

## **MICRODUREZA DE LA SUPERALEACIÓN NICKELVAC (N-90) MANUFACTURADA POR PULVIMETALURGIA**

### **MICROHARDNESS OF THE NICKELVAC SUPERALLOY (N-90) MANUFACTURED BY POWDER METALLURGY**

**Elizabeth Refugio-García<sup>1</sup>, José G. Miranda-Hernández<sup>2</sup>, Noé Velázquez-Barrón<sup>3</sup>,  
José A. Rodríguez-García<sup>3</sup>, Enrique Rocha-Rangel<sup>3</sup>**

(1) Universidad Autónoma Metropolitana, Departamento de Materiales, Av. San Pablo No. 180,  
Col. Reynosa-Tamaulipas, 02200 México, D.F. - México

(2) Universidad Autónoma del Estado de México (UAEM-Valle de México), IIN, Blvd. Universitario S/N,  
Predio San Javier, 54500 Atizapán de Zaragoza - México

(3) Universidad Politécnica de Victoria, Av. Nuevas Tecnologías 5902, Parque Científico y Tecnológico de  
Tamaulipas, 87138 Ciudad Victoria, Tamaulipas - México  
(e-mail: erochar@upv.edu.mx)

*Recibido: 12/09/2012 - Evaluado: 15/11/2012 - Aceptado: 27/12/2012*

#### **RESUMEN**

A través de la técnica de metalurgia de polvos se fabricó la aleación denominada comercialmente como nickelvac (N-90), que se trata de una superaleación hecha principalmente a base de níquel. La aleación fabricada fue sometida primeramente a un proceso de homogenizado a dos temperaturas distintas (1000 y 1065°C durante 2 h) y posteriormente fue envejecida a 350°C durante diferentes tiempos (0.5, 1, 2 y 3 h). De las mediciones de microdureza realizadas en las diferentes muestras, se obtuvo que mayores tiempos de envejecido reflejan mayores valores de dureza. De las observaciones de la microestructura con ayuda de microscopía electrónica de barrido, se pudo determinar la formación de precipitados del tipo  $Ni_xTi_y$ , siendo estos los causantes de los incrementos en la dureza de la aleación, estos precipitados tienen su origen durante el envejecido de la aleación.

#### **ABSTRACT**

Through powder metallurgy it was fabricated the nickelvac alloy, which is a superalloy mainly made by nickel. The fabricated alloy was homogenized at two different temperatures (1000 and 1065 °C during 2h) and later aged at 350°C during different times (0.5, 1, 2, and 3 h). From microhardness measurements realized in the samples, it was determined that the more time of aged meet, the more hardness reflected. From microstructure observations made by scanning electron microscopy, it was determined the formation of  $Ni_xTi_y$ -type precipitates, being these responsible for the microhardness improvement of the made alloy, these precipitates have their origin during the alloy aged.

Palabras clave: microdureza; superaleación; níquel; metalurgia de polvos  
Keywords: microhardness; superalloy; nickel; powder metallurgy

## INTRODUCCIÓN

Las superaleaciones son aleaciones metálicas que contienen grandes cantidades de diferentes elementos metálicos, las cuales se conciben con la idea de obtener un metal que presente la combinación de alta resistencia mecánica y a la corrosión a elevadas temperaturas tal y como lo explica Reed (2006). Dentro de estos nuevos materiales, se encuentran las superaleaciones de níquel mismas que presentan un buen comportamiento mecánico a temperaturas cercanas a los 1000°C según lo han establecido Bhadeshia (2003) y Blaine *et al.* (2010). Estas aleaciones presentan una microestructura muy peculiar, y se ha documentado (ASM Specialty Handbook, 2000) que es la causante de sus excelentes propiedades mecánicas, en esta microestructura se tiene presente una distribución en dos fases llamadas; gamma ( $\gamma$ ) y gamma prima ( $\gamma'$ ). La fase gamma es una solución sólida centrada en las caras que actúa como matriz, mientras que la fase gamma prima es una dispersión de precipitados ordenados del tipo intermetálico, y son responsables de la gran resistencia de las superaleaciones de acuerdo con McMahon Jr. (2004) y Wessel (2004). Debido a sus propiedades, las aleaciones base níquel son empleadas en aplicaciones donde se requiere resistencia mecánica a elevadas temperaturas como sería en la construcción de: álabes de turbinas, cámaras de combustión, reactores químicos, válvulas para motores de combustión interna, etc., según lo establecieron Shackelford y Alexander (2001). Las superaleaciones base níquel, normalmente se fabrican mediante la fusión de una pieza metálica de níquel, a la que se le agrega cierta cantidad de otros elementos metálicos, tales como; Cr, Al, Ti ó Co, con estos elementos metálicos se busca la formación de la fase gamma prima. Debido a que el contenido de los elementos de aleación es alto en este tipo de aleaciones y a las bajas solubilidades de estos elementos en el níquel cuando ocurre la solidificación, se tienen fuertes problemas de segregación de los elementos aleantes durante el enfriamiento de la aleación (Heubner *et al.*, 1997). Recientemente, surgió una técnica nueva de fabricación de este tipo de aleaciones; denominada solidificación rápida, gracias a la cual los metales fundidos se enfrían a muy altas velocidades disminuyendo así considerablemente su segregación (Reed, 2006). Las superaleaciones que se fabrican por este método son muy homogéneas en su composición química y por consiguiente presentan alta resistencia mecánica. Sin embargo, este tipo de procesamiento es costoso y requiere equipo especial para llevarlo a cabo. La Metalurgia de Polvos es una técnica que permite fabricar todo tipo de aleaciones McMahon Jr. (2004) y Matthew y Stephen (2002). En esta técnica un material en polvo es acondicionado mediante molienda mecánica, prensado y posteriormente sinterizado a elevadas temperaturas sin alcanzar su punto de fusión, con lo que se obtienen productos con alto valor agregado, dado las muy peculiares microestructuras que se obtienen en las aleaciones, características que se ven reflejadas en elevadas propiedades mecánicas (Bhadeshia, 2003). El objetivo de este trabajo es fabricar una superaleación base níquel por medio de la técnica de metalurgia de polvos, combinada con diferentes tratamientos térmicos practicados en las aleaciones resultantes.

## METODOLOGÍA

Los siguientes materiales; C, Co, Cr, Ti, Fe y Al (Aldrich, USA) en forma de polvo se emplearon para el estudio. El tamaño original de partícula de estos polvos fue inferior a 5  $\mu\text{m}$  y su pureza de 99.99% en todos los casos. El polvo de níquel tenía una forma filamentosa con tamaños de partícula inferiores a 1  $\mu\text{m}$  y pureza de 99.9% (Aldrich, USA). La cantidad de polvos metálicos utilizados en el estudio fue aquella que permitiera obtener al final del proceso, una aleación base Ni con la siguiente composición química expresada en % peso: 58% Ni, 19.5% Cr, 18% Co, 2.4% Ti, 1.4% Al, 0.3% Fe y 0.065% C, composición que corresponde a la de las superaleaciones de níquel, denominadas comercialmente como N-90 y que son ampliamente utilizadas debido a sus elevadas propiedades mecánicas según Aghaie-Khafri y Noori (2011), Font *et al.* (2008) y Duck-Hoy *et al.* (2008). Una vez pesados los polvos, estos se agregaron en un molino de bolas con elementos de molienda de zirconia y fueron molidos y mezclados durante 24 h a 250 rpm. Durante la molienda se usó alcohol isopropílico como agente controlante del proceso. Con los polvos molidos se prepararon por prensado uniaxial a 250 MPa, pastillas cilíndricas de 2 cm de diámetro por 0.3 cm. de espesor. Posteriormente, estas muestras fueron sinterizadas a 1305°C durante 1 h, el calentamiento y el enfriamiento se llevaron a cabo a velocidades de 10°C/min. Para evitar la oxidación de las muestras metálicas, la sinterización se llevó a cabo en un horno con atmósfera de nitrógeno. A continuación un grupo de muestras se homogenizó a 1065°C mientras que otro se homogenizó a 1000°C, durante [http://www.exeedu.com/publishing.cl/av\\_cienc\\_ing/](http://www.exeedu.com/publishing.cl/av_cienc_ing/)

2 h en ambos casos. Finalmente, todas las muestras se envejecieron a 350°C durante diferentes tiempos (0.5, 1, 2 y 3 h). Las muestras finales fueron caracterizadas de la manera siguiente: La microestructura se observó con ayuda de microscopios óptico y electrónico de barrido, este último equipado con un detector por espectroscopia de difracción de rayos-X (EDX) con el que se realizaron diversos análisis químicos en diferentes zonas de las muestras. Asimismo se midió la dureza de cada muestra por medio de indentación Vickers.

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### Microestructura

La microestructura de las muestras homogenizadas a 1000°C por un periodo de tiempo de 1 hora y posteriormente envejecidas a 350°C durante diferentes tiempos se presenta en la Figura 1. Como podrá observarse en todos los casos se tienen microestructuras homogéneas. De estas micrografías se midió el tamaño de grano mostrándose los resultados obtenidos al final de cada juego de microestructuras. De estos resultados se tiene que conforme aumenta el tiempo de envejecido la microestructura tiende a engrosarse, ya que el tamaño de grano va de 7.90 micras para la muestra envejecida 0.5 h a 8.2 micras para la muestra envejecida 3 h, este engrosamiento de la microestructura se debe a la mayor cantidad de energía que se suministra a la muestra a mayores tiempos de calentamiento, energía que absorbe la muestra a través del crecimiento de su microestructura. Asimismo, en las figuras se observa en zonas intergranulares la presencia de una fase que bien pudiera ser amorfa, esto debido a las características que presenta esta. La presencia de esta posible fase amorfa en zonas intergranulares, de acuerdo con Safari y Nategh (2006) puede deberse a la formación de algún compuesto intermetálico formado entre el níquel y alguno de los elementos de aleación agregados como son titanio y cromo, esta aseveración tiene su fundamento en el hecho de que los compuestos intermetálicos entre níquel y titanio o cromo presentan puntos de fusión muy debajo de la temperatura de sinterización a la que fueron sometidas estas muestras, así se puede decir que con la buena homogenización de todos los metales durante la molienda y con el aporte de energía al sistema durante la misma se facilitó la formación de dichos compuestos intermetálicos.

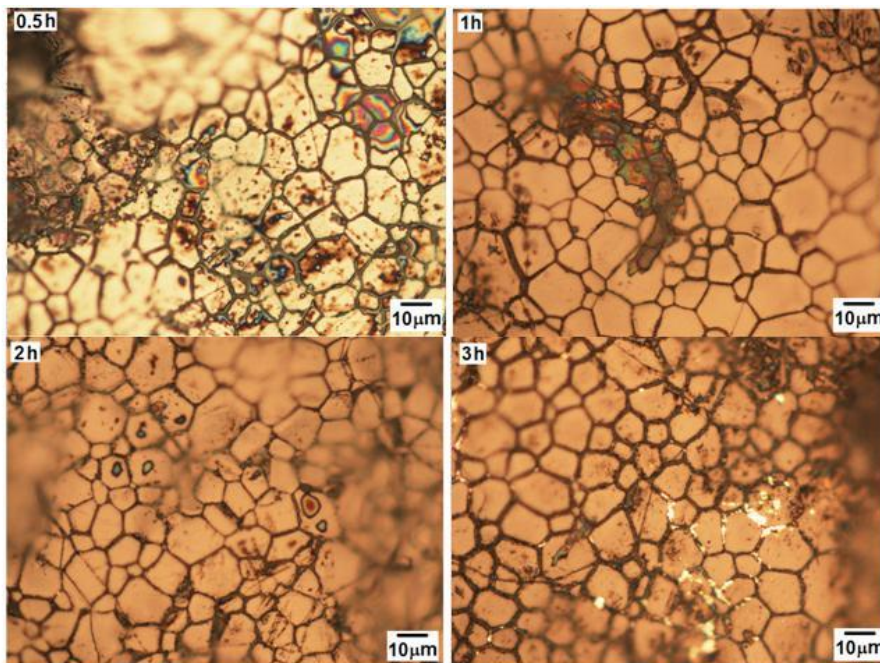


Fig. 1: Microestructura de las muestras homogenizadas a 1000°C durante 1 hora y envejecidas a 350°C. Tamaños de grano 7.9, 8.1, 8.2 y 8.18 para 0.5, 1, 2 y 3 h de envejecido respectivamente.

La microestructura de las muestras homogenizadas a 1065°C durante 1 hora y posteriormente envejecidas a 350°C a diferentes tiempos se presentan en la Figura 2. Estas micrografías presentan una microestructura un tanto diferente a la de las muestras homogenizadas a más baja temperatura (1000°C), en este caso el tamaño de grano va de 7.88 micras para la muestra envejecida 0.5 h a 8.28 micras para la muestra envejecida a 3 h. En estas fotografías se observa una microestructura quemada, situación que tiene su origen en la elevada temperatura del tratamiento de homogenización. Asimismo, en este caso la formación de granos con tonalidades diferentes a la de la matriz es observada, además de que la cantidad de estos granos es abundante. Esta situación igualmente tiene su origen en la elevada temperatura de trabajo a la que fueron sometidas estas muestras, ya que a 1065°C lo que debió haber ocurrido fue una segregación de los elementos. Es de entenderse así que debido a que si en este caso la microestructura no es homogénea, tampoco lo sea su composición química y por consiguiente sus propiedades mecánicas puedan variar.

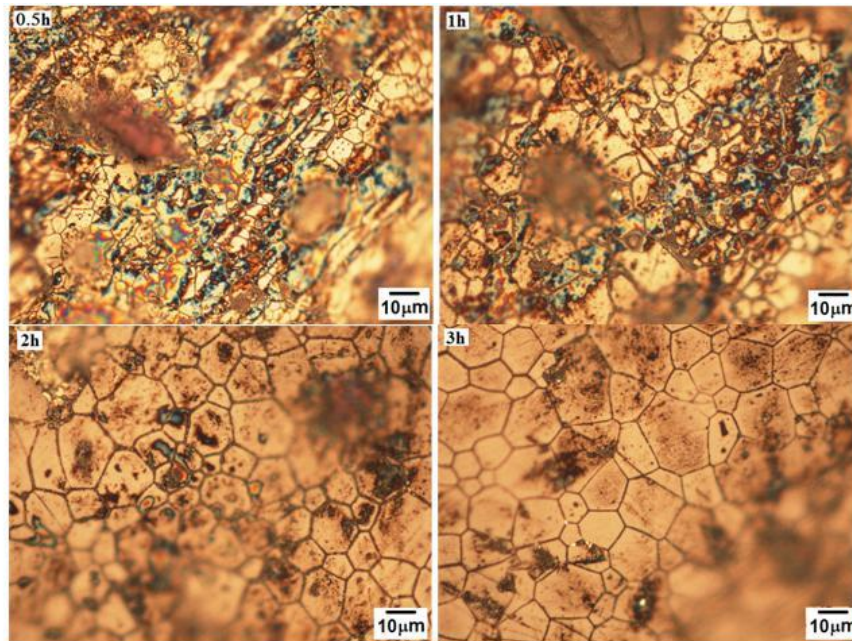


Fig. 2: Microestructura de las muestras homogenizadas a 1000°C durante 1 hora y envejecidas a 350°C. Tamaños de grano 7.88, 8.14, 8.25 y 8.28 para 0.5, 1, 2 y 3 h de envejecido respectivamente.

En la Figura 3 se muestran fotomicrografías tomadas por microscopía electrónica de barrido de las muestras homogenizadas a 1000°C (a) y 1065°C (b) durante 1 hora y posteriormente envejecidas a 350°C durante 2 h. En esta figura es clara la diferencia en la microestructura de ambas muestras, ya que la figura (a) resulta ser más homogénea en cuanto a tamaño y distribución de los granos, mientras que en la figura (b) se tiene una microestructura que presenta mayor porosidad que la anterior y una forma y tamaño de grano más irregular. De nuevo queda aquí de manifiesto que elevadas temperaturas de homogenización en este tipo de muestras no resulto ser lo mejor.

Con la idea de investigar sobre la formación de precipitados en la matriz de níquel, la microestructura fue ampliada 8,000 veces, observándose la micrografía que se presenta en la Figura 4 en donde se comprueba la aparición de precipitados con tamaños menores a 1 μm. Estos precipitados se encuentran localizados en zonas intragranulares de la matriz. Con ayuda de análisis de espectrometría de rayos-X (EDX) se determinó que los precipitados corresponden a compuestos intermetálicos del tipo  $Ni_xTi_y$ . Un espectro típico de este tipo de análisis por EDX que se obtuvo luego de realizar un análisis puntual sobre varios precipitados de la microestructura se presenta como complemento de la figura 4.

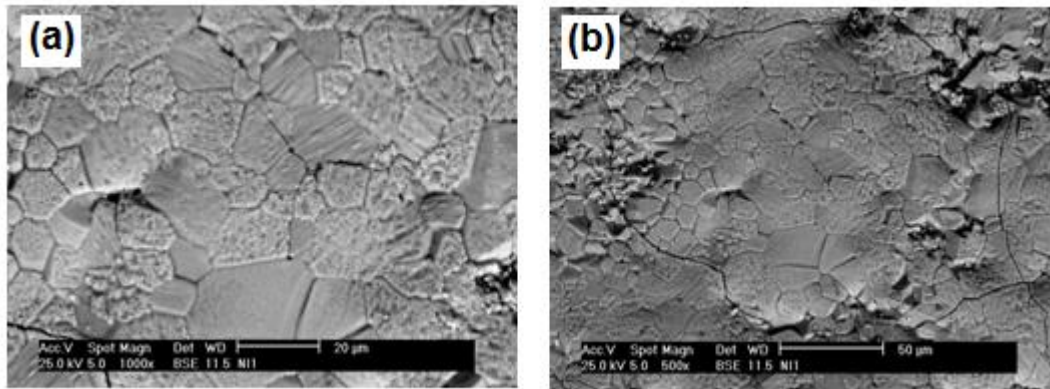


Fig. 3: Microestructuras de las muestras homogenizadas a 1000°C (a) y 1065°C (b) durante 1 hora y envejecidas a 350°C durante 2 h.

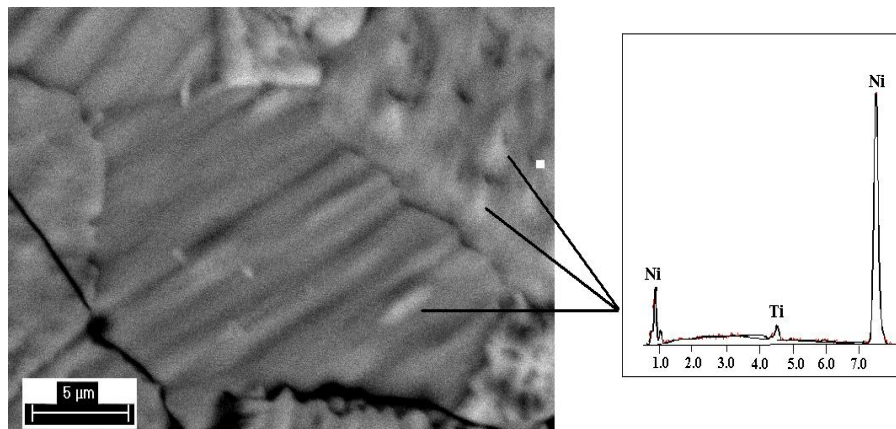


Fig. 4: Microestructura de la muestra homogeneizada a 1065 °C y envejecida a 350 °C durante 2h. Y espectro EDX del análisis puntual realizado en las partículas claras ubicadas dentro de algunos granos de la matriz de níquel.

### Tamaño de grano

En la Figura 5 se presenta la variación del tamaño de grano en la microestructura de las superaleaciones base níquel como una función del tiempo de envejecido en las muestras homogenizadas a 1000 y 1065°C respectivamente. En la figura ambas curvas tienen un comportamiento muy similar, en el que se observa aumentos en el tamaño de grano con los incrementos en el tiempo de envejecido. En la figura también se observa que el crecimiento de grano es mayor sobre todo a tiempos mayores (2 y 3 horas) en la muestra homogenizada a 1065°C, este comportamiento se explica a que durante la recristalización (homogenización) las muestras estuvieron expuestas a mayores temperaturas lo que se traduce en un mayor almacenamiento de energía en las mismas, energía que se libera con el crecimiento de grano durante el envejecimiento (Blaine *et al.*, 2010). Una última observación que se puede hacer de esta figura, es el punto correspondiente a 3 horas de tratamiento de la muestra homogenizada a 1000°C, donde se tiene que el tamaño de grano es inferior al tamaño de grano de la misma muestra pero envejecida solo 2 horas, este comportamiento se atribuye a errores experimentales durante la determinación del tamaño de grano en ambas muestras. Igualmente, aquí se tiene que el tamaño de grano tiende a alcanzar un equilibrio, es decir deja de crecer conforme el tiempo de tratamiento es mayor.

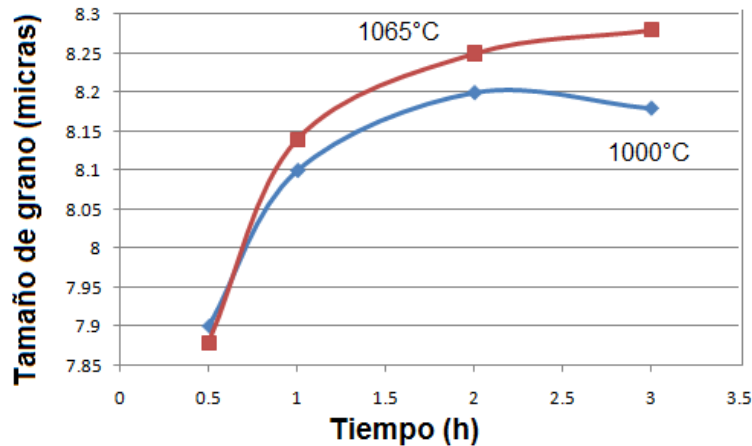


Fig. 5: Tamaño de grano de las muestras homogenizadas a 1000 y 1065°C como una función del tiempo de envejecido.

### Microdureza

En la Figura 6 se presenta la variación de la dureza de las superaleaciones de níquel como una función del tiempo de envejecido de aquellas muestras homogénizadas a 1000 y 1065°C. En esta figura se tiene para las dos temperaturas de homogenizado que en la medida que el tiempo de tratamiento aumenta, igualmente aumenta la dureza. La explicación de este comportamiento puede deberse a que a mayores tiempos de tratamiento se tiene una mejor homogenización de la microestructura, así como una mayor eliminación de esfuerzos residuales en las muestras. Por otro lado, se observa que la dureza de las muestras homogenizadas a la menor temperatura de prueba (1000°C) es en general superior a la dureza de aquellas muestras homogenizadas a mayor temperatura. En este caso es evidente que la temperatura de homogenización de 1065°C resulta elevada en el sentido de que a esta temperatura empieza a ocurrir el fenómeno de crecimiento de grano, situación que se observa claramente en la tabla donde se reportan los tamaños de grano para cada temperatura de homogenizado. Si bien en ambos casos la dureza como ya se menciona tiene a aumentar con el tiempo, también se observa sobre todo en la curva correspondiente a 1000°C de temperatura de homogenización, que la dureza alcanza un equilibrio conforme el tiempo de tratamiento es mayor, por lo que no es de esperar mayores incrementos en la dureza con mayores tiempos de tratamiento. Un dato importante a resaltar es que para las mejores condiciones de procesamiento obtenidas en este estudio que son 1000°C de temperatura de homogenización, 350°C de temperatura de envejecido y 2 horas de tratamiento a esta temperatura, la dureza que se obtuvo en la muestra fue de 488 en la escala Vickers, el valor reportado en la literatura (MatWeb, 2012) para una aleación comercial con la misma composición química de la aleación aquí fabricada y homogenizada a 1066°C y posteriormente envejecida es de 292 en la escala Vickers. De donde se tiene que el valor de dureza de la aleación fabricada por el método propuesto en este estudio, presenta una mejora del 67% en la dureza de la misma, en la literatura no se reporta las condiciones del tratamiento de envejecido ni las características microestructurales de la muestra, pero es de esperarse que estas microestructuras sean muy diferentes a las aquí conseguidas y que éstas sean las causantes de la variación en la dureza, por supuesto como ya se vió reflejado las microestructura que se obtenga al final del procesamiento, dependen fuertemente de las condiciones de trabajo durante el mismo, situación que ya quedó de manifiesto con este estudio.

Con la idea de encontrar una correlación entre el tamaño de grano y la dureza de las muestras para las dos temperaturas de homogenización estudiadas se construyen las gráficas que se presentan en la Figura 7. En donde se muestra el efecto de la variación de la dureza de las muestras como una función del tamaño de grano en las mismas. En esta figura es claro que la muestra homogenizada a menor temperatura (1000°C) presenta una mayor dureza con tamaños de granos similares a los que presentan aquellas muestras homogenizadas a [http://www.exeedu.com/publishing.cl/av\\_cienc\\_ing/](http://www.exeedu.com/publishing.cl/av_cienc_ing/)

mayores temperaturas. Esto remarca el hecho de que no siempre mayores temperaturas de recristalización permiten obtener las microestructuras más homogéneas y por consiguiente con mejores propiedades mecánicas. De aquí se puede comentar que las condiciones ideales de tratamiento para alcanzar la mayor dureza en la muestras con un tamaño de grano fino luego de la sinterización de las mismas son: 1000°C de homogenización durante 1 horas y posterior envejecido a 350°C durante 2 horas.

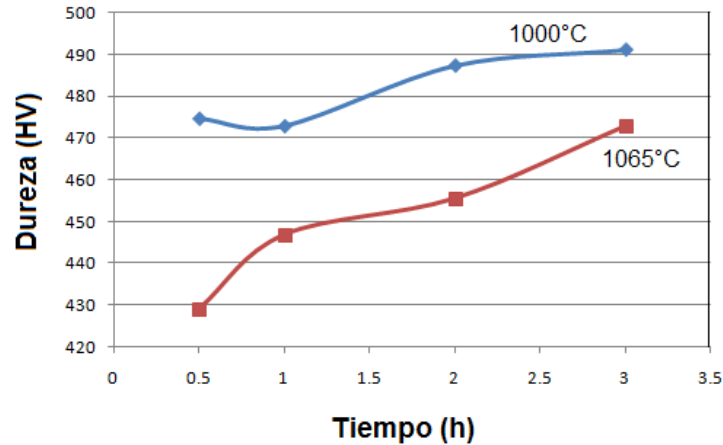


Fig. 6: Dureza de las muestras homogenizadas a 1000 y 1065°C como una función del tiempo de envejecido.

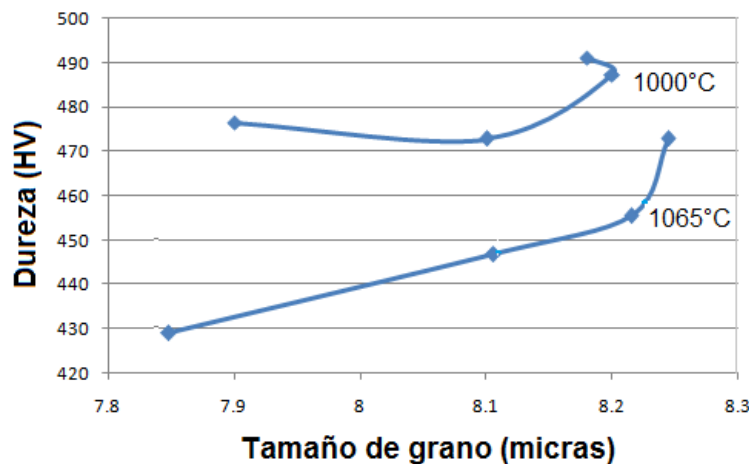


Fig. 7: Dureza de la muestra como una función del tamaño de grano.

## CONCLUSIONES

A partir de los resultados obtenidos, se pueden extraer las siguientes conclusiones:

- A través de técnicas de metalurgia de polvos se fabricaron exitosamente superaleaciones base níquel del tipo N-90.
- La dureza de la superaleación depende fuertemente de las condiciones de homogenizado y sobre todo de los tiempos de envejecido. Teniéndose mejores valores de dureza a tiempos largos de envejecido y bajas

temperaturas de homogenizado, condiciones de trabajo con las cuales se logran microestructuras finas y homogéneas.

- La formación durante el envejecido de precipitados de compuestos intermetálicos del tipo  $Ni_xTi_y$  tienen una marcada influencia en los incrementos de dureza de la superaleación base níquel.

## REFERENCIAS

1. Aghaie-Khafri, M. & Noori, N. (2011). Life prediction of Ni-base superalloy. *Bull. Mater. Sci.*, 34 (2), 305-309.
2. ASM Specialty Handbook, (2000). Nickel, Cobalt and their alloys, first edition, ASM International, USA.
3. Bhadeshia, H.K.D.H. (2003). Nickel Based Superalloys, Cambridge University, Bajado 10 enero, 2012 desde, <http://www.msm.cam.ac.uk/phase-trans/2003/Superalloys/superalloys.html>
4. Blaine, G., Hugo, L. & Xiao, H. (2010). Superalloys, alloying and performance, pp. 17-44: ASM International, USA.
5. Font, J., Muntasell, J., Santamarta, R., Pons, J., Cesari, E., Recarte, V., *et al.* (2008). Thermal stability and ordering effects in Ni-Fe-Ga ferromagnetic shape memory alloys. *Materials Science and Engineering A*, 481-482, 262-265.
6. Duck-Hoi, K., Jae-Hoon, K., Jeong-Woo, S., Young-Shin L., Chul-Kyu, P. & Soon-Il, M. (2008). Stress rupture characteristics of Inconel 718 alloy for ramjet combustor. *Materials Science and Engineering A*, 483-484, 262-265.
7. Heubner, U., Grocki, J., Herda, W.R. & Hoffmann, T. (1997). Nickelalloys and high-alloy special stainless steels. Ed. Vereingte.
8. Matthew, J.D. & Stephen, J.D. (2002). Superalloys a technical guide, second edition, ASM International, USA.
9. MatWeb, Bajado 1 de diciembre, 2012 desde, <http://www.matweb.com/search/DataSheet.aspx?MatGUID=5ba7d06a82e5486e830364c62dac9dba&ckck=1>
10. McMahon Jr., C.J. (2004). Structural Materials, pp. 315-348: Merion Books.
11. Reed, R.C. (2006). The Superalloys Fundamentals and Applications, Ed. Cambridge.
12. Safari, J. & Nategh S. (2006). On the heat treatment of Rene-80 nickel-base superalloy. *Journal of Materials Processing Technology*, 176 (1-3), 240-250.
13. Shackelford, J.F. & Alexander, W. (2001). Materials Science and Engineering Handbook, pp. 1-95: CRS Press, Boca Raton Florida.
14. Wessel, J.K. (2004). The Handbook of Advanced Materials, pp. 66-88: John Wiley & Sons.