

# Tratamiento térmico de una superaleación base níquel

**Yamicelis Tomacen Lámbert**

[ytomacen@emni.moa.minem.cu](mailto:ytomacen@emni.moa.minem.cu)

Empresa Mecánica del Níquel

**Tomás Fernández Columbié**

[ternandez@ismm.edu.cu](mailto:ternandez@ismm.edu.cu)

**Ledennis Suárez Torres**

[lstorres@ismm.edu.cu](mailto:lstorres@ismm.edu.cu)

**Eggar Pérez Fernández**

[epfernandez@ismm.edu.cu](mailto:epfernandez@ismm.edu.cu)

Universidad de Moa

**Resumen:** Se determinó las variaciones metalúrgicas que ocurren en una superaleación hastelloy C-276 expuesta a tratamiento térmico. Para realizar el mismo se seleccionó la cuña de una válvula fabricada de esta aleación, fue seccionado su cuerpo en tres partes, que fueron expuesta a temperatura de 1 050 °C en un horno de mufla por tiempo de una hora y enfriada en agua. Se determinó que, la muestra patrón está compuesta de austenita dendrítica y ferrita, producto de un proceso de forjado y luego, estas cambian a martensita y austenita dendrítica por el ciclo térmico. Por efecto del tratamiento de 217 HV, en la estructura establecida por las normas se incrementa hasta 325 HV en la muestra patrón y hasta 380 HV al realizar el tratamiento por disminución en el tamaño del grano.

**Palabras claves:** superaleación; tratamiento térmico; electrolisis; forja; dureza.

## Heat treatment of a nickel based super alloy

**Abstract:** The metallurgical variations that occur in a hastelloy C-276 superalloy exposed to heat treatment were determined. To carry out the same, the wedge of a valve made of this alloy was selected, its body was sectioned into three parts, which were exposed to a temperature of 1050 oC in a muffle furnace for one hour and cooled in water. It was determined that the standard sample is composed of dendritic austenite and ferrite, product of a forging process and then, these change to martensite and dendritic austenite by the thermal cycle. Due to the effect of the 217 HV treatment, in the structure established by the standards, it increases to 325 HV in the standard sample and up to 380 HV when carrying out the treatment due to the decrease in grain size.

**Keywords:** superalloy; heat treatment; electrolysis; forging; hardness.

## Introducción

El término superaleación fue utilizado por primera vez después de la Segunda Guerra Mundial, para describir a un grupo de aleaciones desarrolladas para su empleo en turbinas y motores de aeronaves de alto rendimiento que requiere su uso a elevadas temperaturas. La gama de aplicaciones para las que se utilizan se ha extendido a otras áreas y ahora incluye aviones y turbinas de gas, motores de cohetes, plantas químicas y de petróleo. Son especialmente adecuadas para estas aplicaciones exigentes debido a su capacidad de conservar sus propiedades mecánicas, incluso después de largos tiempos de exposición por encima de los 650 °C. Su versatilidad se atribuye al hecho de que combinan esta alta resistencia con buena ductilidad a baja temperatura y excelente estabilidad superficial (Salah y Engin, 2010).

Ha sido planteado por Agarwal (2000); Carranza *et al.* (2007) que, las superaleaciones se desarrollaron a partir de los aceros inoxidable austeníticos, pero con contenidos de Ni mayores. Son aleaciones base Ni (tipo INCONEL serie 600 y 700), base Fe-Ni (tipo INCOLOY serie 800) y base Co (tipo STELLITE) que se usan generalmente a temperaturas mayores de 540 °C ya que poseen una excelente resistencia mecánica a elevadas temperaturas. Consisten en una matriz austenítica y FCC más una variedad de fases secundarias.

Presentan buen comportamiento mecánico a temperaturas cercanas a los 1 000 °C según lo han establecido Bhattacharyya Davis & Drew (2015); Durán-Martínez y Fernández-Columbié (2018). Las condiciones de operación, método usado en la soldadura, tratamientos térmicos inapropiados y temperaturas de operación en el intervalo de 482-816 °C promueven la precipitación de carburos de cromo y el consecuente empobrecimiento de cromo en los bordes de grano, que ocasiona de esta manera, la sensibilización de la estructura metálica.

Ha sido expuesto por Arulmurugan y Manikandan (2017) que, todas las superaleaciones tienen agregados variables de Al, Cu, Mo, Nb, Ti y V que promueven endurecimiento por precipitación de carburos y de intermetálicos submicroscópicos. Su resistencia mecánica se debe a endurecedores por solución sólida y fases precipitadas. Las principales fases precipitadas endurecedoras son  $\gamma$  y  $\gamma'$ . Los carburos proveen un aumento de la resistencia mecánica limitado de forma directa (a través de endurecimiento por dispersión) o más comúnmente indirecta (estabilizando bordes de

grano frente a esfuerzos excesivos). Las fases  $\delta$  y  $\eta$  son útiles (junto con  $\gamma$ ) en el control de la estructura en superaleaciones trabajadas durante el procesado.

El hastelloy C-276 es una superaleación de níquel-molibdeno-cromo con adición de tungsteno, diseñado para tener una excelente resistencia a la corrosión en un rango amplio de ambientes severos. El alto contenido de níquel y de molibdeno hace que este acero de aleación de níquel sea resistente a la picadura y a la corrosión de rendija en ambientes de reducción, mientras que el cromo lo hace a medios oxidantes. El bajo contenido de carbón minimiza la precipitación de carburo durante la soldadura para mantener la resistencia a la corrosión en las estructuras de ensamble (Manikandan *et al.*, 2015).

### **Tratamientos térmicos de las superaleaciones**

Los procesos de trabajado se definen como un conjunto de actividades que utilizan las características de los materiales frente a su deformación plástica; los tres aspectos que lo definen son el mecánico, definido por los esfuerzos aplicados, el metalúrgico, por los cambios microestructurales inherentes a la tensión y a la temperatura y el tecnológico, por los costos económicos, aspectos ambientales y de utilidad real (Fernández-Columbié *et al.*, 2019).

El propósito del templado de aleaciones resistentes al calor es mantener a temperatura ambiente, la solución sólida supersaturada obtenida durante el tratamiento de solución. El templado produce una partícula fina de  $\gamma'$  y más altas propiedades a la tensión (Safari y Nategh, 2006). En los realizados entre 0,5TH y 0,6TH Blaine *et al.* (2010) exponen que existen parámetros, tales como la velocidad de deformación y la propia deformación, que pueden hacer variar levemente los límites que definen los diferentes tipos de tratamiento. Estos límites vienen marcados por los efectos que los tratamientos realizados a la temperatura correspondiente producen en el material; se trata de cambios microestructurales, de procesos de recristalización y de acabado superficial.

Cuando estas aleaciones se someten a tratamientos térmicos, ocurren transformaciones de fase, de acuerdo al rango de temperaturas considerado. En el de 300-650 °C sucede una de ordenamiento de largo alcance (*LRO: Long Range Ordering*). Esta reacción es homogénea, sin nucleación preferencial en borde de grano

o de maclas. La composición química de la fase ordenada es similar a la de la matriz, por lo cual no se produce una disminución de las propiedades frente a la corrosión, pero si origina un aumento de la resistencia mecánica y una moderada pérdida de la ductilidad (Aghaie-Khafri y Noori, 2011).

El trabajo tiene como objetivo determinar las propiedades físico-metalúrgica de una superaleación base níquel Cr-Ni-Mo del tipo C-276, luego de ser expuesta a tratamiento térmico.

## Desarrollo experimental

### Análisis de la composición química

En la tabla 1 se muestra la composición química de la superaleación base níquel. Se obtuvo en un espectrómetro cuántico de masa, ESPECTROLAB 230, con electrodo de carbón bajo arco sumergido en atmósfera de argón.

Tabla 1. Composición química de la superaleación base níquel, % en masa

Aleación	Ni	Cr	C	Mn	Si	Cu	Mo	W	V	Nb	Co
C-276.	38,0	18,0	0,02	1,0	0,08	3,6	2,0	3,0	0,30	0,15	2,2

Las adiciones de aleantes en las superaleaciones son el cromo y el níquel. Contienen manganeso y silicio como adiciones intencionales, incluyen molibdeno, niobio, titanio, aluminio, cobre, tungsteno, nitrógeno que mejoran la fabricación. El carbono puede promover la formación de fases de carburos en el límite de grano, como el  $M_{23}C_6$ ,  $M_6C$  y promover la resistencia mecánica.

### Selección de las muestras

El material empleado para la aplicación del tratamiento térmico pertenece a una cuña de una válvula, como se muestra en la figura 1, la cual tienen forma cilíndrica, se obtienen por el proceso de forjado y luego son maquinadas, del cuerpo se seleccionaron tres muestras, teniendo en cuenta que las dimensiones son un diámetro de 203 mm y el espesor de 32 mm.

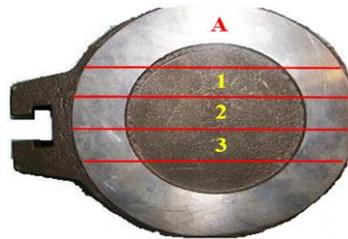


Figura 1. Área para selección de las muestras.

Para obtener las muestras se utilizó una fresadora vertical, se empleó abundante refrigeración para evitar el calentamiento de la pieza y no provocara transformaciones de fase por efecto de la acritud. Las muestras 1, 2 y 3 se sometieron a tratamiento térmico, la seleccionada con la letra A se consideró muestra patrón.

### **Preparación de las muestras metalográficas**

Las superficies preparadas para observar las fases microscópicas fueron plana y pulida, se realizó unas series de pasos consecutivos los cuales fueron, según la norma NC 10-56:86 y ASTM E3-95. Se realizó la operación de corte, ya que las muestras eran grandes, las cuales fue necesario reducirlas a un tamaño con dimensiones de 15 x 15 x 32 (Norma ASTM E-92). La superficie a pulir, primero se desbastó, deslizándola sucesivamente por papeles con abrasivos de granos cada vez más fino, una vez pulidas se lavaron con agua destilada y secada con papel de filtro. Para revelar la estructura se realizó por electrolisis. En la figura 2 se muestra el equipo empleado y el modo de ataque de las muestras.



Figura 2. Revelado de la estructura por electrolisis.

El tiempo de duración del ataque fue de siete minutos, la disolución empleada fue ácido sulfúrico en una proporción del 50 %, la tensión de corriente de la máquina fue de 9 V, con una intensidad de 3 A. Como material auxiliar se utilizó una placa de grafito. En el proceso del ataque, la disolución se calentó, donde sufrió cambio de

coloración, primero de color amarillo y luego pasó a coloración verdosa, logrando la oxidación, tanto del hierro como del níquel. Se controló durante el proceso de corrosión, la emisión de gases tóxicos como el  $\text{SO}_2$  y el  $\text{SO}_3$ , lo cual se logró mediante el encapsulado por una campana de extracción de gases.

### Microestructura patrón de la aleación

Para la observación de la microestructura de la probeta patrón, se empleó un microscopio óptico marca NOVEL modelo NIM-100, las cuales se acoplaron en un dispositivo con plastilina para la nivelación de las mismas. Se realizó para observar el comportamiento microestructural y emplearla para establecer la comparación luego de realizado el proceso de tratamiento térmico. La muestra de la figura 3 se corresponde con la superaleación hastelloy C-276.

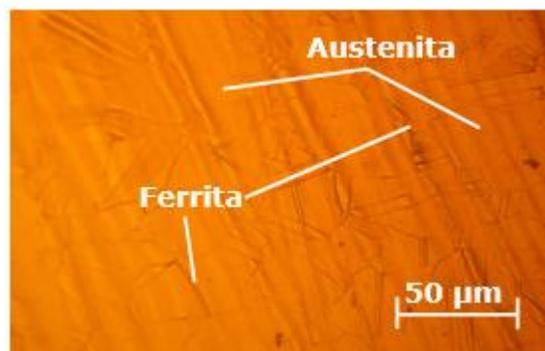


Figura 3. Estructura metalográfica de la superaleación hastelloy C-276.

La microestructura está compuesta por una estructura de austenita y ferrita en bordes de grano. El contorno de los granos en la estructura es rectilíneo. La austenita es estable por encima de la temperatura crítica  $A_{c1}$ . Está formada por cristales cúbicos centrados en las caras (FCC).

El horno empleado para el tratamiento térmico es de mufla y se generan elevadas temperaturas y calentar materiales que son sometidos a distintos procesos de tratamiento. Es eléctrico con aplicaciones de procesos de incineración, secado, disgregación, recocido, con temperatura máxima de + 1 100 °C. Se calienta la probeta por acción directa o indirecta del flujo eléctrico.

En la medición de la microdureza se siguieron los procedimientos de la norma NC 10-56: 86. Para el ensayo se utilizó un durómetro modelo: HTU 200 BVR D. Se efectuaron tres mediciones a las muestras en diferentes lugares, las que se promediaron, la carga aplicada fue de 0,49 N; en un tiempo de 15 s. El indentador empleado fue el de

pirámide de diamante, con un ángulo de  $136^\circ$  según la ASTM E 92-82. En la tabla 2. se muestra los parámetros considerados para la determinación de la dureza.

Tabla 2. Parámetros considerados

No	Condición	Temperatura de TT (°C)	Etapa	Dureza (HV)
1	Establecida por norma	----	----	217
2	Muestra de la cuña (A)	----	----	325
3	Tratamiento térmico (1)	1 050	1	X
4	Tratamiento térmico (2)	1 050	1	X
5	Tratamiento térmico (3)	1 050	1	X

Para establecer criterios de comparación, se consideró la estructura establecida por la Norma ASTM-SAE en el hastelloy C-276 y la cuña expuesta al proceso de corte. De esta forma se determinan los posibles cambios que pudieran haber existidos en ambas y, por último, se consideran las tres sometidas al tratamiento térmico.

## Resultados y discusión

### Análisis de la estructura patrón del material de la cuña

En la figura 4 se muestra la estructura obtenida de la muestra patrón de la superaleación hastelloy C-276, denominada con la letra A.

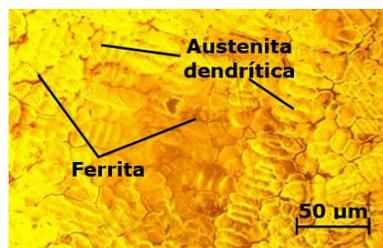


Figura 4. Estructura de la cuña.

Se observa una estructura de matriz austenita con la ferrita en bordes de granos, la austenita es del tipo dendrítico, lo cual es indicativo de un tratamiento previo mediante el proceso de forja, ya que la estructura dendrita se forma al existir gradientes de temperaturas y se forman en dirección a este gradiente. En las superaleaciones base níquel, el tamaño de grano final de las forjadas y tratadas térmicamente, tienen una influencia sobre las propiedades mecánicas. Estos tratamientos incrementan el tamaño de grano, la resistencia a la tensión, el esfuerzo de ruptura y la ductilidad generalmente decrecen y los valores de la deformación son más erráticos. Un material que presenta un grano fino tiene, a temperatura ambiente, una dureza superior, así

como mayor resistencia a la fatiga y al impacto, comparado con un material de grano grueso.

### Tratamiento térmico de la superaleación hastelloy C-276

Los tratamientos térmicos determinan las propiedades básicas y se utilizan para propósitos específicos de servicio. Aparte de estos las variaciones en las propiedades mecánicas son causadas por cambios en limpieza y composición química, comportamiento de precipitación y recristalización, tamaño de grano, orientación del grano y cantidad de deformación. En la figura 5 se muestra el ciclo térmico aplicado a las muestras.

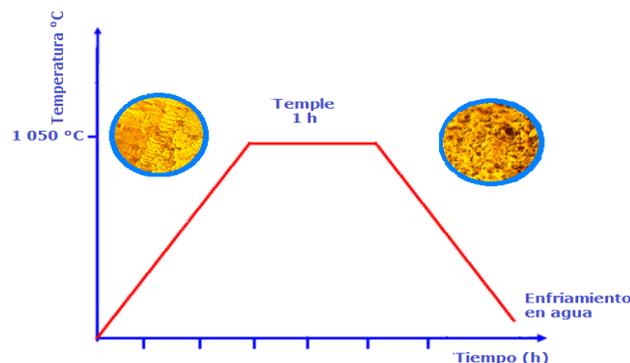


Figura 5. Ciclo de tratamiento térmico de la aleación hastelloy C-276.

El tratamiento implicó, luego de una hora a temperatura de 1 050 °C, un enfriamiento rápido a la región de dos fases (temperatura ambiente). La rapidez de este impide la formación de precipitados de equilibrio, creando así una solución sobresaturada. Al efecto del tratamiento, corresponde un cambio en las propiedades mecánicas. El envejecimiento usualmente aumenta significativamente las propiedades mecánicas a temperatura ambiente y produce un incremento en la resistencia a fluencia y ruptura a elevada temperatura, de acuerdo a Alcántara *et al.* (2016). El endurecimiento es principalmente obtenido por una precipitación coherente de la cantidad de esta fase en una matriz y basada en níquel, según Zadorozne *et al.* (2011).

### Comportamiento microestructural de las muestras tratadas térmicamente

Se determinó el comportamiento microestructural de las tres muestras sometidas a tratamiento térmico (Figura 6).

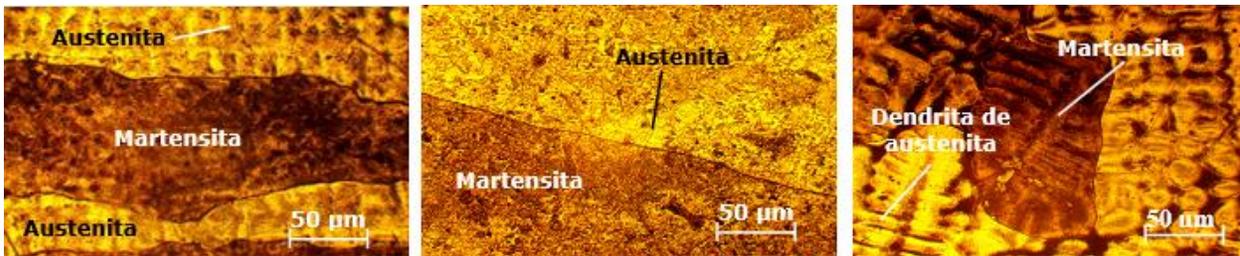


Figura 6. (a) Muestra 1. (b) Muestra 2. (c) Muestra 3.

En las estructuras analizadas se puede observar que, luego del tratamiento térmico a una temperatura de 1 050 °C, con tiempo de permanencia de una hora, la estructura de austenita dendrítica lograda en el proceso de forjado, ahora está compuesta por los microconstituyentes de austenita y martensita, pero con la formación de granos más pequeños, dispersos sobre la matriz. La presencia de la martensita es promovida por la presencia del elemento químico cromo. La aleación al enfriarse de su tratamiento térmico, ocurre la precipitación de la  $\gamma'$  secundaria en la región dendrítica, como se muestra en la figura 6(c), coincidente con Shuangqun *et al.* (2003).

La fuerza de los metales disminuye a medida que se aumenta la temperatura, debido a que, la asistencia de la activación térmica hace que sean más fáciles los desplazamientos y se puedan superar los obstáculos. Sin embargo, las superaleaciones base níquel contienen  $\gamma'$ , que básicamente es un compuesto intermetálico  $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$ , que los hace resistentes a la temperatura. El temple, a rápida velocidad, evita la formación de fases perjudiciales las cuales se forman entre 1 127 y 1 527 °C, según ha sido reportado por Salah y Engin (2010).

### **Análisis de la dureza en la superaleación hastelloy C-276**

Las propiedades y comportamiento de las superaleaciones durante su manufactura y el desempeño durante su vida de servicio, dependen de su composición, estructura, procesamiento y tratamiento térmico al cual han sido expuestas. La tabla 3 muestra el comportamiento de las durezas según las microestructuras de cada una de las probetas.

Tabla 3. Resultados de las durezas

No	Condición	Temperatura de TT (°C)	Etapas	Microestructura	Dureza (HV)
1	Establecida por norma	32	0	Austenita-Ferrita	217
2	Muestra de la cuña (A)	32	0	Austenita dendrita-Ferrita	325
3	Tratamiento térmico (1)	1 050	1	Martensita-austenita	380
4	Tratamiento térmico (2)	1 050	1	Austenita-martensita	350
5	Tratamiento térmico (3)	1 050	1	Martensita-austenita	370

En las durezas obtenidas, según las microestructuras de las muestras se observa que, en la establecida por las normas es de 217 HV, pero en la extraída de la cuña se incrementa hasta 325 HV por efecto del forjado. En la No. 1 y la No. 3 la estructura al ser de martensita-austenita, la dureza es de 380 y 370 HV respectivamente, donde la diferencia de 10 unidades puede ser atribuible al tamaño de los granos. En la No. 3 con la presencia de la austenita-martensita, al ser la primera una fase más tenaz, esta disminuyó hasta 350 HV. Independientemente que existe un refinamiento de grano en las muestras y que los mismos no son uniforme, el tratamiento térmico ha tenido influencia sobre la transformación de la estructura.

Para el estudio realizado se puede plantear que la temperatura de tratamiento térmico a 1 050 °C resulta en una transformación en el hastelloy C-276, ya que con la misma ocurre la recrystalización y la disminución en el tamaño del grano, situación que se observa en las microestructuras obtenidas para cada una. La dureza alcanza un equilibrio en correspondencia con este comportamiento, reportado por Belan (2016).

## Conclusiones

La superaleación hastelloy C-276, en estado de suministro presenta una estructura de austenita y de ferrita en bordes de granos, sin embargo, para trabajar en ambientes agresivos, son sometidas a un posterior proceso de manufactura como el de forjado.

Al aplicar tratamiento térmico a la superaleación hastelloy C-276 a una temperatura de 1 050 °C, con tiempo de permanencia de una hora, la estructura de austenita dendrítica obtenida por el proceso de forjado, se transformó a fases de austenita y martensita, con granos más pequeños, dispersos sobre la matriz.

Se determinó que en la superaleación hastelloy C-276, la dureza se incrementa desde 235 HV para la muestra forjada, hasta 380 HV luego del tratamiento térmico, lo cual está asociado a la formación de la estructura martensítica obtenida después del temple en agua.

## Referencias bibliográficas

- AGARWAL, D. 2000. *Nickel and nickel alloys*. In: *Uhlig's corrosion Handbook*. R. Winston Revie (ed.). John Wiley & Sons, Inc., New York, p. 831-851
- AGHAIE-KHAFRI, M. & NOORI, N. 2011. Life prediction of Ni-base superalloy. *Bulletin of Materials Science* 34(2): 305-309.
- ALCÁNTARA, D.; FERNÁNDEZ, T. & RODRÍGUEZ, I. 2016. Influencia de la pulpa lixiviada sobre el desgaste de una aleación del tipo Hastelloy C 276. *Minería y Geología* 32(1): 93-105.
- ARULMURUGAN, B. & MANIKANDAN, M. 2017. Development of welding technology for improving the metallurgical and mechanical properties of 21st century nickel-based superalloy 686. *Ciencia e ingeniería de los materiales: A*. 691: 126-140.
- BELAN, J. 2016. GSP and TCPPhases presented in nickel-base superalloys. *Materials Today: Proceedings* 3(4): 936-941.
- BHATTACHARYYA, D.; DAVIS, J. & DREW, M. 2015. Characterization of complex carbide-silicide precipitates in a Ni-Cr-Mo-Fe-Si alloy modified by welding. *Materials Characterization* 105(9): 118-128.
- BLAINE, G.; HUGO, L. & XIAO, H. 2010. *Superalloys, alloying and performance*. ASM International, USA pp. 17-44.
- CARRANZA, R.; RODRÍGUEZ, M. & REBAK, R. 2007. Efecto del potencial sobre la corrosión en rendijas de la aleación C-22. Congreso SAM/CONAMET. San Nicolás.
- DURÁN-MARTÍNEZ, W. & FERNÁNDEZ-COLUMBIÉ, T. 2018. Efecto del desgaste por corrosión en una superaleación expuesta a alta concentración de elementos en el fluido. *Ciencia & Futuro* 8(3): 20-31.
- FERNÁNDEZ-COLUMBIÉ, T.; RODRÍGUEZ, I.; COBAS, M.; ALDANA, M.; UTRIA, M. & MEDINA, M. 2019. Microestructura de una aleación níquel-cromo-molibdeno soldada con electrodos revestidos *Minería y Geología* 35(2): 220-232.

- MANIKANDAN, M.; ARIVAZHAGAN, N.; NAGESWARA, R. & REDDY, G. 2015. Improvement of microstructure and mechanical behavior of gas tungsten arc weldments of alloy C-276 by current pulsing. *Acta Metallurgica Sinica* 28(2): 208-215.
- 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.
- SALAH, N.; ENGIN, S. 2010. Machining conditions impact on the fatigue life of Waspaloy- Impact of grain size, 7th International Symposium on superalloy 718 and derivates, TMS.
- SHUANGQUN, Z.; XISHAN, X.; GAYLORD, D.; SMITH. S. & SHAILESH, 2003. Microstructural stability and mechanical properties of a new nickelbased superalloy. *Materials Science and Engineering A* 355(1-2): 96-105.
- ZADOROZNE, N.; CARRANZA, R.; GIORDANO, C.; ARES, A. & REBAK, R. 2011. *Effect of the composition of nickel alloys on the anodic behavior in aqueous solutions of chloride and bicarbonate*, Vol. 1475. In XXXV International Symposium. Scientific Basis for Nuclear Waste Management, Materials Research Society, Buenos Aires.