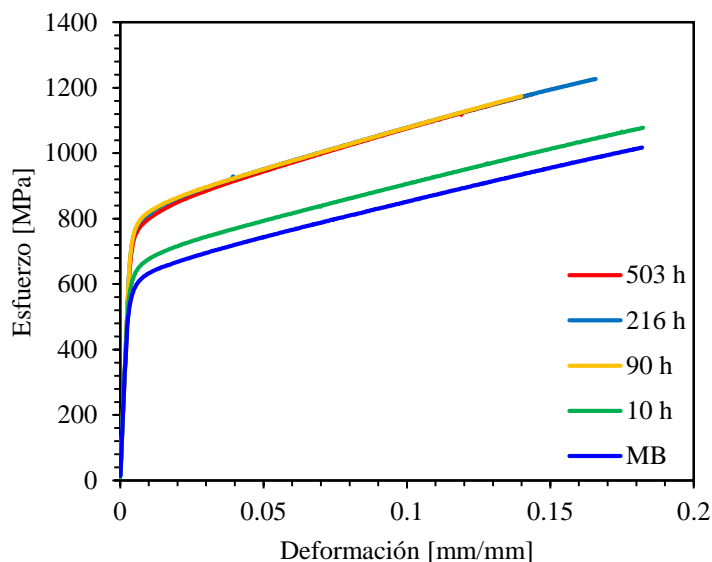


Figura 4.20 Curvas esfuerzo-deformación real para la aleación Inconel 625.

Los resultados del metal base y en los tratamientos térmicos de envejecido se muestran en la **Figura 4.21**, donde se puede apreciar que existen 3 etapas de endurecimiento (representadas por los colores magenta, naranja y gris) en la zona plástica de la curva de tensión, estas tres etapas se ajustan en forma individual a tres líneas rectas, lo cual dará los parámetros de ajuste n_{RO} y k de la ecuación 4.1. Los valores obtenidos en la **Figura 4.21** muestran que el coeficiente de endurecimiento n puede observar el valor K va en aumento mientras que el valor n va en decremento y esto es totalmente atribuido a que la resistencia a la deformación decrece cuando el material está cerca a la ruptura, donde comienza a existir la aniquilación de dislocaciones atómicas lo que da a la falla del material en el ensayo mecánico debido al esfuerzo uniaxial aplicado. En la **Tabla 4.3** se pueden observar los valores obtenidos más a detalle del ajuste lineal para cada una de las condiciones de la aleación Inconel 625.

Tabla 4.3 Constantes n y K para las diferentes etapas de endurecimiento.

Condición	n_1	n_2	n_3	k_1	k_2	k_3
MB	0.0835	0.1478	0.2711	928	1160	1598
10 h	0.0939	0.1842	0.2881	1038	1373	1752
90 h	0.0862	0.1599	0.2427	1214	1535	1887
216 h	0.0898	0.1621	0.2508	1228	1546	1920
503 h	0.0944	0.1121	0.2191	1233	1316	1789

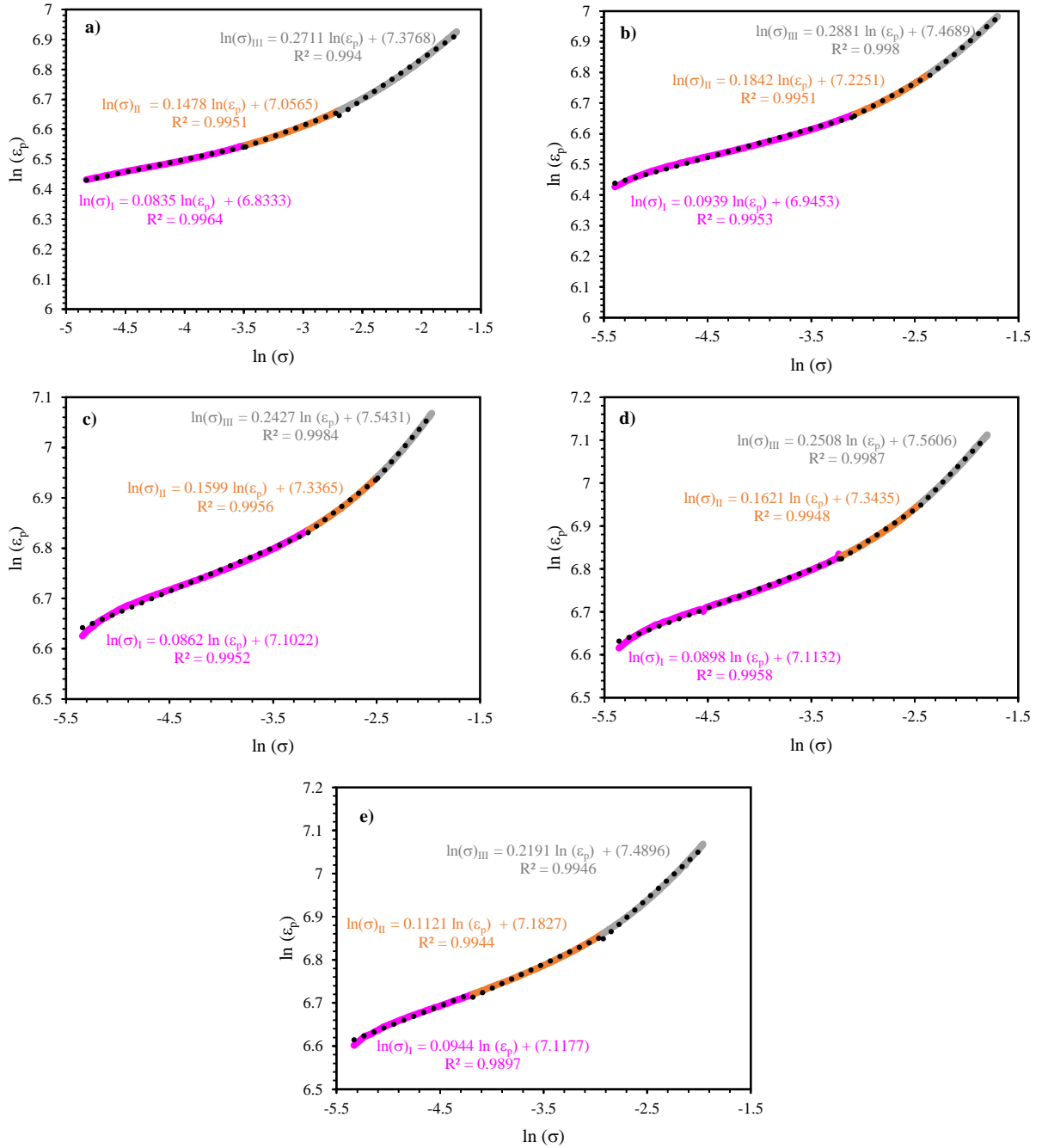
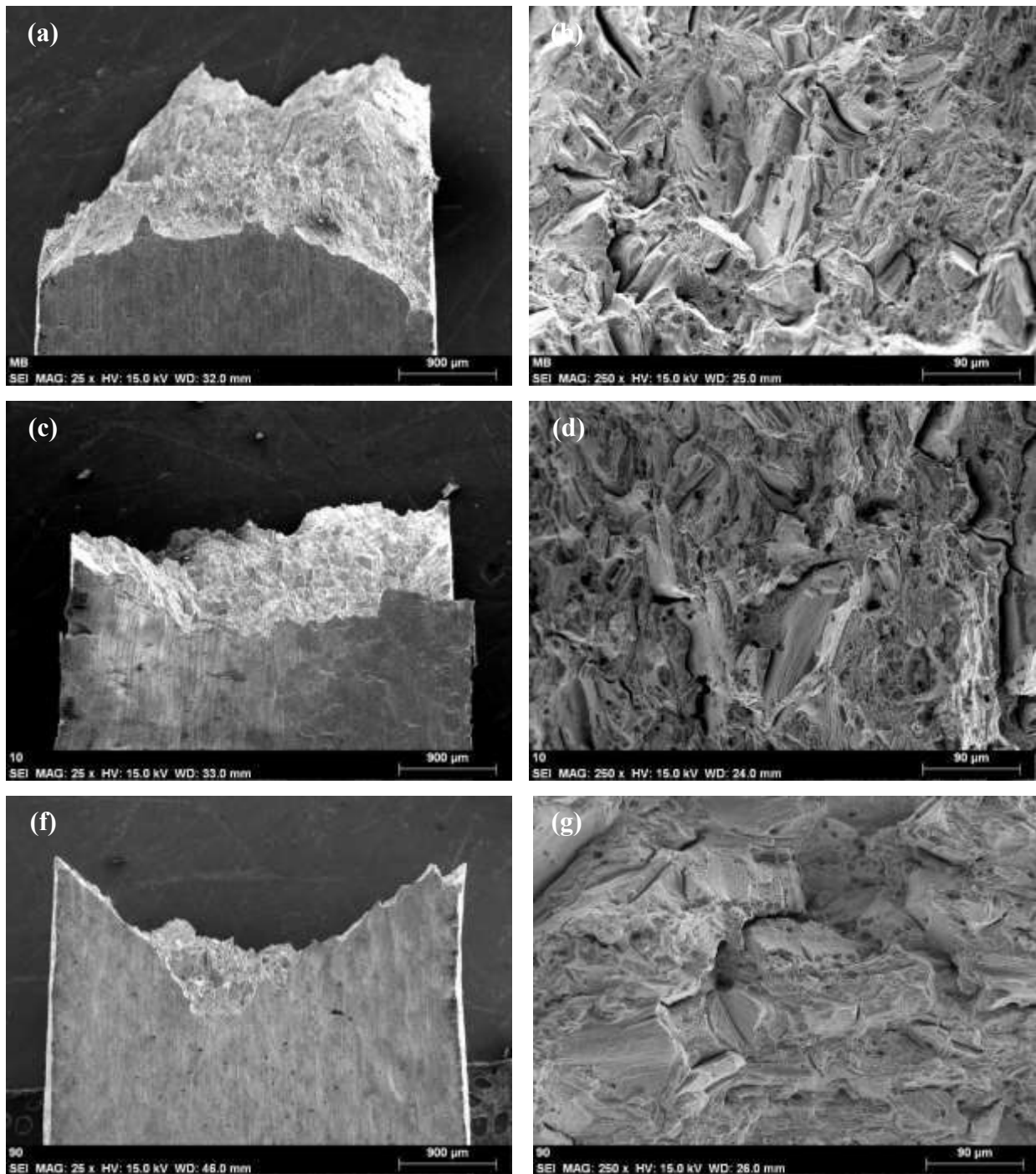


Figura 4.21 Gráficos esfuerzo-deformación con las 3 etapas de endurecimiento.

4.4.3.2. *Fracturas de tensión*

Con el fin de determinar el tipo de fractura se llevó a cabo un estudio de la superficie fracturada en las probetas de tensión con las diferentes condiciones de la **Figura 4.22**.



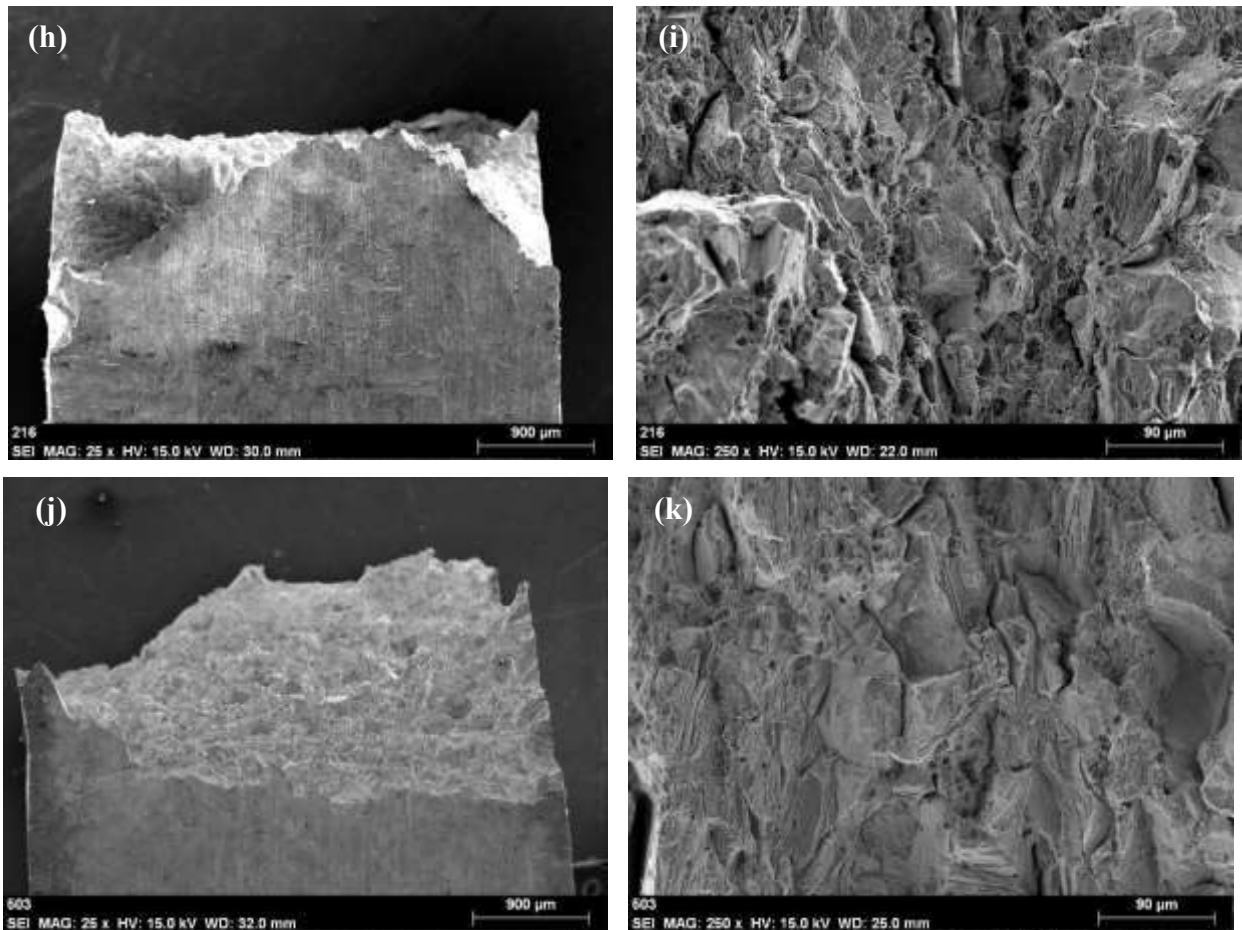


Figura 4.22 Fracturas de perfil y superficie de la aleación Inconel 625 metal base y envejecida térmicamente.

Se puede observar que a pesar de que la aleación es endurecida la fractura es dúctil por la nucleación de microhuecos, sin embargo, estos van disminuyendo en tiempos de envejecimiento térmico más prolongados y comienza la aparición de clivaje característica de una fractura frágil, esto por la precipitación intergranular de la fase endurecedora γ'' que obstaculiza el deslizamiento de dislocaciones atómicas y los carburos en los límites de grano. Como se puede ver en las imágenes de perfil en las fracturas existe un ángulo de 45° esto es debido a que el plano de mayor compactación de la austenita se encuentra en la familia [111] de planos y direcciones cristalográficas, que es el plano preferencial de deslizamiento atómico esto debido a la cercanía que tienen sus átomos en esa familia.

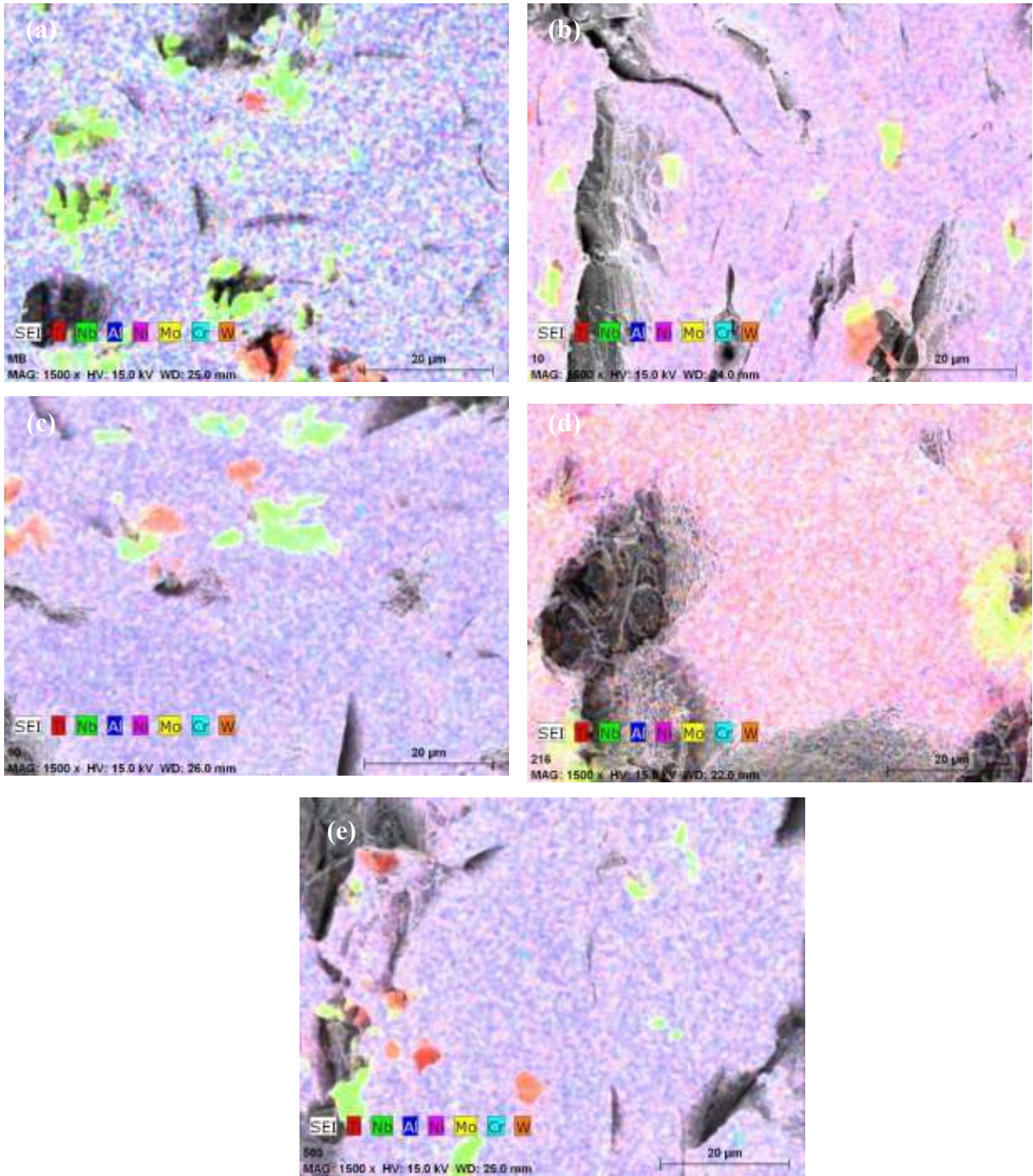


Figura 4.23 Mapeo de composición química metal base y condiciones tratadas térmicamente en la aleación Inconel 625.

Con el fin de observar detalladamente la zona fracturada se realizó un mapeo de composición química en la superficie de fractura en las condiciones MB, 10, 90, 216 y 503 horas. Se puede apreciar que los carburos primarios de niobio y titanio resaltan y esto es debido a su tamaño en comparación a los precipitados que son del orden nanométrico, además en las zonas oscuras que

se aprecia son resultado de la falta de materia es decir microhuecos, zanjas y microgrietas, producto del ensayo de tensión uniaxial.

4.5. Ensayos no destructivos

4.5.1. Potencial termoeléctrico

La **Figura 4.24** muestra las mediciones de las piezas tratadas térmicamente por el envejecimiento térmico a 700 °C. Se puede observar que hay un incremento en el valor de potencial termoeléctrico debido la fase metaestable γ'' y los carburos secundarios $M_{23}C_6$ lo que indica que la técnica no destructiva es sensible a estos cambios microestructurales. El aumento de potencial termoelectrico es hasta 216 h lo que nos indica que estas fases secundarias producen un cambio en el flujo de electrones, pero se observa que en el último tiempo de 503 h de envejecimiento térmico prácticamente no hay cambios lo que es coherente y relacionado a las propiedades mecánicas medidas y explicadas anteriormente.

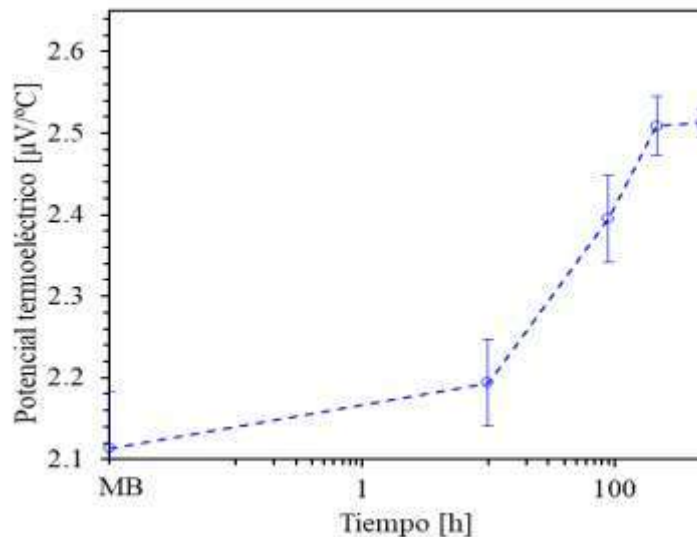


Figura 4.24 Mediciones de potencial termo eléctrico.

4.5.1.1. Correlación potencial termoeléctrico y dureza

En la **Figura 4.25** se muestra que existe una relación entre el ensayo no destructivo de potencial termoeléctrico y el ensayo mecánico de dureza, se puede apreciar que el comportamiento es muy similar la tendencia de la gráfica va con un incremento hasta llegar a 216 h y una línea recta entre 216 h y 503 h. Esta correlación está totalmente atribuida a los cambios microestructurales por la precipitación durante el tratamiento térmico de envejecimiento, donde mientras el potencial va en

aumento debido al flujo de electrones atribuido a la mayor presencia de la fase γ'' y los carburos secundarios $M_{23}C_6$, la dureza cae debido al sobre envejecimiento térmico.

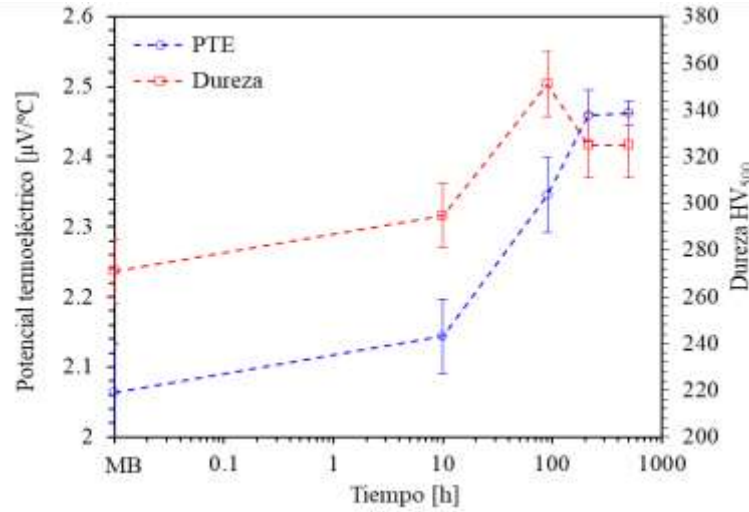


Figura 4.25 Correlación dureza y potencial termoeléctrico.

4.5.2. Velocidad ultrasónica

En la **Figura 4.26** se muestran las velocidades: longitudinal (c_d) y de corte (c_s) correspondientes a las condiciones de metal base, 10 h y 90 h. Como se observa, las velocidades no presentan variación entre el metal base y 10 h y 90 h de envejecido, los valores que corresponden a las velocidades longitudinal (c_d) y de corte (c_s) son de 5886.0164 a 5867.9355 mm/ μ s y de 3037.374 a 3036.076 mm/ μ s, respectivamente. La inexistencia de cambios en la medición se atribuye a que la velocidad de onda no es sensible a los cambios microestructurales de partículas nanométricas, en la aleación Inconel 625 las partículas precipitadas γ'' y carburos secundarios son de tamaño nanométrico por lo cual no es posible ver cambios en la velocidad ultrasónicas.

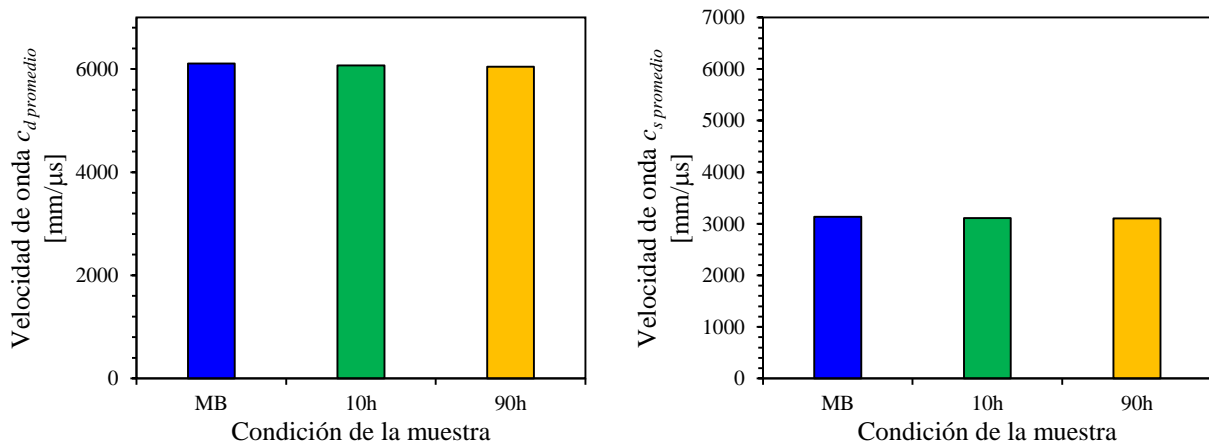


Figura 4.26 Velocidades ultrasónicas longitudinal y de corte en la aleación Inconel 625.

Otra característica que se puede obtener mediante las velocidades ultrasónicas son propiedades mecánicas del material como son el módulo de elasticidad (E) y el coeficiente de Poisson (ν), mediante las **Ecuaciones 4.2 y 4.3**:

$$E = \frac{c_l^2 \rho (1 + \nu)(1 - 2\nu)}{(1 - \nu)} \quad (4.2)$$

$$\nu = \frac{1 - 2 \left(\frac{c_s}{c_l} \right)^2}{2 - 2 \left(\frac{c_s}{c_l} \right)^2} \quad (4.3)$$

En la **Figura 4.27** se pueden apreciar los cálculos el módulo de elasticidad (E) y el coeficiente de Poisson (ν), donde se puede observar que no existen cambios significativos en ambas propiedades mecánicas del material y esto es debido a que ambas propiedades anteriormente mencionadas se les considera intrínsecas por lo que los tratamientos térmicos de envejecido no las modifican, además se observa que el módulo de elasticidad ultrasónico es muy aproximado al reportado en los ensayos mecánicos de tensión de esta investigación.

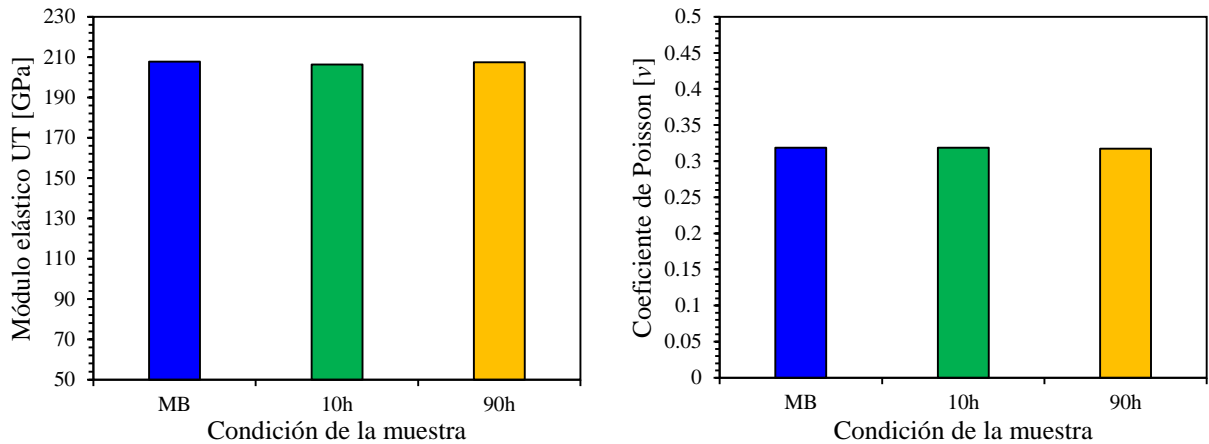


Figura 4.27 Módulo de elasticidad (E) y el coeficiente de Poisson (ν) ultrasónicos de la aleación Inconel 625.

4.5.3. Acustoelasticidad

El ensayo de acustoelasticidad se analizó en las condiciones con mayor cambio en las propiedades mecánicas las cuales fueron partiendo del metal base y los tratamientos térmicos de envejecido 10 h y 90 h. Los resultados obtenidos se muestran en la **Figura 4.28** donde se graficó el cambio

relativo de las tres velocidades de onda (longitudinal y de corte en sus dos polarizaciones) en función del esfuerzo uniaxial aplicado a la probeta de tensión.

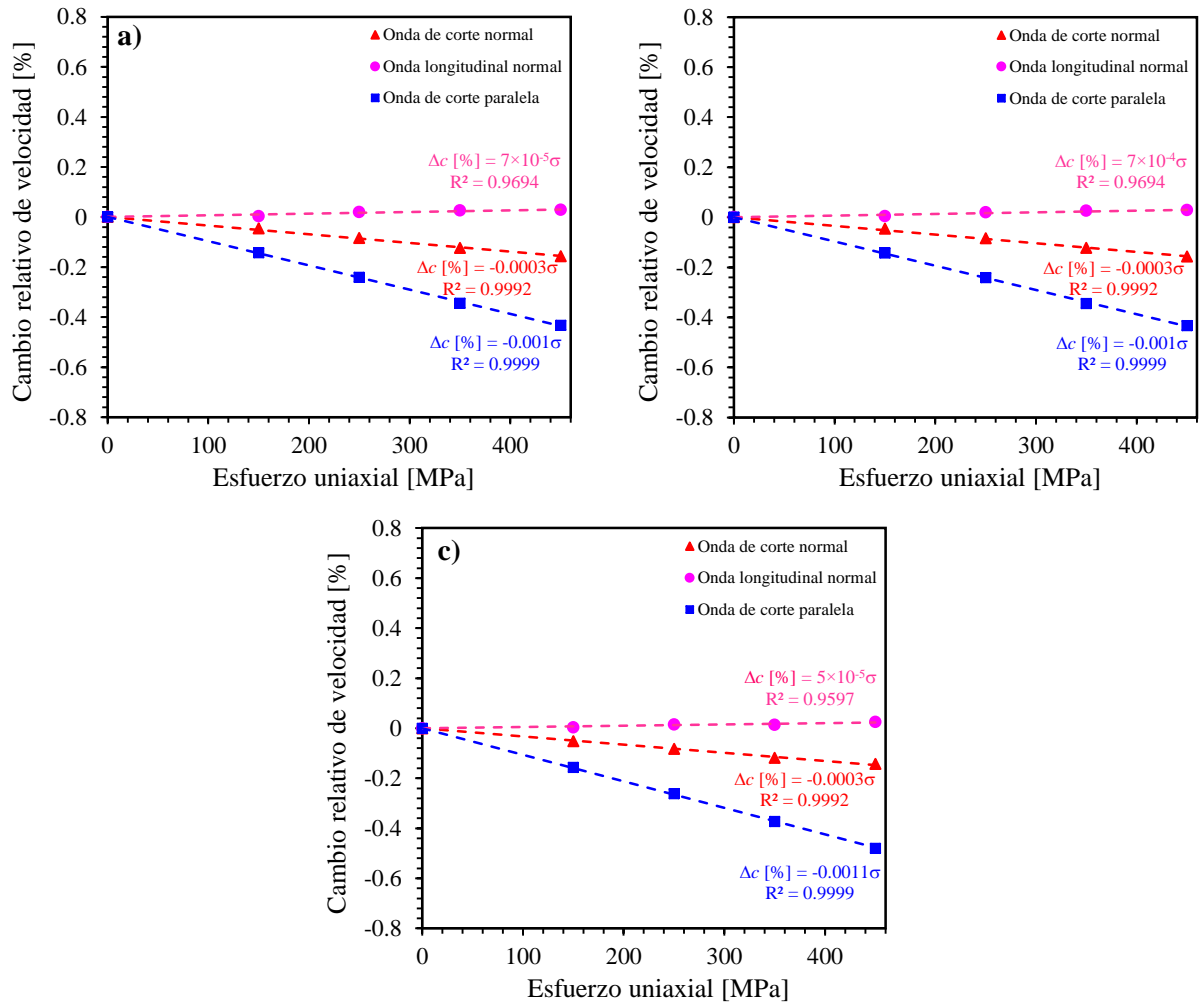


Figura 4.28 Resultados obtenidos del porcentaje de cambio relativo de velocidad de onda en función del esfuerzo uniaxial aplicado en las condiciones: a) Metal base, b) 10 h, c) 90 h.

Los resultados mostrados en la **Figura 4.28** se observa el comportamiento acustoelástico en la aleación Inconel 625 sin envejecido térmico y con el tratamiento de envejecimiento, donde se obtuvieron las constantes acustoelásticas de primer orden con las pendientes de cada una de las rectas observadas, pertenecientes a las ondas ultrasónicas (longitudinal y corte, en sus dos polarizaciones). La pendiente en color rosado pertenece a la onda longitudinal normal la cual no se observa variación o cambio alguno en la velocidad ultrasónica en ninguna de las tres condiciones mostradas, lo que se interpreta como la poca sensibilidad a los cambios microestructurales producidos por el tratamiento térmico de envejecido a la cual fue sometida la aleación. Por otra parte, las ondas de corte normal mostradas en color azul muestran ya un pequeño pero notorio

declive en la recta y la onda de corte paralela en color rojo muestra una disminución más notable en las velocidades ultrasónicas cuando el esfuerzo uniaxial aumenta, obteniendo un comportamiento similar en las tres condiciones anteriormente mencionadas de la aleación Inconel 625. Los valores de las constantes acustoelásticas de primer orden $K_{,dn}$, $K_{s,np}$, $K_{s,nn}$ obtenidas para cada una de las condiciones analizadas se concentra en la **Tabla 4.4**.

Tabla 4.4 Constantes acustoelásticas de primer orden de las condiciones MB, 10 h y 90h.

	$K_{d,n}$	$K_{s,np}$	$K_{s,nn}$
	$[\times 10^{-3} \text{GPa}]^{-1}$	$[\times 10^{-3} \text{GPa}]^{-1}$	$[\times 10^{-3} \text{GPa}]^{-1}$
Metal Base	1	-11.2	-4.2
10 h	0.7	-9.7	-3.5
90 h	0.5	-10.6	-3.3

Se puede corroborar que los tres tratamientos térmicos de envejecimiento tuvieron una tendencia muy similar en el cambio de velocidad respecto al esfuerzo uniaxial aplicado. Tomando en cuenta las constantes acustoelásticas calculadas anteriormente $K_{,dn}$, $K_{s,np}$, $K_{s,nn}$ y se pueden obtener las constantes acustoelásticas propuestas por Landau y Lifshitz, teniendo en cuenta las teorías las propagaciones de onda y cálculos mencionados en la teoría de la deformación [7, 30-32, 35]. Se obtuvieron las constantes acustoelásticas de Landau, Lifshitz, segundo y tercer orden mostradas en las **Tabla 4.5**.

Tabla 4.5 Constantes de Murnaghan, Landau – Lifshitz y tercer orden de las condiciones metal base, 10 h y 90 h.

	l	m	n	A	B	C	C_{111}	C_{112}	C_{114}	C_{166}
	[GPa]	[GPa]	[GPa]	[GPa]	[GPa]	[GPa]	[GPa]	[GPa]	[GPa]	[GPa]
MB	-1094	-1015	-663	-663	-176	-917	-6248	-2187	-684	-1015
10 h	-921	-885	-616	-616	-135	-787	-5384	-1842	-577	-885
90 h	-1050	-947	-677	-677	-135	-915	-5889	-2100	-609	-947

Las constantes acustoelásticas mostraron ser sensibles a la teoría de la acustoelasticidad, esto puede ser atribuido a los cambios microestructurales que fueron formados por la precipitación de la fase metaestable la fase metaestable γ'' y carburos secundarios del tipo $M_{23}C_6$ lo que causó el cambio de las constantes de Murnaghan, Landau – Lifshitz y tercer orden, debido a la distorsión provocada

dentro de la matriz austenítica de la aleación Inconel 625 causada por la formación de fases intermetálicas coherentes e incoherentes antes ya mencionados.

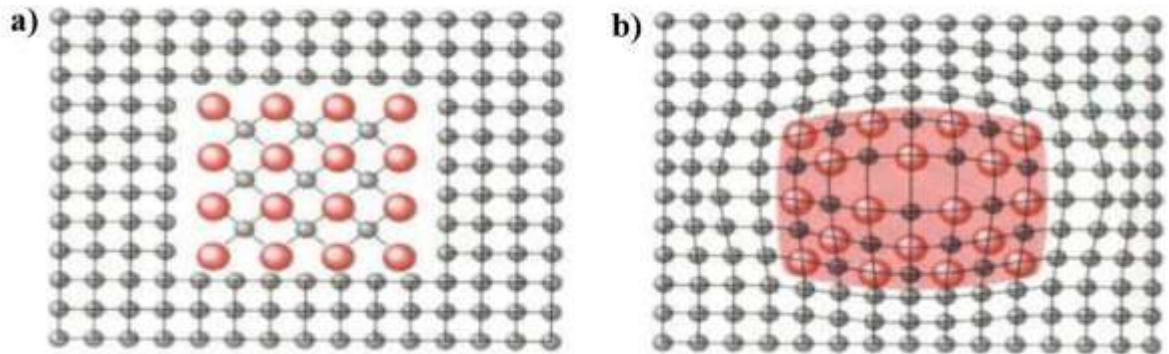


Figura 4.29 a) Precipitado incoherente y b) precipitado coherente [36].

El parámetro de no linealidad β° se calculó a partir de las constantes anteriormente mencionadas para cada una de las condiciones analizadas donde se observó una tendencia de decremento del metal base a la condición de 10 h y posteriormente hubo un incremento en la condición de 90 h donde fue el mejor el tratamiento térmico con mayor valor de dureza.

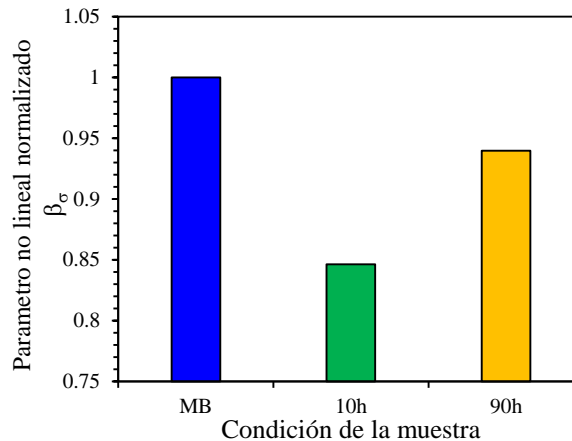


Figura 4.30 Parámetro de no linealidad normalizado.

El parámetro de no linealidad mostrado en la **Figura 4.30** mostró cambios notorios estos producidos por el tratamiento térmico de envejecimiento ya que inicialmente presenta una disminución de alrededor de 15 % en 10 h y un aumento de 10 % en 90 h en comparación con el tiempo de 10 h. Gutierrez-Vargas y col [9] también encontraron cambios en el parámetro causados por la descomposición espinodal en acero inoxidable súper dúplex.

4.6. Difracción de Rayos X

En base a los resultados obtenidos anteriormente se obtuvieron los patrones de Rayos X de las probetas envejecidas térmicamente, se puede observar que los picos que predominan son los de la matriz austenítica. En la **Figura 4.31** se puede observar cada uno de los picos y su fase correspondiente, se observa que en alguno de los picos pueden coexistir 2 fases y esto es debido a que la austenita y los carburos primarios y secundarios que son de estructura cristalina cubica por lo cual sus picos se traslapan y en el mismo ángulo de difracción. Por otra parte, la fase metaestable γ'' de estructura tetragonal también comparte algunos planos y direcciones que la matriz por ende también se traslapan en los mismos ángulos de la corrida.

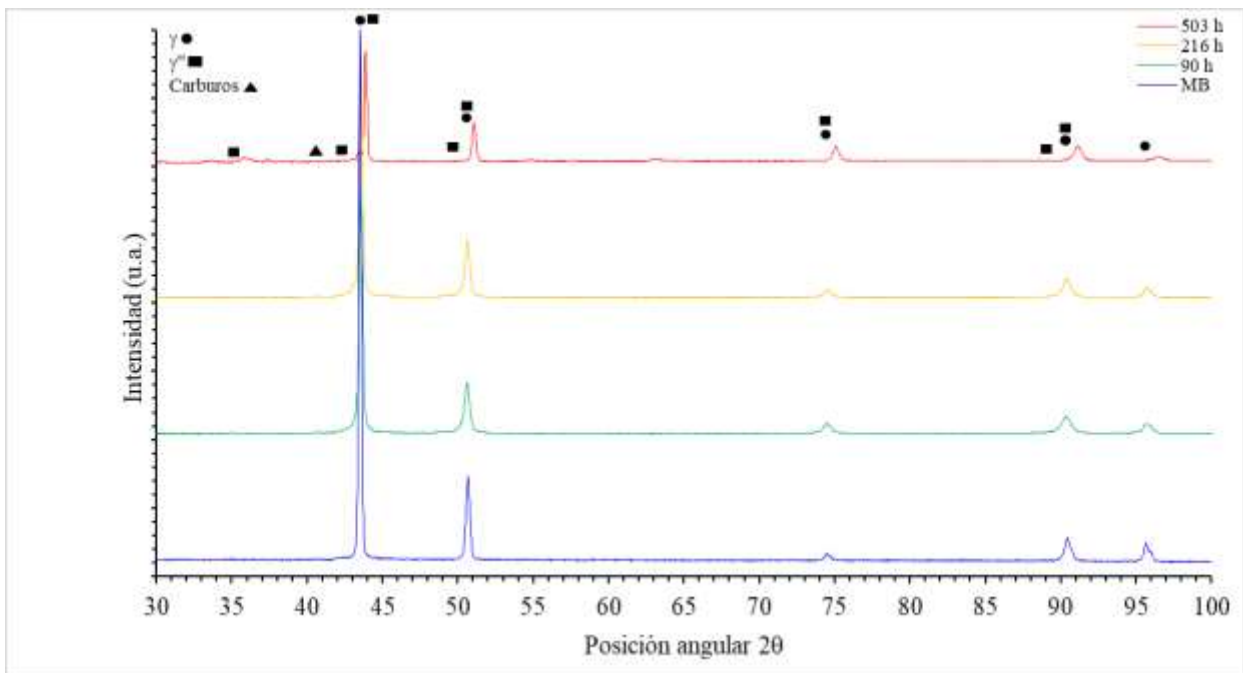


Figura 4.31 Patrones de difracción en los diferentes tiempos de envejecimiento.

En la **Figura 4.32** podemos apreciar a más detalle desplazamiento de los picos en las condiciones 90 h, 216 h y 503 h que fueron tratados térmicamente contra el metal base sin tratar a lo que se da referencia que existen esfuerzos residuales de compresión debido a que los picos se recorren hacia la derecha lo que es totalmente atribuido a la distorsión que genera la fase metaestable en la austenita γ'' donde hay planos y direcciones que tienen la misma orientación lo que genera esta distorsión.

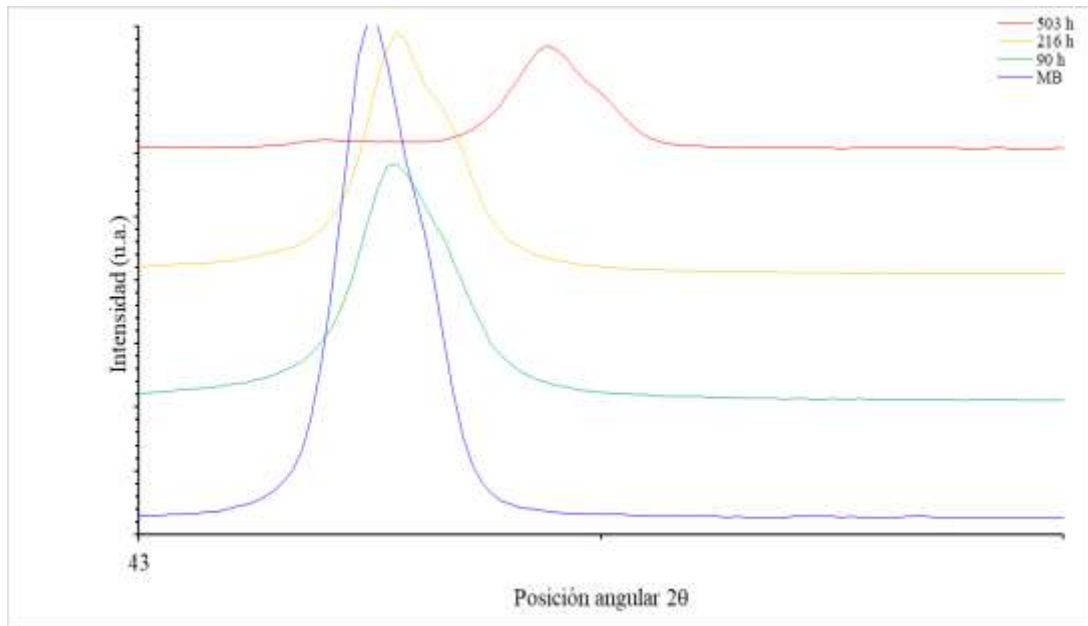


Figura 4.32 Patrones de difracción en los diferentes tiempos de envejecimiento a detalle.

CAPÍTULO 5. CONCLUSIONES

- Los tratamientos térmicos aplicados a una temperatura de 700 °C por diferentes tiempos en probetas de la súper aleación Inconel 625 condujeron a la precipitación gradual de fases secundarias intermetálicas como γ'' y carburos secundarios del tipo $M_{23}C_6$.
- Debido a la precipitación de la fase γ'' , los picos de difracción de rayos X se desplazan hacia la izquierda indicando la presencia de esfuerzos residuales de compresión debido a que los precipitados de esta fase producen una distorsión en la red cristalina.
- La precipitación de la fase γ'' aumenta gradualmente la microdureza Vickers hasta llegar a un valor máximo en 90 h indicando el fin del envejecimiento térmico, después de este tiempo la microdureza disminuye gradualmente indicando el inicio del sobre envejecimiento térmico de la aleación.
- Las propiedades mecánicas como el esfuerzo de fluencia, y el UTS también tiene un incremento atribuido la precipitación de fases, siendo el tiempo de 90 h el que mostro los valores más altos de esfuerzos y al pasar de 90 h los esfuerzos tienden a saturarse, es decir que no cambian significativamente.
- La disminución de la energía de impacto conforme el tiempo de envejecimiento aumenta muestra que el efecto de la precipitación es el de fragilizar aleación.
- La elongación decrece conforme el tiempo de tratamiento aumenta debido que el endurecimiento por deformación aumenta porque los precipitados funcionan como barreras al movimiento de dislocaciones y con ello el material disminuye su ductilidad.
- El módulo de elasticidad (E) obtenido mediante el ensayo de tensión es afectado por la precipitación fases teniendo un valor máximo en 90, después de este tiempo el módulo elástico disminuye gradualmente conforme el tiempo de envejecimiento aumenta. Estos cambios indican que las constantes elásticas son susceptibles a la precipitación.

- El módulo elástico obtenido a partir de mediciones de velocidades ultrasónicas longitudinal y de corte no mostró cambios significativos para las diferentes probetas, por lo tanto, las mediciones de velocidad ultrasónica no pueden ser usadas para monitorear los cambios microestructurales causados por la precipitación de la fase γ'' y de carburos $M_{23}C_6$.
- La técnica de potencial termoeléctrico es una técnica sensible a los cambios en la microestructura y composición química causados por la precipitación de la fase γ'' y carburos secundarios del tipo $M_{23}C_6$. Se encontró que tanto el potencial termoeléctrico y como la microdureza Vickers tienen un comportamiento similar para los diferentes tiempos de tratamiento.
- Los resultados experimentales de acustoelasticidad muestran que el parámetro de no linealidad ultrasónica β_σ muestra cambios significativos en comparación a la técnica lineal de velocidad ultrasónica.
- Los resultados experimentales de este trabajo de investigación muestran que el parámetro de no linealidad ultrasónica es sensible a los cambios microestructurales y puede ser usado como una técnica no destructiva para el monitoreo del envejecimiento térmico de la aleación Inconel 625.

TRABAJO A FUTURO

- Tiempos más largos de envejecimiento mayores a 1000 horas para detectar cambios microestructurales.
- Precipitación de fases indeseables como δ y determinar el comportamiento mecánico con dicha fase.
- Realizar ensayos de fatiga mecánica para determinar vida a la fatiga con los tratamientos térmicos de esta investigación.
- Determinar la vida al creep o termofluencia con los tratamientos térmicos hechos en esa investigación.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Whittenberger J D. *A Review of: "SUPERALLOYS II" edited by CT. Sims, N.S. Stoloff, and W.C. Hagel* A Wiley-Interscience Publication John Wiley & Sons, New York, NY 615 pages, hardcover, 1987. **Materials and Manufacturing Processes**. 7, 3, 1992.
- [2] Eiselstein H and Tillack D. *The invention and definition of alloy 625*. **Superalloys**. 718, 625, 1991.
- [3] Moore I J, Taylor J I, Tracy M W, Burke M G and Palmiere E J. *Grain coarsening behaviour of solution annealed Alloy 625 between 600–800°C*. **Materials Science and Engineering: A**. 682, 2017.
- [4] Mathew M D, Parameswaran P and Bhanu Sankara Rao K. *Microstructural changes in alloy 625 during high temperature creep*. **Materials Characterization**. 59, 5, 2008.
- [5] Matlack K H, Kim J Y, Jacobs L J and Qu J. *Review of Second Harmonic Generation Measurement Techniques for Material State Determination in Metals*. **Journal of Nondestructive Evaluation**. 34, 1, 2014.
- [6] Marino D, Kim J-Y, Ruiz A, Joo Y-S, Qu J and Jacobs L J. *Using nonlinear ultrasound to track microstructural changes due to thermal aging in modified 9%Cr ferritic martensitic steel*. **NDT & E International**. 79, 2016.
- [7] Ruiz A, Ortiz N, Medina A, Kim J Y and Jacobs L J. *Application of ultrasonic methods for early detection of thermal damage in 2205 duplex stainless steel*. **NDT & E International**. 54, 2013.
- [8] Toupin R A and Bernstein B. *Sound Waves in Deformed Perfectly Elastic Materials. Acoustoelastic Effect*. **The Journal of the Acoustical Society of America**. 33, 2, 1961.
- [9] Gutiérrez-Vargas G, Ruiz A, Kim J-Y and Jacobs L J. *Characterization of thermal embrittlement in 2507 super duplex stainless steel using nonlinear acoustic effects*. **NDT & E International**. 94, 2018.
- [10] Mitra J, Dubey J S and Banerjee S. *Acoustic emission technique used for detecting early stages of precipitation during aging of Inconel 625*. **Scripta Materialia**. 49, 12, 2003.
- [11] Avner S H. *Introduction to physical metallurgy*. McGraw-hill New York. 1974.
- [12] Ahluwalia H. *ASM Specialty Handbook: Nickel, Cobalt, and Their Alloys*. **Corrosion**. 58, 4, 2002.

- [13] Reed R C. *The superalloys: fundamentals and applications*. Cambridge university press. 2008.
- [14] Shankar V, Rao K B S and Mannan S L. *Microstructure and mechanical properties of Inconel 625 superalloy*. **Journal of nuclear materials**. 288, 2-3, 2001.
- [15] Vander Voort G, Manilova E P and Lucas G M. *Metallographic techniques for superalloys*. **Microscopy and Microanalysis**. 10, S02, 2004.
- [16] Dai T, Wheeling R A, Hartman-Vaeth K and Lippold J C. *Precipitation behavior and hardness response of Alloy 625 weld overlay under different aging conditions*. **Welding in the World**. 63, 4, 2019.
- [17] Zhang H, Li C, Guo Q, Ma Z, Li H and Liu Y. *Improving creep resistance of nickel-based superalloy Inconel 718 by tailoring gamma double prime variants*. **Scripta Materialia**. 164, 2019.
- [18] Dong J X, Xie X S and Zhang S H. *Enhancements of thermal structure stability in Ni-base superalloy.[Inconel 718]*. **Scripta Metallurgica et Materialia;(United States)**. 28, 12, 1993.
- [19] Sundararaman M, Singh J B and Mukhopadhyay P. *Estimation of order strengthening in inconel 718 type alloys containing all [gamma][double prime] precipitate variants*. **Scripta Metallurgica et Materialia;(United States)**. 29, 4, 1993.
- [20] Avner S H, Haen J L E and Mejía G B. *Introducción a la metalurgia física*. McGraw-Hill México;. 1979.
- [21] Barreiro J A. *Tratamientos térmicos de los aceros*. Dossat. 1971.
- [22] Huh H, Lim J H and Park S H. *High speed tensile test of steel sheets for the stress-strain curve at the intermediate strain rate*. **International Journal of Automotive Technology**. 10, 2, 2009.
- [23] Boyer H E and Gall T L. *Metals handbook; desk edition*. 1985.
- [24] Gholizadeh S. *A review of non-destructive testing methods of composite materials*. **Procedia structural integrity**. 1, 2016.
- [25] Thurston R N and Brugger K. *Third-Order Elastic Constants and the Velocity of Small Amplitude Elastic Waves in Homogeneously Stressed Media*. **Physical Review**. 133, 6A, 1964.
- [26] Cantrell J H. *Fundamentals and applications of nonlinear ultrasonic nondestructive*

- evaluation. Ultrasonic Nondestructive Evaluation: Engineering and biological material characterization.* 363, 2004.
- [27] Nagy P B, MCGowan P and Adler L. *Acoustic nonlinearities in adhesive joints.* 1685-1692. 1990.
- [28] Rose R M, Shepard L A and Wulff J. *Propiedades electrónicas.* Limusa-wiley. 1968.
- [29] Mohrbacher H and Salama K. *The temperature dependence of elastic nonlinearity in metal-matrix composites.* **Research in Nondestructive Evaluation.** 4, 3, 1992.
- [30] Hughes D S and Kelly J L. *Second-Order Elastic Deformation of Solids.* **Physical Review.** 92, 5, 1953.
- [31] Murnaghan F D. *Finite deformations of an elastic solid.* **American Journal of Mathematics.** 59, 2, 1937.
- [32] Landau L D and Lifshitz E M, "Course of Theoretical Physics, Theory of Elasticity, vol. 7," ed: Pergamon Press, Oxford, 1986.
- [33] Malej S, Medved J, Batič B, Tehovnik F and Godec M. *Microstructural evolution of Inconel 625 during thermal aging.* **Metalurgija.** 56, 3-4, 2017.
- [34] Pfeifer D, Kim J-Y and Jacobs L J. *Nonlinear Rayleigh waves to evaluate plasticity damage in X52 pipeline material.* **Mechanical Systems and Signal Processing.** 143, 2020.
- [35] Landau L and Lifshitz E M. *Course of theoretical physics. Theory Of Elasticity.* 1975.
- [36] Alhashmy H. *Fabrication of aluminium matrix composites (amcs) by squeeze casting technique using carbon fiber as reinforcement.* University of Ottawa (Canada). 2012.