Efecto de la temperatura y tiempo sobre la disolución de la fase γ' y carburos sobre la aleación Waspaloy®

Saraí Villalpando Hernández^A, Hugo Guajardo Martínez^B, Juan Antonio Pérez Patiño^A, Enrique López Cuellar^{A,C} Martín Edgar Reyes Melo^{A,C} ^A FIME-UANL

^B FRISA ^C CIIDIT-UANL enlopez 73@yahoo.com, mreyes@gama.fime.uanl.mx

RESUMEN

En este trabajo se caracterizó la superaleación aeroespacial Waspaloy con el fin de encontrar las fases remanentes después de haberlas sometido a tratamientos térmicos de disolución a altas temperaturas. Este estudio fue realizado para determinar el efecto de la temperatura y el tiempo sobre la disolución completa o parcial de la fase γ' y los carburos. Dos diferentes aleaciones fueron caracterizadas para encontrar posibles diferencias entre las muestras tratadas a los diferentes tratamientos térmicos. Los resultados mostraron que una de las aleaciones presentó fases remanentes incluso a la temperatura de disolución sugerida por el fabricante, ocasionando respuestas del material poco congruentes con los diagramas TTT reportados en la literatura.



PALABRAS CLAVE

Waspaloy, carburo, tratamiento térmico.

ABSTRACT

A superalloy Waspaloy for aerospace applications was characterized in this work in order to find remaining phases after heat treatments for dissolution at high temperature. This study performed with the aim of determining the effect of temperature and time on the complete or partial dissolution of γ' and carbides phases. Two different samples were characterized in order to find differences between the samples exposed to the different heat treatments. Results showed that one of the alloys presented remaining phases even at the temperature dissolution suggested by the manufacturer, causing responses of the material that are not accordingly to TTT diagrams reported in literature.

KEYWORDS

Waspaloy, carbide, heat treatment.

INTRODUCCIÓN

En la industria aeroespacial se emplean superaleaciones base Ni debido a la estabilidad de propiedades tanto a baja como a alta temperatura, además de su resistencia a la fractura.¹⁻⁴ Una de las aleaciones más empleadas para la elaboración de piezas para motores a reacción es Waspaloy, utilizada principalmente en la sección caliente LPT (Low Pressure Turbine). Esta aleación se encuentra clasificada como una aleación base Ni,⁵ la cual debe sus propiedades principalmente al endurecimiento por precipitación de la fase γ ' en una matriz de fase γ .⁶ La aleación posee resistencia a alta temperatura (\approx 700 °C) y con una buena resistencia a la corrosión, especialmente a la oxidación a alta temperatura.⁷

La composición química reportada en la literatura para esta aleación es (% en peso): Cr 11.4, Co 14.0, Mo 4.5, Fe 0.6, Al 1.22, Ti 3.13, C 0.033, B 0.005, Ni bal. El Al y el Ti forman γ ' para un total aproximado de 0.25 de fracción volumétrica.⁸ El Cr, Co, y Mo causan un endurecimiento adicional por solución sólida con una baja tendencia a formar fases topológicas empaquetadas después de largos tiempos de servicio. Es por esto que en la actualidad, es muy común encontrar la aleación Waspaloy en hojas, anillos, ejes y discos de turbinas.

No obstante la importancia de las propiedades de esta superaleación, en la literatura existe poca información sobre la cinética de precipitación de sus fases. Penkalla H.J. *et al* en 2003⁷ reportaron un diagrama TTT en el cual se aprecia cómo, a temperaturas superiores a 1065 °C se alcanza la temperatura de disolución de todas las fases presentes en la aleación y además que con tiempos de enfriamiento relativamente fáciles de alcanzar (10 hr), ninguna de las fases debe de precipitar.

Por otro lado, en la industria aeroespacial de la región, específicamente en el forjado a alta temperatura de piezas para turbinas, muy a menudo se reciben barras de distintos proveedores con pequeñas variaciones en la composición de esta aleación. Éstas pueden ser el origen de cambios en propiedades mecánicas dependiendo de los tratamientos termomecánicos utilizados y por lo tanto provocan que los productos finales no cumplan con los requerimientos y especificaciones que requieren los clientes, generando problemas inherentes al proceso de forja. Lo anterior trae como consecuencia pérdidas económicas importantes si no se realizan ajustes en el proceso; de no ser detectados estos cambios antes de su aplicación operacional de la pieza, podrán incluso ser de consecuencias catastróficas en pérdidas humanas.

En este trabajo, se estudian las fases remanentes de dos aleaciones distintas de Waspaloy después de haber sido expuestas a tratamientos térmicos a distintas temperaturas y tiempos. Esto con el fin de poder determinar una temperatura de partida que asegure un estado homogéneo y libre de fases remanentes que pudieran originar estos cambios. Los resultados mostraron en este caso que, una de las aleaciones (W1), cuya composición es parecida a la reportada en la literatura, presenta fases remanentes a temperaturas superiores a las de disolución propuestas por el mismo fabricante y además muestra una mayor dispersión de las propiedades mecánicas, lo que seguramente es consecuencia de una heterogeneidad importante en la composición química. Mientras que para la otra muestra (W2), los resultados de dureza, microscopía óptica y DTA sugieren que no se presenta la fase γ' por encima de la temperatura de solubilidad sugerida, por lo que resulta ésta, una aleación más atractiva para su uso en la elaboración de turbinas.

El orden de temperaturas estudiadas en este trabajo es de 1000 y 1100 °C y corresponde a la reportada por Penkalla H.J.⁷

METODOLOGÍA

En este trabajo, se estudiaron dos diferentes aleaciones de Waspaloy, las cuales se identificaron como W1 y W2, con diferencias significativas en composición química, partircularmente en el contenido de cobalto y níquel. Al comparar la composición con la reportada por Penkalla H.J. *et al*⁷ se puede observar una diferencia mayor en los porcentajes que se ve reflejada en la cantidad de Co, siendo la aleación reportada por Penkalla H.J *et al*⁷ la que tiene mayor porcentaje (14%) contra el 13.35% que reporta W1 y el 12.86% que reporta W2 y según lo reportado en la literatura, el Co favorece la formación de la fase γ .

Los tratamientos térmicos se realizaron a 4 temperaturas distintas y 8 tiempos diferentes. Las condiciones vienen reportadas en la tabla I. En donde el tratamiento A1 significa que la temperatura se mantuvo 5 °C por debajo de la temperatura de disolución de la γ ' sugerida por el fabricante durante el tiempo 1, que tiene una duración de 30 minutos y así sucesivamente. Y Z0 es el nombre con el que se identifica a la probeta sin tratamiento térmico.

	Tiempo en minutos							
	30	60	90	120	150	180	210	240
Temp (°C)	1	2	3	4	5	6	7	8
A=γ´-5	A1	A2	A3	A4	A5	A6	A7	A8
D=γ´+5	D1	D2	D3	D4	D5	D6	D7	D8
Ε=γ΄+20	E1	E2	E3	E4	E5	E6	E7	E8
G=γ [′] +40	G1	G2	G3	G4	G5	G6	G7	G8

Tabla I. Condiciones de los tratamientos térmicos.

Después de haber sido sometidas las muestras a sus tratamientos térmicos correspondientes, se seleccionaron algunas de ellas para ser primeramente, caracterizadas mediante difracción de rayos x en un equipo D8 Advance de marca Bruker, con un tamaño de paso de $\Delta 2\theta = 0,02^{\circ}$, permitiendo 5 s por paso. Lo anterior con el propósito de determinar sí mediante esta técnica, se pueden observar fases remanentes.

Posteriormente, estas muestras fueron analizadas en un DTA marca Perkin Elmer. Las pruebas se realizaron a una temperatura de inicio 100°C y siguiendo una rampa de temperatura de 10°C por minuto hasta alcanzar una temperatura de 950°C. Esto como una técnica para poder identificar también fases remanentes. Posteriormente las muestras fueron caracterizadas mediante microscopía óptica utilizando para tal efecto un microscopía óptico marca Zeuss. Finalmente se llevaron a cabo pruebas de dureza en un Micro Hardness Tester marca SHIMADZU, con una carga de 2.92 N durante 15 segundos, para poder correlacionar las propiedades mecánicas con la microestructura y las posibles fases remanente.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En la figura 1 (a y b) se reportan los difractogramas obtenidos para las muestras W1 y W2 de los estados Z0, A1, A8, D1 y G8 reportados en la tabla I. Estos estados fueron seleccionados para explorar solamente los estados claves con temperaturas bajas y altas, a tiempos cortos y tiempos largos, esto con el fin de evitar llevar a cabo el análisis de difracción de rayos X a los 24 estados. Como se puede observar, los resultados de difracción para los 5 estados para ambas muestras, corresponden en su totalidad a la fase γ , lo que es totalmente acorde a los TTT reportados en la literatura. Por lo que es de esperarse que el resto de los otros estados tengan el mismo comportamiento en cuanto a difracción de rayos X. Sin embargo, mediante esta técnica no se puede descartar la presencia de fases remanentes en pequeñas cantidades (<0.5 %). Por esta razón, se decidió realizar posteriormente pruebas mediante DTA.



Fig. 1 (a y b). Difractogramas por rayos X de las aleaciones W1 y W2 respectivamente a distintos tratamientos térmicos.

En la figura 2 (a y b) se presentan los resultados obtenidos mediante DTA para las muestras sometidas a los tratamientos térmicos caracterizados por difracción reportados en la figura 1. Es muy evidente en la muestra W1, que a partir de los 500 °C, se comienza a dar un cambio en la pendiente del gráfico, y que a los 680 °C y 750 °C aproximadamente, unos pequeños y estrechos picos son detectados con claridad. Estas temperaturas son del orden de las temperaturas de formación de la fase γ ' lo que sugiere su presencia en la muestra, pero que ésta, debe de ser en muy pequeñas cantidades debido a la forma e intensidad de los picos. Y de ser así, ésta sería la razón por la cual mediante la técnica de difracción de rayos X, resulta imposible detectarla. La muestra W2 no muestra estos pequeños picos, solo muestra cambios en la línea base, lo que resulta en poca evidencia para poder decir que existen fases que se están precipitando.



Fig. 2 (a y b). Resultados de DTA de las muestra W1 y W2 respectivamente.

Con el fin de analizar su microestructura y observar la presencia de posibles fases remanentes aún en pequeñas cantidades, se realizaron observaciones metalográficas. En la figura 3 (a-f) se muestran las micrografías de la muestra original y de los tratamientos térmicos Z0, A1, A8, D1 y G8 respectivamente y que se reportan en la tabla 1 para la muestra W1. Como se puede apreciar, no se da en ninguno de los casos una expansión de grano. Pero si se pueden observar, estados más limpios que otros. Resulta muy claro que el tratamiento Z0, A1 y el A8, presentan la presencia en algunos granos de algún tipo de precipitación. Lo que apoyado con los resultados obtenidos por DTA y el orden de temperaturas de los picos, sugiere que se trate de la fase γ' .

Por otro lado, la figura 4 (a-f) muestra también los mismos estados pero para la muestra W2. Caso contrario a la muestra W1, en esta aleación se logra identificar de manera clara un incremento importante en el tamaño de grano. Y al igual que para la muestra W1, también se puede observar en distintos estados la presencia de granos, lo que pareciera ser otra fase distinta a la matriz, tanto en el Z0, A1 y A8. Esto indica que los tratamientos Z0 (sin tratamiento térmico) y los A (γ' -5) que son los de la temperatura más baja, tienden a formar esta segunda fase, o a no disolver en su totalidad, la fase remanente γ' que contienen de origen de fábrica las muestras. Lo que resulta muy congruente con los TTT encontrados en la literatura.

Finalmente, se procedió a realizar ensayos mecánicos a las muestras tratadas midiendo su microdureza. En la figura 5 (a y b), se muestran los resultados de las microdurezas para la muestra W1 y W2 respectivamente. Debido a la simplicidad de esta prueba se optó por analizar más estados, sobre todo al tiempo más corto y más largo de cada temperatura. Los estados analizados fueron: A1, A4, A5, A8, D1, D8, E1, E8, G1 y G8. En la muestra W1, se aprecia una ligera tendencia a la disminución de la microdureza a medida que la temperatura y el tiempo aumentan. Sin embargo, la muestra W2 muestra claramente una disminución importante de la dureza una vez que se trabaja con la temperatura de 5 °C por encima de la temperatura de la disolución total de γ ' sugerida por el fabricante. La dureza baja claramente del orden de los 320 Vickers a los 220. Lo cual indica que las posibles fases remanentes de γ' , observadas claramente para ambas muestras mediante microscopía óptica y detectadas por DTA al menos para W1, son el origen de este incremento en la dureza y que desaparecen con un ligero aumento en la temperatura independientemente del tiempo expuestas.

Por otra parte, el crecimiento del tamaño de grano, también podría ser un factor a tomar en



Fig. 3 (a-f). Micrografías de los tratamientos Z0, A1, A8, D8, E8 y G8 de la muestra W1.

cuenta, sin embargo, en este caso sería mínimo, debido a que no en todos los casos en los que disminuyó la dureza, hubo crecimiento de grano. Y en estas aleaciones, el aporte principal al incremento de la dureza, es la precipitación de la fase γ' .

Al comparar los resultados de dureza entre la muestra W1 y W2, se puede ver que la W2 muestra un comportamiento más predecible y esperado según



Fig. 4 (a-f). Micrografías de los tratamientos Z0, A1, A8, D8, E8 y G8 de la muestra W2.



Fig. 5 (a y b). Microdurezas de las muestras W1 y W2 respectivamente a distintos tratamientos térmicos.

los TTT reportados. Y se podría decir que en la W1 se presenta la fase remanente independientemente de la temperatura o el tiempo establecido en el TT. Esto la puede convertir en una aleación mucho más difícil de trabajar y con mayor heterogeneidad, lo cual puede resultar en un serio problema para sus aplicaciones. Y esto puede ser corroborado por los resultados de DTA, en donde los picos de la fase remanente que coinciden en este caso con los de la γ' , son muy claros para casi todos los tratamientos térmicos de la muestra W1. Además, en microscopía óptica, también, para los tratamientos más bajos, esta fase remanente, se identifica de manera muy clara. En cambio, la muestra W2 muestra ser mucho más noble, ya que con asegurarnos un incremento mínimo de 5 °C por encima de lo sugerido por el fabricante, las fases remanentes desaparecen por completo según el comportamiento mecánico del material. Lo anterior sugiere que la aleación W2 posee un control más estricto sobre la homogeneidad en la composición química de la aleación que la W1.

CONCLUSIONES

Los resultados demuestran que la microdureza se ve afectada más por la fase remanente que por el crecimiento de grano en ambas aleaciones. En la aleación W1 parecen existir fases remanentes incluso por encima de la temperatura de solubilidad de la fase γ' sugerida por los fabricantes. Mientras que en la W2 los resultados de dureza, microscopía y DTA sugieren que no se presenta la γ' por encima de la temperatura de solubilidad. Esto podría deberse a un mayor control y homogeneidad de la composición química en la W2. Por otro lado, debido a que las fases remanentes se encuentran en muy bajas cantidades, la técnica de difracción de rayos X resulta inadecuada para su detección, mientras que por DTA, dureza y microscopía si es posible detectarlas. Así mismo, podemos decir que utilizar los TTT que se proponen en la literatura, como el de Penkalla H.J et al en 2003, al pie de la letra no resulta tan recomendable, ya que esta aleación Waspaloy, resulta muy sensible a cambios en la composición. Se recomienda entonces, usar la literatura solamente como una guía, y para aplicaciones industriales, se deberá de caracterizar a detalle cada aleación de distinta procedencia, o cada aleación con una composición específica, tal y cómo se caracterizó en este trabajo.

REFERENCIAS

- E. López Cuéllar, L. López Pavón, U. Ortiz Méndez, E. Reyes Melo, A. Martínez de la Cruz, M. Morin and H. Guajardo Martínez. The Thermoelectric Power, an alternative nondestructive method for the characterization of Inconel 718. Nova Science Publishers, Inc. (USA), 2011, ISBN: 978-1-61728-898-2.
- E. López Cuéllar, E. Reyes Melo, A. Martínez-de la Cruz, A. García Loera, M. Morin. Journal of Alloys and Compounds 509 (2011) 7297–7302.
- E. López Cuéllar, M. Morin, E. Reyes Melo, U. Ortiz Méndez, H. Guajardo Martínez, J. Yerena Cortéz. Journal of Alloys and Compounds 467 (2009) 572–577.
- 4. Penkalla H.J., Wosik J. Materials Chemistry and Physics 81 (2003) 417-423.
- 5. V.S.K.G. Kelekanjeri, R.A. Gerhardt, Electrochimica Acta 51 (2006) 1873–1880.

- 6. Chang Keh-Minn, Liu Xingbo. Materials Science and Engineering A308 (2001) 1–8.
- Brian Cantor, Hazel Assender and Patrick Grant., "Series in Materials Science and Engineering: Aerospace Materials", An Oxford-Kobe Materials

Text, Edited by Department of Materials, University of Oxford, UK.

8. Donachie M., Donachie S., Superalloys: A Technical Guide, Second Edition. ASM International (2002).

