

CORPORACIÓN MEXICANA DE INVESTIGACIÓN EN MATERIALES

DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO



**ESTUDIO DEL EFECTO DE NANOPARTÍCULAS DE TUNGSTENO EN LA
UNIÓN POR BRAZING DE COMPONENTES BASE NÍQUEL PARA
TURBINAS**

POR

ING. LETICIA LORUHAMA RODRÍGUEZ LÓPEZ

MONOGRAFÍA

**EN OPCIÓN COMO ESPECIALISTA EN TECNOLOGÍA DE LA SOLDADURA
INDUSTRIAL.**

SALTILLO, COAHUILA, MÉXICO.

SEPTIEMBRE DEL 2012.

CORPORACIÓN MEXICANA DE INVESTIGACIÓN EN MATERIALES

DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO



**ESTUDIO DEL EFECTO DE NANOPARTÍCULAS DE TUNGSTENO EN LA
UNIÓN POR BRAZING DE COMPONENTES BASE NÍQUEL PARA
TURBINAS**

POR

ING. LETICIA LORUHAMA RODRÍGUEZ LÓPEZ

MONOGRAFÍA

**EN OPCIÓN COMO ESPECIALISTA EN TECNOLOGÍA DE LA SOLDADURA
INDUSTRIAL.**

SALTILLO, COAHUILA, MÉXICO.

SEPTIEMBRE DEL 2012

AGRADECIMIENTOS

A CONACYT, por apoyarme mediante la beca de manutención otorgada para la realización de la especialidad y durante el desarrollo del documento monográfico.

A la Corporación Mexicana de Investigación en Materiales S.A de C.V. (COMIMSA), por haberme brindado su apoyo a través de la beca académica la cual me otorgaron.

A la Gerencia de Desarrollo Humano y a las personas que lo integran, así también a mi tutor académico Dr. Héctor Manuel Hernández García por haberme proporcionado la capacitación y las asesorías invaluable en el conocimiento de los nano-materiales y la soldadura Brazing, pero sobretodo por la paciencia que me tuvo para llevar a cabo todo este trabajo monográfico.

Al CINVESTAV por darme la oportunidad de realizar mi estancia académica, pero sobre todo al Dr. Arturo Isaías Martínez Enríquez, M.C. Karla I. Camacho, M.C. Adolfo Hernández Valdés y Dr. Marco A. García, por todos los conocimientos referentes a nanotecnología que compartieron conmigo.

A mis padres Ramiro Rodríguez Emiliano y Leticia López Ruíz, quienes siempre me han alentado y apoyado en mi búsqueda de nuevos conocimientos. A mi hermano y hermana.

Pero sobretodo agradezco infinitamente a Dios por la bendición de la vida y la gracia que me ha dado delante de todas las personas en las que me he apoyado para realizar y culminar este proyecto.

ÍNDICE

SÍNTESIS	- 1 -
CAPÍTULO 1	- 2 -
1.1 ANTECEDENTES	- 2 -
1.2 OBJETIVOS	- 4 -
1.2.1 OBJETIVO GENERAL	- 4 -
1.2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	- 4 -
1.3 JUSTIFICACIÓN	- 4 -
1.4 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	- 5 -
1.5 APORTACIÓN CIENTÍFICA Y TECNOLÓGICA	- 5 -
1.6 ALCANCES Y LIMITACIONES	- 6 -
CAPÍTULO 2	- 7 -
2.1 BRAZING	- 7 -
2.1.1 DEFINICIÓN Y PRINCIPIO	- 7 -
2.1.2 DISEÑO DE LA UNIÓN	- 8 -
2.1.3 TIPOS DE METAL DE APORTE, FUNDENTE Y ATMÓSFERA	- 11 -
2.1.4 MÉTODOS DE UNIÓN	- 14 -
2.1.4.1 Brazing con soplete/antorcha	- 14 -
2.1.4.2 Brazing en horno	- 14 -
2.1.4.3 Brazing por inducción	- 15 -
2.1.4.4 Brazing por resistencia	- 16 -
2.1.4.5 Brazing por inmersión	- 17 -
2.1.4.6 Brazing por infrarrojo (cuarzo)	- 17 -
2.1.4.7 Brazing por fusión	- 18 -
2.1.5 FASES LÍQUIDAS TRANSITORIAS (TLP)	- 18 -
2.1.5.1 Descripción general de la fase transitoria de líquidos y la unión transitoria parcial en fase líquida.	- 18 -
2.1.5.2 Formación de la fase líquida transitoria.	- 19 -
2.1.6 CRECIMIENTO DE FASES EN EL CORDÓN DE SOLDADURA	- 22 -
2.2 SUPERALEACIONES	- 25 -
2.2.1 DEFINICIÓN DE SUPERALEACIÓN	- 25 -
2.2.2 SUPERALEACIONES BASE NÍQUEL	- 25 -
2.2.2.1 Composición química de las aleaciones base níquel	- 27 -
2.2.2.2 Microestructura	- 32 -
2.2.2.3 Tratamiento térmico de las aleaciones base níquel	- 35 -
2.2.2.4 Propiedades mecánicas de las aleaciones base níquel	- 36 -

2.2.2.5	Procesamiento de las aleaciones base níquel	- 39 -
2.2.2.6	Aplicaciones	- 45 -
2.2.3	SOLDADURA DE ALEACIONES A ALTA TEMPERATURA (BASE NÍQUEL)	- 46 -
2.2.3.1	Fractura por envejecimiento mecánico	- 48 -
2.2.3.2	Agrietamiento por licuación de la zona afectada por el calor	- 49 -
2.3	TURBINAS DE COMBUSTIÓN	- 54 -
2.3.1	PRINCIPIOS DE OPERACIÓN	- 54 -
2.3.2	CARACTERÍSTICAS METALÚRGICAS DE LAS TURBINAS BASE NÍQUEL	- 56 -
2.3.3	FRACTURAS EN ÁLABES DE TURBINAS	- 57 -
2.3.4	REPARACIÓN DE COMPONENTES DE TURBINAS POR BRAZING	- 59 -
2.4	MATERIALES NANOESTRUCTURADOS	- 61 -
2.4.1	ANTECEDENTES	- 61 -
2.4.2	PROPIEDADES ESTRUCTURALES	- 61 -
2.4.3	CARACTERÍSTICAS DE LOS NANOMATERIALES EN LOS NUEVOS PROCESOS DE MANUFACTURA	- 62 -
2.4.4	CLASIFICACIÓN	- 62 -
2.4.5	SÍNTESIS	- 63 -
2.4.6	MÉTODOS DE CARACTERIZACIÓN	- 67 -
2.4.6.1	Técnicas de imagen	- 67 -
2.4.6.2	Técnicas analíticas	- 72 -
2.4.7	EFFECTO DE LAS NANOPARTÍCULAS DE TUNGSTENO (W) SOBRE LA NUCLEACIÓN EN UNA UNIÓN POR BRAZING	- 74 -
2.4.7.1	Caracterización de las nanopartículas	- 74 -
2.4.7.2	Pasta para aplicar el proceso brazing en horno de resistencias	- 76 -
CAPÍTULO 3		- 80 -
3.1	PROCESO DE SOLDADURA BRAZING PARA LA REPARACIÓN DE COMPONENTES DE TURBINAS	- 80 -
3.2	FORMACIÓN DE FASES LÍQUIDAS TRANSITORIAS (TLP) DURANTE EL PROCESO DE SOLDADURA BRAZING	- 81 -
3.3	APLICACIÓN DE NANOPARTÍCULAS DE TUNGSTENO (W) DURANTE EL PROCESO DE SOLDADURA BRAZING	- 81 -
CAPÍTULO 4		- 83 -
4.1	DESARROLLO EXPERIMENTAL	- 83 -
4.1.1	ADQUISICIÓN DE MATERIALES, EQUIPO Y CARACTERIZACIÓN DE MUESTRAS	- 84 -
4.1.1.1	Material	- 84 -
4.1.1.2	Equipo	- 85 -
4.1.1.3	Caracterización de las muestras de los álabes de turbina	- 86 -
4.1.1.4	Análisis térmico diferencial y termogravimétrico	- 86 -

4.1.1.5	Caracterización de la superficie de fractura de los álabes de Inconel mediante estereoscopio	- 86 -
4.1.1.6	Caracterización de la superficie de fractura de los álabes de Inconel mediante microscopía óptica	- 87 -
4.1.1.7	Caracterización de las nanopartículas por microscopía electrónica de transmisión de alta resolución (HRTEM)	- 87 -
4.1.2	IMPREGNACIÓN DE NANOPARTÍCULAS	- 87 -
4.1.3	PROCESO BRAZING EN HORNO DE RESISTENCIA CON BAJO VACÍO Y ATMÓSFERA PROTECTORA	- 88 -
4.1.3.1	Caracterización de las muestras unidas por brazing	- 90 -
4.2	RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS DEL CASO DE ESTUDIO	- 91 -
4.2.1	COMPOSICIÓN QUÍMICA DEL ÁLABE DE TURBINA	- 91 -
4.2.2	INSPECCIÓN ESTEREOSCÓPICA DE LA ZONA DE FRACTURA DEL ÁLABE	- 92 -
4.2.3	ANÁLISIS TÉRMICO DIFERENCIAL Y TERMOGRAVIMÉTRICO DE LA PASTA PARA SOLDAR LOS ÁLABES POR BRAZING	- 93 -
4.2.4	CARACTERIZACIÓN DE LAS NANOPARTÍCULAS DE TUNGSTENO (W)	- 94 -
4.2.5	INSPECCIÓN DE MICROESTRUCTURAS DE LAS MUESTRAS DE ÁLABES EN CONDICIÓN DE PULIDO	- 96 -
4.2.5.1	Proceso brazing con y sin nanopartículas de tungsteno en las microestructuras en condición de pulido	- 97 -
4.2.5.2	Tratamiento térmico de envejecimiento con nanopartículas de tungsteno en las microestructuras en condición de pulido	- 98 -
4.2.5.3	Fotomicrografías de muestras con tratamiento térmico de envejecimiento con nanopartículas de tungsteno (W) y atacadas electroquímicamente	- 102 -
<u>CAPÍTULO 5</u>		- 105 -
5.1	CONCLUSIONES DEL ESTUDIO BIBLIOGRÁFICO	- 105 -
5.2	CONCLUSIONES DE LOS RESULTADOS EXPERIMENTALES	- 106 -
<u>BIBLIOGRAFÍA</u>		- 107 -
<u>LISTADO DE TABLAS</u>		- 112 -
<u>LISTADO DE FIGURAS</u>		- 113 -
<u>RESUMEN AUTOBIOGRÁFICO</u>		- 117 -

SÍNTESIS

Este trabajo monográfico es una recopilación de información referente a la aplicación de nanopartículas de tungsteno durante la reparación de álabes de turbina base níquel por medio del proceso de soldadura Brazing.

En la actualidad la reparación de componentes aeroespaciales mediante Brazing es de lo más utilizado, pero a pesar de que es el proceso más factible, vuelve a haber fracturas y agrietamientos después de la rehabilitación.

Debido a la reincidencia de agrietamientos en los álabes de turbinas aeroespaciales, se ha recurrido a mejorar el procedimiento de reparación mediante la aplicación de nano-partículas de tungsteno (W) en las piezas a reparar para mejorar sus propiedades de mojabilidad y así se logre llegar a micro-grietas que no se conseguían soldar con el método de rehabilitación convencional.

Al final de esta recopilación del estado del arte, se presenta un caso de estudio, el cual hace referencia a la aplicación de nanopartículas de tungsteno (W) en un álabe Inconel 725 fracturado que es reparado por el proceso Brazing, por último se presentan los resultados obtenidos, los cuales dan pauta a continuar con una investigación más amplia y exhaustiva, sobre la aplicación de nanopartículas durante el proceso de soldadura Brazing.

CAPÍTULO 1

INTRODUCCIÓN

1.1 Antecedentes

Actualmente, en la industria aeroespacial se presentan continuamente casos de fractura y agrietamiento de sus componentes. En algunos casos, se reparan mediante el proceso de unión por Brazing. Este proceso de unión, es un tipo de soldadura no convencional empleado en la reparación de fracturas en componentes de turbinas base níquel o cobalto. Sin embargo, en períodos largos de servicio, el componente rehabilitado por Brazing falla por coalescencia y crecimiento de grietas que no fueron eficientemente unidas.

La revisión bibliográfica sobre el tema de rehabilitación de los componentes para turbinas industriales (mismos que son empleados en el área aeroespacial), es para reducir costos en el reemplazo de la pieza y proponer un proceso alternativo en el ramo de la manufactura avanzada. En esta línea de investigación, se ha observado agrietamiento y micro-fisuras entre la unión del material de aporte y el metal base unidos por el proceso Brazing. Debido a tres principales razones: 1) dificultad de penetración del material de aporte, 2) presencia de

micro-porosidades que propician el crecimiento de grietas y 3) deficiente limpieza superficial. Retomando la primera razón, surge la necesidad de activar las fuerzas de capilaridad y mojabilidad. Con el objetivo de que el metal de aporte penetre entre las micro-grietas de contornos irregulares.

En base a lo anterior, ha habido grandes avances en la miniaturización a escalas nanométricas para aplicaciones en la ciencia y la tecnología. Lo relevante no es tanto la escala nanométrica que pueden alcanzar las partículas, sino más bien, el efecto sobre las propiedades físicas y químicas que se obtienen en los materiales, con respecto a las propiedades de los materiales a granel.

Por tal motivo, se plantea en esta revisión bibliográfica, el uso de las nanopartículas para incrementar la mojabilidad y capilaridad entre micro-grietas. Así de esta manera, se pueden disminuir las limitaciones del proceso de unión por Brazing entre el metal de aporte y el metal base. Asimismo, emplear la nanotecnología en la reparación de componentes aeroespaciales, creará nuevo conocimiento y beneficio al sector industrial. Obviamente, aplicado en procesos de soldadura no convencionales, como el Brazing.

1.2 Objetivos

1.2.1 Objetivo general

Desarrollar el estado del arte y un caso de estudio de la unión de componentes base níquel por Brazing en horno de resistencias usando nanopartículas de tungsteno (W).

1.2.2 Objetivos específicos

- a) Revisar el estado del arte de los procesos Brazing, aleaciones base níquel (superaleaciones) y el uso de la nanotecnología.
- b) Investigar e informar en el estado del arte el uso de la nanotecnología como alternativa para ser aplicada en los procesos de unión.
- c) Plantear una metodología experimental para reparar componentes de turbina base níquel y así realizar un caso de estudio.

1.3 Justificación

En México se han estado desarrollando diferentes métodos para la reparación de componentes base níquel. Debido a que estas aleaciones son empleadas en los componentes de turbinas industriales. El uso de estas aleaciones son debido a que tienen una alta resistencia termomecánica a altas temperaturas. No obstante, en la reparación de estos componentes se utilizan diversos métodos de soldadura por Brazing para unir componentes solicitados en las partes de las turbinas. Sin embargo, a pesar de que este proceso garantiza uniones de alta resistencia iguales o superiores al metal base, se forman intermetálicos o estructuras aciculares. De esta manera, afectan la zona soldada al disminuir las propiedades mecánicas.

En base a que existe mucha reincidencia de micro-agrietamientos en los componentes de turbinas ya rehabilitados, se propone la revisión bibliográfica del proceso de unión por Brazing usando nanopartículas. Con el propósito de transferir conocimiento al sector industrial y establecer las condiciones y variables en el uso de las nano-partículas, tales como: a) métodos de obtención y depósito de las nano-partículas en la fractura, b) morfología, tamaño y tipo de nano-partícula y, c) visualización y preparación de las grietas.

1.4 Planteamiento del problema

Comúnmente los componentes de las turbinas base níquel son reparadas mediante el uso de metales de aporte por Brazing. No obstante, la pieza unida vuelve a fallar debido a diversos factores: a) precipitados, b) activación de agrietamiento por efecto del H_2 , y O_2 , c) formación de dendritas en el cordón de soldadura, d) engrosamiento de los precipitados y e) presencia de fases fragilizadoras (α y γ), principalmente. Por otra parte, de acuerdo a las zonas de operación del componente, la composición química de la aleación base níquel es distinta. Asimismo, el tipo del mecanismo de falla y tiempo de servicio del componente limita la preparación y proceso de unión en componentes base níquel durante la reparación.

1.5 Aportación científica y tecnológica

En el presente documento, se revisa el estado del arte referente al tema de la aplicación de nanopartículas en micro-grietas o fisuras de componentes base níquel. Con la finalidad de mejorar la mojabilidad y penetración del metal de aporte al usar el proceso Brazing. Obtener microestructuras susceptibles a ser modificadas por tratamiento térmico o evitar fases de morfología acicular. Además, de sugerir un estudio más profundo para implementar un proceso

innovador en la reparación de componentes de turbinas mediante el uso de la nanotecnología.

1.6 Alcances y limitaciones

A primera instancia, el problema es limitado en los componentes que tienen unión por metal de aporte distinto al del metal base. Esto modifica el ciclo térmico, igualmente, el tipo de aleación base.

Las características de la superficie de fractura y el mecanismo de falla es importante considerarlo, debido a que ciertos componentes tienen algo de tiempo almacenados y su superficie tiene oxidación selectiva. Esto conlleva a implementar un procedimiento de preparación de la superficie de fractura.

En caso de macro-segregaciones, el componente, metalúrgicamente, no es factible de reparar.

El tipo y cantidad de fases fragilizadoras, es un factor que determina el ciclo térmico o un tratamiento térmico previo a depositar las nano-partículas para usar Brazing.

La abertura de la grieta y/o propagación establece un procedimiento previo al Brazing.

CAPÍTULO 2

ESTADO DEL ARTE

2.1 Brazing

2.1.1 Definición y principio

El Brazing es un método versátil de unión de metales y no metales, debido a que tiene la capacidad de unir materiales disímiles. Por citar un ejemplo, la unión de acero y latón, el primero tiene alto punto de fusión ($> 1500^{\circ}\text{C}$) con respecto al segundo ($\cong 910^{\circ}\text{C}$). [1,6]

En las uniones obtenidas por el proceso Brazing, si son diseñadas apropiadamente, se obtienen fuertes cohesiones metálicas iguales o mayores que las del metal base. Además, presentan ductilidad, resistencia al impacto y menor vibración operacional. Este tipo de junta rara vez requiere de algún tipo de acabado debido a que son uniones limpias. La unión se puede realizar a temperaturas relativamente bajas, lo cual reduce las posibilidades de deformación, recalentamiento o fusión del material base. [1]

El mecanismo del proceso Brazing consiste en fundir el metal de aporte, éste se distribuye entre las superficies estrechas empalmadas en la junta; en consecuencia, por atracción capilar fluye para interactuar químicamente con el metal base (procesos de atracción atómica y difusiva). [1, 2]

De lo anterior, se requiere que las superficies a unir se limpien para eliminar películas de óxidos. Posteriormente, se cubren con un fundente capaz de disolver los óxidos metálicos y evitar una nueva oxidación. [3]

El flujo capilar es el principio básico en donde el metal de aporte fundido, moja ambas superficies del ensamble. La unión deberá espaciarse de modo que permita una acción capilar eficiente. La capilaridad es el resultado de la tensión superficial entre el metal base y el metal de aporte, que es promovido por el ángulo de contacto entre ambos. [3]

En el flujo del metal de aporte influyen consideraciones dinámicas como viscosidad, presión de vapor, fuerza de gravedad, reacciones de transformación metalúrgicas y fenómenos difusivos entre el metal base y la soldadura. [3]

2.1.2 Diseño de la unión

Una unión sólida es aquella en la que el 100 % del área de la unión es mojada por el material de aporte y, además está completamente llena de él. [2]

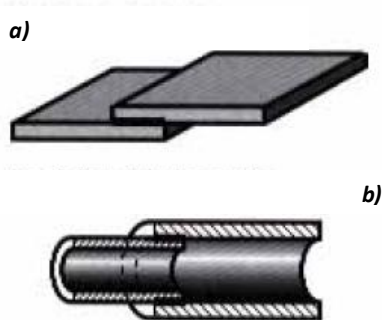


Figura 2.1 a) Unión traslape plana; b) Unión traslape tubular. [4]

Existen muchos tipos de uniones pero las más típicas utilizadas en el Brazing son de traslape (Figura 2.1 (a) y (b)). En el caso de que sean planas o tubulares, se unen a tope (Figura 2.2 (a) y (b)). No obstante, requiere poca área de contacto y una baja resistencia, a tope-traslape (Figura 2.3 (a)). Finalmente, uniones que tienen bordes con ranuras poseen mayor resistencia pero requieren de más preparación y, esto eleva el costo del proceso (Figura 2.3 (b)). [2]

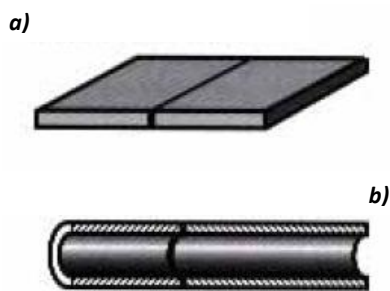


Figura 2.2 a) Unión a tope plana; b) Unión a tope tubular. [4]

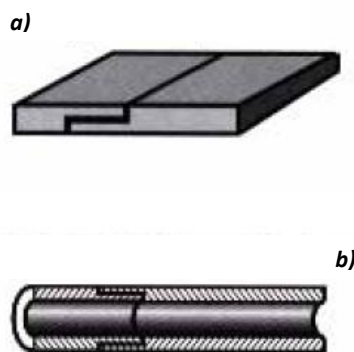


Figura 2.3 a) Unión tope-traslape plana; b) Unión tope-traslape tubular. [4]

El diseño de una buena unión tipo traslape, dependerá de considerar los siguientes criterios: (1) el grado de traslape y (2) la amplitud de la unión. El mejor grado de traslape para una unión plana es de $3-4t$ (t = espesor del material más delgado). Sin embargo, en el caso de piezas tubulares, la longitud de traslape debe ser una vez el diámetro del tubo en tuberías de hasta 25.4 mm. [2]

La holgura tiene un marcado efecto en la resistencia de la junta. Si la holgura es muy pequeña, inhibe la distribución del material de aporte entre el conjunto a soldar. Este efecto reduce la resistencia de la unión, y si es demasiado ancho disminuye la capilaridad del sistema. Este último fenómeno mecánico, no favorece el llenado en la junta, disminuyendo la resistencia a valores propios del material de aporte. Es por tanto fundamental mantener una holgura adecuada y uniforme a lo largo de la unión. [2]

Entre piezas tubulares y planas se requiere diversos modos de unión. En los componentes tubulares, es necesario el desplazamiento de acoplamiento entre las piezas. En superficies planas, se colocan una encima de la otra y, el factor rugosidad es considerado; por ejemplo, el pulido de las superficies restringe que la aleación fundida fluya. [2]

Por otro lado, una unión con Brazing involucra procesos termodinámicos de transformación y coeficientes de expansión térmica, ya que durante el proceso de solidificación se obtienen cavidades debido a la contracción del material (rechupes / shrinkage cavities). Estos defectos de solidificación disminuyen la resistencia de la unión. El incremento en el volumen del material de aporte aumenta la susceptibilidad de formación de cavidades. Es evidente, que una disminución en la holgura retiene menor volumen de material de aporte. En consecuencia, la cantidad y tamaño de cavidades que se obtendrán serán en menor proporción durante la solidificación. [2]

Los espaciados recomendados dependen principalmente de la fluidez del material de aporte y, están condicionados en función de la temperatura de unión. Además, no deben cerrarse conforme incrementa la temperatura debido a la diferencia del coeficiente de dilatación térmica del metal base. [2]

Para calcular el área de unión, en una junta a tope, se considera la sección transversal del miembro más delgado. Por el contrario, en uniones con traslape, las dimensiones varían (longitudes largas o pequeñas). Es decir, requiere ser

tres veces más largo que el grosor del miembro más delgado a soldar (Figura 2.4). [4]

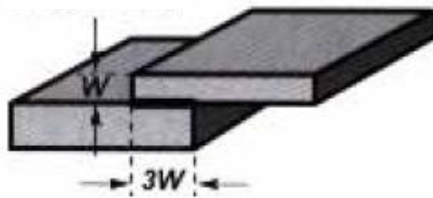


Figura 2.4 “Regla del 3” para calcular la longitud de traslape. [4]

2.1.3 Tipos de metal de aporte, fundente y atmósfera

La mayoría de los metales de aporte son aleaciones que funden a través de un rango de temperaturas. Excepto, en materiales de aporte con puntos de fusión eutéctica, ya que tienen una temperatura invariante específica. [2]

Metales de aporte comerciales usados en la soldadura por Brazing, se enlistan en la tabla 2.1 así como su compatibilidad con algunos metales base. [5]

Tabla 2.1 Metales de aporte comunes utilizados en la soldadura por Brazing. [5]

Metal de Aporte	Composición Típica	Temperatura aproximada para Brazing (°C)	Metales Base
Aluminio y silicio	90 Al, 10 Si	600	Aluminio
Cobre	99.9 Cu	1120	Níquel – Cobre
Cobre y Fósforo	95 Cu, 5 P	850	Cobre
Cobre y Zinc	60 Cu, 40 Zn	926	Aceros, Hierros colados de níquel
Oro y Cobre	80 Au, 20 Cu	950	Acero inoxidable, Aleaciones de níquel.
Aleaciones de Níquel	Ni, Cr y Otros	1120	Acero inoxidable, Aleaciones de níquel.
Aleaciones de Plata	Ag, Cu, Zn y Cd	730	Titanio, Monel, Inconel, Acero para herramientas, Níquel.

Las características para un proceso de unión por Brazing son las siguientes: 1) temperatura de fusión menor a la del metal base, 2) baja tensión superficial en la fase líquida para humectar la superficie, 3) alta fluidez para desplazarse entre espacios intrincados y 4) no debe existir interacción química tipo corrosiva o galvánica con el metal base. [5]

Los metales de aporte tienen diversas presentaciones comerciales: alambres, varillas, láminas o tiras, polvos y pastas. Así como, partes preformadas hechas de metal latonado que es diseñado para adaptarse a una configuración de unión particular y, al revestimiento en una de las superficies a las que se va a aplicar soldadura. Varias de estas técnicas se ilustran en la figura 2.5 (a), (b) y (c). [5]

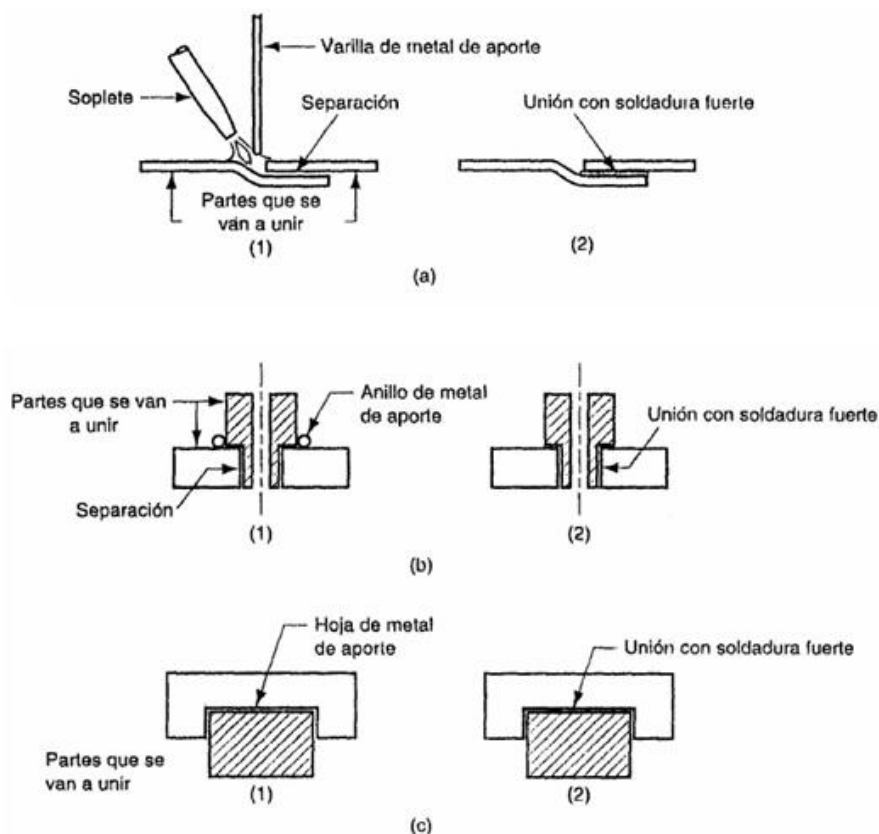


Figura 2.5 Varias técnicas para aplicar metal de aporte en la soldadura fuerte: (a) soplete y varilla de aporte, (b) anillo de metal de aporte a la entrada de la separación y (c) hoja de metal de aporte entre superficies de partes planas. Secuencia:(1) antes y (2) después. [5]

Retomando el párrafo anterior, las pastas metálicas para Brazing, consisten en polvos metálicos de aporte mezclados con fundentes fluidos y aglutinantes. [5]

Uno de los requisitos indispensables en la unión por Brazing, es evitar la formación de óxidos en el metal de aporte como en el metal base durante el ciclo térmico. Lo anterior se resuelve mediante el uso de un fundente y/o una atmósfera protectora. Incluso se usan mezclas con un gas reductor ($H_{2(g)}$). [1]

Los fundentes para Brazing tienen el mismo propósito que en la soldadura por fusión; se disuelven, combinan e inhiben de alguna forma la formación de óxidos y otros subproductos no deseados en el proceso. El uso de un fundente no sustituye los pasos de limpieza previos. Otros aspectos del fundente son: 1) temperatura de fusión baja, 2) baja viscosidad, 3) humectabilidad y 4) protección en la unión durante la solidificación del metal de aporte. El fundente también debe ser fácil de remover después de llevar a cabo la soldadura. [5]

Los ingredientes comunes de fundentes para Brazing son el bórax (tetraborato de sodio), fluoruros y cloruros. Las distintas presentaciones del fundente a granel incluyen: polvos, pastas y pastas fluidas. Adicionalmente, en la mezcla se utilizan agentes de humidificación, con el objetivo de reducir la tensión superficial entre el metal de aporte y metal base. Otra alternativa para el uso de un fundente, es generar vacío bajo una atmósfera controlada inerte (argón). [5]

El propósito de la atmósfera protectora, es rodear y proteger las partes a soldar durante el ciclo de calentamiento y enfriamiento. Bajo este esquema, se emplean ambientes gaseosos de argón, helio, hidrógeno, amoníaco disociado, nitrógeno, las combinaciones de hidrógeno y nitrógeno o argón, así como, gases de combustión de combustible (atmósfera exotérmica, endotérmica generada), y al vacío. Tener un ambiente de protección no es suficiente para proteger a la mayoría de los materiales base. Con el fin de proteger eficazmente los diversos metales base, el contenido de oxígeno de la atmósfera debe ser

controlado. El punto de rocío indica el contenido de oxígeno en la atmósfera del horno de protección. Como los metales base varían en su composición así serán los requisitos de la atmósfera para llevar a cabo con éxito la soldadura Brazing. Muchas fuentes están disponibles para determinar el tipo y la calidad de la atmósfera que se requiere para un metal base en particular. Las atmósferas protectoras y atmósferas de vacío son típicamente asociadas a los procesos de Brazing en horno y Brazing por inducción. Se debe tener cuidado con todas las atmósferas, ya que pueden ser explosivas o provocar asfixia. [1]

2.1.4 Métodos de unión

En la soldadura Brazing se usan diversos métodos y la diferencia entre ellos es su fuente de calentamiento.

2.1.4.1 Brazing con soplete/antorcha

En el Brazing con soplete se aplica un fundente sobre las superficies y se usa un soplete para dirigir la flama contra el trabajo en la vecindad de la unión. Normalmente, se usa una flama reductora para inhibir la oxidación. Después de que las áreas para unión de la parte de trabajo se calientan a una temperatura adecuada, se adiciona el metal de aporte a la unión, generalmente en forma de alambre o varilla. Los combustibles utilizados incluyen: acetileno, propano u otros gases, junto con aire u oxígeno. La selección de la mezcla depende de los requerimientos de calentamiento del trabajo: 1) eliminar óxidos por calor (rompimiento de capas), 2) antorcha reductora (menor aporte de O₂), etc. [5]

2.1.4.2 Brazing en horno

El proceso de la soldadura Brazing en horno debe cumplir con los siguientes requisitos: 1) piezas de pre-ensamble o con bujes, 2) metal de aporte en contacto con la unión, 3) diversas uniones simultáneas y 4) pre-calentamiento

de manera uniforme en piezas complejas, a fin de evitar la distorsión dimensional. [3]

El tiempo de unión depende del espesor y la masa de la pieza. Asimismo, el tiempo de la soldadura debe ser mínimo para que el metal de aporte fluya al interior de la unión, a fin de evitar una interacción excesiva entre el metal de aporte y el metal base. [3]

Los hornos que se emplean para la unión de componentes por Brazing son: cámaras de resistencias inmersas y tubulares. Obviamente, en estos hornos se controlan las atmósferas y, sistemas de vacío en el caso de que se requiera [3]. De lo anterior, se deduce que se usa el horno para proporcionar calor a volúmenes de producción media y alta.

2.1.4.3 Brazing por inducción

El calor para soldar por este proceso se obtiene de una corriente eléctrica inducida en las piezas que se van a unir. En este método, las piezas se colocan dentro o cerca de una bobina enfriada por agua que transporta corriente alterna (A.C.). Las piezas por calentar no forman parte del circuito eléctrico, sino que actúan como secundario en corto-circuito de un transformador del cual la bobina de trabajo, que está conectada a la fuente de potencia, es el primario. Tanto en las piezas magnéticas como en las no magnéticas, el calentamiento se debe a la resistencia de las piezas a las corrientes que la acción de transformador induce en ellas. El metal de aporte se coloca previamente en la unión. [3]

Las frecuencias para la soldadura Brazing por inducción varían entre 10 y 450 kHz. Las frecuencias más bajas se obtienen con generadores de estado sólido, y las más altas, con osciladores de tubos de vacío. Los generadores de inducción se fabrican con capacidades desde un kilowatt hasta varios cientos de kilowatts de salida. Las fuentes de energía de alta frecuencia tienden a proporcionar calentamiento de superficies, en tanto que las frecuencias más bajas producen una penetración de calor más profunda en el trabajo y son

convenientes para secciones más pesadas. El proceso se usa para requerimientos de baja a alta producción. [3,5]

Sin embargo, la soldadura Brazing por inducción se emplea cuando se requiere un calentamiento muy rápido. El tiempo de procesamiento por lo regular es del orden de segundos. Este tipo de soldadura se ha utilizado ampliamente para fabricar productos industriales y de consumo; ensambles estructurales; productos eléctricos y electrónicos; herramientas de minería, máquinas, herramientas manuales; equipo militar, armamentos, y ensambles aeroespaciales de la soldadura Brazing por inducción al vacío. Los ensambles pueden unirse mediante Brazing por inducción en una atmósfera controlada colocando los componentes y la bobina en una cámara no metálica, o colocando la cámara y las piezas a unir dentro de la bobina. La cámara puede ser de cuarzo o de vidrio templado [3]. La soldadura Brazing por inducción parece ser el proceso de mayor uso [5].

2.1.4.4 Brazing por resistencia

En la soldadura Brazing por resistencia, el calor para fundir el metal de aporte se obtiene mediante la resistencia al flujo de corriente eléctrica a través de las partes a soldar. A diferencia de la soldadura Brazing por inducción, las partes se conectan directamente al circuito eléctrico en la soldadura por resistencia. El equipo es similar al que se usa en la soldadura de fusión por resistencia, excepto que en la soldadura Brazing se requiere un nivel de energía más bajo. Las partes, a las que se aplica previamente el metal de aporte se sostienen entre electrodos mientras se aplican presión y corriente. Tanto la soldadura Brazing por inducción como por resistencia obtienen ciclos de calentamiento rápidos y se usan para partes relativamente pequeñas. [5]

2.1.4.5 Brazing por inmersión

En la soldadura Brazing por inmersión, el calentamiento se consigue mediante un baño salino fundido o un baño metálico fundido. En ambos métodos, las partes ensambladas se sumergen en los baños dentro de un recipiente de calentamiento. La solidificación ocurre cuando las partes se remueven del baño. En el método de baño de sal, la mezcla fundida contiene ingredientes fundentes y el metal de aporte se carga previamente en el ensamble. En el método de baño metálico, el metal de aporte fundido es el medio de calentamiento; se atrae hacia la unión mediante acción capilar durante la inmersión. Se mantiene una cubierta de fundente sobre la superficie del baño metálico fundido. La soldadura Brazing por inmersión obtiene ciclos de calentamiento rápidos y se usa para soldar varias juntas en una sola parte o sobre partes múltiples al mismo tiempo. [5]

2.1.4.6 Brazing por infrarrojo (cuarzo)

La soldadura Brazing por infrarrojo puede considerarse como una variación de la soldadura Brazing en horno en la que el calor se suministra por radiación invisible de lámparas de cuarzo de alta intensidad capaces de proporcionar hasta 5000 watts de energía radiante. El aporte de calor varía en proporción inversa con el cuadrado de la distancia de la fuente, pero no es usual que las lámparas se moldeen a modo que sigan el contorno de las piezas que se van a calentar. Se usan reflectores concentradores para enfocar la radiación sobre las piezas. [3]

Si es preciso soldar al vacío o con protección de gas inerte, el ensamble y las lámparas se colocan en una campana de cristal que puede evacuarse o llenarse con gas inerte. En seguida se calienta la unidad hasta una temperatura controlada, indicada por termopares. La pieza se lleva a las platinas de enfriamiento una vez soldada. [3]

2.1.4.7 Brazing por fusión

Este proceso difiere de los otros de soldadura Brazing en cuanto al tipo de unión a la que se aplica. En este método la soldadura Brazing por fusión se usa para llenar una unión soldada por fusión más convencional, tal como la unión en V que se muestra en la figura 2.6. Se deposita una mayor cantidad de metal de aporte que en la soldadura Brazing y no ocurre acción capilar. En la soldadura Brazing por fusión, la unión consiste enteramente en metal de aporte; el metal base no se funde y por tanto no se derrite dentro de la unión, como en proceso de soldadura por fusión convencional. La aplicación principal de la soldadura Brazing por fusión es el trabajo de reparación. [5]

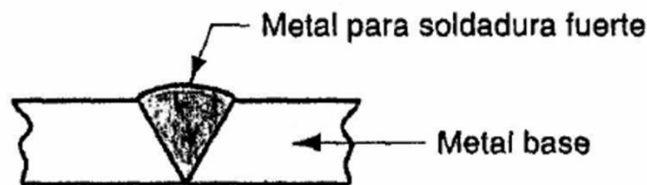


Figura 2.6 Soldadura Brazing por fusión. [5]

2.1.5 Fases líquidas transitorias (TLP)

2.1.5.1 Descripción general de la fase transitoria de líquidos y la unión transitoria parcial en fase líquida.

La fase líquida transitoria (TLP) es un proceso de unión relativamente nuevo que une a materiales con una capa intermedia. El mecanismo de este fenómeno fisicoquímico es el siguiente: la capa intermedia se funde y el elemento a intercalar (constituyente de una capa intermedia de aleación) difunde en los materiales del sustrato, causando la solidificación isotérmica.

Si la solidificación isotérmica no se ha completado, el líquido residual en la capa intermedia se solidifica formando fases nocivas: eutécticos frágiles. Esto

ocurre durante el enfriamiento y, provoca un deterioro de las propiedades mecánicas de una articulación.

Reportes en la literatura [6] consideran la formación de compuestos en cuatro etapas: 1) fusión de la capa intermedia, 2) disolución de metales base (equilibrio de la interface sólido/líquido, 3) solidificación isotérmica y 4) homogeneización del sistema microestructural.

2.1.5.2 Formación de la fase líquida transitoria.

En presencia de una fase líquida, regularmente compuesto por una mezcla de dos polvos: un componente mayoritario y un aditivo minoritario [6]. Al calentar la mezcla, el aditivo se funde o reacciona con una pequeña parte del componente mayoritario formando un líquido eutéctico.

Sin embargo, la presencia de una fase líquida viscosa entre las partículas, la estructura no colapsa, a menos que el volumen de fase líquida sea muy grande. Las tensiones de capilaridad, relativamente grandes, debidas a la presencia de fase líquida mantienen a las partículas sólidas juntas. La viscosidad efectiva del sistema es, sin embargo, mucho más baja que la de un sistema similar sin presencia de fase líquida.

Un buen mojado de las partículas sólidas por la fase líquida es una exigencia fundamental para la unión en presencia de fase líquida. Generalmente, se ha encontrado que líquidos con una tensión superficial baja fácilmente mojan a la mayor parte de los sólidos, dando un ángulo de contacto bajo, mientras que los líquidos con una tensión superficial alta muestran un mojado pobre con un ángulo de contacto grande (Figura 2.7 (a), (b) y (c)). A nivel molecular, si la cohesión entre las moléculas líquidas es mayor que la adherencia entre la fase líquida y la sólida, la fase líquida no mojará a la sólida. [6]

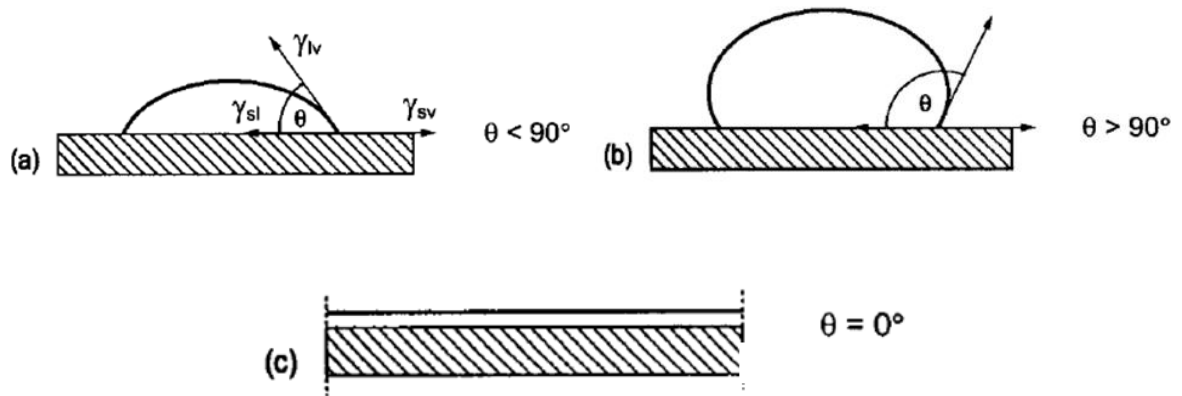


Figura 2.7 Esquema representativo de la humectabilidad entre un sólido y una fase líquida: a) Buena humectabilidad, b) Baja humectabilidad y c) Completamente humectado. [6]

Por otra parte, las aleaciones que tienen contenidos substanciales de cromo son altamente susceptibles a producir agrietamiento en la zona afectada por el calor durante la soldadura (Figura 2.8).

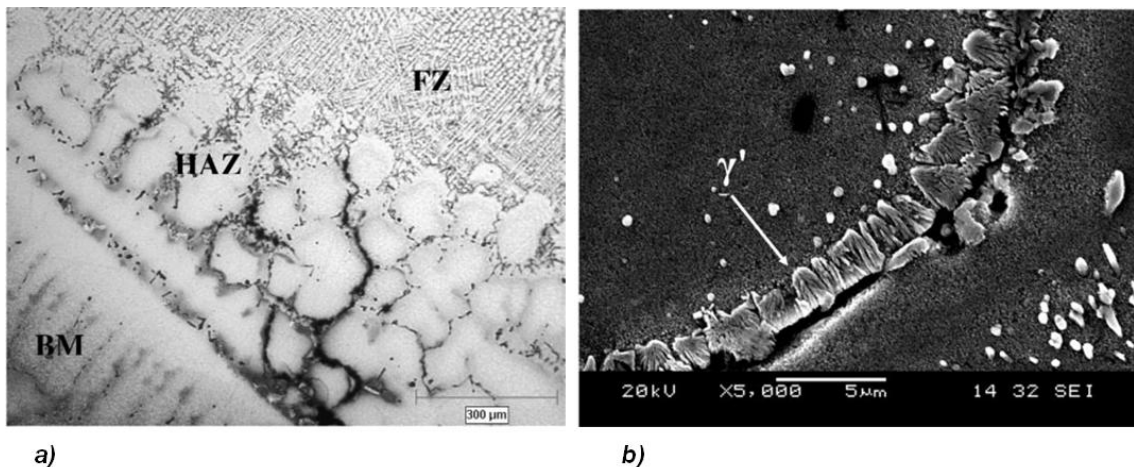


Figura 2.8 Imágenes de electrones secundarios: a) Microgrietas en la zona afectada por el calor (HAZ: heat affected zone) localizada entre el metal base (BM: base metal) y la zona de fusión (FZ: fusion zone) y b) Engrosamiento y precipitación en la grieta (Imagen tomada de la literatura [7]).

Reportes en la literatura [42], muestran que las micro-grietas en los álabes se forman intergranularmente. Debido a la licuación por tratamiento térmico en el límite de grano (figura 2.9).

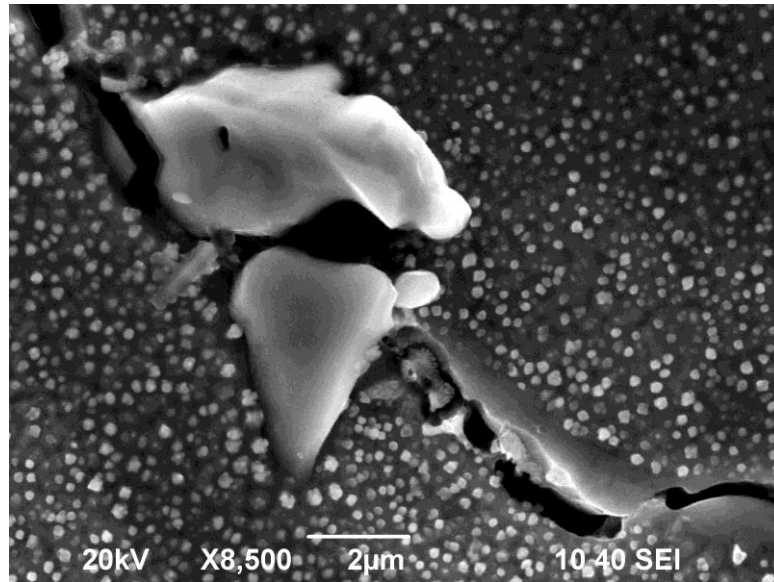


Figura 2.9 Imagen de electrones secundarios de una micro-grieta intergranular (Imagen tomada de la literatura [42]).

Por lo tanto se usan, metales de aporte que contienen silicio y boro, los cuales disminuyen el punto de fusión y reducen las estructuras eutécticas [6, 8, 9]. Debido a que son fases extremadamente duras y frágiles. No obstante, se previene la formación de fases dañinas con la presencia de fases líquidas transitorias (TLP), empleando contenidos de silicio [10]. De esta manera, la alta difusión del boro en el metal de aporte, el sistema alcanza la línea solidus durante el período de mantenimiento del Brazing y evita la formación de fases eutécticas. [11]

El TLP es un excelente método para completar la solidificación isotérmica. Grant et. al [12] sugiere que el TLP es un mecanismo novedoso que ocurre en la interface de unión.

2.1.6 Crecimiento de fases en el cordón de soldadura

Reportes en la literatura [13] establecen el mecanismo de crecimiento de fases soluciones sólidas y eutécticas en presencia de silicio y una aleación base Ni-Cr. Estas dependen de las siguientes características: a) composición química del material soldado, b) nucleación y crecimiento de fases en el cordón de soldadura que se producen isotérmicamente y c) la solidificación durante el enfriamiento. Esta explicación se resume en la figura 2.10.

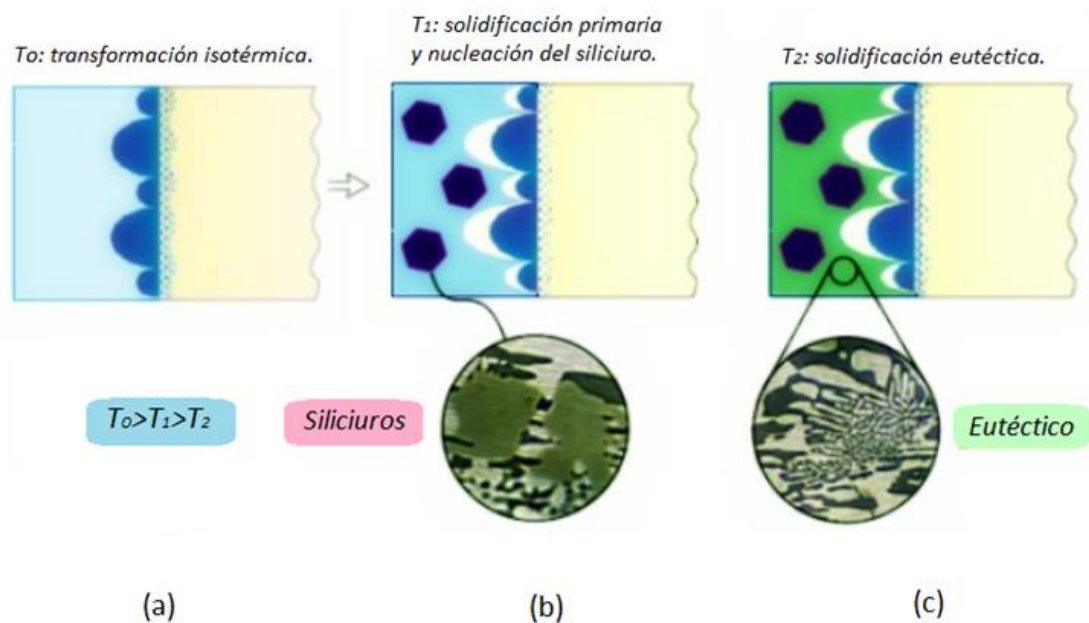


Figura 2.10 Esquema de secuencia de solidificación: a) Indica que a una temperatura T_0 se da una transformación isotérmica, b) se aprecia que a una T_1 comienza la solidificación primaria y nucleación de siliciuros y c) a T_2 se observa el comienzo de la solidificación de la fase eutéctica (Imagen tomada de la literatura [13]).

Lo anterior explica que una incorporación de nanopartículas de silicio modifica la microestructura final del cordón de soldadura. Sin embargo, depende de las velocidades de calentamiento y enfriamiento, temperatura de unión y tiempo de permanencia de la pieza a unir (Imagen tomada de la literatura [13]).

De lo anterior, es necesario usar la nanotecnología para mejorar las propiedades mecánicas en el cordón de la soldadura. Bajo este esquema, las nanopartículas crean superficies susceptibles de interactuar con sustratos inorgánicos (Figura 2.11). Energías almacenadas en los defectos lineales, de área y volumen a escala nanométrica propician la nucleación y crecimiento de fases sólidas. Obviamente, variables como: temperatura, tiempo, dispersión de las nanopartículas, etc. tienen efecto sobre las características microestructurales.

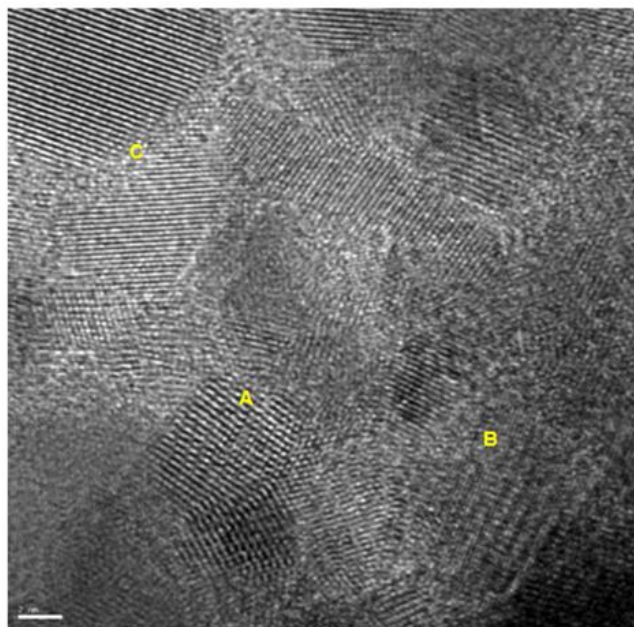


Figura 2.11 Imagen de microscopía electrónica de transmisión, muestra dominios de átomos Si sobre un sustrato metálico. A: Límite de ángulo bajo, B: Huecos estructurales y C: Límite entre nano-fases de diferente orientación. Técnica de deposición por spray pirolisis. [14]

La factibilidad del empleo de las nanopartículas para estudiar el efecto sobre la microestructura se basa en resultados preliminares realizados en COMIMSA. La Figura 2.12 muestra imágenes de microscopía óptica de la zona de fusión de un acero inoxidable unido por Brazing. Se aprecia en la Figura 2.12 (a) morfologías aciculares en el borde de sólidos de solidificación isotérmica. En este experimento la zona de fractura no contiene nanopartículas. En contraste,

en la zona de fusión con nanopartículas de W, se observa la modificación de la microestructura de morfología acicular a arborescente. Obviamente, se requiere identificar y estudiar la composición química de las fases y evaluar microdurezas. [15]

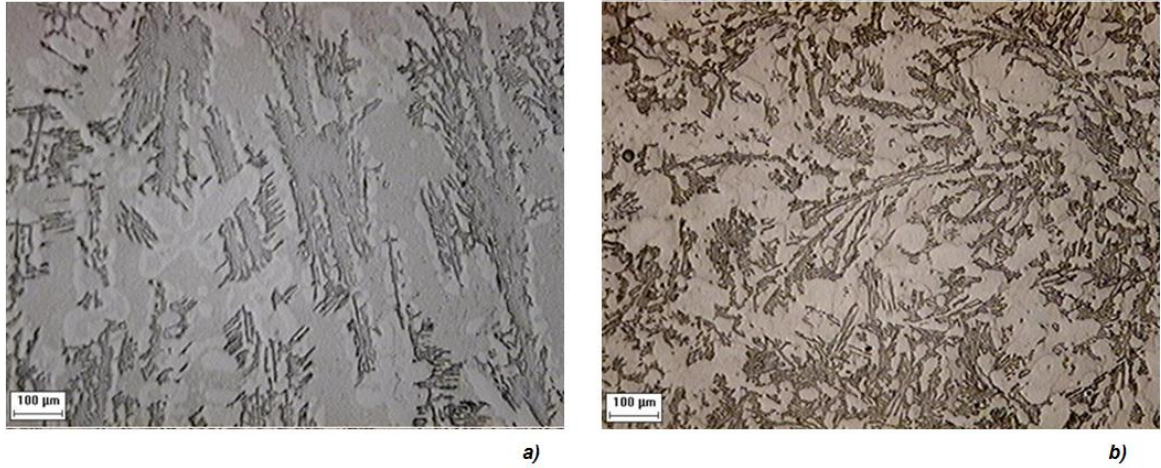


Figura 2.12 *Imágenes de microscopía óptica de muestras de acero inoxidable unidas por Brazing: a) Sin nanopartículas y b) Con nanopartículas de W. (Imagen tomada de la literatura [15])*

2.2 Superaleaciones

2.2.1 Definición de superaleación

El término *superaleaciones* es usado para describir un rango amplio de materiales de alto rendimiento, los cuales usualmente combinan alta resistencia mecánica a las temperaturas elevadas: termofluencia (1000 °C) y, además, resistencia a la corrosión. Sin embargo, estas propiedades se obtienen a pesar de que las temperaturas de fusión de las aleaciones son aproximadamente iguales que en los aceros. Una característica común de todos estos materiales es que presentan estructura cristalina “austenítica” cúbica centrada en la cara [16]. Su composición química está basada en níquel, hierro-níquel, o cobalto. Las aleaciones níquel y cobalto, se utilizan para protección contra la corrosión y para lograr tolerancia a altas temperaturas, aprovechando que sus puntos de fusión y sus resistencias son elevados.

Las superaleaciones son utilizadas en turbinas de gas, plantas de conversión de carbón, industrias de procesos químicos, y para otras aplicaciones específicas que requieren resistencia a la corrosión y/o al calor. El moderno motor de las aeronaves (avión) de alto rendimiento no podría funcionar sin los importantes avances alcanzados en el desarrollo de superaleaciones en los últimos 50 años. Una característica notable de las aleaciones base de níquel es su uso en aplicaciones de carga a temperaturas que exceden el 80% de su temperatura de fusión incipiente, una fracción que es mayor que la de cualquier otra clase de aleación de ingeniería [17].

2.2.2 Superaleaciones base níquel

Las superaleaciones base níquel son aleaciones complejas, en cuanto a la composición química y proceso de manufactura. Sin embargo, se emplean mayormente en la fabricación de partes que se encuentran expuestas a altas temperaturas. Por otro lado, son consideradas por muchos metalurgistas como

las superaleaciones más interesantes. Actualmente constituyen más del 50% del peso de los motores de aeronaves avanzadas [17].

La principal característica de las aleaciones base níquel es la estabilidad de fase alta de la matriz con estructura cristalina (FCC) cúbica centrada en las caras y la capacidad que tiene de ser fortalecida por una variedad de medios directos e indirectos. La estabilidad de la superficie de níquel es fácilmente mejorada por su aleación con cromo y/o aluminio [17].

El níquel y sus aleaciones tienen excelentes resistencias a la corrosión y características de conformado. Cuando se le agrega cobre al níquel, la resistencia máxima se obtiene cerca del 60% Ni. Varias aleaciones llamadas *Monel*, con aproximadamente esta composición se utilizan por su fuerza y su tolerancia a la corrosión en agua salada y a temperaturas elevadas. Algunos de los *Monel* contienen pequeñas cantidades de aluminio y titanio. Estas aleaciones muestran una respuesta al endurecimiento por envejecimiento mediante la precipitación de γ' , un precipitado coherente de Ni_3Al o de Ni_3Ti , que prácticamente duplica las propiedades a la tensión. Los precipitados resisten el sobre-envejecimiento a temperaturas hasta de 425 °C (ver figura 2.13) [16].

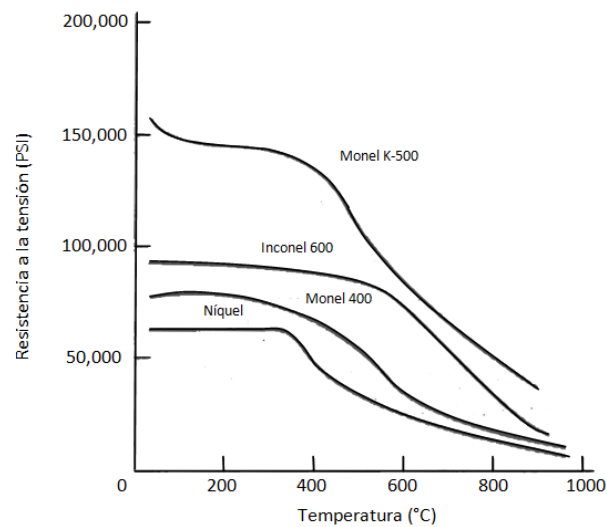


Figura 2.13 Efecto de la temperatura sobre la resistencia a la tensión de varias aleaciones base níquel [16].

Es posible obtener varias propiedades especiales en aleaciones de níquel por ejemplo, para producir imanes permanentes, en virtud de su comportamiento ferromagnético. Una aleación Ni-50% Ti tiene el efecto de memoria de la forma. Una Ni-36% Fe (Invar) prácticamente no efectúa expansión alguna al calentarse, este efecto se aprovecha para producir materiales compuestos bimetálicos. Las aleaciones típicas de níquel y sus aplicaciones aparecen enlistadas en la tabla 2.2.

Tabla 2.2 Composiciones, propiedades y aplicaciones de aleaciones seleccionadas de níquel [16].

Material	Resistencia a la tensión (PSI)	Esfuerzo de cedencia (PSI)	% de elongación	Mecanismo de endurecimiento	Aplicaciones
Ni puro (99.99 % Ni)	50,000	16,000	45	Recocido	Resistencia a la corrosión.
	95,000	90,000	4	Trabajo en frío	Resistencia a la corrosión.
Aleaciones Ni-Cu:					
Monel 400 (Ni-31.5% Cu)	78,000	39,000	37	Recocido	Válvulas, bombas, intercambiadores de calor
Monel K – 500 (Ni-29% Cu-2.7% Al-0.6% Ti)	150,000	110,000	30	Envejecido	Flechas , resortes, impulsores
Superalaciones Ni:					
Inconel 600 (Ni-15.5% Cr-8% Fe)	90,000	29,000	49	Carburos	Equipo de tratamiento térmico
Hastelloy B-2 (Ni-28% Mo)	130,000	60,000	61	Carburos	Resistencia a la corrosión
DS-Ni (Ni-2% ThO ₂)	71,000	48,000	14	Dispersión	Turbinas de gas
Superalaciones Fe-Ni					
Incoly 800 (Ni-46% Fe-21% Cr)	89,000	41,000	37	Carburos	Intercambiadores de calor
Superalaciones Co					
Stelloy 6-B (Co-60% Cr-30% W-4.5%)	177,000	103,000	4	Carburos	Resistencia al desgaste abrasivo

2.2.2.1 Composición química de las aleaciones base níquel

Estas aleaciones se pueden clasificar como aleaciones base hierro-níquel, en las cuales el níquel es el elemento soluto, o aleaciones base níquel en las cuales al menos el 50% de níquel está presente. Además, en estas podemos

encontrar algunos elementos que son nocivos, tales como silicio, fósforo, azufre, oxígeno y nitrógeno, los cuales deben ser controlados por medio de prácticas de fusión apropiadas. Algunos otros elementos, tales como selenio, bismuto y plomo, deben ser mantenidos a muy pequeños niveles en partes críticas [17]. Las composiciones de algunas aleaciones base-níquel se enlistan en la tabla 2.3.

Tabla 2.3 Composiciones nominales de aleaciones base níquel [17].

Aleación	Composición, %														
	Ni	Cr	Co	Mo	W	Nb	Al	Ti	Fe	Mn	Si	C	B	Zr	Otro
Astroloy	55.0	15.0	17.0	5.3	--	--	4.0	3.5	--	--	--	0.06	0.030	--	--
Cabot 214	75.0	16.0	--	--	--	--	4.5	--	2.5	--	--	--	--	--	0.01 Y
D-979	45.0	15.0	--	4.0	--	--	1.0	3.0	27.0	0.3	0.2	0.05	0.010	--	--
Hastelloy C-22	51.6	21.5	2.5	13.5	4.0	--	--	--	5.5	1.0	0.1	0.01	--	--	0.3 V
Hastelloy C-276	--	15.5	2.5	16.0	3.7	--	--	--	5.5	1.0	0.1	0.01	--	--	0.3 V
Hastelloy G-30	42.7	29.5	2.0	5.5	2.5	0.8	--	--	15.0	1.0	1.0	0.03	--	--	2.0 Cu
Hastelloy S	67.0	15.5	--	14.5	--	--	0.3	--	1.0	0.5	0.4	--	0.009	--	0.05 La
Hastelloy X	47.0	22.0	1.5	9.0	0.6	--	--	--	18.5	0.5	0.5	0.10	--	--	--
Haynes 230	57.0	22.0	--	2.0	14.0	--	0.3	--	--	0.5	0.4	0.10	--	--	0.02 La
Inconel 587	bal	28.5	20.0	--	--	0.7	1.2	2.3	--	--	--	0.05	0.003	0.05	--
Inconel 597	bal	24.5	20.0	1.5	--	1.0	1.5	3.0	--	--	--	0.05	0.012	0.05	0.02 Mg
Inconel 600	76.0	15.5	--	--	--	--	--	--	8.0	0.5	0.2	0.08	--	--	--
Inconel 601	60.5	23.0	--	--	--	--	1.4	--	14.1	0.5	0.2	0.05	--	--	--
Inconel 617	54.0	22.0	12.5	9.0	--	--	1.0	0.3	--	--	--	0.07	--	--	--
Inconel 625	61.0	21.5	--	9.0	--	3.6	0.2	0.2	2.5	0.2	0.2	0.05	--	--	--
Inconel 710	41.5	16.0	--	--	--	2.9	0.2	1.8	40.0	0.2	0.2	0.03	--	--	--
Inconel 718	52.5	19.0	--	3.0	--	5.1	0.5	0.9	18.5	0.2	0.2	0.04	--	--	--

Continuación...

Inconel X750	73.0	15.5	--	--	--	1.0	0.7	2.5	7.0	0.5	0.2	0.04	--	--	--
M252	55.0	20.0	10.0	10.0	--	--	1.0	2.6	--	0.5	0.5	0.15	0.005	--	--
Nimonic 75	76.0	19.5	--	--	--	--	--	0.4	3.0	0.3	0.3	0.10	--	--	--
Nimonic 80A	76.0	19.5	--	--	--	--	1.4	2.4	--	0.3	0.3	0.06	0.003	0.06	--
Nimonic 90	59.0	19.5	16.5	--	--	--	1.5	2.5	--	0.3	0.3	0.07	0.003	0.06	--
Nimonic 105	53.0	15.0	20.0	5.0	--	--	4.7	1.2	--	0.3	0.3	0.13	0.005	0.10	--
Nimonic 115	60.0	14.3	13.2	--	--	--	4.9	3.7	--	--	--	0.15	0.160	0.04	--
Nimonic 263	51.0	20.0	20.0	5.9	--	--	0.5	2.1	--	0.4	0.3	0.06	0.001	0.02	--
Nimonic 942	bal	12.5	--	6.0	--	--	0.6	3.7	37	0.2	0.30	0.03	0.010	--	--
Nimonic PE.11	bal	18.0	--	5.2	--	--	0.8	2.3	35	0.20	0.30	0.05	0.03	0.2	--
Nimonic PE.16	43.0	16.5	1.0	1.1	--	--	1.2	1.2	33.0	0.1	0.1	0.05	0.020	--	--
Nimonic PK.33	56.0	18.5	14.0	7.0	--	--	2.0	2.0	0.3	0.1	0.1	0.05	0.030	--	--
Pyromet 860	43.0	12.6	4.0	6.0	--	--	1.25	3.0	30.0	0.05	0.05	0.05	0.010	--	--
René 41	55.0	19.0	11.0	1.0	--	--	1.5	3.1	--	--	--	0.09	0.005	--	--
René 95	61.0	14.0	8.0	3.5	3.5	3.5	3.5	2.5	--	--	--	0.15	0.010	0.05	--
Udimet 400	bal	17.5	14.0	4.0	--	0.5	1.5	2.5	--	--	--	0.06	0.008	0.06	--
Udimet 500	54.0	18.0	18.5	4.0	--	--	2.9	2.9	--	--	--	0.08	0.006	0.05	--
Udimet 520	57.0	19.0	12.0	6.0	1.0	--	2.0	3.0	--	--	--	0.05	0.005	--	--
Udimet 630	bal	18.0	--	3.0	3.0	6.5	0.5	1.0	18.0	--	--	0.03	--	--	--

Muchas de las superaleaciones base níquel contienen del 10 al 20% de cromo (Cr), hasta un 8% de aluminio (Al) y titanio (Ti) combinado, 5 a 15% de cobalto (Co) y pequeñas cantidades de boro, zirconio, magnesio y carbono. Otros elementos añadidos comunes son molibdeno, niobio y tungsteno, los cuales juegan un papel dual como fortalecimiento de solutos y formar carburos. El aluminio y el cromo también son necesarios para mejorar la estabilidad de la superficie a través de la formación de Cr_2O_3 y Al_2O_3 , respectivamente ^[17]. Las funciones de los diversos elementos en las aleaciones de níquel se resumen en la tabla 2.4.

Tabla 2.4 Papel que desempeñan los elementos en las superaleaciones [17].

Efecto	Base Hierro	Base Cobalto	Base Níquel
Fortalecedores en solución-sólida	Cr, Mo	Nb, Cr, Mo, Ni, W, Ta	Co, Cr, Fe, Mo, W, Ta
Estabilizadores de la matriz FCC	C, W, Ni	Ni	---
Formador de carburos	---	---	---
Tipo MC	Ti	Ti, Ta, Nb	W, Ta, Ti, Mo, Nb
Tipo M ₇ C ₃	---	Cr	Cr
Tipo M ₂₃ C ₆	Cr	Cr	Cr, Mo, W
Tipo M ₆ C	Mo	Mo, W	Mo, W
Tipo M(CN)	C, N	C, N	C, N
Formas γ' Ni ₃ (Al, Ti)	Al, Ni, Ti	---	Al, Ti
Retarda la formación de η hexagonal (Ni ₃ Ti)	Al, Zr	---	---
Aumenta la temperatura de solubilización de γ'	---	---	Co
Intermetálicos y/o precipitados de endurecimiento	Al, Ti, Nb	Al, Mo, Ti(a) W, Ta	Al, Ti, Nb
Formas γ'' (Ni ₃ Nb)	---	---	Nb
Resistencia a la oxidación	Cr	Al, Cr	Al, Cr
Mejora la resistencia a la corrosión en caliente	La, Y	La, Y, Th	La, Th
Resistencia a la sulfuración	Cr	Cr	Cr
Aumenta la ductilidad a la ruptura	B	B, Zr	B, Zr
Causa segregación en el límite de grano	---	---	B, C, Zr
Facilita el trabajo	---	Ni ₃ Ti	---

Las superaleaciones comerciales contienen más elementos que solo Ni, Al y Ti. El cromo y el aluminio son esenciales para la resistencia a la oxidación, pequeñas cantidades de itrio ayudan a la escala de óxidos a adherirse al sustrato. Las superaleaciones policristalinas contienen elementos endurecedores del límite de grano tales como boro y zirconio los cuales segregan hacia estos lugares. La reducción en energía de límite de grano resultante, es asociada con mejor resistencia a la fractura y ductilidad cuando el mecanismo de falla involucra cohesión de granos [18].

También hay formadores de carburos como por ejemplo carbono (C), cromo (Cr), molibdeno (Mo), tungsteno (W), niobio (Nb), tantalio (Ta), titanio (Ti) y

hafnio (Hf). Los carburos tienden a precipitar en los límites de grano y por lo tanto reducen la tendencia de deslizamiento del límite de grano [18].

Elementos tales como el cobalto (Co), hierro (Fe), cromo (Cr), niobio (Nb), tantalio (Ta), molibdeno (Mo), tungsteno (W), vanadio (V), titanio (Ti) y aluminio (Al) son también endurecedores por solución sólida en las fases γ y γ' . Hay, por supuesto, límites en las concentraciones que pueden ser adicionadas sin inducir precipitación. Es de especial importancia evitar ciertas fases que causan fragilidad tales como Laves y Sigma (σ). No hay reglas que gobiernen las concentraciones críticas, es mejor calcular o medir la parte apropiada del diagrama de fases [18].

Las superaleaciones de un solo cristal se clasifican muchas veces como aleaciones de primera, segunda y tercera generación. Las dos últimas contienen cerca de 3% e.p. y 6% e.p. de renio respectivamente. El renio es una adición muy cara pero conduce a un mejoramiento en la resistencia a la fractura. Se ha argumentado que el incremento de la resistencia a la fractura llega a ser la promoción de colonias dispersas la fase γ e interfieren con el movimiento de la red. Los experimentos de resolución atómica han mostrado que las colonias de estas fases son debido a la formación de *clusters* (racimos o agrupación en racimos) en la fase γ . Se ha reportado también que estas colonias de fases reducen la rapidez de difusión en las superaleaciones base níquel [18].

2.2.2.2 Microestructura

Las fases principales que pueden estar presentes en las aleaciones base níquel son:

1. *Matriz gamma*, γ , en la cual la matriz continua es una base níquel FCC de fase no magnética que normalmente contiene un alto porcentaje de elementos en solución sólida tales como cobalto, hierro, cromo, molibdeno y tungsteno. Todas las aleaciones base níquel contienen esta fase como la matriz [17].
2. *Gamma prima*, γ' , en la que se añade aluminio y titanio en cantidades necesarias para precipitar FCC γ' (Ni_3Al , Ti), que precipita coherentemente con la matriz de gamma austenítica. Otros elementos señalados como niobio, tantalio, y cromo, también entran en γ' . Esta fase es necesaria para la resistencia a la fluencia y a esfuerzos a altas temperaturas [17].
3. *Gamma doble prima*, γ'' , en la que el níquel y el niobio se combinan en presencia del hierro para formar Ni_3Nb tetragonal centrada en el cuerpo (BCT), la cual es coherente con la matriz gamma. Esta fase proporciona alta resistencia de bajas a intermedias temperaturas. No obstante, es inestable a temperaturas mayores a los 650 °C (1200 °F). Este precipitado se encuentra en las aleaciones hierro-níquel [17].
4. *Límite de grano con γ'* , una película de γ' a lo largo de los límites de grano en las aleaciones más fuertes, producida por tratamientos térmicos y la exposición de servicio. Esta película se cree que mejora las propiedades de ruptura [17].
5. *Carburos*, en los cuales el carbono es añadido en cantidades de aproximadamente 0.02 a 0.2% e.p., combinado con elementos reactivos, tales como tantalio, titanio, hafnio y niobio, para formar carburos metálicos (MC). Durante el tratamiento térmico y de servicio, estos carburos metálicos (MC) tienden a descomponerse y generar otros carburos, tales como M_{23}C_6 y / o M_6C , que tienden a formarse en los límites de grano [17].

6. *Boruros*, una relativamente baja densidad de partículas de boruros se forma cuando se segrega el boro a los límites de grano [17].

7. Tipos de *fases topológicas de empaquetamiento cerrado (TCP)*, son similares a placas o fases aciculares como σ y μ , y Laves que se pueden formar para algunas composiciones y bajo ciertas condiciones. Estos causan baja resistencia a la rotura y la ductilidad. La posibilidad de su presencia aumenta conforme la segregación de soluto del lingote aumenta [17].

En las aleaciones de solución sólida, tales como Inconel 600 y Hastelloy C (tabla 2.3), sólo la matriz de gamma está presente. En superaleaciones base níquel, sin embargo, las fases anteriores, excepto γ'' , están generalmente presentes. Tratamientos térmicos de solución sólida están diseñados para disolver fases factibles de precipitar (ver tabla 2.5). Por otro lado, varias superaleaciones de hierro-níquel, tales como Inconel 706 e Inconel 718, contienen γ'' , Ni_3Nb como el precipitado principal, así como γ' . Además, las aleaciones fortalecidas por dispersión de óxidos contienen un poco de porcentaje de volumen de una fase dispersa tal como Y_2O_3 en una matriz γ - γ' , mientras que los compuestos (mecánicamente incorporados) contienen tungsteno o fibras de aleaciones de tungsteno [17].

Tabla 2.5 Tratamientos de solución para algunas superaleaciones base níquel [17].

Aleación	Temperatura de solución		Tiempo, h
	°C	°F	
Inconel X750	1150	2100	4
Nimonic 90	1080	1975	8
Nimonic 105	1125-1150	2060-2100	4
Udimet 500	1175	2150	2
Udimet 700	1175	2150	4
Waspaloy	1080	1975	4

Como se puede observar los solutos esenciales en las superaleaciones base níquel suelen ser el aluminio y/o titanio, con una concentración total la cual es típicamente menor del 8% e.p. Esto genera una microestructura en equilibrio de dos fases: gama (γ) y gama prima (γ'). La fase γ' es responsable de la resistencia del material a elevadas temperaturas y su alta resistencia a la deformación. La cantidad de γ' presente depende de la composición química y la temperatura como se ilustra a continuación en los diagramas ternarios de la figura 2.14.

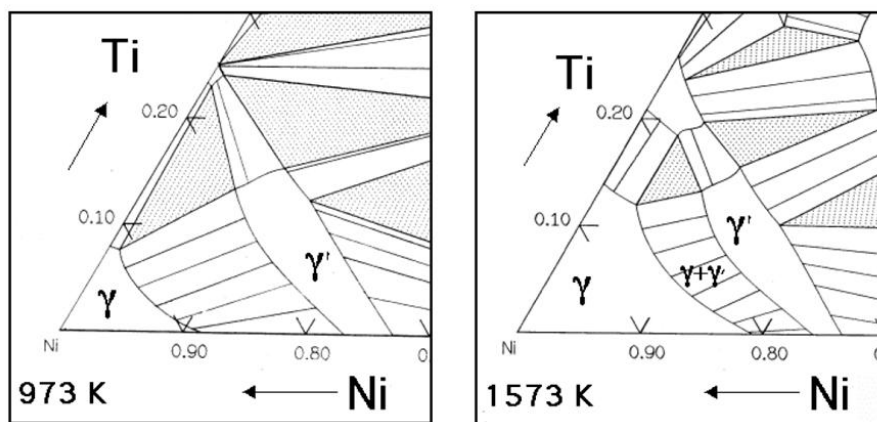


Figura 2.14 Segmentos de diagramas ternarios Ni-Al-Ti [18].

En los diagramas ternarios de la figura 2.14, se muestran los dominios de las fases γ y γ' . Interpretando estos diagramas se llega a la conclusión que para una composición química dada, la fracción de γ' disminuye con el incremento en la temperatura. Este fenómeno de solución se usa con el objeto de disolver la fase γ' a una suficiente alta temperatura (tratamiento de solución) seguido por un envejecimiento a una temperatura baja con la finalidad de generar una dispersión fina y uniforme de los precipitados [18].

2.2.2.3 Tratamiento térmico de las aleaciones base níquel

El incremento de las propiedades en las superaleaciones base níquel se logra cuando después del tratamiento de solución son tratadas térmicamente a dos diferentes temperaturas en el campo de fases γ/γ' . El tratamiento térmico a más alta temperatura conduce a una precipitación de partículas gruesas de γ' . El segundo tratamiento térmico a más baja temperatura fomenta una precipitación adicional (esto de acuerdo al diagrama de fases). Esta última precipitación conduce a una fina dispersión secundaria de fase γ' . El resultado es una distribución de dos modos de γ' como es ilustrado en la figura 2.15 [18].

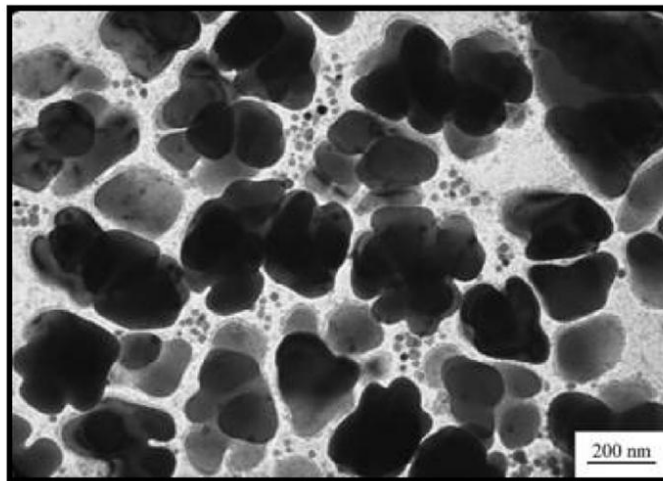


Figura 2.15 *Difusión de fases γ' con los tratamientos térmicos [18].*

El tratamiento térmico de solución sólida determina no solamente la cantidad de fase γ' que se disuelve, sino también el tamaño de grano de la fase γ . El tamaño de grano llega a ser grande si γ' se disuelve debido a que no hay un efecto de inmovilizar las partículas de precipitados en el movimiento de los límites de grano. La figura 2.16(a) muestra una microestructura de una aleación que ha sido tratada a una temperatura un poco más abajo de la temperatura de solidus y la microestructura de la figura 2.16(b) a una temperatura más arriba que la temperatura de solidus [18].

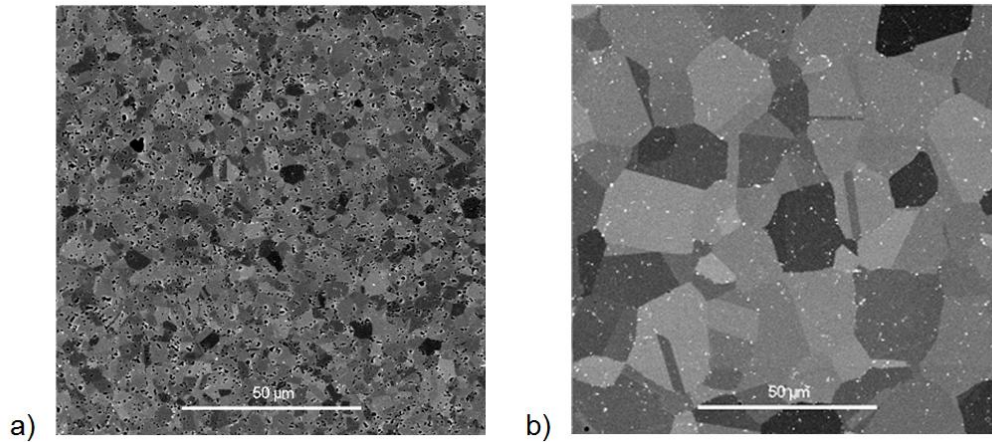


Figura 2.16 *Microestructuras de aleaciones que han sido tratadas térmicamente [18].*

2.2.2.4 Propiedades mecánicas de las aleaciones base níquel

Las aleaciones base níquel, las cuales son consideradas de alta temperatura son usadas generalmente a temperaturas sobre 540°C. Dentro de estas aleaciones se observa una combinación de resistencia a alta temperatura, resistencia a los ataques ambientales (incluyendo nitruración, carbonización, oxidación y sulfuración), tienen una excelente resistencia a la fractura, tenacidad y estabilidad metalúrgica, además presentan características de expansión térmica y resistencia a la fatiga térmica y a la corrosión.

Para obtener alta resistencia mecánica y soporte a la termofluencia, los elementos de aleación deben producir una microestructura fuerte y estable a temperaturas elevadas. Para ello se emplean generalmente los endurecimientos por solución sólida, por dispersión y por precipitación [16].

a) Endurecimiento por solución sólida: El endurecimiento por solución sólida se obtiene mediante grandes adiciones de cromo, molibdeno y tungsteno, y pequeñas cantidades de tantalio, circonio, niobio y boro. Los efectos de este método de endurecimiento son estables y, en consecuencia, hacen que la aleación sea resistente a la termofluencia, particularmente cuando se utilizan átomos grandes como los de molibdeno y tungsteno los cuales se difunden lentamente [16].

b) Endurecimiento por dispersión de carburos: Todas las aleaciones contienen una pequeña cantidad de carbono que, al combinarse con otros elementos de aleación, producen una red de partículas finas y estables de carburo, la cual interfiere con el movimiento de las dislocaciones e impide el deslizamiento en los límites de grano. Los carburos incluyen TiC, BC, ZrC, TaC, Cr₂₃C₆, Mo₆C, y el W₆C, aunque a menudo son más complejos y contienen varios elementos de aleación. Debido a estos carburos, la estelita 6B, una superaleación con base cobalto tiene una extremadamente una buena resistencia al desgaste a altas temperaturas [16].

c) Endurecimiento por precipitación: Varias de las superaleaciones de níquel y de níquel-hierro que contienen aluminio y titanio forman el precipitado γ' coherente (Ni₃Al o Ni₃T) durante el envejecimiento. Las partículas γ' (ver figura 2.17) tiene una estructura cristalina y un parámetro de red similar a la matriz de níquel; esta similitud resulta en una baja energía superficial y minimiza el sobre-envejecimiento de las aleaciones; así, se logra una buena resistencia y tolerancia a la termofluencia incluso a temperaturas altas. Al variar la temperatura de envejecimiento se pueden producir precipitados de varios tamaños. Los precipitados pequeños, que se forman a bajas temperaturas de envejecimiento pueden crecer, hasta alcanzar tamaños grandes equivalentes a los producidos a temperaturas más altas y, éstos incrementan el porcentaje volumétrico de γ' , y por tanto la resistencia mecánica (ver figura 2.17(b)) [16].

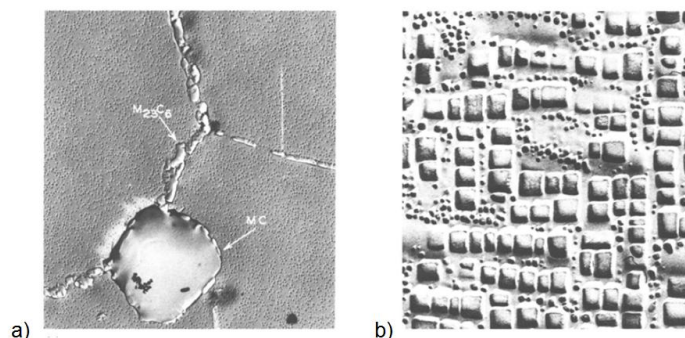


Figura 2.17 Microestructura de (a) Waspaloy completamente tratada térmicamente mostrando carburos MC y M₂₃C₆. 3400x. (b) Udimet 700 completamente tratada térmicamente mostrando γ' cúbica. 6800x [17].

El uso a altas temperaturas de las superaleaciones se puede mejorar si se utiliza un recubrimiento cerámico o de un compuesto intermetálico. Un método para ello es primero recubrir la superaleación con una capa de adherente metálico compuesto de una aleación compleja NiCoCrAlY, a continuación, aplicar una capa externa de un cerámico basado en CrO₂. El recubrimiento ayuda a reducir la oxidación de la superaleación, y permite que los motores a reacción operen a temperaturas más altas y con una mayor eficiencia [16].

Las propiedades de las superaleaciones se deterioran si precipitan ciertas fases conocidas como fases topológicas de empaquetamiento cerrado (TCP). En estas fases algunos de los átomos tienen un arreglo como el níquel donde los planos empaquetados cerrados son apilados en la secuencia ABCABC... Sin embargo aunque esta secuencia se mantiene en las fases TCP los átomos no son empaquetados cerrado por lo tanto de aquí el adjetivo "topológico". Las fases TCP incluyen las fases σ y μ . Tales fases no solo son intrínsecamente frágiles sino que su precipitación también depende de la matriz de elementos valiosos los cuales son adicionados para diferentes propósitos. La adición del renio promueve la formación de fases TCP así que las aleaciones conteniendo estos solutos deben tener sus concentraciones de Cr, Co, W o Mo reducidas. Generalmente, no es práctico remover estos elementos, pero las concentraciones de cromo son reducidas en muchas de las superaleaciones de la nueva generación. El cromo protege contra la oxidación pero la oxidación puede prevenirse con los recubrimientos en los componentes de turbinas [18].

Se sabe que las propiedades mecánicas de una superaleación base Níquel son fuertemente dependientes de la distribución y tamaño de la fase γ' : Ni₃(Al,Ti). Estas partículas pueden crecer durante el tratamiento térmico inicial y en servicio a altas temperaturas, por lo tanto es muy importante predecir la cinética de crecimiento y el comportamiento posterior de esta fase precipitada [19].

Reportes en la literatura [19] establecen que dada la importancia que tiene la fase γ' precipitada en las propiedades mecánicas de una superaleación tratada térmicamente y en condiciones de servicio, es de gran importancia poder

conocer la evolución de las partículas en función del tiempo. Se sabe que la cinética de crecimiento de γ' tiene diferentes velocidades de crecimiento volumétrico dependiendo de la distribución inicial y del tamaño del precipitado γ' y que éstos son el resultado de los tratamientos térmicos. Ges et al., concluyen que una fracción de volumen de γ' mayor resulta en una mejora de las propiedades mecánicas.

Otro dato importante dado en los resultados y conclusiones expuestas en la literatura [21], muestran que las propiedades mecánicas dependen fuertemente de las condiciones de homogenizado y sobre todo de los tiempos de envejecido. Teniéndose mejores valores de resistencia a la tensión a tiempos largos de envejecido y altas temperaturas de homogenizado. Y también muestran que la formación durante el envejecido de precipitados de compuestos intermetálicos del tipo Ni_xTi_y tienen una marcada influencia en las propiedades mecánicas.

2.2.2.5 Procesamiento de las aleaciones base níquel

Antes de la década de los 40's, las superaleaciones fueron originalmente a base de hierro y trabajadas en frío (forjado). A partir de 1940 aparecen las superaleaciones de moldeo a base de cobalto permitiendo un aumento notable en las temperaturas de servicio. En la década de los 50's fue desarrollada la fusión en vacío permitiendo un mejor control de la composición química de las superaleaciones disminuyendo en gran medida la contaminación. Este hecho condujo a una revolución en las técnicas de procesado apareciendo la solidificación direccional (DS) de las aleaciones y las superaleaciones monocristalinas. En estas últimas no existen límites de grano por lo que tienen una mayor resistencia a la fluencia a elevadas temperaturas ya que se reduce el número de vacantes en el material y el fenómeno de ascenso de dislocaciones se ve dificultado [20].

Las técnicas de procesado más utilizadas para la fabricación de componentes de superaleación son: (a) superaleaciones de forja, (b) superaleaciones de colada, (c) metalurgia de polvos.

a) Superaleaciones de forja

Con el desarrollo del motor a reacción nació una demanda de aleaciones que, aparte de tener buenas propiedades mecánicas a elevadas temperaturas, permitieran la producción de componentes fabricados en una sola pieza sin tener que recurrir a procesos secundarios como soldaduras u otros modos de unión. Los ingenieros de aquellos tiempos llegaron a la conclusión de que las aleaciones de moldeo eran menos dúctiles que las de forja lo que representaba un problema para el diseño y conformado de componentes para este tipo de aplicaciones. Las primeras superaleaciones de forja (especialmente para aplicaciones críticas) fueron de base níquel y base hierro-níquel y son empleadas todavía en la actualidad para fabricar piezas como los discos de la turbina de gas e incluso álabes [20].

Las aleaciones de forja tienen una gran demanda y variedad de aplicaciones debido a que permiten mantener un excelente control, no solo dimensional, sino también microestructural y de las propiedades del material evitando la aparición de segregaciones causadas durante el proceso de solidificación como fruto de su extensa composición química. Uno de los principales problemas de los materiales de forja es que no todas las composiciones de aleación son posibles y, en algunos casos, el material de colada es la única vía para obtener el producto deseado [20].

La forja de las superaleaciones base níquel requiere un estrecho control tanto de las condiciones metalúrgicas como de operación y en especial se debe poner una gran atención en el seguimiento de la temperatura de la pieza a lo largo del proceso. Recientemente, el contenido de elementos endurecedores como Ti y Al en estos materiales fue aumentado para conseguir alcanzar

mejores propiedades mecánicas. La introducción de la técnica de fusión en vacío fue la causante de que el contenido de Ti y Al pudiera aumentarse hasta los niveles en los que permanece en la actualidad. A su vez, esta técnica de fusión provoca una reducción en los niveles de oxígeno y nitrógeno eliminándose la mayoría de los óxidos y nitruros que contribuían a la pobre forjabilidad de las primeras superaleaciones base níquel endurecidas por precipitación. Éste hecho permitió fabricar por forja aleaciones con excelentes propiedades mecánicas (como la Astroloy) [20].

b) Superaleaciones de colada

El uso de la técnica de moldeo de precisión a la cera perdida aplicada a la fabricación de componentes para las turbinas de gas para aviación ha sido la responsable de impulsar el crecimiento de la industria de moldeo por colada (investment casting). Mediante esta técnica de procesamiento es posible fabricar componentes con una geometría compleja sin la necesidad de mecanizado (figura 2.18) [20].



Figura 2.18 Piezas de geometría compleja fabricadas mediante moldeo por colada [20].

En las superaleaciones base níquel, se incrementa el contenido de aluminio según se va reduciendo el de cromo. Esto permite mantener el mismo nivel de resistencia a la oxidación o incluso aumentarlo en algunos casos. Sin embargo, la resistencia a otros ataques corrosivos se reduce. Comparativamente, las

aleaciones de moldeo son intrínsecamente más resistentes que las aleaciones de forja a elevada temperatura. Además, presentan un tamaño de grano grande, lo que favorece la resistencia a la fluencia a elevada temperatura. Aunque, este hecho puede también disminuir la resistencia a la fatiga. Por otro lado, ofrece la posibilidad de fabricar componentes con una composición química definida de acuerdo a las necesidades requeridas para la aplicación final. Las superaleaciones de colada se utilizan en las partes calientes de las turbinas de gas para fabricar piezas como álabes y componentes estructurales ya que, cuando se requiere trabajar a las temperaturas más exigentes, las aleaciones de moldeo son las únicas que garantizan una buena durabilidad en servicio [20].

La mayoría de estos materiales son policristalinos (PC). La mejora de los procedimientos de moldeo en conjunción con la aparición del prensado isostático en caliente (HIP) para sellar la porosidad interna, ha provocado que se puedan fabricar componentes complejos con tamaños que superan los 150 cm de diámetro y pueden trabajar a temperaturas alrededor de 1050°C. La otra alternativa son las aleaciones de moldeo fabricadas por solidificación direccional (DS). Sólo las superaleaciones base níquel son procesadas mediante esta técnica. Desde un punto de vista de diseño no es viable fabricar piezas muy grandes como, por ejemplo, la caja de los motores a reacción. Aun así, se ha conseguido fabricar componentes de más de medio metro de longitud (ya sean materiales columnares o monocristalinos) para grandes turbinas de gas comerciales. Se puede diferenciar entre dos tipos de materiales de colada solidificados direccionalmente (DS):

- *Materiales de granos columnares (CGDS)*: presentan una multiplicidad de granos todos ellos alineados entre sí, normalmente paralelos al eje del componente en cuestión. Se obtienen vertiendo metal líquido en un molde cuya parte de abajo está refrigerada por agua. De este modo, se produce la solidificación en la parte inferior del molde momento en el cual éste es sacado fuera del horno permitiendo que el material solidifique

direccionalmente desde la parte inferior hacia la superior. Las buenas propiedades de los materiales solidificados direccionalmente se deben a la eliminación de cualquier límite de grano frágil orientado de manera transversal a la dirección de la carga aplicada, aumentando la vida de los componentes, entre 3 y 5 veces antes de producirse la fractura [20].

- *Materiales monocristalinos (SCDS)*: Se obtienen haciendo crecer un grano mediante la utilización de un selector de grano. Los materiales monocristalinos presentan una excepcional resistencia porque no tienen bordes de grano. Representan un nuevo avance técnico respecto de los anteriores, que les permite ser utilizados a temperaturas de servicio más elevadas. Además, deja de ser necesaria la adición de los elementos de aleación encargados de aumentar la resistencia de los límites de grano (C, B, Si y Zr), lo que conduce a un aumento del punto de fusión del material. Esto hace posible llevar a cabo el tratamiento térmico de homogeneización a una temperatura más elevada para evitar una fusión localizada del material. Este hecho permite una completa disolución de la fase γ' que provoca un aumento de resistencia y la posibilidad de emplear temperaturas de servicio más elevadas [20].

c) Metalurgia de polvos

El descubrimiento de la fusión en vacío permitió aumentar la cantidad de elementos endurecedores (sobre todo Ti y Al) y reducir el número de inclusiones y fases indeseables. Esta circunstancia provocó un aumento sustancial de la dureza, con la consiguiente reducción de la forjabilidad. Además, surgieron problemas adicionales de segregación relacionados con el contenido más alto de elementos de aleación y la necesidad de producir barras y lingotes cada vez más grandes para fabricar discos de turbina de mayor tamaño. Una solución a estos problemas fue minimizar la segregación transformando el metal a través de una rápida solidificación por atomización en polvo metálico y consolidar este polvo mediante métodos de metalurgia de

polvos hasta conseguir una densificación total. Por razones de calidad, normalmente se realiza sobre el producto algún tipo de forjado final o prensado isostático en caliente (HIP) que permita sellar la porosidad y alcanzar mejores condiciones microestructurales. Actualmente, la mayoría de los discos de turbina de gas que se fabrican, se producen mediante extrusión de polvos seguido de forja isotérmica. Existen otras aplicaciones para las que se requiere fabricar materiales porosos, celulares o espumas de superaleación. Esto se puede conseguir mezclando el polvo con algún agente espumante como el polioximetileno. En la actualidad, las técnicas pulvimetalúrgicas son muy usadas en la producción de superaleaciones. Bajo circunstancias normales mediante esta técnica sólo se procesan aleaciones base níquel [20].

Por lo general, la aplicación más importante es la fabricación de discos de alta resistencia para turbinas de gas de aleaciones que presentan dificultades para procesarse mediante métodos convencionales de forja. La microestructura formada por granos de pequeño tamaño que posee el material forjado presenta un mayor límite elástico y resistencia a la fatiga producida por un bajo número de ciclos (LCF) [20].

La principal ventaja de esta técnica de procesamiento es que permite fabricar preformas o lingotes muy homogéneos con tamaños de grano muy finos de aleaciones base níquel altamente aleadas. Mediante la metalurgia convencional es imposible alcanzar el grado de homogeneidad ni el tamaño de grano tan fino que se obtiene mediante esta técnica. Otra ventaja importante es que, normalmente, las técnicas PM conducen a un producto con la forma y dimensiones finales sin tener que utilizar operaciones secundarias como el mecanizado que consumen tiempo y en las que se pierde una cierta cantidad de material, con lo que se reduce el consumo de materias primas y el costo de producción. Además, la utilización de esta ruta de procesamiento permite obtener un mejor control microestructural en comparación con las técnicas de moldeo y forja, y la utilización de un menor número de etapas de fabricación [20].

Su mayor inconveniente se debe a que, debido a la necesidad de transformar el material en forma de polvo, los componentes obtenidos mediante técnicas pulvimetalúrgicas presentan un mayor costo, lo que condiciona su uso a determinadas ocasiones en las que, o bien es imposible obtener el producto mediante otra ruta de procesado, o el producto final adquiere alguna mejora en sus propiedades que justifica su uso [20].

Las principales técnicas de consolidación de polvos que se utilizan para fabricar componentes de superaleación son: 1) prensado isostático en caliente (HIP), 2) extrusión, 3) conformado por rociado ("Spray Forming"), y 4) moldeo por inyección de polvos (PIM) [20].

2.2.2.6 Aplicaciones

El mayor uso de las superaleaciones base níquel es en la fabricación de álabes de turbinas. Un álabe de cristal simple está libre de límites de grano. Los límites son trayectorias fáciles para la difusión y por lo tanto reducen la resistencia a la deformación del material. La estructura de grano columnar solidificado direccionalmente tiene muchos granos de austenita (γ). Pero los límites son sobretodo paralelos al eje mayor de esfuerzos. El funcionamiento de tales álabes no es muy bueno en comparación como los de cristal simple. Sin embargo son mejores que los que tienen una estructura de grano equiaxial la cual tiene menor resistencia a la fractura [18].

Una gran ventaja de las aleaciones monocristalinas, es que muchos de los solutos endurecedores en los límites de grano son removidos, lo cual resulta en un incremento en la temperatura de fusión incipiente (fusión localizada debido a la segregación química). Por lo tanto estas aleaciones pueden ser tratadas térmicamente en el rango de 1240 - 1330 °C, permitiendo la disolución de fase γ' , la cual es remanente en el proceso de solidificación. Por lo tanto el siguiente tratamiento térmico puede ser usado para lograr una precipitación fina y controlada de fase γ' . La razón principal de que estas aleaciones puedan ser

usadas a altas temperaturas, es debido a la habilidad de los tratamientos térmicos de las aleaciones a alta temperatura. Un tratamiento térmico a alta temperatura permite a toda la fase γ' entrar en solución y con el envejecido precipitar en forma fina. Los álabes de turbinas son usados en aeromotores y turbinas de gas en regiones donde la temperatura excede los 400 °C. La figura 2.19 muestra tres tipos de solidificación de álabes de turbinas [18].

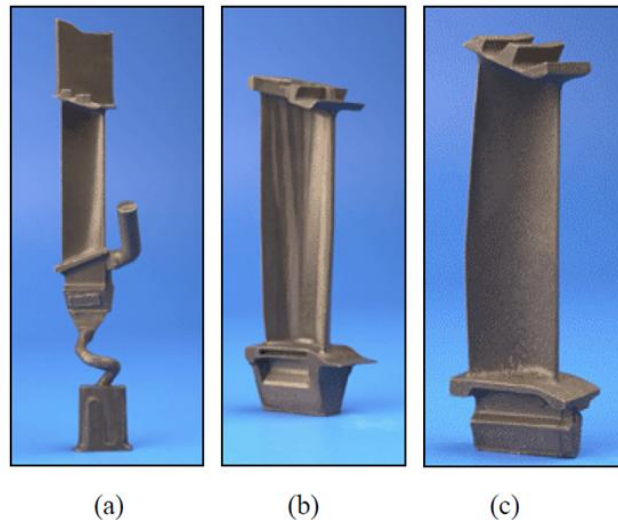


Figura 2.19 Álabes mostrando la solidificación de tres modos: (a) cristal simple, (b) solidificado direccionalmente, y (c) granos equiaxiales policristalinos [18].

2.2.3 Soldadura de aleaciones a alta temperatura (base níquel)

La soldadura exitosa de estos materiales requiere un entendimiento de la metalurgia de cada aleación involucrada. La resistencia de estas aleaciones se logra por la precipitación fina y dispersa de constituyentes de endurecimiento por envejecimiento dentro de la matriz de la aleación y/o por la adición de un endurecedor por solución sólida en la matriz. Adicionalmente la resistencia de estos materiales puede incrementarse significativamente por un cuidadoso control en el historial termomecánico [22].

La metalurgia física de materiales no ferrosos de alta temperatura afectan los centros de soldabilidad en los precipitados usados para endurecer por envejecimiento (γ' y γ'') y aquellas asociadas primeramente con la solidificación y la segregación (fases Laves y carburos). El endurecimiento por envejecido crea problemas asociados con fractura por deformación, mientras que las fases Laves y carburos pueden iniciar la fusión y causar fractura en los límites de grano de la zona afectada por el calor [22].

Cuando se suelda, las aleaciones de níquel pueden ser tratadas en la misma manera que los aceros inoxidables con algunas pocas excepciones, las cuales son:

- 1) Las aleaciones de níquel pueden adquirir un recubrimiento de óxido superficial el cual funde a una temperatura de aproximadamente 538°C sobre el punto de fusión del metal base.
- 2) Las aleaciones de Ni son susceptibles a la fragilización a las temperaturas de soldadura por plomo, azufre, fósforo y algunos metales y aleaciones de baja temperatura.
- 3) La penetración de la soldadura es menos que la esperada con otros metales.

Cuando se compensan estos tres factores los procedimientos de soldadura usados para aleaciones de Ni pueden ser los mismos que para los aceros inoxidables. Esto es debido a que el punto de fusión, el coeficiente de expansión térmica y la conductividad térmica son similares que el acero inoxidable austenítico [22].

2.2.3.1 Fractura por envejecimiento mecánico

La fractura en aleaciones endurecidas por envejecimiento que son lentamente enfriadas o recalentadas a través del rango de temperatura en presencia de esfuerzos residuales. La rapidez de endurecimiento es relativa a la velocidad de enfriamiento y calentamiento en el rango de temperatura. Para que la fractura ocurra, el ciclo térmico debe permitir suficiente endurecimiento para el esfuerzo impuesto. Éste debe ser suficientemente elevado para iniciar el agrietamiento. Cuando estos dos eventos ocurren simultáneamente pueden crear un agrietamiento severo [22].

La raíz del problema de agrietamiento por envejecimiento, desde el punto de vista metalúrgico, es la precipitación de la fase γ' . La composición nominal de γ' es Ni_3Al . Los tratamientos térmicos típicos de superaleaciones endurecidas base níquel son dados en la tabla 2.6.

Tabla 2.6 Tratamientos térmicos típicos de superaleaciones endurecidas base níquel [22]

Tratamiento	Temperatura		Tiempo (h)
	°C	°F	
Homogeneización y prensado isostático caliente	Cerca de solidus		1 – 20
Solubilización	925 - 1150	1700 - 2100	1 – 5
Envejecido por deformación alta	815–980	1500 – 1800	1 – 25
Envejecido por deformación baja	650 - 815	1200 - 1500	10 -20

Después de la soldadura los esfuerzos residuales son liberados y la máxima resistencia se obtiene por un tratamiento de solubilizado y un envejecido. Los problemas se originan cuando la estructura de la soldadura es calentada en el rango de temperatura del envejecido en su manera de solubilizarse. La soldabilidad es dependiente de la velocidad y magnitud de precipitación de γ' [22].

Los procesos de soldadura invariablemente producen un ciclo térmico en la zona afectada por el calor, lo cual pone a algunos de los constituyentes de la aleación en solución. Durante el enfriamiento lento o el recalentamiento estos constituyentes pueden re-precipitar, endurecerse y producir una condición susceptible a la fractura en esta zona. Este podría ser el caso con respecto a los tratamientos térmicos pre-soldadura [22].

Plaza et al, en sus investigaciones sobre predicción del riesgo de agrietamiento de uniones soldadas de aleaciones base níquel, llegan a la conclusión de que un aumento en los porcentajes de titanio y, sobre todo, de aluminio de la aleación elevan el riesgo de que se produzcan agrietamientos. No obstante, existen otras variables que juegan un papel trascendental a la hora de conseguir o no uniones libres de defectos [23].

2.2.3.2 Agrietamiento por licuación de la zona afectada por el calor

Las fases que se forman durante la solidificación, tales como carburos MC y para iniciar la fusión de la zona afectada por el calor límites de grano. La fusión, muchas veces llamada licuación, ocurre debido a la reacción entre el precipitado disolviéndose y la matriz. Cuando esta fusión es acompañada por suficientes esfuerzos térmicos la fractura puede formarse a lo largo de los límites de grano de la zona afectada por el calor y extenderse dentro de la zona de fusión. Tal agrietamiento puede ser llamado por licuación, agrietamiento en caliente o microfisuración [22]. Algunas de las aleaciones que experimentan licuación se enlistan en la tabla 2.7.

Tabla 2.7 Fases que se licuan en diferentes aleaciones de alta temperatura [22].

Licuación constitucional en sistemas multicomponentes	
Sistema de aleación	Fase de licuación
Hastelloy X	M ₆ C
Inconel 600	Cr ₇ C ₃ ; Ti(CN)
Acero 0% marginado	Sulfuro de Ti
Aleación austenítica A-286	TiC o Ti(CN)
Aleación base Mg de alta resistencia	Nd; fase conteniendo Y

Metalúrgicamente el agrietamiento por licuación ocurre cuando una aleación conteniendo una segunda fase susceptible es calentada a una velocidad que la segunda fase no puede disolverse antes de que la aleación alcance un sistema de solidus que cause la fusión. Esta fusión podría ocurrir en la interface entre el precipitado y la matriz como se puede analizar con los diagramas de fase apropiados. El metal líquido puede extenderse a lo largo de los límites de grano y su soluto es soluble en la matriz o si hay suficiente impurezas para incrementar el mojado. Esta licuación puede ocurrir abajo del sistema de solidus y entonces localizarse remotamente en la zona pastosa afectada por el calor. Tal ubicación previene el rellenado y promueve el agrietamiento por licuación. El hecho de que la licuación de los precipitados pueda extenderse más allá de la zona de fusión no solamente incrementa la oportunidad para agrietarse sino también incrementa el potencial de longitud de la grieta acentuando la intensidad de esfuerzos en la grieta [22].

La evaluación metalúrgica de la licuación de la zona afectada por el calor revela tres etapas de evolución composicional y microestructural (figura 2.20). Una etapa inicial desarrollada donde el precipitado licuándose está en contacto con el líquido. En la segunda etapa de evolución el precipitado es completamente licuado, pero el líquido intergranular es estable y puede extenderse. Finalmente, el líquido intergranular comienza a solidificarse en el límite de grano [22].

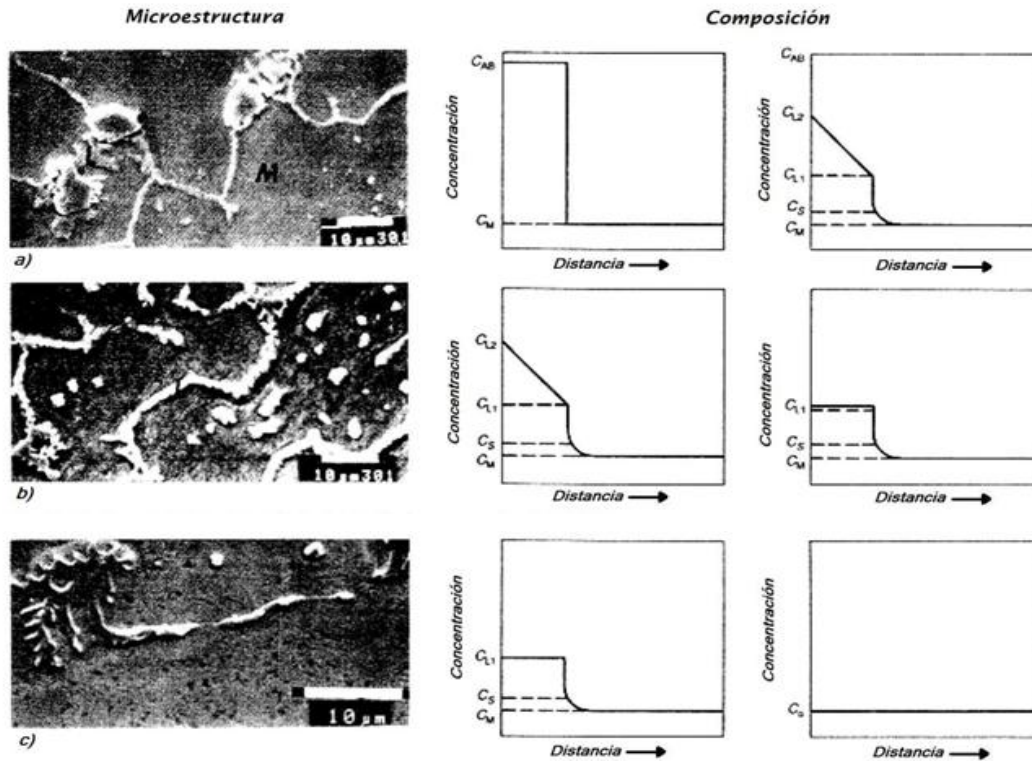


Figura 2.20 Tres etapas de licuación de la zona afectada por el calor relativo a la transformación típica en microestructura y composición de la aleación base Ni 718; (a) Etapa 1: Licuación del precipitado. (b) Etapa 2: Eliminación del gradiente de composición. (c) Etapa 3: Solidificación [22].

Los parámetros que intervienen en el agrietamiento por licuación son:

a) Tamaño de grano, un tamaño de grano grande promueve el agrietamiento por licuación. El material con tamaño de grano grande acumulará una capa más gruesa de líquido de una fracción en volumen dada de precipitados debido a que un grano grande tiene menos área superficial de límite [22].

b) Cantidad de precipitados licuando, una gran cantidad de precipitados licuando pueden tener efectos positivos y negativos relativos al agrietamiento por licuación. Con respecto al efecto negativo una gran cantidad de licuación produce una capa gruesa de líquido intergranular. Sin embargo, el efecto

positivo, una gran cantidad de licuación produce un amplio patrón de relleno de la zona pastosa y entonces puede ayudar a remediar el agrietamiento. Debido a que las aleaciones forjadas y muchas aleaciones vaciadas están metalúrgicamente diseñadas para minimizar precipitados del tipo licuación, la cantidad inicial de precipitados es baja (0.5 a 2.0 % en volumen para la aleación 718 forjada y vaciada). Incrementando una cantidad pequeña inicial de precipitado incrementas el agrietamiento por licuación. Entonces usando una grande cantidad de precipitados para reducir el agrietamiento por licuación podría ser prudente solamente bajo condiciones cerradas donde los precipitados están bien conectados a la región pastosa de la zona afectada por el calor [22].

c) Tipos de precipitados, dos tipos de precipitados licuan en la zona afectada por el calor: 1) precipitados licuando constitucionalmente y 2) precipitados fundiendo en el equilibrio. Los precipitados licuando constitucionalmente funden por debajo de la línea solidus. Debido a que su licuación es forzada a estar en el límite del equilibrio. Tal procesamiento en el no equilibrio puede resultar de dos factores: 1) una rápida velocidad de calentamiento que toma una fase de baja temperatura sobre tu temperatura de estabilidad en equilibrio y 2) segregación tipo núcleos durante el vaciado. Este tipo de segregación provoca al sistema crear una fase en no equilibrio (tal como la fase Laves en la aleación 718) o una sobreabundancia de fases en equilibrio (tal como los carburos MC), los cuales licúan constitucionalmente. En cuanto a los precipitados de fusión en equilibrio, la fase en equilibrio funde cuando es calentada sobre su temperatura de solidus, produciendo líquido en la zona afectada por el calor [22].

d) Impurezas y tratamiento térmico, Los elementos metálicos de impureza han estado sujetos a investigaciones de agrietamiento intergranular. Algunos elementos (como por ejemplo S, P, Sb, As, Bi y Sn) se concentran en los límites

de grano de varios sistemas. Otros elementos (por ejemplo B) afecta las propiedades intergranulares (por ejemplo resistencia a la ruptura por esfuerzos). Los elementos que han sido identificados como fuentes potenciales del agrietamiento por licuación son: azufre, fósforo, boro y plomo. Se ha sugerido que si las restricciones del nivel de impureza mostradas en la tabla 2.8 son observadas, un incremento en el agrietamiento por licuación podría no observarse. La licuación no es necesariamente causada por impurezas. Sin embargo, las impurezas magnifican el problema por incrementar el mojado del líquido intergranular, disminuir la temperatura de solidus, formar fases de bajo punto de fusión (precipitados/eutéticos) e incrementar la cantidad de líquido presente en los límites de grano [22].

Tabla 2.8 Composiciones límites de impurezas para no licuación [22].

Elemento	Composición % e.p. (máxima)
Azufre	0.015
Fósforo	0.015
Silicio	0.02
Oxígeno	0.005
Nitrógeno	0.005

2.3 Turbinas de combustión

El desarrollo de la turbina para avión fue llevado a cabo en forma independiente en Alemania y Gran Bretaña en los años 30. En Alemania Hans Von Ohian desarrolló el motor para el primer vuelo jet en 1939. Alemania, ya en la postrimería de la Segunda Guerra Mundial, desarrolló el Messerschmitt 262. En Gran Bretaña, Frank Whittle obtuvo la patente para el propulsor a turbina por los años 30's y en 1941 fue desarrollada la aeronave. El primer avión jet inglés, el Gloster Meteor, voló al final de la Segunda Guerra Mundial [24].

2.3.1 Principios de operación

El principio de operación de la turbina es conceptualmente simple. Convierte la energía cinética de un fluido en movimiento en energía mecánica mediante el movimiento del fluido hacia el rotor. El rotor está conectado a un dispositivo que realiza un trabajo útil. El fluido en movimiento puede ser agua, vapor, aire, o gases calientes. Las turbinas movidas por vapor son ampliamente usadas para la generación de electricidad [24].

La turbina de avión genera calor y gas presurizado por la combustión de un combustible en un espacio confinado. El gas, en el proceso de escape desde el motor, hace que la turbina, en cambio, haga trabajar al compresor para comprimir el aire que entra al motor. Los gases calientes comprimidos salen del motor a alta velocidad, generando la fuerza o empuje que mueve al avión hacia adelante [24].

La turbina de aeronave es a veces denominada motor a reacción porque ejemplifica la tercera ley de Newton: Para cada acción hay una igual pero de sentido opuesto. En este caso, la acción es la expulsión del gas de escape caliente de la parte trasera de la turbina. La reacción es el empuje impartido al motor, que es la fuerza que el motor transmite al resto de la aeronave [24].

La turbina consiste de tres secciones (figura 2.21), cada cual con una función diferente: sección de compresión, sección de combustión y sección de la turbina. La sección de compresión introduce y comprime aire del ambiente y entrega aire comprimido a la sección de combustión. En la sección de combustión, el combustible es continuamente inyectado en el aire comprimido por medio de un conjunto de inyectores. El combustible es evaporado a medida que se mezcla con el aire caliente y se genera la combustión. Los gases calientes de combustión son entonces forzados dentro de la sección de la turbina por la alta presión a la salida del compresor [24].

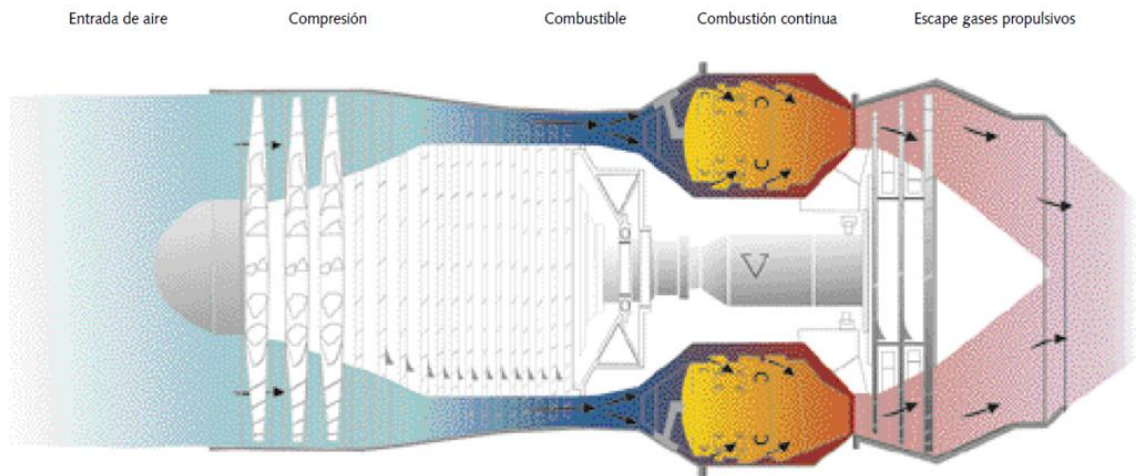


Figura 2.21 Esquema de funcionamiento de una turbina [24].

La sección de la turbina contiene una serie de álabes en el estator y otra en el rotor. Los álabes del estator son estacionarios y aceleran el flujo de gas para empujarlo sobre los álabes del rotor. Los rotores están conectados al compresor por un eje. El empuje de los gases de combustión en movimiento contra los álabes del rotor mueve la turbina, y por consiguiente, el compresor. Finalmente, la mezcla caliente de los gases de combustión y el aire son acelerados a través de una tobera a la parte trasera de la turbina. Es este flujo de escape el que produce el empuje que mueve al avión. La combinación de una turbina, el compresor que acciona y el eje de conexión se llama *spool* [24].

2.3.2 Características metalúrgicas de las turbinas base níquel

Los componentes de una turbina a gas están expuestos a todo tipo de condiciones extremas, tales como, muy altas temperaturas, elementos corrosivos, vibraciones constantes y esfuerzos mecánicos elevados debidos a la fuerza centrífuga. Cada vez que un avión despegar y aterrizar sufre cambios de temperatura que van en el orden de cientos a miles de grados, encontrándose el material sometido permanentemente a esfuerzos muy pequeños; la repetición de este ciclo por muchos años es uno de los motivos más importantes por el que se producen fallas por fatiga térmica de baja frecuencia [25].

De todos los componentes que forman las distintas secciones de una turbina de combustión, los álabes rotativos de la sección caliente son los que se enfrentan a las condiciones más críticas de operación. Un álabe de turbina es diseñado para operar sin problemas durante un período de 50,000 horas. Inicialmente se construían los álabes en metales ferrosos que nunca permitieron un buen desempeño debido a su punto de fusión, actualmente se han desarrollado altas aleaciones de níquel – titanio, aluminio – titanio, níquel – aluminio y cobalto-molibdeno–cromo. Aunque, estos resultan ser sensiblemente costosos, su peso disminuye en un 25% y justifica la inversión del material y la alta tecnología necesaria para lograr estas, hoy en día llamadas superaleaciones [25, 26].

Se están realizando actualmente muchos estudios para optimizar el funcionamiento de las turbinas sometidas a altas temperaturas y de esta manera prolongar su vida útil y su confiabilidad. Para ello, en los aviones modernos se están utilizando superaleaciones generalmente en base níquel ya que se ha demostrado que este material es muy resistente a la corrosión y es capaz de mantener sus propiedades aunque se encuentre sometido a temperaturas superiores a los 1000°C [25].

Las altas temperaturas alcanzadas en un motor de avión, proporcionan las condiciones más extremas en las cuales se puede encontrar un material. Además a temperaturas que se encuentren cerca del punto de fusión, se deben soportar altos esfuerzos debidos a las altas velocidades de rotación de los motores (más de 10,000 rotaciones por minuto) [25].

En una turbina, las condiciones de presión y temperatura generalmente varían dependiendo de la sección. Los álabes de turbina generalmente experimentan esfuerzos longitudinales de aproximadamente 20000psi a temperaturas muy altas de más de 1000 °C. Por este sentido, es preciso utilizar materiales adaptados a este funcionamiento [25].

2.3.3 Fracturas en álabes de turbinas

Los álabes deben de afrontar solicitaciones de operación sumamente duras, ya que se hallan sometidos a esfuerzos de fatiga multiaxial, por el sistema de esfuerzos operantes que están bajo un número de ciclos en dirección longitudinal y, que está asociada a las dilataciones y contracciones que experimenta el álabe al cambiar sus condiciones de trabajo, y de las vibraciones que sufre en su dirección transversal, como consecuencia del paso de los gases. A esto hay que añadir la elevada temperatura y el ambiente corrosivo en que operan. A consecuencia de ello los álabes poseen una vida sensiblemente inferior a la de la turbina, debiendo ser sustituidos o reparados por soldadura en el momento en que se requiera, es decir, las condiciones metalúrgicas dejan de ser idóneas [27].

Entre los mecanismos de falla de los álabes son: fluencia, oxidación, fatiga de bajo y alto número de ciclos o una combinación de dos o más de ellos. Además, en muchísimos casos, la fractura de un componente acarrea una sucesión en cadena de fallas de otros. Esto implica que la identificación del componente que falló en primer lugar sea una tarea imprescindible para

determinar la secuencia completa y, poder aplicar las medidas correctoras convenientes con vistas a evitar que se produzcan nuevas fracturas [27].

En general, las fallas de álabes pueden ser agrupadas dentro de dos categorías: a) fatiga, incluyendo alto (HCF) y bajo ciclo de fatiga (LCF); y b) fluencia a la ruptura [28].

En la literatura [27] se demuestra que los álabes presentan tanto fracturas debidas a un mecanismo de fatiga, así como aquellas que presentan una fractura por impacto. En sus conclusiones Silveira et. al [27], muestran que la microestructura del álabe que fracturó por medio del mecanismo de fatiga termo-mecánica. Sugieren que el contenido elevado de carburos primarios, agrietados, de hafnio y tantalio, tienen un rol importante en el proceso de la falla, promoviendo el engrosamiento de partículas que generan puntos de concentración de tensiones. Esto favorece la fractura o descohesión con la matriz. Como consecuencia de ello se forman pequeñas cavidades que dan origen al crecimiento y coalescencia de la grieta. Además, se llegan a apreciar un considerable número de partículas de forma alargada, cuya composición apunta a que se trata de fases de Laves u otros compuestos intermetálicos frágiles. Al carácter frágil de estos compuestos se debe añadir su forma alargada que induce una concentración de tensiones y promueve la generación de las grietas. Ello supone un nuevo punto a favor de la generación y la progresión rápida de las grietas. Por otro lado la fractura de los otros álabes del conjunto se ha producido por los impactos ocasionados por los trozos desprendidos del primero.

Dentro de las conclusiones de la literatura [28] se reporta que en los estudios realizados en álabes de turbinas base níquel se encontró en cuanto a la observación de la microestructura que había la presencia de partículas de carburos dispersas y continuas en los bordes de grano y precipitados de γ' engrosados debido a la exposición a altas temperaturas extremas y subsecuente operación. Encontraron que había un gran número de grietas en diferentes regiones de los álabes debido a la operación a altas temperaturas y

esfuerzos por periodos de tiempo largos. Una grieta intergranular fue encontrada en el revestimiento del álabe, hubo algunas micro-cavidades sobre la superficie de fractura que sirvió como origen de un mecanismo de falla por fluencia; así también encontraron varias grietas intergranulares sobre la sección transversal de la superficie del álabe de la primera etapa.

2.3.4 Reparación de componentes de turbinas por brazing

En los últimos años, con la introducción de más componentes avanzados, un renovado interés ha surgido en el proceso tanto de equipo original de manufactura como de las instalaciones del mercado de la reparación [29].

La soldadura ha sido tradicionalmente utilizada en la reparación de componentes de turbinas de combustión, sin embargo, la reparación con soldadura de aleaciones de solidificación dirigida y de un solo cristal es difícil de lograr y no puede proporcionar las propiedades necesarias en el producto final. Componentes de sección más delgada, que ahora se utilizan en las turbinas avanzadas, presentan también dificultades de soldadura. La tecnología Brazing de alta temperatura ofrece una alternativa a la reparación de los componentes y puede proporcionar una solución de reparación cuando la soldadura sea viable técnica y / o comercialmente [29].

El procedimiento básico para llevar a cabo la reparación por Brazing es la siguiente (figura 2.22):

- 1) La grieta se limpia para eliminar los óxidos como la alúmina estable (Al_2O_3) y óxido de titanio (TiO) desde el interior de la grieta [29].
- 2) El metal de aporte se aplica sobre la grieta y a alta temperatura, por medio de la acción capilar, el metal de aporte es transportado al interior de la grieta por capilaridad. Reacciones metalúrgicas se producen dentro de la cavidad de la grieta, lo que resulta en una unión soldada con la unión de los bordes de la

grieta. Dependiendo de la anchura de la grieta y el alcance de la difusión, el tratamiento térmico puede provocar una microestructura que es indistinguible de la del metal base a excepción de algún depresor del punto de fusión como las fases boruro que pueden estar presentes [29].

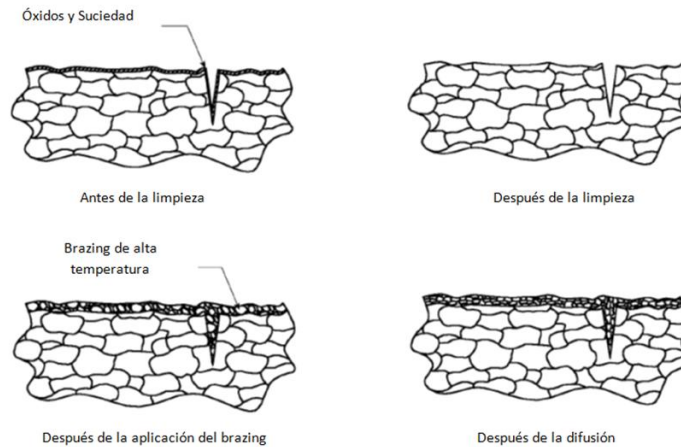


Figura 2.22 Resumen esquemático del proceso de reparación con brazing [29].

La tecnología Brazing de alta temperatura es un proceso de múltiples pasos que requiere atención en cada paso individual para producir un conjunto de alta calidad. Uno de los pasos más importantes en toda la operación es el primero, la preparación de la unión de los componentes (ver tabla 2.9) [29].

Tabla 2.9 Pasos del proceso brazing a alta temperatura [29].

Pasos del proceso brazing a alta-temperatura			
Paso 1 Preparación	Paso 2 Aplicación	Paso 3 Ciclo de brazing	Paso 4 Tratamientos Post-brazing
Química	Limpieza	260 °C (500 °F)	Mecánica
Remoción química	Enarenado	Desintegración de agente	Mezcla
Mecánico	Desengrasado	Sinterización de polvos	Maquinado
Mezcla	Métodos de aplicación	Adhesión a la parte	Granallado
Enarenado	Cepillado	1149 °C (2100 °F)	Térmico
Termo-química	Pistolas pulverizadoras	Llenado de las brechas	HIP
Limpieza de hidrógeno	Jeringa	Difusión a la parte	(Solución de recocer)
Limpieza en vacío	Masilla	Difusión del Boro	Envejecimiento
	Cinta		
	Preformas		
	Enmascaramiento		

2.4 Materiales nanoestructurados

2.4.1 Antecedentes

La nanociencia y la nanotecnología son nuevas herramientas para la investigación, la innovación y el desarrollo a partir del control de la estructura fundamental y el comportamiento de la materia a nivel atómico. Se utiliza para generar nuevas propiedades y usos, como: la inclusión de nanopartículas para reforzar materiales, la mejora de propiedades de materiales diseñados para trabajar en condiciones extremas, la investigación para detectar y neutralizar la presencia de microorganismos o compuestos químicos adversos [30].

La tecnología que más se emplea es conocida como la bottom-up (o de abajo hacia arriba) construyendo nano-entidades por combinación de elementos más pequeños (átomos y moléculas) guiando el autoensamblaje o bajo estrategias controladas [30].

Los materiales nanoestructurados o nano-materiales contienen unidades estructurales básicas en la dimensión del nanómetro (10^{-9} m). Las propiedades físico-químicas de los nano-materiales dependen fuertemente de las dimensiones de sus unidades estructurales básicas y suelen ser muy diferentes de las correspondientes al mismo material no nano-estructurado [30].

2.4.2 Propiedades estructurales

Los nano-materiales presentan propiedades físicas novedosas y, en muchos casos, mejoradas debido a su alto grado de desorden, con distancias entre defectos vecinos (bordes de grano, defectos puntuales, dislocaciones, etcétera.) del orden de las distancias interatómicas [30].

También se ha observado que los mismos pueden presentar una estructura cristalina completamente diferente a la de los materiales micrométricos. De esta manera, es posible la retención a temperatura ambiente, por efecto del tamaño

de cristal muy pequeño, de fases que no son termodinámicamente estables en los materiales microcristalinos [30].

2.4.3 Características de los nanomateriales en los nuevos procesos de manufactura

Los nano-materiales cristalinos poseen una temperatura de fusión en general mucho menor que la de los mismos materiales con tamaño de cristal micrométrico o mayor, posibilidad de sinterizado a temperaturas relativamente bajas y parámetros de red reducidos. Esto es un ejemplo de los numerosos cambios de propiedades observados en los nano-materiales cuando son comparados con las de materiales con unidades estructurales micro o macroscópicas [30].

Las propiedades inusuales de los materiales nanoestructurados están relacionadas en dos situaciones: 1) con la pequeña dimensión de la unidad estructural básica, similar o menor que el valor de ciertos parámetros característicos tales como la longitud de onda de Broglie para el electrón, la distancia requerida para la formación de un lazo de dislocación de Frank-Reed, el espesor de una capa de espacio de carga, el camino libre medio de los electrones, el tamaño máximo de dominio magnético, etcétera, y 2) con efectos predominantes de la morfología superficial. El primero de estos argumentos explica, por ejemplo, la existencia de materiales nanoestructurados con propiedades eléctricas, magnéticas u ópticas particulares, muchas veces inesperadas, y de nano-semiconductores compuestos por "*quantum-dots*" [30].

2.4.4 Clasificación

Una de las clasificaciones propuestas más acertada para los nano-materiales los divide en base a sus dimensiones o la de alguno de sus componentes. Se establecen así cuatro categorías: 0D, 1D, 2D y 3D (ver figura 2.23), indicándose con esta nomenclatura cuántas de las dimensiones de la

nanoestructura superan el rango de la nanoescala. Así, no se deberían incluir en la categoría de nanoestructuras los materiales llamados 3D, ya que todas sus dimensiones serán mayores de 100 nm. Sin embargo, se consideran materiales nanoestructurados 3D a aquellos en los que se utilizan nanoestructuras (0D, 1D o 2D) como bloques de construcción, replicándose en las 3 direcciones del espacio de forma ordenada. La importancia de estas nanoestructuras viene determinada por la cantidad de aplicaciones en campos tan diversos como la catálisis, la separación, el transporte de fluidos, el suministro controlado de medicamentos y almacenamiento de gases, compuestos orgánicos, contaminantes y energía [31].

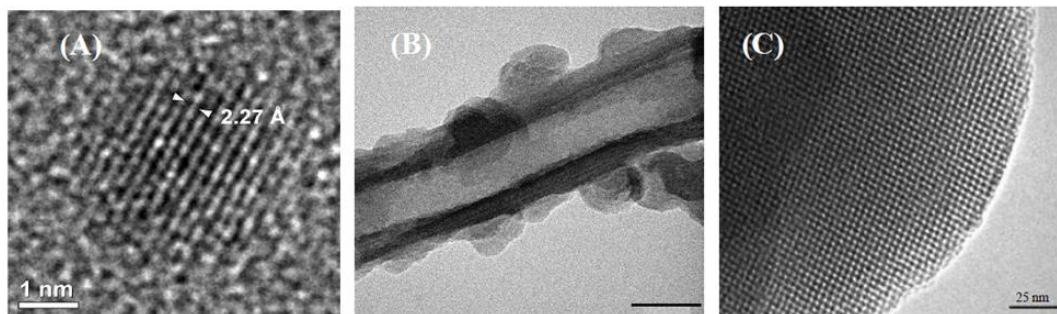


Figura 2.23 *Imágenes de microscopía electrónica de transmisión de diferentes materiales nanoestructurados. (A) Nano-partícula de Pd (nanoestructura 0D), (B) Nanotubo de sílice (nanoestructurado 1D) y (C) Sílice con porosidad ordenada de forma cúbica en el rango de los nanómetros conocida como MCM48 (nanoestructura 3D) [31].*

2.4.5 Síntesis

La producción de nuevos nano-materiales se puede llevar a cabo mediante dos estrategias diametralmente opuestas, por un lado, técnicas descendentes o “top-down” (reducción del tamaño de materiales másicos hasta límites nanométricos), y por otro, técnicas ascendentes o “bottom-up” (síntesis de nano-materiales mediante unidades de construcción más pequeñas). Centrándonos en las técnicas ascendentes, el uso de unidades de construcción de tamaño nanométrico permite la preparación de sólidos organizados a varias escalas con gran precisión (ver figura 2.24) [31].

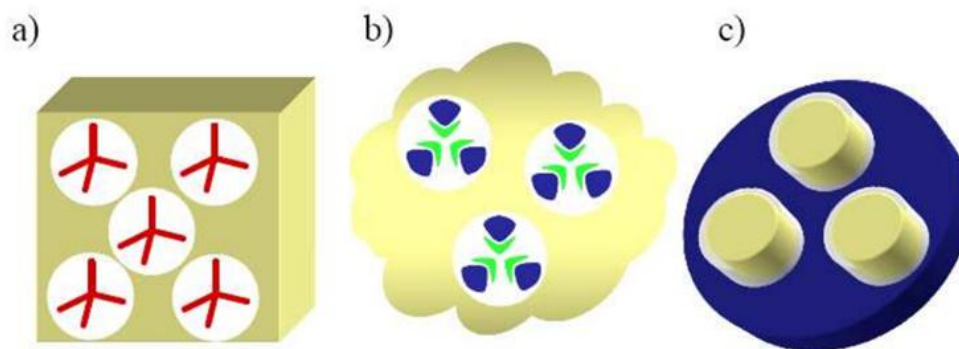


Figura 2.24 Esquema de tres técnicas de construcción de nano-materiales. a) Utilización de plantillas (en rojo) que inducen la formación del sólido (amarillo) a su alrededor y que mantienen su forma original durante la síntesis. b) Autoensamblaje de componentes individuales (azules y verdes) en estructuras supramoleculares en torno a las cuales crece el sólido (amarillo). c) Mediante el uso de moldes (azul oscuro) es posible preparar sólidos (amarillo) que replican sus huecos mediante el crecimiento restringido en el espacio [31].

La organización del sólido se consigue mediante el control preciso de las interacciones existentes entre los bloques de construcción, recurriéndose al autoensamblaje de dichos bloques para formar estructuras más complejas. La síntesis, modificación y funcionalización de estas nanounidades, así como el control de sus interacciones, condicionan la arquitectura final del material y con ello, sus propiedades. El desarrollo de nuevas estrategias de síntesis basadas en interacciones débiles, técnicas biomiméticas y la utilización conjunta de precursores inorgánicos y biomateriales han sido determinantes para la construcción y organización de muchos materiales [31].

La síntesis y caracterización de nanopartículas de metales constituye una importante área de investigación en la actualidad. Su uso está especialmente extendido en el ámbito de la catálisis debido a sus características diferenciadas que permiten optimizar tanto la actividad como la selectividad catalítica de las partículas [31].

Recientemente, se ha desarrollado un método de síntesis de nanopartículas metálicas en el que las nanopartículas se preparan en tolueno por reducción en

presencia de un agente inhibidor del crecimiento. Si se desea, las nanopartículas pueden transferirse cuantitativamente a fase acuosa sin incremento del tamaño de partícula. Por ejemplo, en el caso del Pd, la reducción controlada de $(\text{PdCl}_4)^{2-}$ con NaBH_4 en tolueno, en presencia de bromuro de tetraoctilamonio -utilizado como inhibidor del crecimiento- produce nanopartículas monodispersas de Pd con una distribución de tamaño de partícula comprendido entre 0.4 – 1.6 nm, estando el máximo por debajo de un nanómetro [31].

Se utiliza dimetilaminopiridina (DMAP) como agente de transferencia de Pd a la fase acuosa y también, como agente inhibidor del crecimiento en agua. Se ha llevado a cabo un estudio sistemático para optimizar el proceso de preparación, variando los parámetros de síntesis de las nanopartículas tales como: concentración de reactivos y agente inhibidor de crecimiento, contenido en agua y velocidad de agitación. El interés de este método radica en que se obtienen suspensiones acuosas con alta concentración de nanopartículas (hasta 20 g/L) de Pd subnanométrico con una distribución de tamaños estrecha (0.4 – 1.6 nm) y estables durante meses [31].

Otra técnica que se utiliza para sintetizar nano-partículas es la implantación de iones y para ello se usa un acelerador Peletrón. Como su nombre lo indica, el Peletrón es un equipo con el que podemos acelerar iones de prácticamente cualquier elemento de la tabla periódica a energías mayores a los 2 MeV (megaelectronvolts) [32].

La implantación de iones con energías muy altas permite introducir “a la fuerza” casi cualquier elemento al interior de la muestra a la que se quiere modificar sus propiedades. De esta manera los iones, al ir atravesando la muestra, interactúan con los átomos que la constituyen y se producen distintos fenómenos físicos que modifican las propiedades [32].

El acelerador Peletrón funciona de la siguiente manera (ver figura 2.25): una cadena formada por barras de metal (llamadas pellets) y plástico lleva carga

eléctrica de una fuente de alta tensión positiva a la terminal, situada en el centro del acelerador. Las fuentes de iones producen iones negativos (a partir de elementos sólidos o gaseosos), que son atraídos y acelerados por la terminal, dándoles una energía inicial que depende de la tensión en la terminal [32].

En el centro de la terminal hay una nube de nitrógeno, que arranca electrones de los iones acelerados, convirtiéndolos entonces en iones positivos. Éstos son ahora empujados por la terminal, dándoles una segunda aceleración y aumentando su energía. El electroimán selector desvía los iones positivos hacia las líneas de experimentación, seleccionando su carga, masa y energía [32].

Los iones quedan implantados a una cierta profundidad respecto a la superficie de la muestra y crea defectos al atravesarla. Generalmente es necesario efectuar tratamientos térmicos para lograr la formación de las nanopartículas a partir de los átomos implantados mediante la nucleación y crecimiento de las mismas [32].

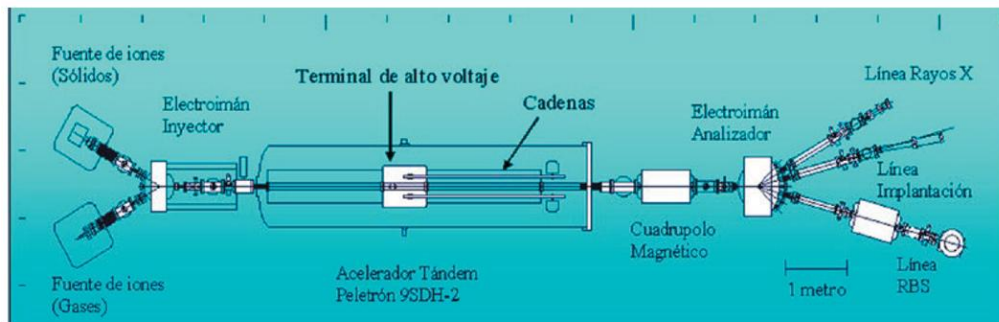


Figura 2.25 Esquema del Acelerador Peletrón [32].

2.4.6 Métodos de caracterización

En general, el rol de las técnicas de caracterización es establecer una correlación entre la estructura, forma, y composición química de los nano-materiales obtenidos durante un proceso, con sus propiedades. En el caso de los nano-materiales, los aspectos importantes a considerar acerca de los métodos de caracterización son el tipo de información y la resolución alcanzada por cada técnica. Para cada tipo de nano-material (0-D, 1-D, 2-D, y 3-D), una o más técnicas pueden ser usadas para obtener la información deseada. Se pueden clasificar las técnicas de caracterización en dos grandes grupos, a) técnicas de imagen y b) técnicas analíticas; en las de imagen implica algún tipo de microscopio, mientras que en el análisis se requiere de algún tipo de espectroscopía [38].

2.4.6.1 Técnicas de imagen

Estos métodos pueden involucrar luz, electrones, iones, o sondas de barrido.

a) Microscopía óptica

1.- Microscopía óptica de barrido de campo cercano (Near-field scanning optical microscope, NSOM)

En el NSOM, una fuente de luz nanoscópica, habitualmente una punta de fibra óptica (sonda de barrido) con una apertura menor a los 100 nm, barre la superficie de la muestra sobre la región llamada campo óptico cercano, la distancia entre la apertura y la muestra es más pequeña que el diámetro de la apertura y el área iluminada está en función de las dimensiones de la apertura. La fibra óptica permite registrar simultáneamente la topografía y la imagen óptica (en modo transmisión o reflexión) de la muestra. La resolución óptica es de nanómetros (cerca de los 50 nm), estando determinada principalmente por el tamaño de la apertura de la sonda y por la distancia entre la sonda y la superficie [38].

Con el NSOM se obtiene información sobre propiedades ópticas: cambios en el índice de refracción, en la polarización de la luz, en la transparencia o en la reflectividad [38].

2.- Microscopía óptica de barrido confocal (*Confocal scanning light microscope, CSLM*)

Inventado por Marvin Minsky en los años cincuenta, CSLM se basa en el principio de que la existencia de un agujero (*pinhole*) en frente de un único detector permite la señal que viaja desde el plano focal del objetivo para entrar en el detector [38].

En un CSLM la fuente de luz es un láser que produce intensidad alta, luz coherente de una longitud de onda definida. Su principio consiste en que la luz se hace pasar a través del agujero (*pinhole*), éste haz de luz pasa a través de un espejo y posteriormente pasa a través del lente objetivo el cual lo enfoca sobre la muestra. La luz emitida por la muestra es recibida por el lente objetivo y reflejada por el espejo dicróico que refleja totalmente la luz que llega en un ángulo de 45°. Esta luz pasa a través del agujero (*pinhole*) que no permite el paso de la fluorescencia originada por los planos fuera de foco, entonces sólo la luz del plano focal llega al detector. En otras palabras, CSLM hace posible escanear una muestra en varios planos x-y correspondiendo a diferentes profundidades, y, mediante la organización de estos planos en un apilamiento vertical, reconstruye una imagen 3-D de la muestra [38].

Ésta técnica produce imágenes nítidas y precisas de muestras gruesas en los modos de luz fluorescente y reflectante por "seccionamiento óptico". En la práctica, la resolución lateral de un microscopio confocal es en el rango de los 100-200 nm, y la resolución vertical esta cerca de 400-500 nm. Este tipo de técnica sirve para estudiar la estructura de materiales biológicos, siendo muy útil en investigación biomédica. Permite monitorizar los movimientos de las moléculas dentro de las células [38].

b) Microscopía electrónica

1.- Microscopía electrónica de barrido (Scanning electron microscopy, SEM)

Microscopía electrónica de barrido es una técnica que permite obtener imágenes tridimensionales debido a que tiene una alta resolución y una grande profundidad de campo. En las imágenes de SEM se puede apreciar la estructura de muestras microscópicas detallando sus características morfológicas y topográficas [38].

Un microscopio electrónico de barrido a diferencia de un microscopio óptico que utiliza fotones del espectro visible, la imagen que entrega se genera por la interacción de un haz de electrones que escanea un área determinada sobre la superficie de la muestra. La técnica esencialmente consiste en hacer incidir en la muestra un haz de electrones. Este bombardeo de electrones provoca la aparición de diferentes señales que, captadas con detectores adecuados, convierte las señales eléctricas en una imagen tridimensional que se observa en el monitor de las computadoras, y nos proporcionan información acerca de la naturaleza de la muestra [38].

Como se mencionaba el SEM está equipado con diversos detectores, tales como, un detector de electrones secundarios para obtener imágenes de alta resolución (Secondary Electron Image, SEI), un detector de electrones retrodispersados el cual permite la obtención de imágenes de composición y topografía de la superficie (Backscattered Electron Image, BEI), y un detector de energía dispersiva (Energy Dispersive Spectrometer, EDS) que permite coleccionar los Rayos X generados por la muestra y realizar diversos análisis e imágenes de distribución de elementos en superficies pulidas [38].

Una imagen de SEM proporciona información referente a la textura, tamaño y forma de una muestra, más específicamente éste es principalmente usado para imágenes de la superficie de materiales, fractura y fallas, crecimiento de granos e irregularidades de piezas. Las muestras tienen, típicamente, dimensiones por encima de 1 cm^3 y pueden ser hechas de cualquier material.

Sin embargo, si el material no es conductor, se aplica una delgada capa de oro o carbono para evitar la carga de electrones y la degradación de la imagen [38].

2.- Microscopía electrónica de transmisión (Transmission electron microscopy, TEM)

El microscopio electrónico de transmisión (TEM) emite un haz de electrones dirigido hacia el objeto cuya imagen se desea aumentar. Para que los electrones puedan ser acelerados hasta la velocidad prefijada, debe trabajarse en condiciones de alto vacío (10^{-4} a 10^{-6} torr; 1 torr = 1 mm de Hg a 0 °C). El sistema central del microscopio electrónico incluyendo la pantalla fluorescente y el equipo fotográfico, lo constituye un tubo hueco. El equipo eléctrico que suministra la corriente necesaria se halla generalmente situado a una cierta distancia para evitar la interferencia de los campos magnéticos dispersados. La mayoría de los microscopios están equipados con dispositivos de seguridad que no permiten conectar el filamento de alto voltaje hasta que no se ha conseguido el vacío apropiado [38].

Las lentes magnéticas del TEM están formadas por imanes en forma de herradura. El imán puede ser permanente o de tipo electromagnético. Variando la potencia de la corriente hacia la lente se consigue variar la distancia focal de la lente continuamente. Sin embargo, normalmente se preselecciona la corriente deseada. Se pueden ajustar los voltajes de aceleración en una gama que va desde los 100 hasta los 400 Kv. Ajustando el voltaje a un nivel inferior, se consigue aumentar el contraste [38].

La muestra debe ser muy fina, debido al poco poder de penetración de los electrones. Los microscopios electrónicos de transmisión pueden aumentar la imagen de un objeto hasta un millón de veces. La información que proporciona es referente a imágenes directas de la estructura de secciones muy delgadas del material (100 – 200 Å), y diagramas de difracción orientados de electrones [38].

El hecho de poder combinar la difracción de electrones con distintos modos de formación de la imagen hace del TEM una de la más utilizadas herramientas para el estudio de las redes cristalinas y sus defectos. Se pueden visualizar tanto defectos puntuales (Frenkel y Schottky) así como defectos lineales (o dislocaciones) siendo los más comunes las dislocaciones de borde y en espiral. El estudio de dichos defectos lineales es muy importante para comprender la respuesta de los materiales a esfuerzos mecánicos principalmente en el caso de metales y aleaciones [38].

c) Técnicas para imagen por sondas de barrido (Scanning probes)

1.- Microscopio de fuerza atómica (Atomic force microscope, AFM)

El AFM es un equipo mecano-óptico que tiene la capacidad de detectar fuerzas en el orden de los nano-newton. Basado en la interacción local entre la punta y la superficie de una muestra, proporciona imágenes tridimensionales de superficies con alta resolución espacial en tiempo real [38, 39].

Éste tipo de microscopio monitorea la superficie de la muestra con una punta de radio de 20 a 60 nm que se localiza al final de un *cantilever*. Las fuerzas entre la punta y la muestra provocan la deflexión del cantilever, simultáneamente un detector mide esta deflexión a medida que la punta se desplaza sobre la superficie de la muestra generando una micrografía de la superficie. La fuerza interatómica que contribuye a la deflexión del cantilever es la fuerza de Van der Waals [39].

El equipo tiene la capacidad de trabajar en modo de contacto y no-contacto (tapping). El modo contacto es el más usado, la punta está en contacto directo con la superficie de la muestra y la interacción entre ésta y la superficie es de tipo repulsivo, y dependiendo de la topografía de la deflexión del cantilever que obedece a la ley de Hook. El modo no contacto (tapping), establece una interacción entre la punta y la muestra de tipo atractivo-repulsivo con una

separación en un rango de 1 a 100 Å y dependiendo la determinación de la topografía de la amplitud o frecuencia de vibración del cantiléver [38, 39].

Debido a esto, el AFM es utilizado en la caracterización de materiales para determinar sus propiedades físicas, tales como, visco-elasticidad, fuerza eléctrica y fuerza magnética [39].

2.4.6.2 Técnicas analíticas

Éstas técnicas identifican la distribución cuantitativa y cualitativa de elementos químicos que se encuentran presentes en la muestra, mostrando gráficas e imágenes relacionadas con su distribución.

a) Espectroscopía Raman

Se basa en la dispersión inelástica, o dispersión Raman, de la luz monocromática, que por lo general procede de un láser en el rango visible, infrarrojo, o ultravioleta. La luz láser interactúa con fotones u otras excitaciones en el sistema, por lo que la energía de los fotones láser se desplaza hacia arriba o hacia abajo [40].

Normalmente, la muestra se ilumina con un rayo láser. La luz del punto iluminado se recoge con una lente y se envía a través de un monocromador. Las longitudes de onda cercanas a la línea láser, debidas a la dispersión elástica de Rayleigh, son filtradas, mientras que el resto de la luz recogida se dispersa en un detector [40].

La dispersión Raman espontánea es generalmente muy débil, y como resultado la principal dificultad de la espectrometría Raman es separar la luz débil dispersada inelásticamente de la luz intensa láser por dispersión de Rayleigh [40].

El efecto Raman se produce cuando la luz incide sobre una molécula e interactúa con la nube de electrones de los átomos de esa molécula. El fotón

incidente excita uno de los electrones a un estado virtual. La molécula se excita desde el estado basal a un estado de energía virtual, y se relaja a un estado de vibración excitado, lo que genera la dispersión de Raman Stokes. Si la molécula ya se encontraba en un estado elevado de energía de vibración, la dispersión Raman se llama entonces dispersión Raman anti-Stokes [40].

La espectrometría Raman se utiliza comúnmente en química, ya que la información referente a las vibraciones es muy específica para los enlaces químicos de las moléculas. Por lo tanto, proporciona una huella dactilar de la molécula que puede ser identificada. Otra forma de uso de la técnica es el estudio de cambios en las uniones químicas, por ejemplo cuando un sustrato se añade a una enzima [40].

b) Difracción de rayos X

Los rayos X son la radiación electromagnética, invisible, capaz de atravesar cuerpos opacos. Su longitud de onda se encuentra entre los 10 a 10.1 nanómetros (nm), correspondiendo a frecuencias del rango de 30-30 PHz. Los rayos X surgen de fenómenos extra nucleares, a nivel de la órbita electrónica, principalmente producidos por desaceleraciones de electrones. La energía de los rayos X es del orden de 12.3KeV (kilo electronvoltio) [41].

El método de difracción de rayos X se da cuando el haz de rayos X incide sobre un cristal, provocando que los átomos que conforman a este dispersen a la onda incidente tal que cada uno de ellos produce un fenómeno de interferencia que para determinadas direcciones de incidencia será destructivo y para otras constructivo surgiendo así el fenómeno de difracción [41].

La información que proporciona el patrón de difracción de Rayos X, se puede ver como dos aspectos diferentes pero complementarios, por un lado, la geometría de las direcciones de difracción (condicionadas por el tamaño y forma de la celdilla elemental del cristal) ofrecen información sobre el sistema

cristalino. Y por otro lado la intensidad de los rayos difractados, están íntimamente relacionados con la naturaleza de los átomos y las posiciones que ocupan en la red, tal que su medida constituye la información tridimensional necesaria para conocer la estructura interna del cristal [41].

En general, existen tres grandes métodos de difracción de rayos X utilizados, como lo son: 1) Método de Laue, 2) Método de movimiento o rotación total o parcial del cristal, y 3) Método del polvo [41].

2.4.7 Efecto de las nanopartículas de tungsteno (W) sobre la nucleación en una unión por brazing

En este punto se describen estudios recientes sobre el efecto de las nanopartículas de tungsteno (W) usadas para unir fracturas de acero inoxidable 304. Con el fin de escalar los resultados analizados para ser aplicados a los componentes base níquel para turbinas.

2.4.7.1 Caracterización de las nanopartículas

Las nanopartículas empleadas para el caso de estudio son de tungsteno (W). Obtenidas en síntesis a 1500°C. Los resultados reportados en la literatura evidencian la morfología esférica de las nanopartículas (figura 2.26) [33,35]. Mismas que se emplearon e impregnaron sobre las fracturas de las muestras de álabes mediante ultrasonido. Además, se aprecia en la escala de la fotomicrografía tamaños menores a 100 nm. Evidentemente, las reacciones químicas o de transformación de fases por calor son más rápidas y eficientes en morfologías esféricas. El tamaño de las nanopartículas y la morfología incrementan el área superficial del sistema. Lo cual permite que las nanopartículas tengan una mayor afinidad a reaccionar químicamente e incrementar la velocidad de difusión.

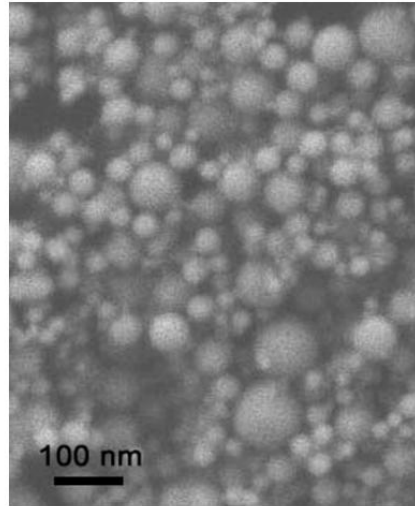


Figura 2.26 Imagen obtenida por STEM de nanopartículas de tungsteno (W) (Imagen tomada de la literatura [33]).

Para los fines de este trabajo monográfico, ya que contempla un caso de estudio, se estableció el uso de nanopartículas de tungsteno (W) por dos razones: 1) McGuire et. Al [34]. sugieren que el tungsteno disminuye la formación de intermetálicos y tamaño de fases. Debido a la presencia del boro (B) en la pasta. Por otro lado, confirman que el incremento del contenido 8% e.p. de tungsteno (W) reduce la formación de fases eutécticas y 2) Se ha estado estudiando el efecto de éstas nanopartículas en los aceros inoxidable AISI 304 para que en base a los resultados obtenidos de dichos trabajos, se pueda escalarlo a una aplicación sobre componentes Inconel [15, 33 y 37].

Estudios recientes han demostrado una alta reactividad química de las nanopartículas de tungsteno. Debido al tamaño y a su estado químico elemental. La figura 2.27 muestra evidencia del crecimiento de cristales y sinterización de las nanopartículas de tungsteno (W) a 1200°C por 10, 20, 30 y 60 minutos [15].

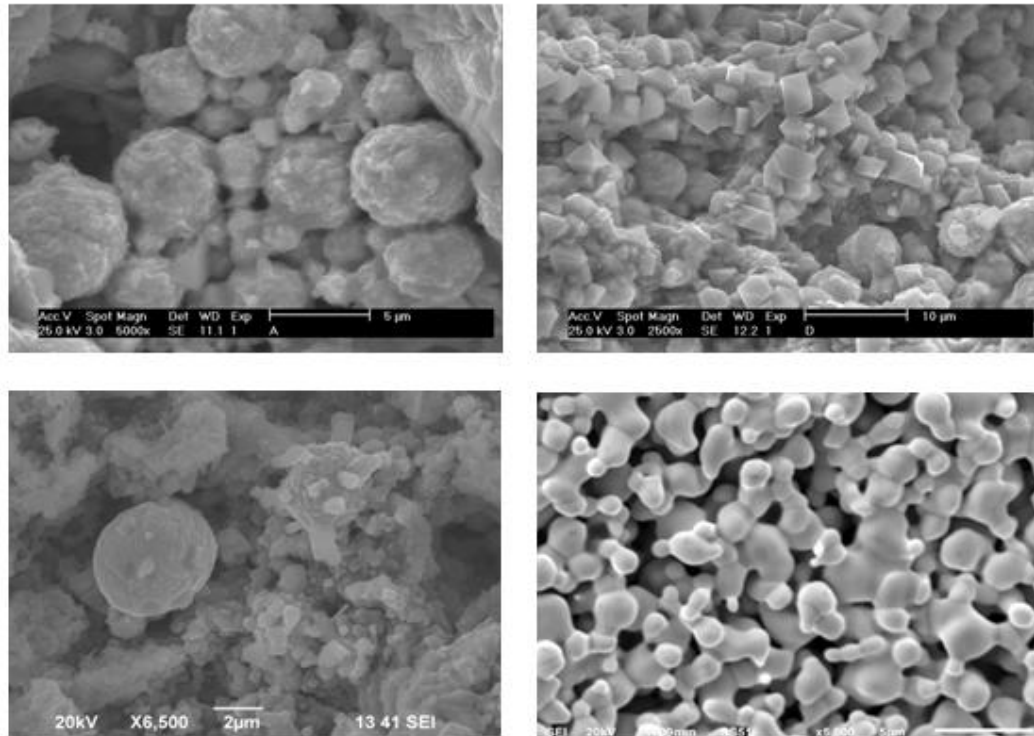


Figura 2.27 Imagen de electrones secundarios de fracturas previamente cubiertas de nanopartículas de W a 1200°C: a) 10 min, b) 20 min, c) 30 min y d) 60 min (Imagen tomada de la literatura [15]).

2.4.7.2 Pasta para aplicar el proceso brazing en horno de resistencias

Reportes en la literatura [15], identificaron los compuestos y elementos contenidos en la pasta mediante difracción de rayos X (figura 2.28). El patrón de difracción de rayos X muestra un compuesto químico de boruro de níquel (Ni_3B). Este compuesto, es un eutéctico de bajo punto de fusión 1156°C que se forma a partir de un región de estabilidad de inmiscibilidad [36]. A través del análisis de la figura 2.28, se aprecia un pico intenso de FeNi_3 y un pico secundario de Ni. Así como picos de menor intensidad del $(\text{Fe, Ni})_{23}\text{C}_6$.

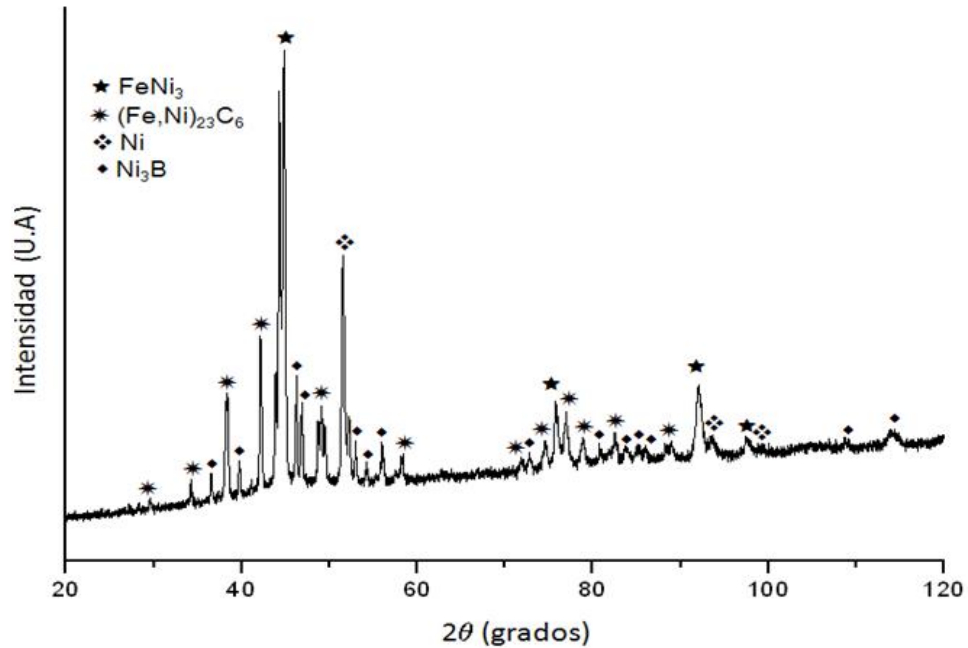


Figura 2.28 Patrón de difracción de rayos X de la pasta que se empleó para reparar muestras por Brazing (Imagen tomada de la literatura [15]).

La figura 2.29 (a) y (b) muestra imágenes de electrones secundarios con su respectivo EDAX de la pasta. En la figura 2.29 (b) muestra la composición química elemental cuantitativa. Se aprecia altos contenidos de Ni mayores a 55% e.p. Contenidos de B, Cr y C mayores al 10%e.p. Es importante aclarar que el Cr no está identificado en el patrón de difracción de rayos-X debido a que la técnica sólo identifica contenidos mayores al 5% de la fase.

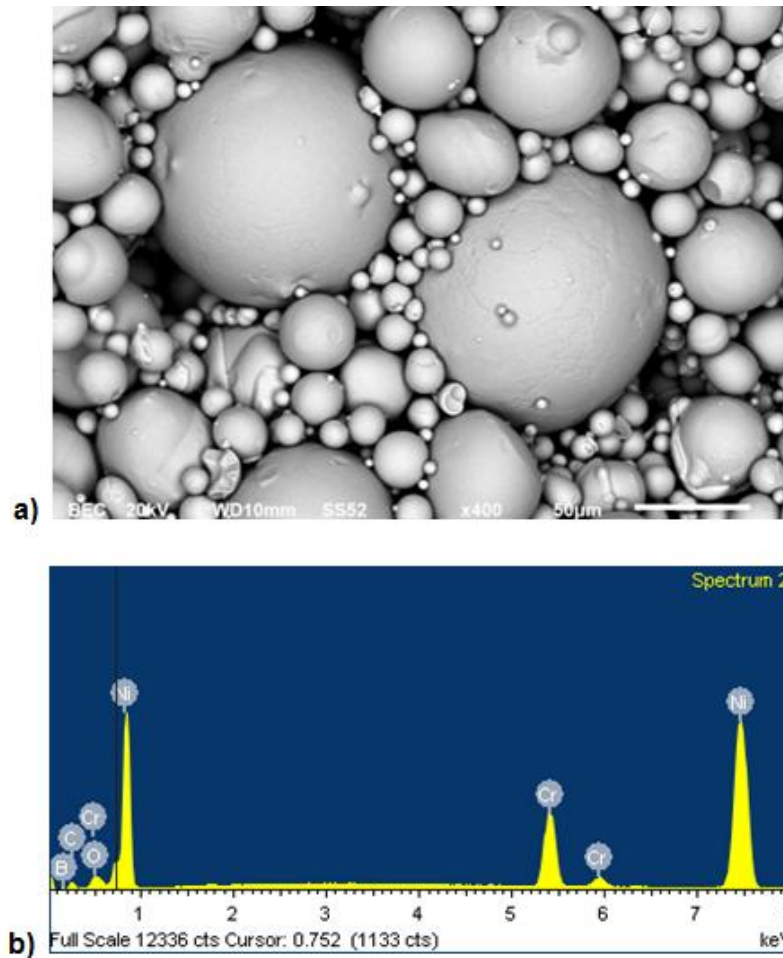


Figura 2.29 a) Imagen de electrones secundarios de la pasta y b) Análisis químico puntual por EDAX en la superficie de la pasta (Imágenes tomadas de la literatura [37]).

Arroyo M. A. [37], reporta un contenido bajo de O, C y B y, contenidos medios y altos de Ni y Cr. Es importante mencionar que el contenido de boro incorporado es para disminuir el punto de fusión del níquel y, es utilizado en las pastas para unir componentes base níquel. Además, el boro evita la formación de compuestos de silisuros y fases fragilizadoras [29].

Revisando la literatura de estudios recientes [12, 14, 15], se aprecia la precipitación de fases entre la interface metal base-fractura con nanopartículas de tungsteno (W). Además, un crecimiento isotérmico continuo y la modificación de la morfología de la microestructura a 1200°C por 60 min (figura 2.30 (a), (b), (c) y (d)). No obstante, el crecimiento de intermetálicos es debido a que la

muestra se enfrió dentro del horno a 10°C/min. Esta rampa de enfriamiento introdujo suficiente tiempo y temperatura para el crecimiento de las fases.

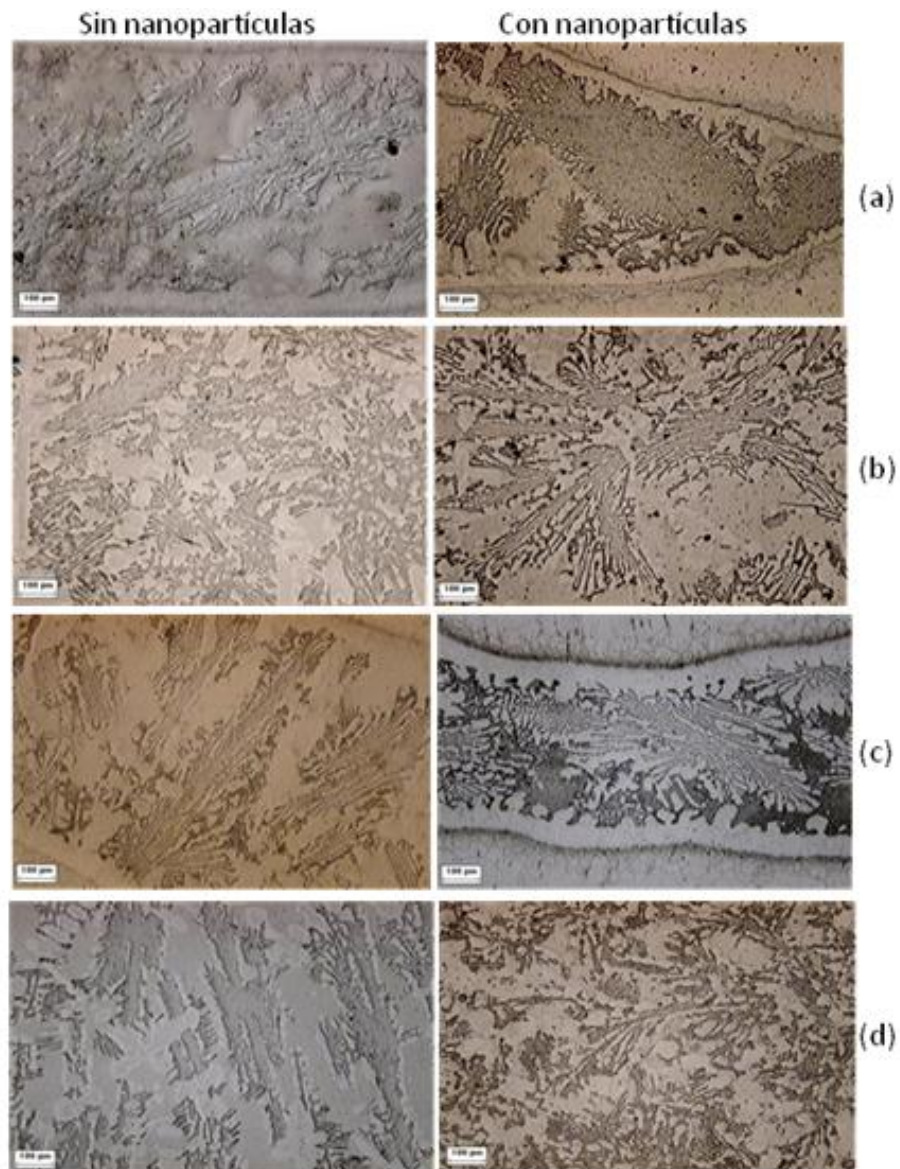


Figura 2.30 Imágenes por microscopía óptica del cordón de soldadura en aceros inoxidable unidos por Brazing a 1200°C sin y con adición de nanopartículas de tungsteno: a) 10 min, b) 20 min, c) 30 min y d) 60 min [15].

CAPÍTULO 3

DISCUSIÓN Y ANÁLISIS DE BIBLIOGRAFÍA

3.1 Proceso de soldadura brazing para la reparación de componentes de turbinas

La soldadura es el método tradicionalmente utilizado para la reparación de componentes de turbinas de combustión, sin embargo en muchas ocasiones no es factible dicha reparación debido a que muchos de éstos llegan a ser delgados o tener propiedades específicas que al momento de ser unidos mediante procesos de soldadura por arco son alteradas.

El proceso de soldadura Brazing es el proceso más utilizado en la industria para la reparación de componentes aeroespaciales (turbinas), esto debido a que no provoca la fusión del metal base, y por lo tanto no altera las propiedades mecánicas de éste al ser soldado.

3.2 Formación de fases líquidas transitorias (TLP) durante el proceso de soldadura brazing

Para prevenir la formación de zonas duras y frágiles en uniones de componentes base níquel por medio del proceso Brazing se necesita la presencia de una fase líquida transitoria (TLP), la cual evita la formación de fases eutécticas.

En la literatura [12] se sugiere que el TLP es un excelente método para completar la solidificación isotérmica, además de ser un mecanismo novedoso que ocurre en la interfase de unión.

3.3 Aplicación de nanopartículas de tungsteno (W) durante el proceso de soldadura brazing

La nanotecnología es una herramienta que se utiliza para generar nuevas propiedades y usos, como por ejemplo, la inclusión de nanopartículas para reforzar materiales o mejorar sus propiedades mecánicas, y lo hacen creando superficies susceptibles de interactuar con sustratos inorgánicos; también energías almacenadas en los defectos lineales de área y volumen a escala nanométrica propician la nucleación y crecimiento de fases sólidas.

Estudios recientes sobre el efecto de nanopartículas de tungsteno (W) usadas para unir fracturas de acero inoxidable AISI 304, pueden ser escalados a la aplicación de éstas mismas nanopartículas en componentes base níquel debido a que éstas superaleaciones tienen su punto de fusión, el coeficiente de expansión térmica y la conductividad térmica similares al acero inoxidable austenítico.

Las nanopartículas de tungsteno (W) pueden llegar a tener tamaños menores a los 100 nm y su forma es esférica, éstas dos características incrementan el área superficial del sistema permitiendo que éstas tengan mayor

afinidad a reaccionar químicamente e incrementar la velocidad de difusión; también ésta morfología permite que reacciones químicas o de transformación de fases por calor sean más rápidas y eficientes.

El uso de nanopartículas de tungsteno (W) en lugar de algún otro tipo (por ejemplo nanopartículas de silicio) es por 2 razones: 1) McGuire et. al ^[34]. sugieren que el tungsteno disminuye la formación de intermetálicos y tamaño de fases, debido a la presencia del B en la pasta; por otro lado, confirman que el incremento del contenido (8% e.p). de tungsteno (W) reduce la formación de fases eutécticas, y 2) se ha estado estudiando el efecto del tungsteno (W) en los aceros inoxidable AISI 304 para que en base a los resultados obtenidos de estos trabajos, se pueda escalar a una aplicación sobre componentes Inconel [15, 33 y 37].

La pasta para Brazing utilizada por Arroyo M. A. [37], reporta un contenido bajo de O, C y B y, contenidos medios y altos de Ni y Cr. La importancia del contenido de boro incorporado es porque disminuye el punto de fusión del níquel. Además, el boro evita la formación de compuestos de silisuros y fases fragilizadoras [29].

Es importante tomar en cuenta los tiempos de enfriamiento, ya que en las referencias [12, 14 y 15] se reporta la precipitación de fases entre la interfase metal base-fractura con nanopartículas de tungsteno (W). El crecimiento de intermetálicos se debe a que las muestras se enfriaron dentro del horno, por lo tanto esta rampa de enfriamiento introdujo el tiempo y temperatura suficientes para el crecimiento de dichas fases.

CAPÍTULO 4

CASO DE ESTUDIO

4.1 Desarrollo experimental

Previo al desarrollo experimental, se desplegó el trabajo de análisis en tres etapas, las cuales consisten en la preparación de las muestras para llevar a cabo la experimentación y conocer la conducta del material bajo la influencia de la manipulación intencionada de ciertas variables.

Etapa 1: *Adquisición de materiales, equipo y caracterización de muestras.* Consistió en la adquisición de los materiales, caracterizar la materia prima: pasta, muestra de Inconel 725, nanopartículas de tungsteno (W) y la superficie de fractura del Inconel antes de impregnarlas con las nanopartículas.

Etapa 2: *Impregnación de nanopartículas.* Las superficies de fractura se impregnaron con nanopartículas de W utilizando un equipo de ultrasonido. Con el fin de que se depositaran en el interior de las microgrietas y microporos de trayectorias complejas y estrechas.

Etapa 3: Proceso Brazing en horno de resistencia con bajo vacío y atmósfera protectora. Esta etapa consistió de los siguientes aspectos de estudio:

- i) Efecto de las nanopartículas en la zona de unión de acuerdo a los siguientes procesos: Brazing a 1200°C por 2 h y envejecimientos a 850°C por 2, 6, 10 y 14 h.
- ii) Con fines comparativos, se estudió la zona de unión en muestras sin las nanopartículas a las mismas condiciones de los tratamientos térmicos.

A continuación detallamos en forma explícita las etapas anteriores.

4.1.1 Adquisición de materiales, equipo y caracterización de muestras

4.1.1.1 Material

En esta etapa detallamos los materiales y sustancias utilizadas, así como su rol en la preparación de las muestras de análisis, lo cual se hizo con sumo cuidado para destacar con mayor exactitud la influencia que tienen y su comportamiento en la experimentación. Esto nos condujo a obtener una conducta más real de cada una de ellas con el propósito de alcanzar un mejor conocimiento y comprensión del fenómeno de influencia y actuación.

Se utilizó gas de argón de ultra-alta pureza (99.9999%) para generar una atmósfera inerte en el interior del horno. Refractarios plásticos de alúmina 80:20 empleados como soporte de las muestras unidas mediante soldadura y tratadas con el proceso de tratamientos térmicos posteriores. Termopares tipo R. Álabes de turbinas de aleación base níquel 725. Pasta Nicrobraz BNi-9 para soldar las muestras por Brazing (figura 4.1). Nanopartículas de tungsteno (W) de 80 nm. Etanol que actúa doblemente como agente dispersante y medio de impregnación de nanopartículas en las fracturas.

En la preparación de los especímenes para el análisis metalográfico se utilizó el proceso tradicional de desbaste y pulido a espejo, así como el montaje en resina para una mejor manipulación.



Figura 4.1 Pasta Nicrobraz BNI-9 para soldar álabes de turbina base níquel por Brazing en horno de resistencias.

4.1.1.2 Equipo

Se usó un horno tubular marca Thermolyne modelo 54500 con un controlador de temperatura Eurotherm programable para rampas de calentamiento y enfriamiento y un medidor de temperatura externo marca Omega. En la generación de bajo vacío (10-1 Torr) en el interior del horno, se empleó una bomba de vacío marca Vrater. Para la preparación metalográfica se utilizó una cortadora de disco de carburo, desbastadoras y pulidoras de velocidad variable (250 a 300 rpm). En la impregnación de las nanopartículas, se usó un equipo de ultrasonido marca Struers. La inspección de las muestras se llevó a cabo en un microscopio óptico marca Olympus. En el caso de altas ampliaciones se utilizó un microscopio electrónico de barrido marca Philips con un detector EDAX (MEB) y un microscopio electrónico de transmisión de

alta resolución marca Titán (HRTEM). El análisis térmico diferencial y termogravimétrico se utilizaron equipos marca Philips.

4.1.1.3 Caracterización de las muestras de los álabes de turbina

La identificación cuantitativa de la composición química de las muestras se llevó a cabo por la técnica de chispa utilizando estándares de Ni, Cr, Nb, Ti y Al. Asimismo, la identificación de los otros elementos se realizó por vía de efecto químico en vía húmeda.

4.1.1.4 Análisis térmico diferencial y termogravimétrico

Muestras de la pasta se analizaron térmicamente a 1400°C. Esta técnica permite identificar cualitativamente manifestaciones de calor exotérmico o endotérmico. Debido a transformaciones de fase (estructura cristalina) o cambios de estado (sólido a líquido o de líquido a gas) en función de la temperatura. Los picos convexos en las curvas indican reacciones exotérmicas y los picos cóncavos en las curvas indican reacciones endotérmicas. Para corroborar los cambios de fase o de estado se llevó a cabo un análisis termogravimétrico para mostrar cambios de masa en unidades de %, los cuales se manifiestan a la temperatura de 1400°C en un análisis térmico diferencial.

4.1.1.5 Caracterización de la superficie de fractura de los álabes de Inconel mediante estereoscopio

Los análisis de fractura de las muestras de los álabes de turbina se investigaron mediante estereoscopio Olympus a diversas ampliaciones. Con el fin de examinar la topografías y definir el tipo de fractura mediante la clasificación ampliamente conocida de las normas que rigen el modo de falla.

4.1.1.6 Caracterización de la superficie de fractura de los álabes de Inconel mediante microscopía óptica

La caracterización de la microestructura se identifico en la zona de influencia donde se manifiestan los fenómenos por efecto de los cambios termoquímicos durante la creación del cordón de soldadura, los cuales tienen la influencia más energética en la morfología de la microestructura. Dicha caracterización se realizo en muestras pulidas, a fin de identificar la zona de reacción entre el metal base y las nanopartículas. Este registro se ejecutó con ampliaciones de 75 y 100X.

4.1.1.7 Caracterización de las nanopartículas por microscopía electrónica de transmisión de alta resolución (HRTEM)

Por separado, 0.1 g de nanopartículas se dispersaron dos y cinco veces en etanol, usando un vial de vidrio de 1.5 ml marca Aglient. Con el objetivo de obtener tamaños menores de 100 nm.

4.1.2 Impregnación de nanopartículas

Para impregnar la nanopartículas de tungsteno sobre las superficies de fractura de los álabes de turbina, se llevó a cabo en un equipo de ultrasonido marca Struers. Las nanopartículas se concentraron en vasos de precipitados de 15 y 50 ml marca VWR en solución con etanol, las cuales se depositaron sobre la fractura de las muestras. El tiempo de la impregnación para cada una de las muestras fue de 30 minutos.

4.1.3 Proceso brazing en horno de resistencia con bajo vacío y atmósfera protectora

Las fracturas se manejaron en dos estados: a) fracturas impregnadas con nanopartículas y b) fracturas en un estado natural de falla. Las fracturas en ambos estados se cubrieron con pasta para Brazing. Para hacerlo, se colocaron en un refractario tal y como se muestra en la fotografía de la figura 4.2.



Figura 4.2 *Álabe unido con pasta colocada sobre barro refractario plástico antes de aplicar el proceso brazing en horno de resistencias.*

Las muestras se introdujeron en el horno y se situaron en una zona donde se encuentra la fuente de calor del horno. Una vez asentadas las condiciones de seguridad y precisión de trabajo en el horno, se calibró un vacío del orden de 10^{-1} Torr por 1 min, la cual liberó la presión negativa de vacío a fin de engendrar un flujo de gas argón de 0.1 ml/min (figura 4.3). Esta práctica tiene como fin reducir al mínimo posible los agentes oxidantes (en la atmosfera de trabajo del horno) que puedan tener un efecto nocivo en los resultados de la experimentación.



Figura 4.3 Ilustración del acondicionamiento del horno de resistencias para aplicar el proceso Brazing.

Se mantuvo de manera continua el flujo de gas de argón a través de todo el proceso para mantener las condiciones antioxidantes.

Luego de haber llevado a cabo el proceso Brazing en el horno, las muestras fueron puestas bajo la influencia de diversos tipos de tratamientos térmicos con el fin de modificar las condiciones microestructurales de impregnación en las fracturas.

La tabla 4.1 enlista los tipos de tratamientos térmicos y sus condiciones de tiempo, temperatura y el tipo de enfriamiento. Igualmente se publica en dicha tabla, las condiciones superficiales de fractura por efecto de aplicación de nano partículas o por ausencia de las mismas. En esta experimentación práctica, se valoraron velocidades de enfriamiento y calentamiento del orden de $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$.

Tabla 4.1 Temperatura y tiempo del proceso de Brazing y envejecimiento para las muestras unidas por Brazing.

Tipo de proceso	Condición superficial	Temperatura del Brazing (°C)	Tiempo de Brazing (h)	Temperatura de envejecimiento (°C)	Tiempo de envejecimiento (h)	Enfriamiento
Brazing	Sin y con nanopartículas de W	1200	2	---	---	Aire
Brazing y envejecimiento	Con nanopartículas de W	1200	2	850	2	Aire
Brazing y envejecimiento	Con nanopartículas de W	1200	2	850	6	Aire
Brazing y envejecimiento	Con nanopartículas de W	1200	2	850	10	Aire
Brazing y envejecimiento	Con nanopartículas de W	1200	2	850	14	Aire

4.1.3.1 Caracterización de las muestras unidas por brazing

La identificación del estado de los especímenes tratados se realizó a través de un estudio metalográfico, el cual se llevo a cabo mediante las siguientes prácticas:

- Corte transversal de las muestras con una herramienta de disco de carburo de silicio.
- Montaje de las muestras en condiciones de temperatura ambiente, evitando así la degradación del encapsulamiento con el uso posterior de reactivos químicos.
- En el desbaste de las superficies de análisis se emplearon abrasivos de carburo de silicio dentro de un rango que va de 80 a 2400 grit.
- El acabado a espejo se realizó sobre paños microcloth y empleando pasta de diamante de 1 µm y alcohol etílico para eliminar residuos de pulido y formación de ralladuras del tipo cometa.
- Eliminación de los residuos del pulido: se realizó en una máquina de ultrasonido marca Struers por 5 min. Se limpiaron con algodón y se secaron

con aire caliente e inspeccionaron por microscopía óptica para identificar la zona de reacción de las nanopartículas.

- Ataque electroquímico de las superficies de estudio: Este ataque tuvo una duración de 3 s para revelar la microestructura. El agente químico empleado consiste en 10 ml de H_3PO_4 , 50 ml H_2SO_4 y 40 ml HNO_3 empleando una fuente de poder de 3 V y 0.4 A.

4.2 Resultados y discusión de resultados del caso de estudio

En esta sección presentaremos los resultados que se evidenciaron en la experimentación y haremos una discusión de los mismos para fundamentar las razones que dieron origen a los diferentes fenómenos de cambio que se observaron durante los ensayos experimentales. Esta tarea la llevaremos a cabo mediante la presentación de los resultados discutiéndolos ahí mismo en cada una de les ensayos de análisis.

4.2.1 Composición química del álabe de turbina

La figura 4.4 muestra un álabe de turbina fracturado, en el cual se estudió el modo de reparación de las fallas mediante la técnica del proceso Brazing utilizando nanopartículas de W.

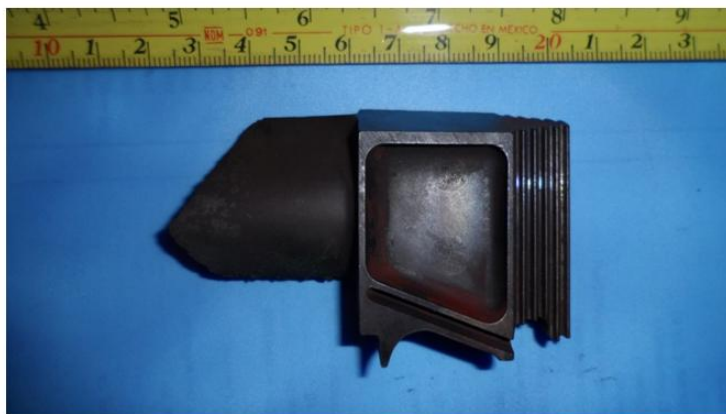


Figura 4.4 *Álabe fracturado de una turbina industrial.*

El análisis químico de la muestra se realizó aplicando la técnica de chispa. El propósito de este análisis es conocer la composición de los elementos principales que permitan aplicar correctamente los procesos de tratamientos térmicos, ya que dichos elementos definen las curvas de transformación. La tabla 4.2 compara la composición química de una muestra reportada en la literatura [35] y la muestra empleada en esta investigación.

Tabla 4.2 Composición química en %e.p. de la muestra de un álabe base níquel [35].

Muestra	Ni	Cr	Mo	Nb	Ti	Al	C	Mn	Si	P	S	Fe
Analizada	55.2	19	8.2	1.75	1.12	0.18	0.027	0.20	0.15	0.012	0.009	Balance
Inconel 725	55-59	19-22	7-9.5	2.75-4	1-1.7	0.35	0.03	0.35	0.20	0.015	0.010	Balance

4.2.2 Inspección estereoscópica de la zona de fractura del álabe

Antes de llevar a cabo la impregnación y reparación de las muestras mediante el proceso Brazing, se inspeccionó la zona de fractura. En la figura 4.5 se aprecian grietas que se extienden y propagan a través del área del material. Debido a la coloración y aspecto topográfico de la superficie de fractura, se deduce que el álabe falló por el mecanismo de crecimiento y propagación de grieta, figura 4.5 (a) y 4.5 (b).

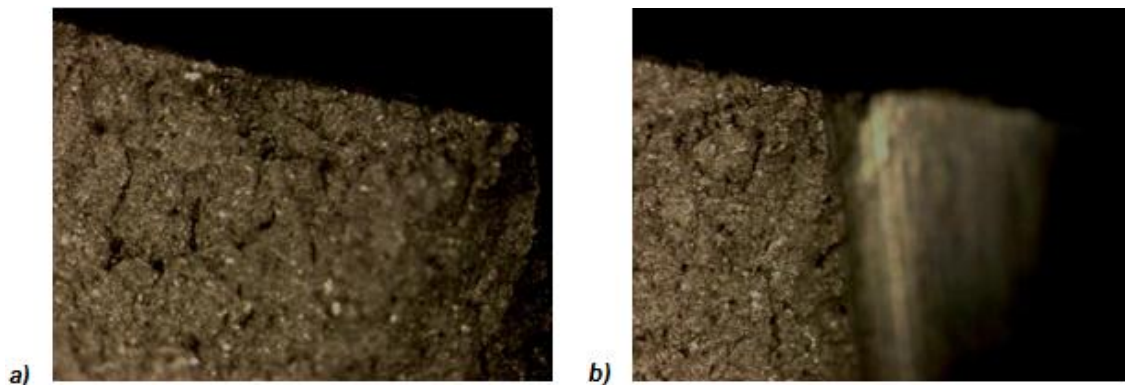


Figura 4.5 Imágenes por estereoscopio de la superficie de fractura del álabe. a) Propagación de la grieta a ampliaciones de 2.5X y b) Grietas en las orillas del álabe a ampliaciones de 1.63 X.

4.2.3 Análisis térmico diferencial y termogravimétrico de la pasta para soldar los álabes por brazing

La figura 4.6 esquematiza los resultados del análisis térmico diferencial y termogravimétrico de la pasta empleada en el proceso Brazing. Se manifiesta una curva del flujo de calor y el porcentaje de masa de la pasta analizada de 25 a 1400°C. Se aprecia un pico endotérmico a 1080°C que corresponde a una formación de una fase líquida. El corto tamaño del pico corresponde a una rapidez de absorción de calor para generar el líquido antes de solidificar. Este tipo de líquidos son llamados fases líquidas transitorias. Reportes en la literatura [12] informan que la formación de la fase líquida transitoria ocurre en menos de 1 s.

Por otra parte, a 800°C se observa una ganancia en masa de la pasta debido a las reacciones químicas que se llevan a cabo en la formación de nuevas fases. Esta ganancia se manifiesta por un pico exotérmico en la figura 4.6.

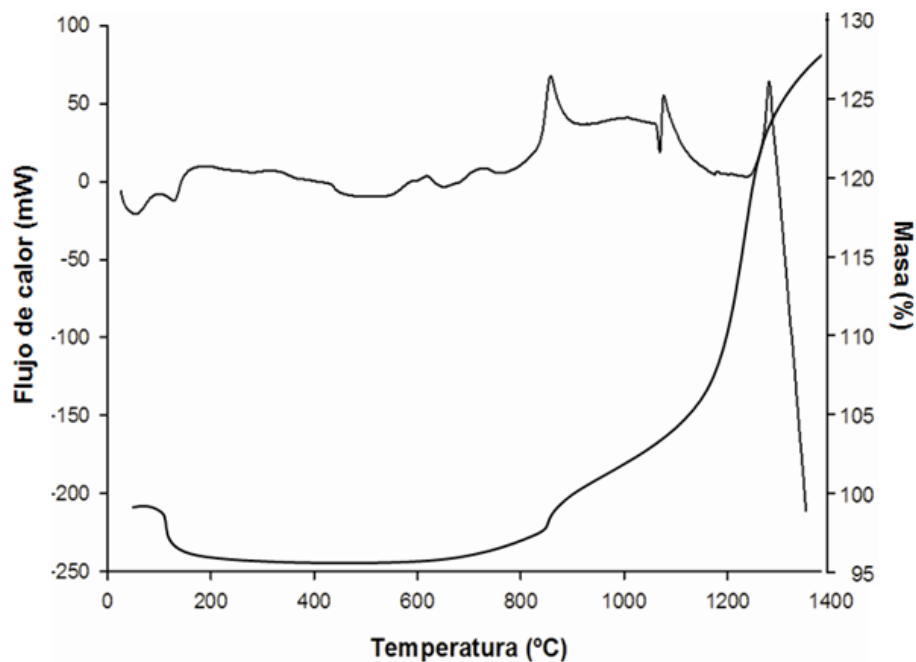


Figura 4.6 Análisis térmico diferencial y termogravimétrico de la pasta BNI-9 para soldar muestras por Brazing.

Lo anterior sugiere, que la fase líquida transitoria a 1080°C es debido a la presencia de los eutécticos en la pasta (Ni_3B). Evidentemente, este resultado es consistente con lo reportado en la literatura [36].

4.2.4 Caracterización de las nanopartículas de tungsteno (W)

Para caracterizar las nano-partículas se llevaron a cabo observaciones en el microscopio electrónico de transmisión y análisis por energía dispersiva de rayos X. En la figura 4.7 (a), se estiman tamaños de partícula de 200nm, las cuales forman aglomerados de diferentes tamaños. La figura 4.7 (b) despliega los resultados de la composición química obtenida mediante rayos X. Se observa un alto contenido de W con algunas trazas de Cu, O y C, las cuales coinciden con la composición química del porta-muestra.

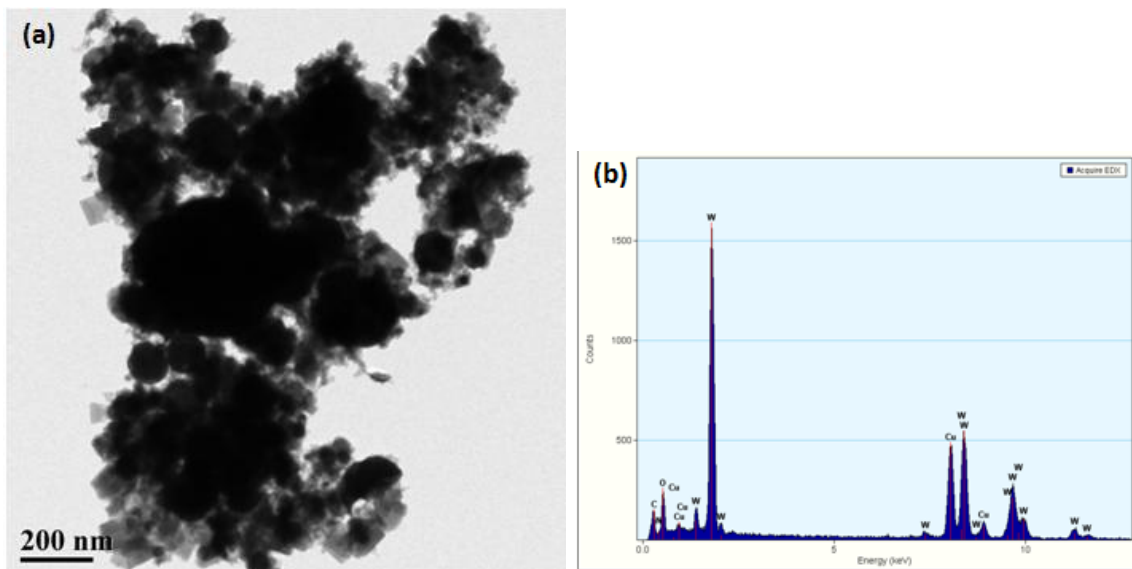


Figura 4.7 a) Imagen de transmisión electrónica de las nanopartículas de tungsteno sin dispersar y b) Análisis químico por energía dispersiva de rayos-X (Cortesía de la tesis de maestría [15]).

En cambio, cuando las nano-partículas se dispersan en etanol, se observan tamaños de partícula y aglomerados menores a 100 nm (figura 4.8).

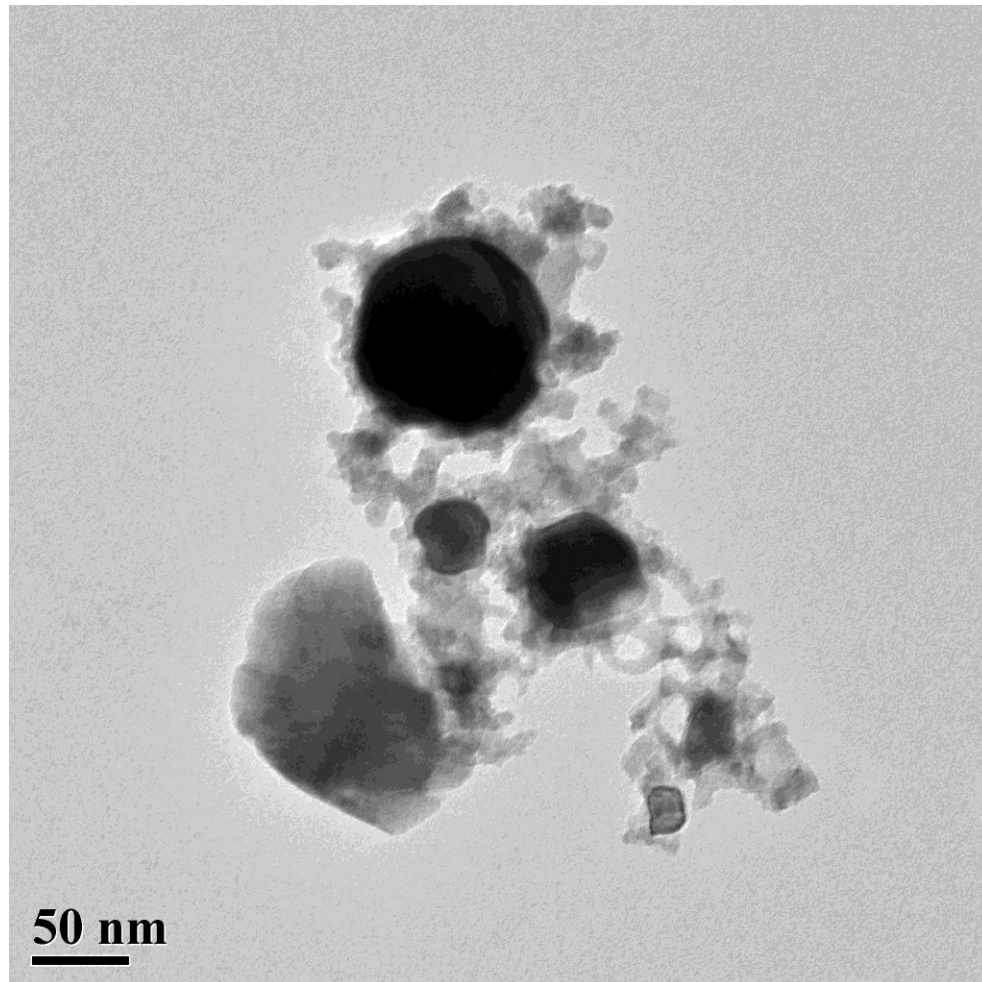


Figura 4.8 a) Imagen de transmisión electrónica de las nanopartículas de tungsteno dispersadas en etanol (Cortesía de la tesis de maestría [15]).

La impregnación de la superficie de fractura se llevó a cabo ejecutando cinco dispersiones de las nano-partículas en etanol, debido a los tamaños uniformes y menores a 100 nm.

4.2.5 Inspección de microestructuras de las muestras de álabes en condición de pulido

Antes de inspeccionar y analizar el cordón de soldadura por técnicas de microscopía, comprobaremos si se manifestó una unión aceptable del cordón de soldadura y que además, esté libre de películas de oxidación (figura 4.9).

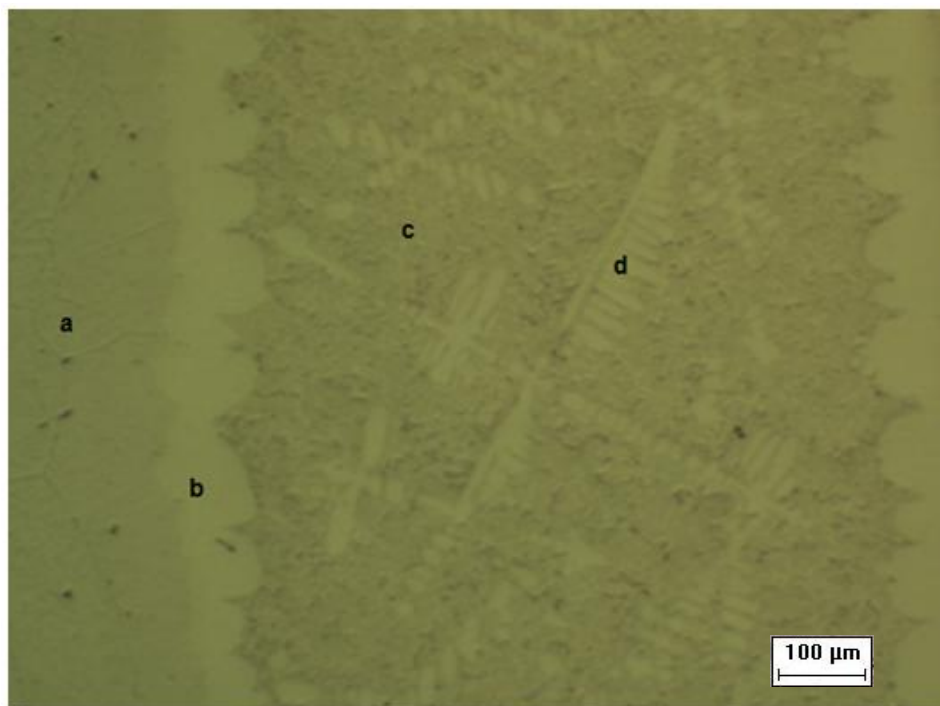


Figura 4.9 Muestra de un álabe unido por el proceso brazing en horno de resistencias.

Para realizar el efecto de las nano-partículas en su reacción y definir la línea de precipitación, el análisis se efectuó en condiciones únicas de pulido. Posteriormente, se atacaron químicamente las muestras para revelar la microestructura. En los epígrafes a continuación se presentan y discuten los resultados microestructurales.

4.2.5.1 Proceso brazing con y sin nanopartículas de tungsteno en las microestructuras en condición de pulido

Previo a los tratamientos térmicos de envejecimiento en álabes con nanopartículas, se inspeccionó una muestra de un álabe unido por el proceso Brazing sin emplear nano-partículas de tungsteno. En la figura 4.10 se aprecian tres tipos de zonas: la zona del substrato del metal base, la zona de crecimiento isotérmico y la zona de fusión. En esta última se observa una estructura dendrítica (figura 4.10).



a: Metal base
b: Zona de crecimiento isotérmico
c: zona de fusión
d: dendrita

Figura 4.10 Fotomicrografía de una muestra de álabe soldada por el proceso brazing sin impregnar nanopartículas de W sobre la superficie de fractura.

En la figura 4.11 se puede observar una muestra de álabe de turbina a la cual se le aplicaron nanopartículas de tungsteno y fue soldada por el proceso Brazing.

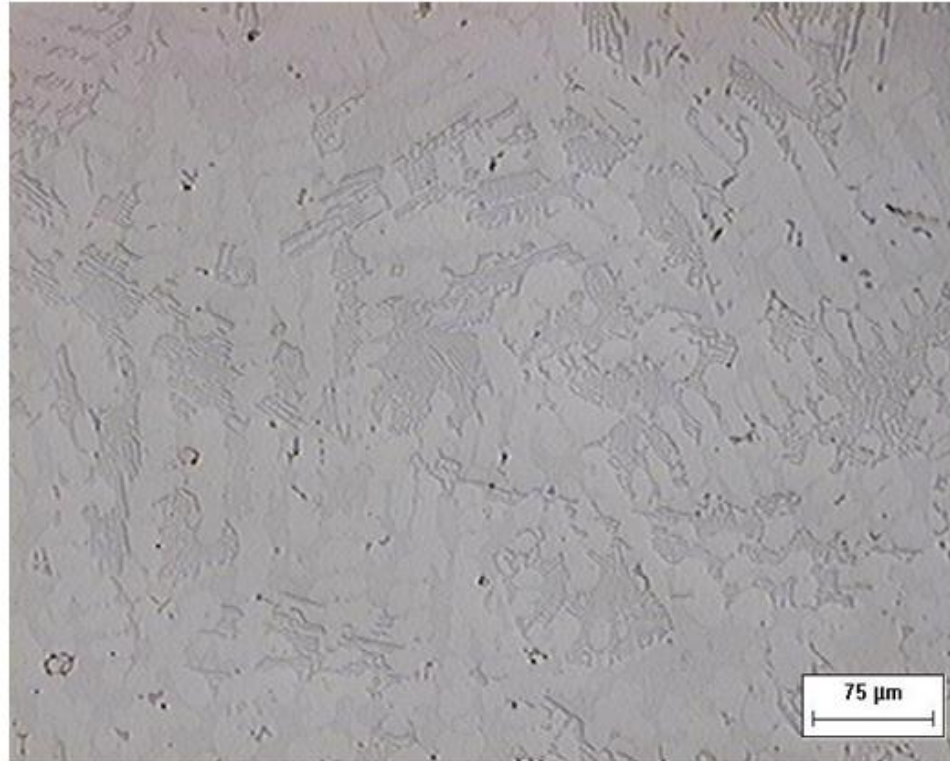


Figura 4.11 Fotomicrografía de la zona de fusión en condición de pulido de una muestra de álabe soldada por brazing usando nanopartículas de W.

4.2.5.2 Tratamiento térmico de envejecimiento con nanopartículas de tungsteno en las microestructuras en condición de pulido

La figura 4.12 (a), (b), (c) y (d) muestra micrografías de los especímenes en condición de pulido tratadas térmicamente con un envejecido a 850°C por tiempos de 2, 6, 10 y 14 h. En la figura 4.12 (a) se aprecian intermetálicos en la zona de fusión y la ausencia de la zona de crecimiento isotérmico. A 6 h de envejecimiento se observa un refinamiento de microestructura adyacentes a estructuras dendríticas (figura 4.12 (b)). Conforme se incrementa el tiempo, a 10 y 14 h la zona de fusión adquiere un aspecto de engrosamiento

microestructural, debido a la difusión en estado sólido de las especies químicas de la pasta y el metal base.

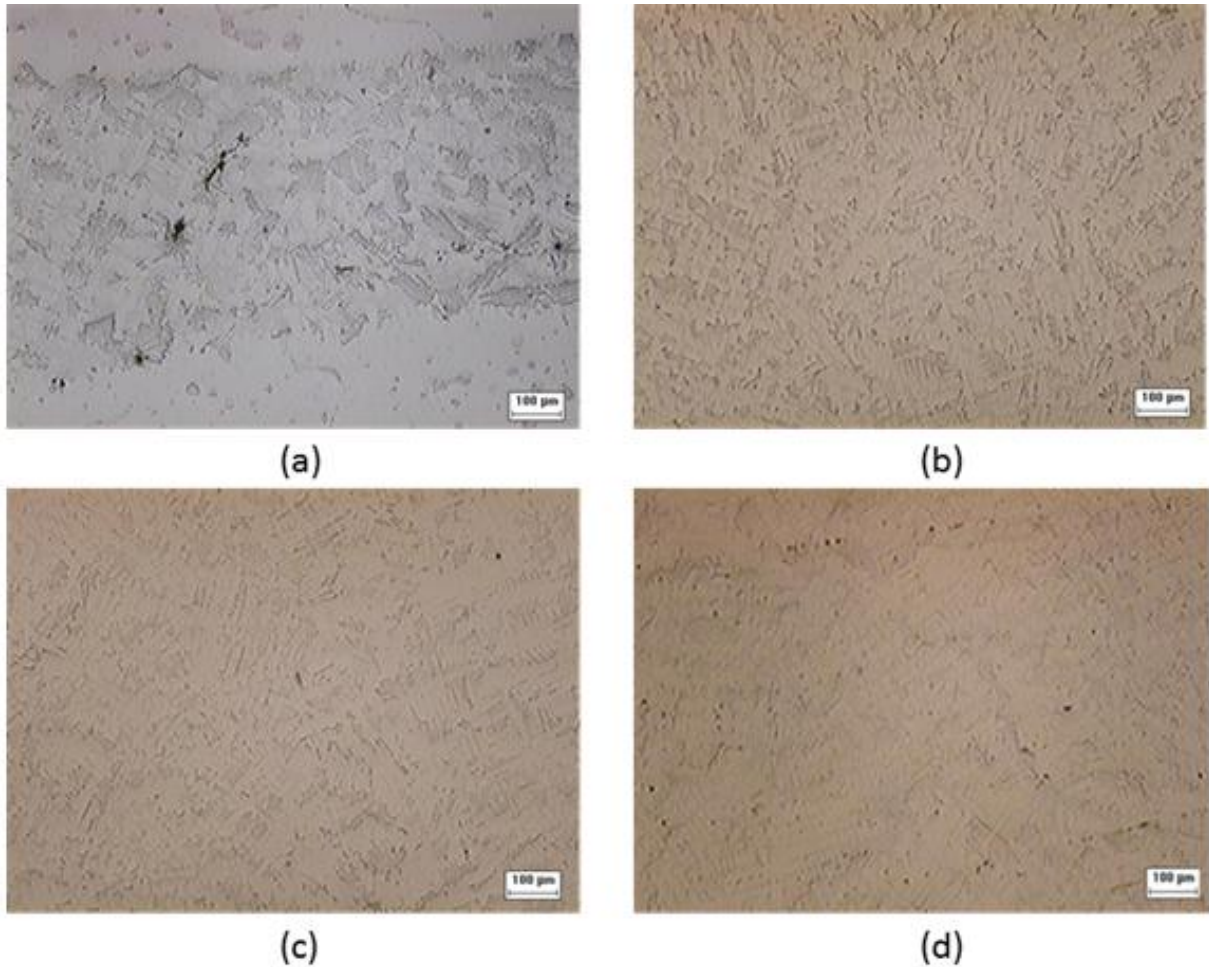


Figura 4.12 Fotomicrografía de la zona de fusión en condición de pulido de una muestra de álabe soldada por brazing usando nanopartículas de W.

La figura 4.13 (a), (b), (c) y (d) muestra la microestructura del cordón de soldadura de los álabes soldados por Brazing a 1200°C y con envejecimientos por 2, 6, 10 y 14 h. Se aprecia que la zona de impregnación de las nanopartículas de W no es continua, debido a un fenómeno de solubilidad en estado sólido del W en la zona de fusión. Este hecho es consistente con la extensión de la refinación de la microestructura de grano hasta el metal base.

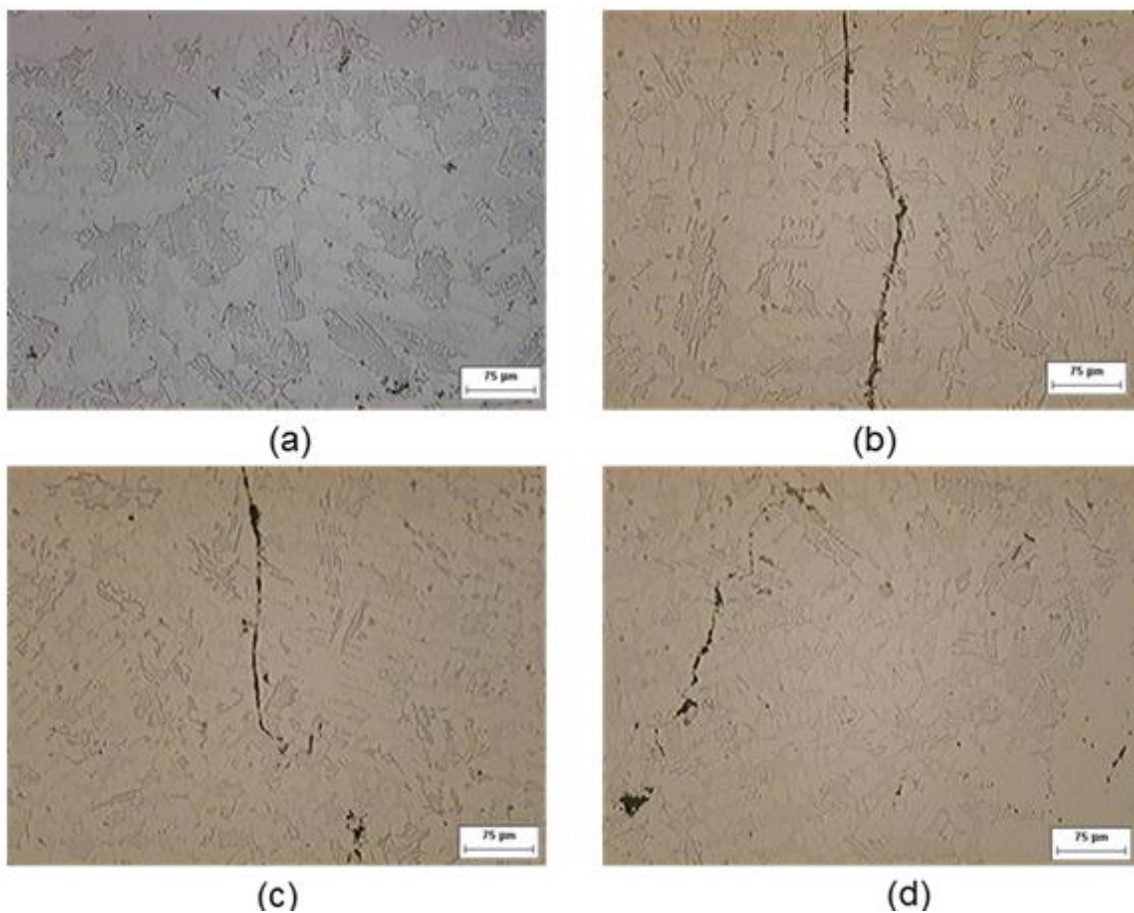


Figura 4.13 Fotomicrografías de muestras con las líneas de reacción de nanopartículas de W con tratamiento térmico de envejecido a 850°C. a) 2h, b) 6 h, c) 10 h y d) 14 h.

En la figura 4.14 (a) y (b) se muestra a detalle la extensión del refinamiento de grano, la distancia y disolución de la línea de reacción de las nanopartículas de W, con respecto al metal base.

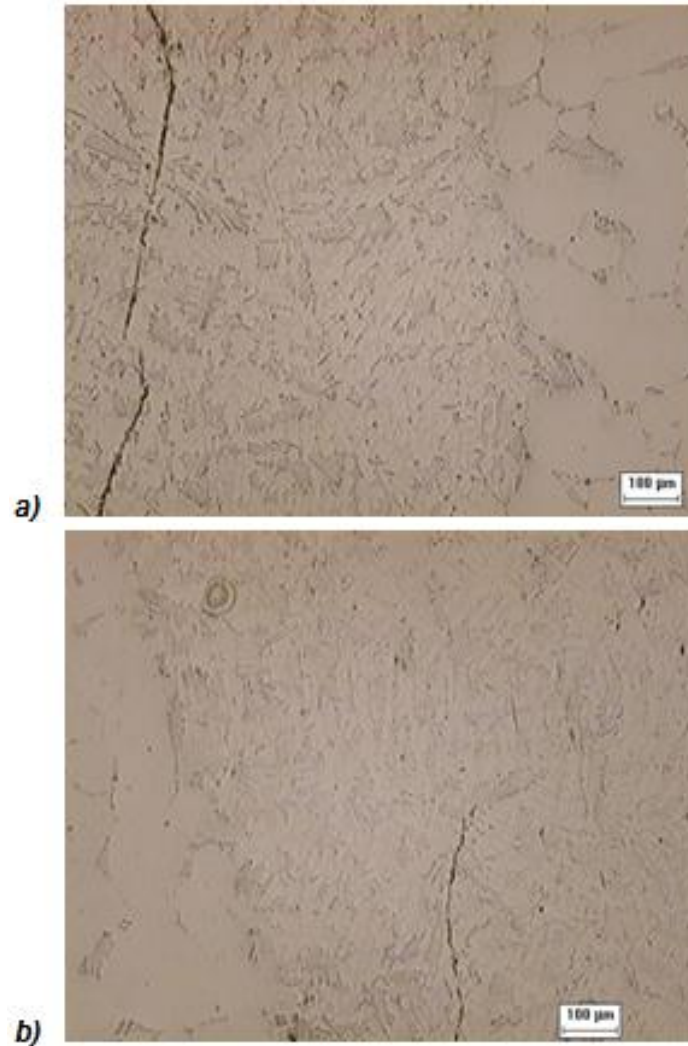


Figura 4.14 Fotomicrografías de las zonas de unión de muestras con nanopartículas de W y envejecimientos de: a) 6 h y b) 14 h.

En esta figura se advierte a las zonas de crecimiento isotérmico, las líneas de impregnación de las nanopartículas de W y la microestructura en la zona de fusión afectadas por el tratamiento térmico de envejecimiento.

4.2.5.3 Fotomicrografías de muestras con tratamiento térmico de envejecimiento con nanopartículas de tungsteno (W) y atacadas electrolíticamente

La figura 4.15 (a), (b), (c) y (d) muestra microestructuras de álabes con un Brazing a 1200°C y envejecidas por un tiempos de 2, 6, 10 y 14 h. Se aprecia la disminución del tamaño de las fases eutécticas y la evolución de la morfología. Esto indica que el tiempo y las nanopartículas de W modifican la morfología y el tamaño de los eutécticos, ya que son fases fragilizadoras y entre mayor tamaño tengan desgastan las herramientas de corte.

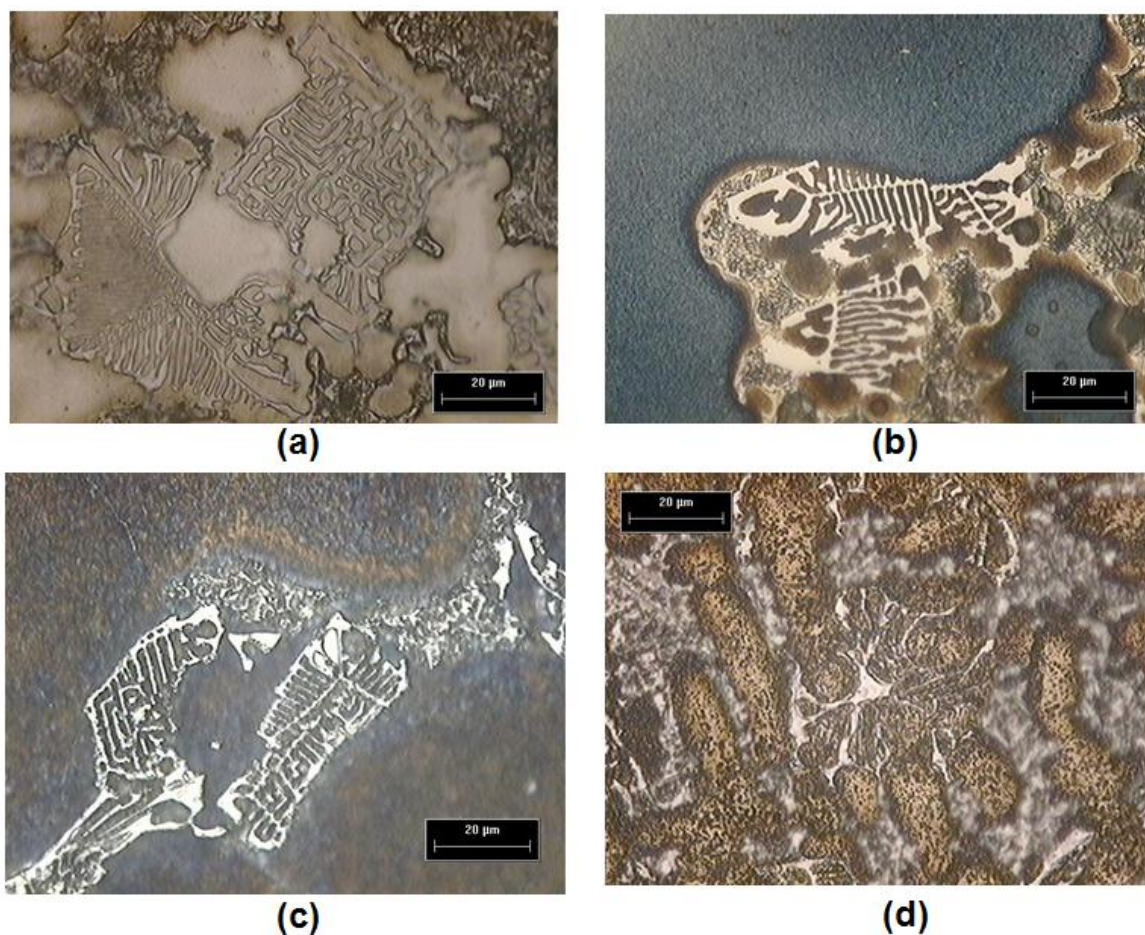


Figura 4.15 Micrografías de muestras atacadas electroquímicamente de álabes soldados por Brazing y con nanopartículas de W a 1200°C por 2 h y envejecidas a 850°C: a) 2 h y b) 6 h, c) 10 h y d) 14 h.

A altas ampliaciones, mediante la comparación de las micrografías 4.16 (a) y 4.16 (b), se aprecia en mayor detalle en las muestras envejecidas a 2 y 14 h, la modificación del eutéctico.

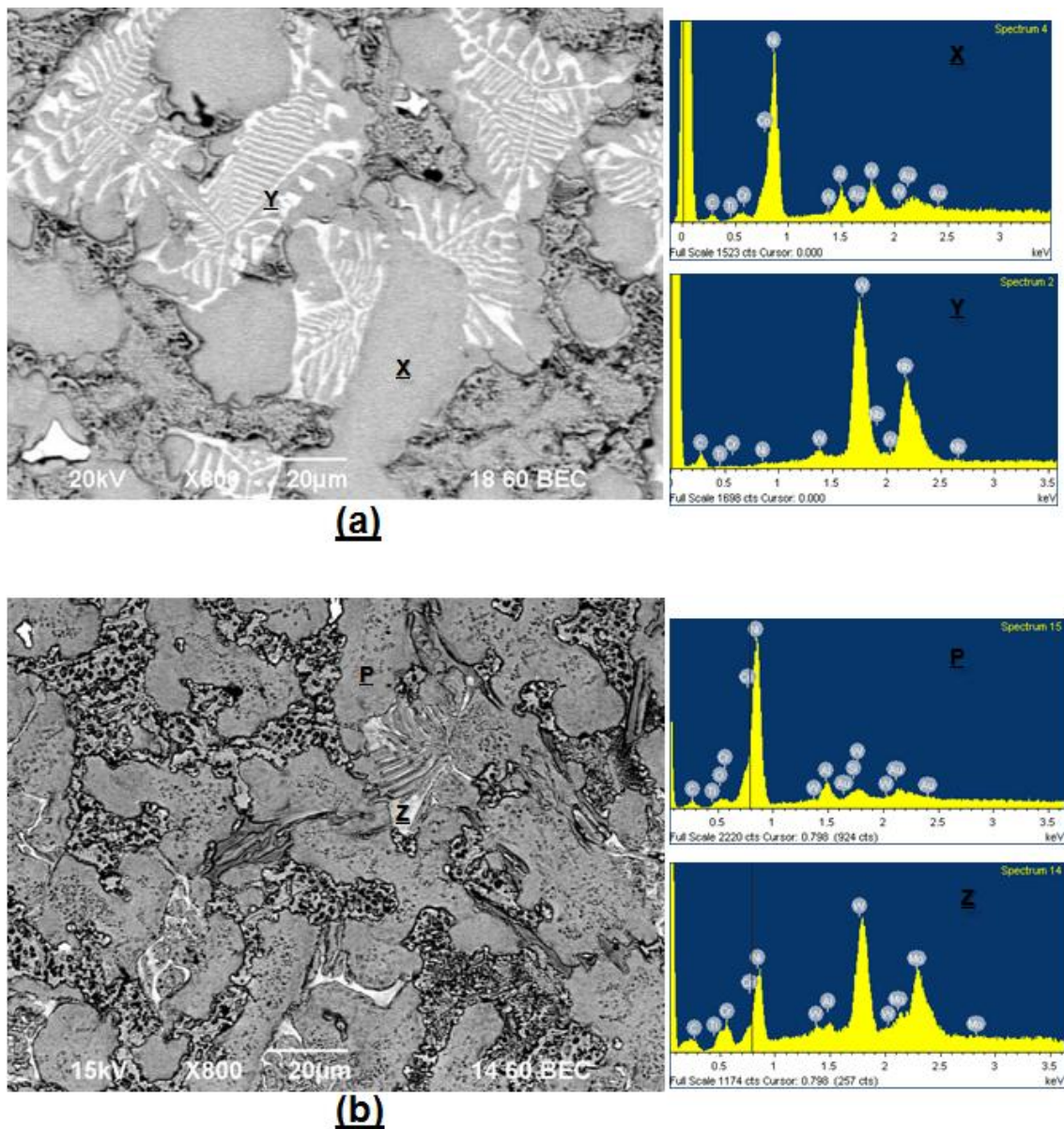


Figura 4.16 Imágenes de electrones retrodispersados de eutécticos modificados a 850°C: a) 2 h y b) 14 h.

Realizando la evaluación en la zona afectada por el calor y el metal base, se identificó trazas de tungsteno en el límite de grano (fig. 4.17). Esto sugiere una alta capacidad de difusión del tungsteno a escala nanométrica. Este hecho es

relevante, ya que en trabajos anteriores [15] no se apreció tal efecto en los aceros inoxidable AISI 304, debido al alto contenido de cromo, el cual modifica el proceso difusivo del tungsteno.

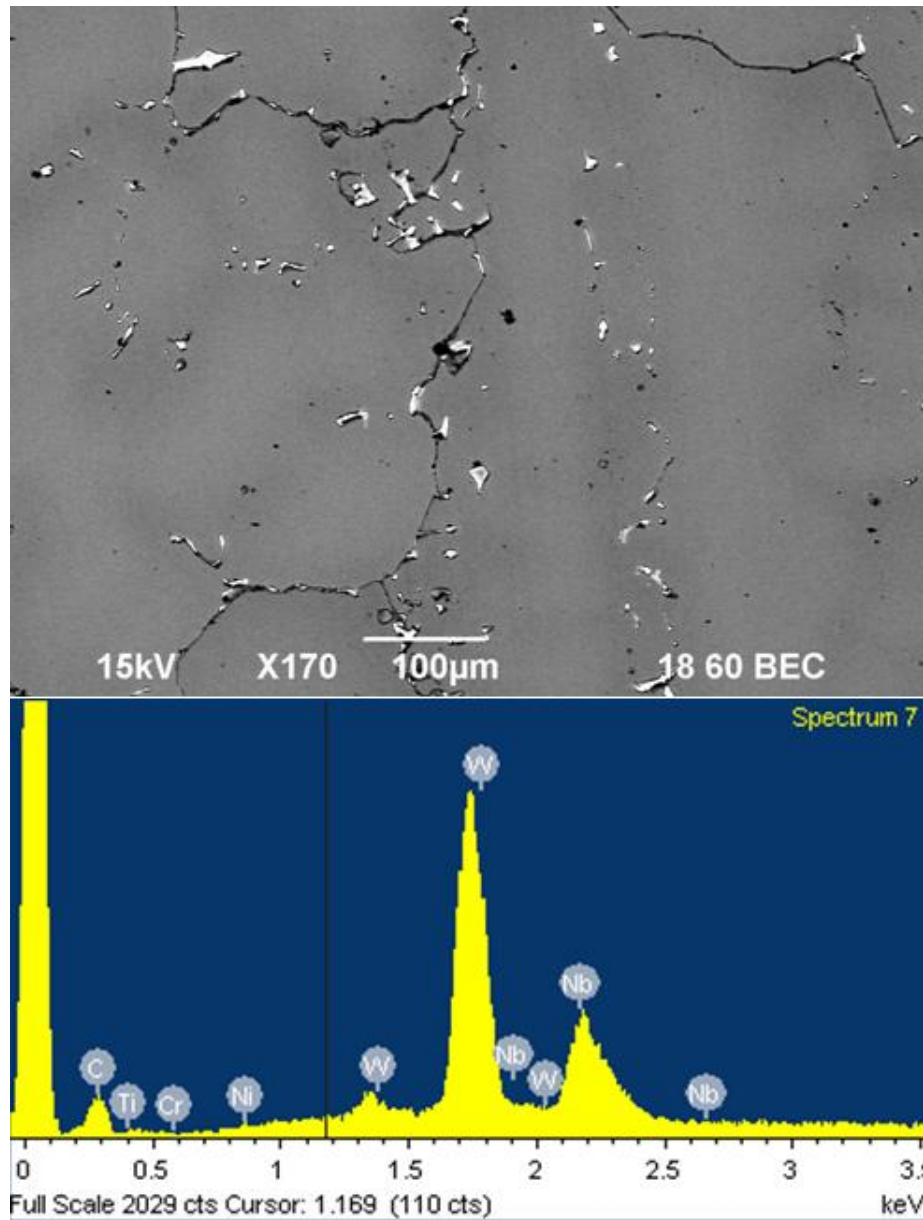


Figura 4.17 Imagen de electrones retrodispersados y EDS de fases masivas ricas en tungsteno crecidas en el límite de grano del metal base envejecidos a 850°C por 14 h.

CAPÍTULO 5

CONCLUSIONES

5.1 Conclusiones del estudio bibliográfico

- Es factible aplicar nanopartículas de tungsteno (W) en la reparación de álabes de turbina por medio del proceso de soldadura Brazing, debido a que disminuyen el tamaño y modifican la morfología de los eutécticos.
- Las nanopartículas de tungsteno permiten una mejor penetración de aporte en las microgrietas que antes no se lograban soldar por completo.
- La presencia de boro (B) en la pasta para Brazing es importante para evitar la formación de silisuros y fases fragilizadoras.
- Es importante tomar en cuenta la velocidad de enfriamiento, ya que es mejor que sea rápida (enfriamiento al aire libre y no en el horno) para no dar lugar a la formación y crecimiento de intermetálicos.

5.2 Conclusiones de los resultados experimentales

- Las nanopartículas de tungsteno (W) debido a que tienen tamaños menores a los 100 nm tienen alta capacidad de difusión y se disuelven ayudando a refinar el tamaño de grano del cordón de soldadura, lo cual conllevará a tener buenas propiedades mecánicas en la unión.
- La extensión de refinamiento de grano hasta el metal base se debe a la aplicación de un tratamiento térmico de envejecimiento a 850 °C y al fenómeno de solubilidad en estado sólido del tungsteno (W).
- Tratamiento térmico de envejecimiento a temperaturas de 850 °C ayuda en la impregnación de las nanopartículas de tungsteno y evita la formación de una zona de crecimiento isotérmico heterogéneo en el cordón de soldadura.
- El cambio de morfología y disminución de tamaño de los eutécticos se ven influenciados por la aplicación de nanopartículas de tungsteno (W) y tratamientos de envejecimiento a 850°C en periodos de tiempo de 2 a 14 horas, siendo más notorio este efecto a 10 y 14horas.

BIBLIOGRAFÍA

1. Geng, H. 2004. Chapter 25 Brazing. Marek S. Manufacturing Engineering Handbook. McGraw-Hill. p. 25.1-25.2, 25.9.
2. Soldaduras Industriales S.A. (SISA) [Internet]. Empresa especializada en materiales para soldadura Brazing. [Citado 2012 Enero 7]. Disponible en: http://www.sisa-brazing.com/pdf/files/consejos_soldadura.pdf
3. Macías López F. 2006. Alternativas de Materiales de Aporte Libres de Cadmio en Procesos de Soldadura Brazing [Monografía]. [México]. p. 19-20; 25-33.
4. Lucas-Milhaupt/Handy & Harman. 2000. The Brazing Book. Cudahy, WI. www.handyharmanpmfg.com
5. Facultad de Ciencias y Tecnología (FCyT) [Internet]. Actualizado 2004 Julio. Cochabamba – Bolivia: Ingeniería Mecánica – Electromecánica; [citado 2012 Enero 7]. Disponible en: <http://materias.fcyt.umss.edu.bo/tecno-II/PDF/cap-44.pdf>
6. Wu X., Chandel R. S. and Li H. 2001. “Evaluation of transient liquid phase bonding between nickel-based superalloys”. Journal of Materials Science 36: p. 1539 – 1546.
7. Sidhu R. K., Richards N. L. and Chaturvedi M. C. 2008. “Effect of filler alloy composition on post-weld heat treatment cracking in GTA welded cast Inconel 738LC superalloy”. Materials Science and Technology. Volume 24, No. 5: p. 135-141.
8. Nakahashi M. J. 1987. “Surface chemistry of activated carbons and its characterization”. Journal Instrumentation-Metallurgy. Volume 49, No. 4: p. 285-290.
9. Sjödin P., Wolfe C. and Wilhelmesson B. 2005. “A novel type of all-stainless steel plate heat exchanger”, (Conference on Enhanced, Compact

- and Ultra-Compact Heat Exchangers: Science, Engineering and Technology, New Jersey, editors Shah R.K.). p. 215-220.
10. Jang J.S.C and Shih H.P. 2003. "Evolution of microstructure of AISI 304 stainless steel joint brazed by mechanically alloyed nickel base filler with different silicon content". *Journal of Materials Science Letter* 22: p. 79-82.
 11. Pouranvari M., Ekrami A. and Kokabi A.H. 2009. "Effect of bonding temperature on microstructure development during TLP bonding of a nickel base superalloy". *Journal of Alloys and Compounds* 469: p. 270 – 275.
 12. Cook III G. O. and Sorensen C. D. 2011. "Overview of transient liquid phase and partial transient liquid phase bonding". *Journal of Materials Science* 46: p. 5305-5323.
 13. Philips N.R., Levi C.G., and Evans A.G. 2008. "Mechanisms of microstructure evolution in an austenitic stainless steel bond generated using a quaternary braze alloy". *Metallurgical and Materials Transactions A*, Volume 39A: p.142-149.
 14. Hernandez H. M., García L. A., Acevedo J. L., Muñoz R., García F., Reyes F. A., Salazar G. 2011. "Effects of Si and Ni nanoparticles in Brazing process on fracture surfaces of 304 stainless steels" [Memoria de Congreso]. Symposium 22, Materials Welding and Joining Technologies at the XX International Materials Research Congress. [México].
 15. Santiago Bautista L. Abril del (2012). "Formación de fase líquida transitoria usando nanopartículas de Si y W en el proceso Brazing sobre fracturas de acero inoxidable 304", [Avance de Tesis de Maestría]. [México]. p. 1-86.
 16. Askeland D. R. 1998. *Ciencia e ingeniería de los materiales*. 3era Edición. International Thompson Editores. p. 384 – 388.

17. Aggen G., Akstens F. W., Allen C. M., Avery H.S. 2005. Metals Handbook, Volume 1: Properties and Selection: Irons, Steels, and High-Performance Alloys. 10th Edition. ASM International. p. 1478 – 1568.
18. Bhadeshia H. K. D. H. Nickel Based Superalloys [Internet]. University of Cambridge. [Citado 2012 Abril 20]. Disponible en: <http://www.msm.cam.ac.uk/phase-trans/2003/Superalloys/superalloys.html>
19. Ges A., Palacio H., Sikora J. 2006. “Cinética de crecimiento de fases metaestables (γ') en superaleaciones base níquel”. Journal de la Asociación Argentina de Materiales. Volumen 3, No.1: p. 15 -24.
20. Contreras Andújar J. M. 2008. Estudio de la influencia de la morfología y de la distribución de tamaños de partícula del polvo en la obtención de aleaciones base Cu y base Ni mediante la tecnología MIM [Tesis Doctoral]. [España]. p. 91-97.
21. Rocha Rangel E. “Procesamiento de Superaleaciones Base Níquel por Metalurgia de Polvos”. Journal Politecnología. Volumen 1, No.1: p. 27 – 36.
22. Arizmendi Morquecho A. 2007. Soldadura de metales no ferrosos. [Curso]. 3er Encuentro y Congreso Internacional en Tecnología de la Soldadura Industrial. [México]. p. 64 – 74.
23. Plaza L. M., Eizaguirre I., Barreda J. L., Azpiroz X., Jiménez C., Irisarri A. M. 2007. “Predicción del riesgo de agrietamiento de uniones soldadas de las aleaciones base níquel”. Anales de la Mecánica de Fractura, Volumen 1: p. 51 – 56.
24. REPSOL. Turbinas [Internet]. [Citado 2012 Abril 20]. Disponible en: http://www.repsol.com/imagenes/ar_es/cap5mod__71242_tcm15-57098.pdf

25. Armengol González S. 2006. Caracterización microestructural y mecánica de barreras térmicas por APS y EB-PVD degradadas por fatiga térmica y por contacto [Memoria]. [España]. p. 2 – 10.
26. Arbeláez G.J. Turbinas de Aviación [Curso]. [México]. p. 1-11.
27. Mehdi T. N., Seyed A.J., Nesa R. 2008. “Failure analysis of gas turbine blades”. International Conference, Paper 120, ENG 108.
28. Silveira E., Atxaga G., Erauzkin E., Irisarri A.M. 2007. “Estudio de las causas de la rotura prematura de un álabe de turbina de aviación”. Anales de la Mecánica de Fractura, Volumen 2: p. 551 – 556.
29. Esch H. 2003. “Review of the state of the art of high-temperature brazing for combustion turbine components”. EPRI: Palo Alto. Technical Report No. 1005029.
30. Abdala P.M., Fábregas I.O., Lamas D.G., Fantini M.C.A., Craievich A.F., Walsøe de Reza N.E. 2011. “Materiales nanoestructurados. Síntesis, caracterización y aplicaciones”. Journal de la Asociación Argentina de Materiales. Volumen 8, No.1: p.5 - 17.
31. García Martínez J., Abellán G., Carrillo A. I., Linares N. 2006. “Nanomateriales para aplicaciones avanzadas”. Universidad de Granada, editorial. Actas del Seminario José Antonio García García 04-06 / Guillermo Rus. ISBN 84-689-9177-5. p. 1-9.
32. Cheang Wong J. C. 2005. “Ley de Moore, nanotecnología y nanociencias: síntesis y modificación de nanopartículas mediante la implantación de iones”. Revista Digital Universitaria. Volumen 6, No.7: p.1–9.
33. Herrera Chávez L. Y. 2012. Estudio del efecto de nanopartículas de W sobre la microestructura en aceros 304 unidos por Brazing [Residencias]. [México]. p. 1-42.

34. McGuire D., Huang X., Nagy D., Chen W. 2009. "Effect of tungsten addition on the nucleation of borides in wide gap brazed joint". Proceedings of ASME Turbo Expo 2009: Power for Land, Sea and Air. p.1-9.
35. Metals S. 2005. Inconel Alloy 725. Datasheet, Metals Special Editor. p. 1-156.
36. Tokunaga T., Nishio K., Hasebe M. 2001. "Thermodynamic study of phase equilibria in the Ni-Si-B system". Journal of Phase Equilibria. Volumen 22, No.3: p. 291-299.
37. Arroyo Espino M. A. 2012 Estudio del efecto de nanopartículas de Si sobre la microestructura en aceros 304 unidos por Brazing [Residencias]. [México]. p. 1-52.
38. Ashby M. F., Ferreira P. J., Schodek D. L. 2009. Chapter 8 Nanomaterials: Synthesis and characterization. Nanomaterials, nanotechnologies and design. El Sevier. p. 271 – 289.
39. Reséndiz González M.C., Castellón Uribe J. 2005. "Microscopio de Fuerza Atómica". Encuentro de Investigación en Ingeniería Eléctrica en Zacatecas. p. 8 – 13.
40. ESPECTROMETRIA.COM [Internet]. Espectrometría Raman. [Citado 2012 Julio 7]. Disponible en: http://www.espectrometria.com/espectrometra_raman
41. Nicasio Collazo L. A. 2008. "Métodos de difracción de Rayos X". Instituto de física de la Universidad de Guanajuato.
42. Gonzales M.A., Martínez D.I., Pérez A., Guajardo H., Garza A. 2011. "Microstructural response to heat affected zone cracking of prewelding heat-treated Inconel 939 superalloy". Material Characterization. Volumen 62: p. 1116-1123.

LISTADO DE TABLAS

Tabla 2.1	Metales de aporte comunes utilizados en la soldadura por Brazing [5].	11
Tabla 2.2	Composiciones, propiedades y aplicaciones de aleaciones seleccionadas de níquel [16]	27
Tabla 2.3	Composiciones nominales de aleaciones base níquel [17].	28
Tabla 2.4	Papel que desempeñan los elementos en las superaleaciones [17].	30
Tabla 2.5	Tratamientos de solución para algunas superaleaciones base níquel [17].	33
Tabla 2.6	Tratamientos térmicos típicos de superaleaciones endurecidas base níquel [22].	48
Tabla 2.7	Fases que se licuan en diferentes aleaciones de alta temperatura [22].	50
Tabla 2.8	Composiciones límites de impurezas para no licuación [22].	53
Tabla 2.9	Pasos del proceso brazing a alta temperatura [29].	60
Tabla 4.1	Temperatura y tiempo del proceso de Brazing y envejecimiento para las muestras unidas por Brazing.	90
Tabla 4.2	Composición química en %e.p. de la muestra de un álabe base níquel [35].	92

LISTADO DE FIGURAS

Figura 2.1	a) Unión solapada plana; b) Unión solapada tubular. [4]	8
Figura 2.2	a) Unión a tope plana; b) Unión a tope tubular. [4]	9
Figura 2.3	a) Unión tope-solapada plana; b) Unión tope-solapada tubular. [4]	9
Figura 2.4	“Regla del 3” para calcular la longitud de solape. [4]	11
Figura 2.5	Varias técnicas para aplicar metal de aporte en la soldadura fuerte: (a) soplete y varilla de aporte, (b) anillo de metal de aporte a la entrada de la separación y (c) hoja de metal de aporte entre superficies de partes planas. Secuencia:(1) antes y (2) después. [5]	12
Figura 2.6	Soldadura Brazing por fusión. [5]	18
Figura 2.7	Esquema representativo de la humectabilidad entre un sólido y una fase líquida: a) Buena humectabilidad, b) Baja humectabilidad y c) Completamente humectado. [6]	20
Figura 2.8	Imágenes de electrones secundarios: a) Microgrietas en la zona afectada por el calor (HAZ: heat affected zone) localizada entre el metal base (BM: base metal) y la zona de fusión (FZ: fusion zone) y b) Engrosamiento y precipitación en la grieta (Imagen tomada de la literatura [7]).	20
Figura 2.9	Imagen de electrones secundarios de una micro-grieta intergranular (Imagen tomada de la literatura [42]).	21
Figura 2.10	Esquema de secuencia de solidificación: a) Indica que a una temperatura T_0 se da una transformación isotérmica, b) se aprecia que a una T_1 comienza la solidificación primaria y nucleación de siliciuros y c) a T_2 se observa el comienzo de la solidificación de la fase eutéctica (Imagen tomada de la literatura [13]).	22
Figura 2.11	Imagen de microscopía electrónica de transmisión, muestra dominios de átomos Si sobre un substrato metálico. A: Límite de ángulo bajo, B: Huecos estructurales y C: Límite entre nano-fases de diferente orientación. Técnica de deposición por spray pirolisis. [14]	23
Figura 2.12	Imágenes de microscopía óptica de muestras de acero inoxidable unidas por Brazing: a) Sin nanopartículas y b) Con nanopartículas de W. (Imagen tomada de la literatura [15])	24

Figura 2.13	Efecto de la temperatura sobre la resistencia a la tensión de varias aleaciones base níquel [16].	26
Figura 2.14	Segmentos de diagramas ternarios Ni-Al-Ti [18].	34
Figura 2.15	Difusión de fases γ' con los tratamientos térmicos [18].	35
Figura 2.16	Microestructuras de aleaciones que han sido tratadas térmicamente [18].	36
Figura 2.17	Microestructura de (a) Waspaloy completamente tratada térmicamente mostrando carburos MC y M23C6. 3400x. (b) Udimet 700 completamente tratada térmicamente mostrando γ' cúbica. 6800x [17].	37
Figura 2.18	Piezas de geometría compleja fabricadas mediante moldeado por colada [20].	41
Figura 2.19	Álabes mostrando la solidificación de tres modos: (a) cristal simple, (b) solidificado direccionalmente, y (c) granos equiaxiales policristalinos [18].	46
Figura 2.20	Tres etapas de licuación de la zona afectada por el calor relativo a la transformación típica en microestructura y composición de la aleación base Ni 718; (a) Etapa 1: Licuación del precipitado. (b) Etapa 2: Eliminación del gradiente de composición. (c) Etapa 3: Solidificación [22].	51
Figura 2.21	Esquema de funcionamiento de una turbina [24].	55
Figura 2.22	Resumen esquemático del proceso de reparación con brazing [29].	60
Figura 2.23	Imágenes de microscopía electrónica de transmisión de diferentes materiales nanoestructurados. (A) Nanopartícula de Pd (nanoestructura 0D), (B) Nanotubo de sílice (nano-estructurado 1D) y (C) Sílice con porosidad ordenada de forma cúbica en el rango de los nanómetros conocida como MCM48 (nanoestructura 3D) [31].	63
Figura 2.24	Esquema de tres técnicas de construcción de nanomateriales. a) Utilización de plantillas (en rojo) que inducen la formación del sólido (amarillo) a su alrededor y que mantienen su forma original durante la síntesis. b) Autoensamblaje de componentes individuales (azules y verdes) en estructuras supramoleculares en torno a las cuales crece el sólido (amarillo). c) Mediante el uso de moldes (azul oscuro) es posible preparar sólidos (amarillo) que replican sus huecos mediante el crecimiento restringido en el espacio [31].	64

Figura 2.25	Esquema del Acelerador Peletrón [32].	66
Figura 2.26	Imagen obtenida por STEM de nanopartículas de tungsteno (W) (Imagen tomada de la literatura [33]).	75
Figura 2.27	Imagen de electrones secundarios de fracturas previamente cubiertas de nanopartículas de W a 1200°C: a) 10 min, b) 20 min, c) 30 min y d) 60 min (Imagen tomada de la literatura [15]).	76
Figura 2.28	Patrón de difracción de rayos X de la pasta que se empleó para reparar muestras por Brazing (Imagen tomada de la literatura [15]).	77
Figura 2.29	a) Imagen de electrones secundarios de la pasta y b) Análisis químico puntual por EDAX en la superficie de la pasta (Imágenes tomadas de la literatura [37]).	78
Figura 2.30	Imágenes por microscopía óptica del cordón de soldadura en aceros inoxidable unidos por Brazing a 1200°C sin y con adición de nanopartículas de tungsteno: a) 10 min, b) 20 min, c) 30 min y d) 60 min [15].	79
Figura 4.1	Pasta Nicrobraz BNi-9 para soldar álabes de turbina base níquel por Brazing en horno de resistencias.	85
Figura 4.2	Álabe unido con pasta colocada sobre barro refractario plástico antes de aplicar el proceso brazing en horno de resistencias.	88
Figura 4.3	Ilustración del acondicionamiento del horno de resistencias para aplicar el proceso Brazing.	89
Figura 4.4	Álabe fracturado de una turbina industrial.	91
Figura 4.5	Imágenes por estereoscopio de la superficie de fractura del álabe. a) Propagación de la grieta a ampliaciones de 2.5X y b) Grietas en las orillas del álabe a ampliaciones de 1.63 X.	92
Figura 4.6	Análisis térmico diferencial y termogravimétrico de la pasta BNi-9 para soldar muestras por Brazing.	93
Figura 4.7	a) Imagen de transmisión electrónica de las nanopartículas de tungsteno sin dispersar y b) Análisis químico por energía dispersiva de rayos-X (Cortesía de la tesis de maestría [15]).	94
Figura 4.8	a) Imagen de transmisión electrónica de las nanopartículas de tungsteno dispersadas en etanol (Cortesía de la tesis de maestría [15]).	95

Figura 4.9	Muestra de un álabe soldado por el proceso brazing en horno de resistencias.	96
Figura 4.10	Fotomicrografía de una muestra de álabe soldada por el proceso brazing sin impregnar nanopartículas de W sobre la superficie de fractura.	97
Figura 4.11	Fotomicrografía de la zona de fusión en condición de pulido de una muestra de álabe soldada por brazing usando nanopartículas de W.	98
Figura 4.12	Fotomicrografía de la zona de fusión en condición de pulido de una muestra de álabe soldada por brazing usando nanopartículas de W.	99
Figura 4.13	Fotomicrografías de muestras con las líneas de reacción de nanopartículas de W con tratamiento térmico de envejecido a 850°C. a) 2h, b) 6 h, c) 10 h y d) 14 h.	100
Figura 4.14	Fotomicrografías de las zonas de unión de muestras con nanopartículas de W y envejecimiento, a) 6 h y b) 14 h.	101
Figura 4.15	Micrografías de muestras atacadas electroquímicamente de álabes soldados por Brazing y con nanopartículas de W a 1200°C por 2 h y envejecidas a 800°C: a) 2 h y b) 6 h, c) 10 h y d) 14 h.	102
Figura 4.16	Imágenes de electrones retrodispersados de eutécticos modificados a 800°C: a) 2 h y b) 14 h.	103
Figura 4.17	Imagen de electrones retrodispersados y EDS de fases masivas ricas en tungsteno crecidas en el límite de grano del metal base envejecidos a 850°C por 14 h.	104

