



**INSTITUTO DE
TECNOLOGIA**

PROF. JORGE A. SABATO

**UNIVERSIDAD NACIONAL
DE GENERAL SAN MARTIN**

**COMISION NACIONAL
DE ENERGIA ATOMICA**

**MAESTRIA EN
CIENCIA Y
TECNOLOGIA
DE MATERIALES**

**ESTUDIO DE LA CINÉTICA DE
CRECIMIENTO DE LAS PARTÍCULAS
GAMMA PRIMA EN LA
SUPERALEACIÓN INCONEL 713 - C**

Viviana Cristina Repetto

UNIVERSIDAD NACIONAL DE GENERAL SAN MARTIN

**INSTITUTO DE TECNOLOGIA
“ Profesor JORGE A. SABATO”**

**ESTUDIO DE LA CINETICA DE CRECIMIENTO DE LAS
PARTICULAS GAMMA PRIMA EN LA
SUPERALEACION INCONEL 713-C**

Por Lic. VIVIANA C. REPETTO

Directores:

**Dr. Raúl A. Versaci
Dra. Patricia B. Bozzano**

(*) Tesis para optar al título de Magister en Ciencia y Tecnología de Materiales

**República Argentina
2002**

COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA
CENTRO DE INFORMACION C.A.C.

A

Carolina

Germán,

y Alejandro

Agradecimientos

A mi esposo y mi familia quienes me acompañaron durante la realización de este trabajo, ayudándome con el cuidado de mis hijos.

A mis directores de tesis, Patricia B. Bozzano y Raúl A. Versaci, por sus enseñanzas y su muy buena predisposición a prestarme su ayuda en todo momento.

Al personal de la Unidad de Actividad Materiales del C.A.C., Sara Novas, Adriana Dominguez, Néstor Marcone, Bernardo Pentke, Ramón Castillo Guerra y Ricardo Montero.

Indice

Resumen

Abstract

1.	Introducción	1
	Referencias	4
2.	Fundamentos	5
2.1	Constituyentes de las superaleaciones de base Níquel	5
2.1.1	Fase Gamma	5
2.1.1.a	Formadores de solución sólida	6
2.1.1.b	Formadores de precipitados	6
2.1.1.c	Formadores de carburos	7
2.1.1.d	Estabilizadores de superficie	8
2.1.2	Fase gamma prima	9
2.1.3	Carburos	10
2.2	Precipitación y crecimiento de la fase gamma prima	11
2.2.1	Introducción	11
2.2.2	Teorías de crecimiento	11
2.2.2.a	Efecto de la fracción de volumen	15
2.2.2.b	Microtensiones e interacciones elásticas	16
	Referencias	17
3.	Desarrollo experimental	18
3.1	Material utilizado	18
3.2	Tratamientos térmicos	19
3.3	Preparación de las muestras	19
3.3.1	Preparación de láminas delgadas	20
	Referencias	22

4.	Resultados	23
4.1	Consideraciones generales	24
4.1.1	Microestructura	24
4.1.2	Composición	26
4.2	Cinética de crecimiento	27
4.2.1	Tratamiento térmico standard	29
4.2.1.a	Muestras SQ	29
4.2.1.b	Muestras SA	33
4.2.2	Tratamiento térmico propuesto	38
4.2.2.a	Muestras TQ	38
4.2.2.b	Muestras TA	43
4.2.3	Discusión	48
4.3	Campo de tensiones y dislocaciones interfaciales	52
4.3.1	Dislocaciones interfaciales	52
4.3.2	Dislocaciones de ajuste. Campo de tensiones	55
	Referencias	58
5.	Conclusiones generales y sugerencias para futuros trabajos	59
6.	Apéndice: Presentaciones a Congresos y Publicaciones	62
6.1	Trabajos presentados en congresos internacionales	62
6.2	Publicaciones internacionales	62

Resumen

Se estudió la cinética de crecimiento de las partículas gamma prima en la superaleación INCONEL 713-C utilizando técnicas de microscopía electrónica de barrido y de transmisión.

Para ello se contó con muestras provenientes de dos tratamientos térmicos: uno standard (un solubilizado a 1176°C durante 2 horas y posteriormente un precipitado a 926°C durante 16 horas) y otro propuesto (dos solubilizados: 2 horas a 1176°C más 2 horas a 1080°C y dos precipitados: 16 horas a 925°C más 16 horas a 760°C).

Para determinar la evolución de la fase gamma prima se sometieron las muestras a tiempos de envejecimiento entre 120 horas y aproximadamente 24000 horas en una atmósfera de argón a 950°C. Luego una parte fue normalizada y la otra templada en agua.

Utilizando las técnicas de microscopía electrónica de barrido y transmisión se observó la evolución de la morfología de las partículas gamma prima para cada uno de los tratamientos térmicos empleados, se determinó el radio efectivo de las partículas y se definieron parámetros adimensionales que fueran sensibles al cambio de morfología de las mismas.

De la evolución del radio efectivo y los parámetros adimensionales en función del tiempo de envejecimiento se observó que la cinética de crecimiento obedece a la teoría LSW sólo para tiempos de envejecimiento menores a las 2500 horas, independiente del tratamiento térmico realizado. Los parámetros adimensionales resultaron sensibles a los cambios de morfología de las partículas presentando un comportamiento cíclico en función del tiempo de envejecimiento.

Abstract

Grow kinetics of gamma prime particles in Inconel 713-C superalloy was studied by transmission (TEM) and scanning (SEM) electron microscopy. Two series of specimens were analyzed: a) standard, solubilized 2 hours at 1176 °C, then precipitate-treated at 925 °C during 16 hs, and b) non standard, solubilized 2 hours at 1176 °C and 2 hours at 1080 °C, then precipitate-treated at 925 °C during 16 hours, plus an additional treatment at 760 °C during 16 hours.

In order to determine the evolution of gamma prime particles, the specimens were aged at 950 °C under argon atmosphere, for times between 120 and 24000 hours. Part of the specimens were normalized and parts were water-quenched.

By SEM techniques and TEM techniques, the stage of the gamma prime particles was analyzed in each specimen, the effective radius of the particles was analyzed, and inherent adimensional parameters related to the particles morphology, were defined.

The evolution of the effective radius and the above mentioned parameters were represented as a function of ageing time.

LSW theory does not apply in general for the analyzed specimens, except for ageing times lower than 2500 hours, for any heat treatment. The adimensional parameters depend on the change of morphology and cyclic behaviour with ageing time was observed.

1 *Introducción*

Los materiales para alta temperatura y en particular las superaleaciones de base níquel son ampliamente utilizadas en la industria de generación de electricidad y en la industria aeronáutica.

En todos los casos se trata de aumentar la temperatura de trabajo de las máquinas, con la finalidad de mejorar su rendimiento y además producir una mejora en el quemado de combustible que redundará directamente en una disminución de la contaminación ambiental.

Las propiedades mecánicas de este tipo de materiales dependen fuertemente de la precipitación de la fase denominada gamma prima. Esta fase tiene una estructura ordenada del tipo $L1_2$. Los precipitados de la fase gamma prima están inmersos en una matriz de estructura f.c.c. que es fundamentalmente una solución sólida de níquel.

Utilizando adecuados tratamientos térmicos, en el caso del INCONEL-713C, la mayor fase intermetálica que precipita coherentemente en la matriz austenítica γ es la fase γ' . El rol de los tratamientos térmicos¹ es el de mejorar las propiedades mecánicas del material a altas temperaturas mediante el incremento de la fracción en volumen de las partículas γ' y la evolución de la distribución, forma geométrica y el tamaño de estos precipitados.

La cinética de crecimiento de estos precipitados depende de una fuerza impulsora de origen termodinámico. Si esta fuerza se debe fundamentalmente al decrecimiento de la energía interfacial, entonces los pequeños precipitados se disuelven, los grandes crecen y entonces la cinética está controlada por una difusión en volumen en la cual el soluto es transferido de las partículas que se disuelven a las partículas que están creciendo. Este crecimiento ya fue predicho por Lifshitz, Slyozov y Wagner^{2,3}, conocida como la teoría LSW. Esta teoría predice el crecimiento en función del tiempo como el cubo del radio medio de las partículas. No tiene en cuenta la fracción en volumen de los precipitados ni tampoco toma en cuenta el efecto de los campos de tensiones debido al desajuste entre la matriz y el precipitado.

La magnitud y el signo del desajuste se definen en función de los parámetros de red del precipitado y de la matriz como:

$$\delta = (a_{\gamma'} - a_{\gamma}) / a_{\gamma}$$

donde a_γ es el parámetro de red de la matriz y a_γ' el del precipitado.

De acuerdo con las características del desajuste es la morfología del precipitado⁴. Los precipitados esféricos generalmente se observan cuando el desajuste es menor que aproximadamente 0.3 %. Para desajustes más grandes entre el 0.3 y el 1 % los precipitados asumen una morfología en forma de cubo. En aleaciones en el que el desajuste es mayor que el 1% se observan precipitados en forma de láminas.

Este desajuste es el responsable del campo de tensiones entre los precipitados. Cuando es aplicado un campo de tensiones externas se observa un proceso de crecimiento unidireccional formando listones. Este comportamiento es el llamado crecimiento direccional. Si el precipitado tiene morfología cúbica, el crecimiento bajo un campo de tensiones externo crece formando varillas paralelas a las direcciones cuando el desajuste γ / γ' es positivo y crece preferencialmente a lo largo de la dirección normal a la tensión aplicada cuando el desajuste es negativo.

Este fenómeno genera una muy importante anisotropía de la microestructura creando en general una disminución en las propiedades mecánicas. Diversos autores realizaron experiencias con campos de tensiones aplicados a diferentes formas: utilizando improntas de dureza⁵, probetas de tracción⁶ y ensayos de termofluencia^{7,8,9}.

Para la explicación de este fenómeno se trataron de desarrollar distintos modelos, con campo de tensiones aplicado¹⁰ y sin campo de tensiones aplicado¹¹. En todos los casos los modelos se refieren a un movimiento de los elementos aleantes de un canal a otro entre las gamma prima por un proceso principalmente de difusión de Al.

En el caso particular del INCONEL 713-C, Thorp¹² estudió la cinética de crecimiento de las partículas gamma prima para muestras sometidas a dos tratamientos térmicos¹³ con tiempos de envejecimiento de hasta 2600 horas, observando que era aplicable la teoría LSW para los dos tratamientos dados.

Ges y col.¹⁴ estudiaron el comportamiento de las partículas gamma prima en INCONEL 713-C pero con tiempos de envejecimiento de hasta 20000 horas en una atmósfera de argón a una temperatura de 950°C para dos tratamientos diferentes. Observaron que podía aplicarse la teoría LSW hasta tiempos de 2500 horas para los dos tratamientos. En cambio, para tiempos mayores a las 2500 horas el crecimiento de las partículas gamma prima mostraba un comportamiento asintótico para cada uno de los tratamientos térmicos.

El presente trabajo es una continuación de los trabajos de Thorp y de Ges y col. Se cuenta con muestras sometidas a dos tratamientos térmicos, uno standard y otro

propuesto por Ges y col.¹³, luego se someten las muestras a tiempos de envejecimiento de hasta 24000 horas en una atmósfera de argón a 950°C. Finalmente una parte de las muestras fue normalizada y la otra templada en agua.

El objetivo del trabajo es estudiar la cinética de crecimiento de la fase γ del INCONEL 713-C en función del tiempo de envejecimiento y del tratamiento térmico empleado.

Para ello se realizará lo siguiente:

1. Mediante la técnica de microscopía electrónica de barrido se observará la morfología de las partículas de la fase γ y sus diferencias entre los distintos tratamientos térmicos.
2. Mediante la técnica de microscopía electrónica de transmisión se determinará el radio medio de las partículas de la fase γ y se determinarán parámetros adimensionales sensibles al cambio de morfología de las mismas.

En el capítulo 2 se describen brevemente los fundamentos teóricos utilizados en el presente trabajo de tesis relacionado con los constituyentes de las superaleaciones de base níquel y se exponen las teorías de crecimiento de la fase gamma prima.

El capítulo 3 está dedicado a la descripción del material, tratamientos empleados y preparación de las muestras para su utilización en las técnicas de microscopía electrónica de barrido y transmisión.

En el capítulo 4 se presentan los resultados correspondientes a microscopía electrónica de barrido y de transmisión para cada uno de los tratamientos térmicos utilizados y se discuten los resultados.

Finalmente en el capítulo 5 se exponen las conclusiones y se proponen las futuras líneas de investigación que surgirán de este trabajo.

Referencias

- ¹ Shuvert, F., "Phase Stability in High Temperature Alloys". (1980) 119.
- ² Lifshitz, I. and Slyozov, V. J. Phys. Chem. Solids, 19 (1961) 35.
- ³ Wagner, C. Z. Elect, 65 (1961) 581.
- ⁴ Hagel, W.C. and Beattie, H.J., Trans. TMS-AIME Vol. 215 (1959) 967.
- ⁵ Veron, M., Brechet, Y. and Louchet, F., Scripta Materialia Vol. 34, No 12, (1996) 1883.
- ⁶ Veron, M. and Bastie, P., Acta mater. Vol 45, No 8 (1997) 3077.
- ⁷ Qiu, Y., Journal of Alloys and Compounds 232 (1996) 256.
- ⁸ Ko, H.S., Paik, K. W., Park, L.J., Kim, Y.G. and Tunderman, J.H., Journal of Materials Science 33, (1998) 3361.
- ⁹ Mughrabi, H., Ott M., Telzlauff, U., Materials Science and Engineering A234-236 (1997) 434.
- ¹⁰ Veron, M., Brechet, Y., Louchet, F., Acta Mater. Vol 44, No 9 (1996) 3633.
- ¹¹ Kim, H.T., Chun, S.S., Yao, X.X., Fang, Y., Choi, J., Journal of Materials Science 32 (1997) 4917.
- ¹² Thorp, S., Tesis de Licenciatura en Ciencias Fisicas (1992).
- ¹³ Ges, A., Palacio, H., Versaci, R., Journal of Materials Science 29 (1994) 3572.
- ¹⁴ Ges, A., Fornaro, O., Palacio, H., Journal of Materials Science 32 (1997) 3687.

2 Fundamentos

2.1 Constituyentes de las superaleaciones de base Níquel

Las superaleaciones de base Níquel son materiales que presentan una excelente respuesta a altas temperaturas y en atmósferas agresivas, ya que son capaces de mantener sus propiedades físicas y mecánicas que poseen a temperatura ambiente cuando son utilizadas a temperaturas elevadas.

El Níquel es la base ideal para estas superaleaciones ya que posee un alto punto de fusión, una adecuada resistencia a la corrosión y la capacidad de disolver un buen número de elementos metálicos que sirven para endurecerlas y mejorar sus propiedades. Cuando estas superaleaciones son sometidas a tratamientos térmicos, es posible identificar en ellas las siguientes fases:

- la matriz o **fase gamma γ**
- un precipitado intermetálico o **fase gamma prima γ'**
- carburos

La microestructura de fundición del INCONEL 713-C consiste principalmente en un precipitado coherente de fase gamma prima en una matriz dendrítica de fase gamma, con carburos distribuidos a lo largo de los brazos dendríticos y en los bordes de grano¹.

2.1.1 Fase Gamma

La fase γ es una solución sólida de los elementos aleantes a temperaturas próximas al punto de fusión de la aleación. La matriz del Níquel de estructura cristalina f.c.c. actúa como solvente para una gran variedad de elementos que se agregan con fines diversos. De acuerdo al rol que cumplen estos elementos en la formación de la superaleación se pueden clasificar como:

- Formadores de solución sólida
- Formadores de precipitados
- Formadores de carburos
- Estabilizadores de superficie

A continuación se detalla el rol que juega cada uno de ellos.

2.1.1.a Formadores de solución sólida

La principal función de estos formadores de solución sólida es la de impartir dureza en la matriz.

Son solutos que tienen buena solubilidad y alto coeficiente de dureza. La solubilidad se puede evaluar según el siguiente parámetro:

$$S = 100 (d_i - d_{Ni}) / d_{Ni}$$

d_{Ni} = diámetro atómico del níquel

d_i = diámetro atómico del elemento i

Se consideran buenos solutos a aquellos elementos para los cuales $-15 < S < 15$.

Elementos como el cobre, oro, zinc, aluminio, silicio, titanio y germanio tienen una solubilidad significativa en el Níquel.

Estos elementos incrementan la dureza de la solución al aumentar principalmente la resistencia al movimiento de dislocaciones. La resistencia proviene de variaciones en el parámetro de red de la matriz debida a la introducción de átomos de soluto y el aumento de la dificultad para que las dislocaciones deslicen por una disminución en la energía de fallas de apilamiento.

2.1.1.b Formadores de precipitados

Cuando los elementos que forman solución sólida exceden el límite de solubilidad se genera la precipitación. Los precipitados también aumentan la dureza de la aleación por impedir el movimiento de dislocaciones, ya que éstas pueden rodear a los precipitados o

cortarlos (ver figura 1). La fuerza necesaria para que las dislocaciones rodeen al precipitado es inversamente proporcional a la distancia entre partículas la cual se incrementa cuando se incrementa el tamaño de partícula en un sistema que tiene una fracción en volumen fija de la fase precipitada.

La fuerza requerida para cortar el precipitado es proporcional a la raíz cuadrada de su tamaño. Luego la dureza máxima se obtiene cuando el espacio entre partículas es lo suficientemente pequeño como para prevenir las dislocaciones de rodeo.

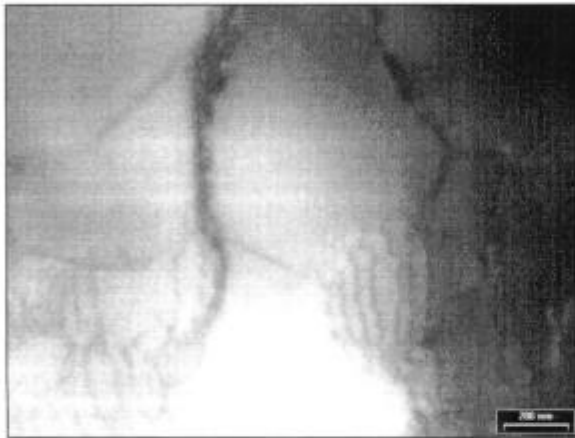


Figura 1. Micrografía electrónica de transmisión de muestra sometida a tratamiento standard y templada en agua. Tiempo de envejecimiento = 23865 horas. Nótese dislocación que atraviesa a la partícula gamma prima.

2.1.1.c Formadores de carburos

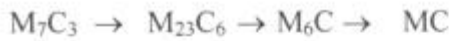
Los carburos en las superaleaciones de base Níquel tienen como función principal proveer de una mayor resistencia. Ubicados en los bordes de grano evitan el deslizamiento y migración de dislocaciones.

La estructura y morfología de los carburos dependen de los elementos aleantes presentes en la superaleación.

Veamos los diferentes tipos de carburos presentes, se representará a M como el elemento metálico y a C como Carbono.

Los carburos del tipo MC de morfología cúbica son los más estables. Por lo general M es Ti, Ta, Nb y V.

El orden general de formación es el siguiente:



Los carburos MC pueden formarse durante la solidificación y también precipitar en el estado sólido.

La presencia de cromo conduce a la formación de carburos $M_{23}C_6$ ya sea durante la solidificación, el envejecimiento o el uso. La siguiente reacción lleva a la formación de carburos $M_{23}C_6$



Los carburos $M_{23}C_6$ en bordes de grano y rodeados por una fina capa de γ son ideales para inhibir el deslizamiento y mejorar la resistencia al creep. Cuando se presentan como platos, en forma discontinua, empeoran la ductilidad y aumentan la tendencia a la ruptura.

La presencia de Mo y W conduce a la formación de carburos del tipo $M_{23}C_6$ mediante la reacción



También en este caso, cuando se forman en placas degradan las propiedades mecánicas.

2.1.1.d Estabilizadores de superficie

La performance de los materiales depende de la estabilidad de sus interfases externas e internas. Veremos a continuación la influencia de los elementos aleantes en la estabilidad de estas interfases.

- **Superficies externas**

El material puede degradarse por oxidación a altas temperaturas o por la llamada corrosión en caliente (reacciones superficiales en una atmósfera donde se hallan presentes elementos tales como oxígeno, azufre, sodio u otros contaminantes).

La presencia principalmente de cromo produce la formación de una fina capa de óxido que reduce el deterioro posterior.

- **Superficies internas**

Son principalmente los bordes de grano. Se ha observado que la presencia de carburos del tipo $M_{23}C_6$ favorece la estabilidad de los bordes de grano, evitando deslizamiento y migraciones de los mismos durante su aplicación a altas temperaturas. Sin embargo muchos de los elementos formadores de solución sólida e incluso trazas de impurezas presentes en el material tienen tendencia a segregarse hacia ellos, fragilizándolos². Para contrarrestar este efecto se agregan a la aleación elementos como el manganeso por su tendencia a formar partículas globulares (del tipo MnS) reteniendo el elemento que de otro modo migraría a los bordes.

2.1.2 Fase Gamma prima

Las propiedades mecánicas de las superaleaciones de base Níquel dependen fuertemente de fases intermetálicas. En el caso del INCONEL 713-C se ha observado que, utilizando adecuados tratamientos térmicos, la fase que precipita mayoritariamente es la llamada fase gamma prima. Esta es un compuesto intermetálico principalmente del tipo $Ni_3(Al,Ti)$, donde los átomos de Níquel ocupan las caras de la celda y los átomos de Al o Ti ocupan los vértices de la misma³.

La fase γ' tiene estructura cristalina f.c.c. al igual que la matriz gamma y estructura cristalina ordenada $L1_2$.

Se ha sugerido que la precipitación de esta fase a partir de la fase gamma es un proceso en dos etapas. Inicialmente el Al difunde de manera de producir un orden de corto alcance entre sus átomos y los de níquel.

Esto es seguido por una precipitación coherente de gamma prima sobre los planos $\{100\}$ de la matriz⁴. Se entiende por coherencia a la continuidad de los planos reticulares de la matriz y el precipitado.

La fase gamma prima posee un parámetro de red ligeramente mayor que el de la fase gamma. La diferencia entre su parámetro de red y el de la matriz es usualmente menor que el 0.5 %⁵.

La resistencia y la estabilidad estructural de estas superaleaciones a altas temperaturas dependen de factores como la fracción en volumen, tamaño de partícula, distribución y composición de la fase gamma prima. La morfología de esta fase depende también de la composición y del parámetro de desajuste δ entre la matriz y el precipitado.

Se define el parámetro de desajuste como:

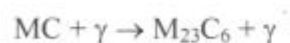
$$\delta = (a_{\gamma'} - a_{\gamma}) / a_{\gamma}$$

donde a_{γ} es el parámetro de red de la fase gamma y $a_{\gamma'}$ es el parámetro de red de la fase gamma prima.

El contenido de Molibdeno, como la relación entre Ti y Al permite la obtención de diferentes morfologías de la fase gamma prima. Estas pueden ser esféricas, globulares o cúbicas dependiendo del parámetro de desajuste δ entre matriz y precipitado.

2.1.3 Carburos

En cuanto a los carburos, tenemos que para este tipo de superaleaciones el comportamiento óptimo se obtiene cuando los del tipo $M_{23}C_6$ se asientan en los bordes de grano inhibiendo su movimiento. El carburo más estable es del tipo MC, se supone que no tienen demasiada influencia sobre las propiedades mecánicas pero su importancia radica en su descomposición para generar γ' según la siguiente reacción:



2.2 Precipitación y crecimiento de la fase Gamma prima

2.2.1 Introducción

La precipitación de la fase ordenada **gamma prima** puede interpretarse como un proceso de tres etapas:

- Nucleación: etapa en la cual se forman embriones estables, de radio mayor que un cierto radio crítico, a partir de los cuales crecerá la nueva fase.
- Precipitación: proceso durante el cual la fracción en volumen de soluto es completamente absorbida por esos embriones o núcleos.
- Crecimiento: es la etapa final en la cual las partículas grandes crecen a expensas de las más pequeñas manteniendo constante la fracción en volumen del precipitado. Este fenómeno se conoce como Ostwald ripening⁶.

El crecimiento de la fase precipitada está impulsado por la disolución de partículas pequeñas y el crecimiento de las de mayor tamaño. A radios mayores, más negativa es la energía libre del precipitado y en consecuencia éste es más estable. Del mismo modo a radios menores, hay menor estabilidad. Por lo tanto los átomos de soluto tienden a dejar las partículas pequeñas para entrar en la matriz y simultáneamente a dejar la matriz para entrar en las partículas grandes.

2.2.2 Teorías de crecimiento

El problema del crecimiento de precipitados por difusión de soluto en la matriz fue tratado en primer lugar por Greenwood⁷.

Las ecuaciones básicas que constituyen el comienzo del análisis son la ecuación de Gibbs-Thomson para la concentración de soluto en equilibrio con una partícula de radio r ,

$$C_r = C_e \exp(2\sigma V_m / RT r)$$

y la ley de Fick para el flujo difusivo j

$$j = -D \left(\frac{\partial C}{\partial r} \right)$$

donde C_r es la concentración de soluto en la interfase partícula / matriz en equilibrio con una partícula de radio r , C_e es la concentración de soluto en equilibrio con una partícula de tamaño infinito, σ es la energía superficial entre partícula y matriz, V_m es el volumen molar de soluto y D es el coeficiente de difusión.

La teoría de crecimiento fue luego desarrollada por Lifshitz y Slyozov⁸ e independientemente por Wagner⁹ conocida comúnmente como teoría LSW para modelar la cinética de crecimiento de precipitados de soluciones sólidas supersaturadas. Esta teoría presupone una muy baja fracción en volumen de los precipitados cuya morfología es esférica, ubicados en posiciones fijas y distribuidos aleatoriamente en la matriz.

Bajo estas condiciones, si el proceso es controlado por difusión, el tamaño promedio de la partícula gamma prima debería incrementarse de acuerdo a la siguiente ley:

$$r - r_0 = kt^{1/3}$$

donde

r = radio promedio de la partícula al tiempo t

r_0 = radio promedio de la partícula para $t = 0$

t = tiempo de envejecimiento a temperatura constante

k = constante dependiente de la temperatura que describe la velocidad de crecimiento.

La velocidad de crecimiento se define como:

$$k = \frac{2\sigma DCV^2}{\delta^3 RT}$$

donde

σ es la energía libre de la interfase partícula/matriz

C es la concentración de soluto

V es el volumen molar de precipitado

R es la constante de los gases

T es la temperatura absoluta

δ es una constante numérica relacionada con la distribución de tamaño del precipitado

D es el coeficiente de difusión compuesto de las distintas especies atómicas presentes como soluto.

$$D = D_0 \exp(-Q/RT),$$

donde D_0 es un factor de frecuencia y Q es la energía de activación del proceso de difusión de los solutos (principalmente Al y Ti) en la matriz.

Si el proceso fuera controlado por difusión en la interfase, el tamaño promedio de la partícula gamma prima seguiría la siguiente ley:

$$r - r_0 = k \cdot t^{1/2}$$

donde r , r_0 , t , k tienen el mismo significado que en el caso de la teoría LSW, sólo que ahora la velocidad de crecimiento es:

$$k = \frac{2\sigma\Sigma CV^2}{\delta^2 RT}$$

donde Σ es la cantidad de moles por unidad de tiempo y de área de interfase que son transferidos. Σ es un parámetro sensible a la temperatura.

Diferenciar si el fenómeno de crecimiento de las partículas gamma prima es un proceso controlado por difusión en volumen o en la interfase es dificultoso¹⁰. MacLean ha revisado una serie de trabajos experimentales que se refieren al crecimiento de las partículas gamma prima en aleaciones de base níquel y concluyó que la dependencia de

los radios medios de los precipitados con el tiempo a la $1/3$ ajusta mejor con los resultados experimentales que la dependencia de los mismos con el tiempo a la $1/2$.

White y Fisher ¹¹ han explicado el fenómeno de crecimiento de las partículas gamma prima como un proceso controlado por la interfase para el caso del NIMONIC PE16, otra superaleación de base Níquel.

En el trabajo de Thorp ¹² no se pudo establecer si el proceso es controlado por difusión en volumen o en la interfase, para el caso del INCONEL 713-C con tiempos de envejecimiento de hasta 2600 horas.

La mayor parte de los trabajos experimentales que concuerdan con teoría de crecimiento LSW lo hacen en casos donde la fracción en volumen es baja y para tiempos de envejecimiento cortos.

Footner y Richards ¹³ han estudiado el crecimiento de las partículas gamma prima en cinco superaleaciones comerciales, con tiempos de envejecimiento de hasta 15000 horas. En todos los casos para tiempos y temperaturas moderadas el radio medio de los precipitados se incrementa linealmente con la raíz cúbica del tiempo. No obstante para tiempos y temperaturas elevadas se observaron desviaciones respecto a este comportamiento para dos de las superaleaciones estudiadas.

Ges, Fornaro y Palacio ¹⁴ observaron que el crecimiento de las partículas gamma prima en la superaleación INCONEL 713-C tiene una dependencia con la raíz cúbica del tiempo para tiempos menores a 2500 horas, mientras que para tiempos mayores a 2500 horas se observa un comportamiento asintótico.

Hay, sin embargo, varios factores no considerados en la teoría LSW que pueden influir en la cinética de crecimiento dependiendo del sistema en estudio. Diferentes autores han modificado esta teoría teniendo en cuenta los siguientes factores:

- La fracción en volumen de los precipitados
- Microtensiones debido al desajuste entre precipitado y matriz
- Interacciones elásticas entre precipitados

Consideremos brevemente cada uno de ellos.

2.2.2.a Efecto de la fracción en volumen

Como se mencionó anteriormente la teoría LSW es aplicable sólo cuando la fracción en volumen del precipitado es esencialmente cero. En muchas aleaciones comerciales la fracción en volumen de la fase precipitada es aproximadamente del 60%.

Para tener en cuenta este factor Ardell ¹⁵ predijo que la velocidad de crecimiento de las partículas debería incrementarse con el incremento de la fracción de volumen del precipitado, mientras que la dependencia con el tiempo a la 1/3 no era afectada. Los resultados de esta teoría, conocida como teoría MLSW, coinciden con la teoría LSW cuando la fracción en volumen del precipitado tiende a cero.

Otros autores ¹⁶ introdujeron una dependencia en la fracción de volumen en el crecimiento y la presencia de partículas vecinas, luego se puede escribir la ecuación de crecimiento de los precipitados como:

$$\Theta^3 - \Theta_0^3 = K(\phi)t$$

donde Θ es el radio promedio de las partículas y ϕ es la fracción en volumen.

Con

$$K(\phi = 0) = \left(\frac{64D_0\gamma C_0 V_a^2}{9k_B T} \right) \exp \left[-\frac{Q}{k_B T} \right]$$

donde γ es la densidad de energía interfacial matriz/precipitado, C_0 es la concentración de los elementos precipitantes en la matriz, V_a es el volumen atómico de fase gamma prima, k_B es la constante de Boltzmann y T es la temperatura absoluta.

Además Q y D_0 son la entalpía de activación y el factor preexponencial para la difusión en volumen de soluto respectivamente.

Coalescencia

Cuando se tiene altas fracciones en volumen de la fase precipitada la posibilidad de coalescencia o encuentro de dos precipitados es muy alta. El efecto de la coalescencia o encuentros entre precipitados ha sido investigado por Davies y colaboradores¹⁷. Ellos han trabajado con aleaciones de Ni-Co-Al y han propuesto que si dos precipitados crecen lo suficientemente cerca una del otro coalescen formando una sola partícula.

2.2.2.b Microtensiones e interacciones elásticas

Si bien desde el punto de la teoría LSW el crecimiento, morfología y distribución de los precipitados tiene en cuenta como fuerza motora sólo la energía interfacial entre la partícula y la matriz, existen trabajos que han puesto parcialmente en duda esta afirmación.

Un precipitado presente en una matriz tiene un estado de energía asociado a él. Esta energía se puede descomponer en los siguientes términos^{18, 19, 20}:

$$E = E_1 + E_2 + E_3$$

E_1 es la energía elástica debida al desajuste entre matriz y precipitado, E_2 es la energía interfacial del precipitado y E_3 es la energía de interacción elástica entre precipitados.

La morfología de las partículas gamma prima es tal que minimiza la suma de estas tres tipos de energía.

El tercer término E_3 resulta de la superposición de los campos de tensión elásticas que acompañan a cada uno de los precipitados coherentes y tiene peso cuando el desajuste entre precipitado y matriz es importante ($\delta > 0.4$) y si la distancia entre partículas es pequeña. Debido a esta interacción los precipitados gamma prima tienen morfología no esférica y están alineados en la dirección $\langle 100 \rangle$.

Miyasaki y colaboradores²⁰ han estudiado el efecto de las interacciones elásticas en la morfología de los precipitados gamma prima para las aleaciones de base níquel. Ellos observaron que para ciertas aleaciones cuando las partículas son grandes del orden de 0.5 micrones, las partículas se separan en dos u ocho partículas (fenómeno de splitting).

Referencias

- ¹ Bhambri,A.,Kattamis,T. and Morral,J., Metall. Trans. 6B (1975) 523.
- ² Wang, Y. S.,Guan,X.M.,Ye,H.Q.,Superalloys 1980 (ASM 1980) 63.
- ³ Corey,C.L., Lisowsky,Y.B., The Ni₃Al Ordering Systems, technical Rep. Prepared under contract NONR-4520 (00) By Wayne State Univ. (1966).
- ⁴ Williams,R.O., Trans.AIME 215 (1959) 1026.
- ⁵ Lund,C.H., Physical Metallurgy of Nickel-Base Superalloys, DMIC Rep. 153 (1961).
- ⁶ Fischmeister,H. and Grimvall,C., Sintering and Related Phenomena, Materials Science Research. Vol 6, 119.Plenum Press, New York (1973).
- ⁷ Greenwood,G.W., Acta Metall. 4 (1956) 243.
- ⁸ Lifshitz,I. and Slyozov,V., J. Phys. Chem. Solids 11 (1961) 35.
- ⁹ Wagner,C., Z. Elect. 65 (1961) 581.
- ¹⁰ MacLean,D., Metal Science 18 (1984) 249.
- ¹¹ White,R.J. y Fisher,S.B., Materials Science and Engineering 33 (1978) 149.
- ¹² Thorp,S., Tesis de Licenciatura en Ciencias Físicas (1992)
- ¹³ Footner,P.K. y Richards,B.P.,Journal of Materials Science 17 (1982) 2141.
- ¹⁴ Ges,A., Fornaro,O. y Palacio,H., Journal of Materials Science 32 (1997)3687.
- ¹⁵ Ardell,A.J., Acta Metall. 20 (1972) 61.
- ¹⁶ Njah,N. and Dimitrov,O.,Acta Metall. Vol 37,Nº9 (1988) 1989.
- ¹⁷ Davies;C.K.L., Nash,P., and Stevens,R.N.,, Acta Metall. 28 (1980) 179.
- ¹⁸ Doi,M. and Miyazaki,T., Materials Science and Engineering, 78(1986) 87.
- ¹⁹ Doi,M. and Miyazaki,T. , Superalloys 1988. The Metallurgical Society (1988).
- ²⁰ Doi,M. and Miyazaki,T. , Materials Science and Engineering,67 (1984) 247.

3 Desarrollo experimental

En el presente capítulo se describen los procedimientos experimentales seguidos, la preparación de las muestras y el instrumental utilizado.

3.1 Material utilizado

Para realizar este estudio se utilizaron cuatro series de probetas de la superaleación INCONEL 713-C, provenientes de un lingote cuya composición se detalla en la tabla 1.

ELEMENTO	% EN PESO	ELEMENTO	% EN PESO
Ni	BAL	Ga(ppm)	< 10
Cr	13.8	Hf	< 0.05
Al	6.04	N ₂ (ppm)	4
Mo	4.2	O ₂ (ppm)	1
Ti	0.83	P	< 0.01
Nb+ Ta	2.2	Pb(ppm)	< 0.5
C	0.1	Se(ppm)	< 0.5
Si	0.005	Sn(ppm)	< 5
Mn	< 0.002	Te(ppm)	< 0.2
S(ppm)	8	Tl(ppm)	< 0.2
Ag	< 1	W	< 0.05
B	0.011	Zr	0.05
Bi(ppm)	< 0.2	V	< 0.05
Co	<0.05	Sb(ppm)	< 1
Cu	<0.002	As(ppm)	< 1
Fe	<0.065	Zn(ppm)	< 1

Tabla 1. Composición del material

3.2 Tratamientos térmicos

La obtención de las cuatro series son el producto de dos tandas de material sometidas a dos tratamientos diferentes:

- Tratamiento standard S
- Tratamiento propuesto T.

El tratamiento standard (S) consiste en un solubilizado a 1176 °C durante 2 horas y posteriormente un precipitado a 926 °C durante 16 horas. Este es uno de los tratamientos más usuales para este tipo de aleaciones.

El tratamiento propuesto por Ges, Fornaro y Versaci¹ (T) consta de dos solubilizados : 2 horas a 1176 °C más 2 horas a 1080 °C ; y dos precipitados: 16 horas a 925 °C más 16 horas a 760 °C . Este tratamiento tiene por finalidad obtener una fracción de volumen mayor para la fase γ .

Se debe aclarar que estos tratamientos no se aplican para precipitar la fase γ , sino para homogeneizar la misma y para disolver la fase degenerada $\gamma - \gamma'$ eutéctica.

Luego de los respectivos tratamientos las tandas se dividen en dos y son sometidas a un tratamiento de envejecimiento a 950 °C en una atmósfera de argón durante distintos intervalos de tiempo entre 120 horas y aproximadamente 24000 horas. Cuando las muestras son retiradas, dos tandas se templean en agua y las otras dos se normalizan (muestras TQ y SQ y muestras TA y SA respectivamente).

3.3 Preparación de las muestras

En la figura 1 se esquematizan los pasos a seguir para la preparación de las muestras y láminas que luego serán observadas utilizando las técnicas de microscopía electrónica de barrido y de transmisión respectivamente.

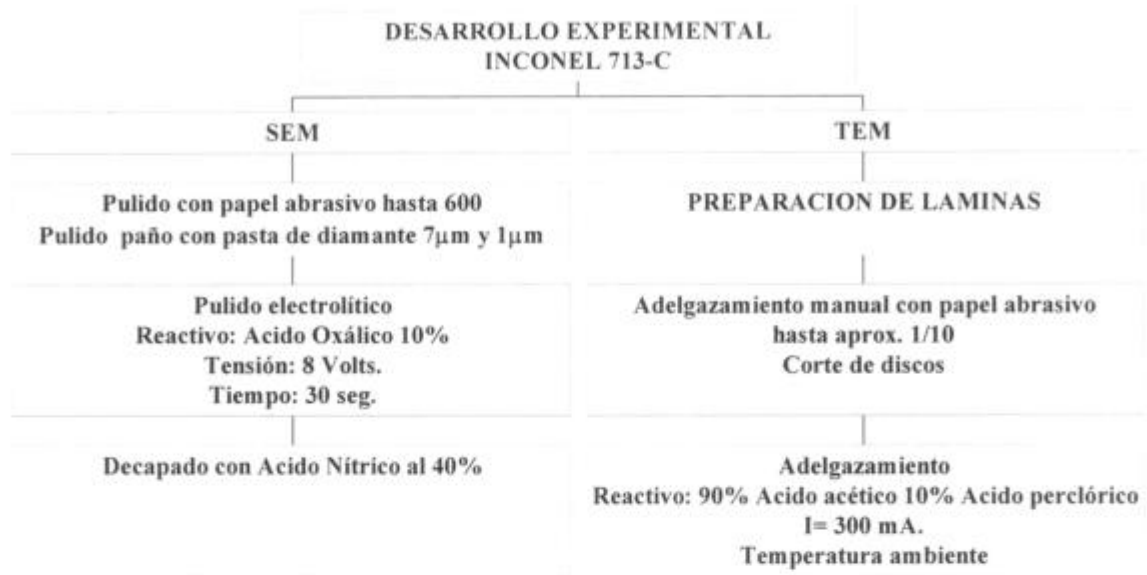


Figura 1. Preparación de las muestras

3.3.1 Preparación de láminas delgadas

Las láminas para microscopía electrónica de transmisión deben ser suficientemente delgadas para que puedan ser atravesadas por el haz de electrones, de espesor comprendido entre 500 y 5000 Å de acuerdo con el material utilizado. Las superficies deben estar cuidadosamente pulidas, preferentemente paralelas o formando cuña de bajo ángulo. Deben estar además limpias de toda capa de material amorfo, o de restos de material pulido. En caso contrario, además de reducir la transparencia de la lámina, disminuye el contraste de la imagen electrónica.

Para la preparación de las láminas delgadas se obtuvieron discos de 3 mm de diámetro utilizando un sacabocado. Luego se realizó el adelgazado de los mismos utilizando papeles abrasivos hasta obtener un espesor aproximado de 0.1 mm. Este desbastado mecánico se realizó utilizando un dispositivo a fin de obtener una lámina de caras paralelas.

Finalmente, el adelgazamiento y el pulido electrolítico de los discos se realizó empleando la técnica denominada **doble jet**. En esta técnica dos chorros de reactivo son

dirigidos hacia cada una de las caras planas del disco mientras circula corriente por la muestra a un determinado potencial (300 mA; 50 V). La muestra se coloca alineada con la dirección del flujo y se usa una lámpara para detectar en forma visual el momento en que se produce la perforación, ya que es necesario detener el proceso en ese preciso instante. También se puede detener el proceso cuando se produce la perforación en forma automática.

La zona anular que rodea al orificio es generalmente una buena lámina delgada. Su espesor es variable, creciente a partir del borde y su extensión útil depende del espesor original del disco y de la geometría del dispositivo, en particular de las características del flujo electrolítico sobre las caras de la muestra.

En este trabajo se sumergió la muestra en un electrolito cuya composición era: ácido acético 90% -ácido perclórico 10% a temperatura ambiente.

En la figura 2 se esquematiza el dispositivo disponible en el laboratorio: Struers, Tenupol-2.

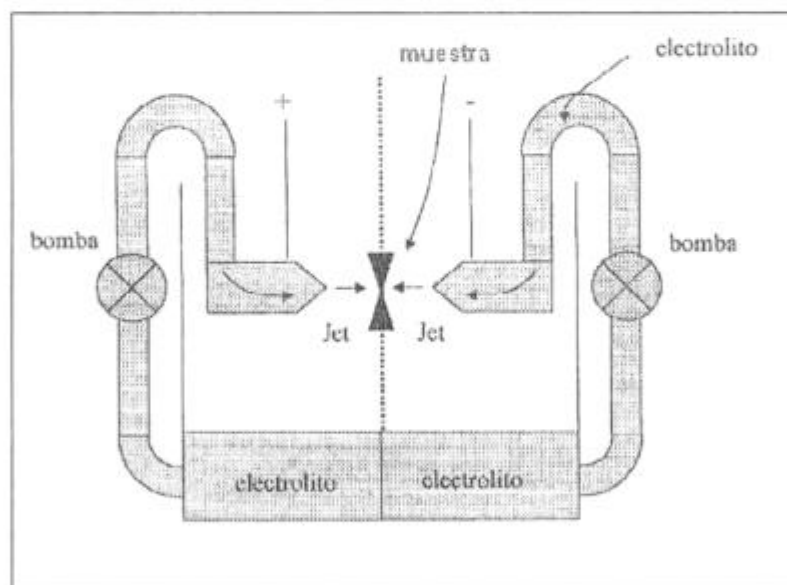


Figura 2. Esquema simplificado de un dispositivo de pulido rápido con doble flujo de electrolito.

Referencias

¹ Ges, A., Palacio, H., Versaci, R., Journal of Materials Science 29 (1994) 3572.

4 Resultados

En primer lugar se estudió usando técnicas de microscopía electrónica de barrido, la microestructura característica de la superaleación para los diferentes tratamientos a la que fue sometida.

Luego se estudió la cinética de crecimiento de la fase gamma prima utilizando la técnica de microscopía electrónica de transmisión. Se determinó el radio efectivo de las partículas gamma prima y se definieron parámetros adimensionales que fueran sensibles al cambio de la morfología de las mismas.

Finalmente, se describe la estructura de dislocaciones.

4.1 Consideraciones generales

4.1.1 Microestructura

Las figuras 1 y 2 corresponden a micrografías electrónicas de barrido correspondientes a muestras sometidas al tratamiento standard (S) y tratamiento propuesto (T) sin envejecer.

Se observa en ambas la presencia de fase gamma prima, la que está distribuida uniformemente en toda la aleación. En ambos casos los precipitados presentan morfología cúbica.

El tamaño de las partículas de la fase gamma prima para el tratamiento S es aproximadamente el 50 % del tamaño de las mismas para el tratamiento T.

Como el tratamiento propuesto posee un solubilizado y un precipitado adicional, esto hace pensar que ha ocurrido una regresión que ha hecho desaparecer las partículas de menor tamaño.

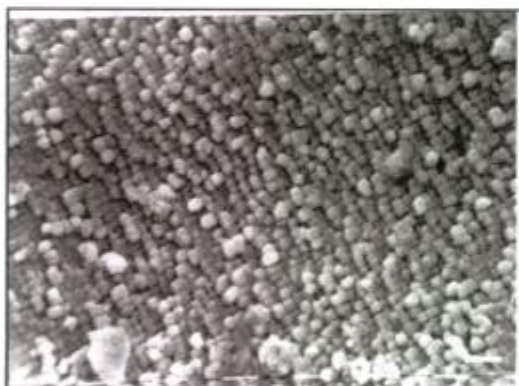


Figura 1. Micrografía electrónica de barrido de muestra sometida a tratamiento standard (S) sin envejecer. Escala 1 μm

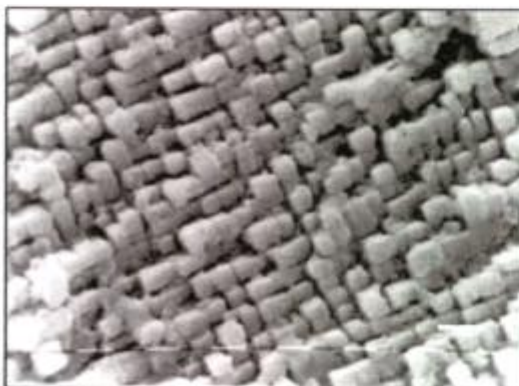


Figura 2 Micrografía electrónica de barrido de muestra sometida a tratamiento propuesto (T) sin envejecer. Escala 1 μm

La figura 3 corresponde a una micrografía electrónica de barrido de una muestra sometida al tratamiento standard y enfriada al aire. El tiempo de envejecimiento de esta probeta fue de 1708 horas. En la micrografía se observan colonias de partículas gamma prima que crecen en distintas direcciones, debido a que han crecido en granos con orientaciones cristalográficas diferentes. El tamaño de las partículas es bastante homogéneo y en este caso la fase gamma prima ha precipitado con morfología predominantemente cúbica.

Esta morfología cúbica permite decir que el valor del parámetro de desajuste δ está comprendido entre 0.4 y el 1 %.

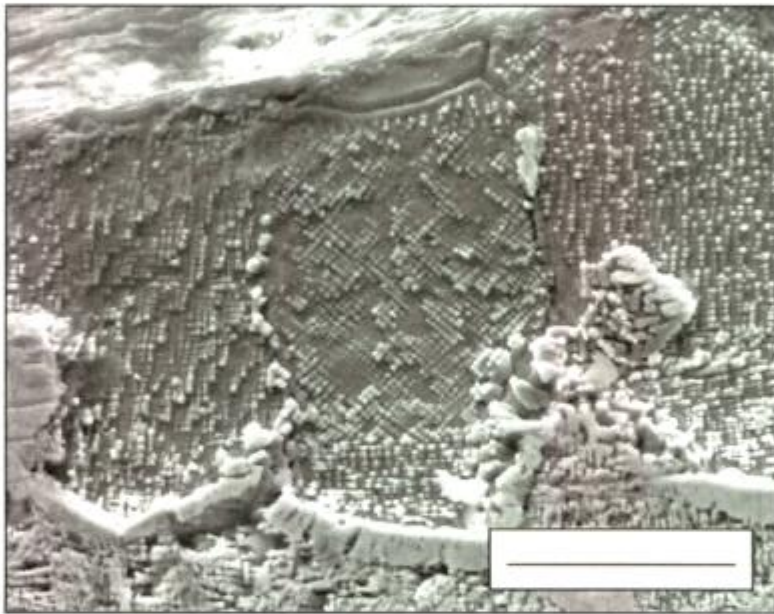


Figura 3: Micrografía electrónica de barrido de muestra sometida a tratamiento standard enfriada al aire, envejecida durante 1708 horas. Se observan colonias de partículas gamma prima. Escala 20 μm .

1.2 Composición

Luego de observar la microestructura y con el fin de identificar los elementos químicos presentes en cada fase, se procedió al microanálisis dispersivo en energías de Rayos X (técnica EDS).

Las figuras 4 y 5 muestran la caracterización de cada fase.

En ambas se han identificado los elementos Ni, Cr, Al, Ti, Mo, Nb y Mn, sólo que cambia la cantidad presente en cada fase.

Se ve que la matriz es rica en Níquel y que la fase gamma prima está compuesta por níquel, aluminio y titanio con un porcentaje de Al mayor comparado con la fase gamma.

Los resultados del microanálisis permitieron la identificación de las fases. Las partículas cúbicas eran efectivamente fase gamma prima, inmersa en fase gamma. No hubo diferencias en la cantidad de los elementos presentes para los diferentes tiempos de envejecimiento ni tampoco para partículas gamma prima de distinta morfología.

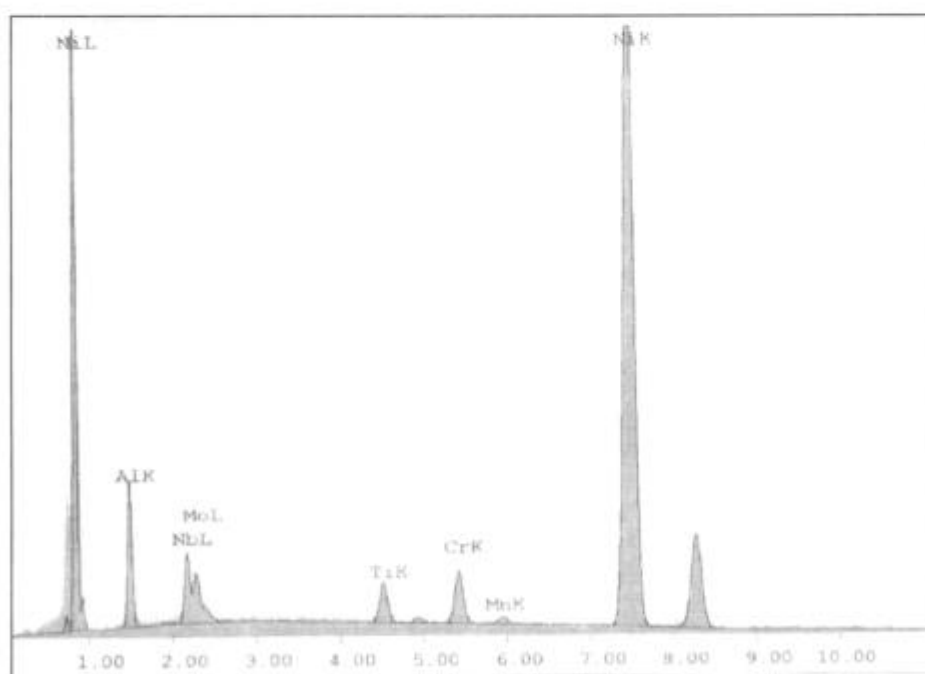


Figura 4. Espectro de rayos X característico de la fase gamma. Nótese la diferente cantidad de Al y Ti presente.

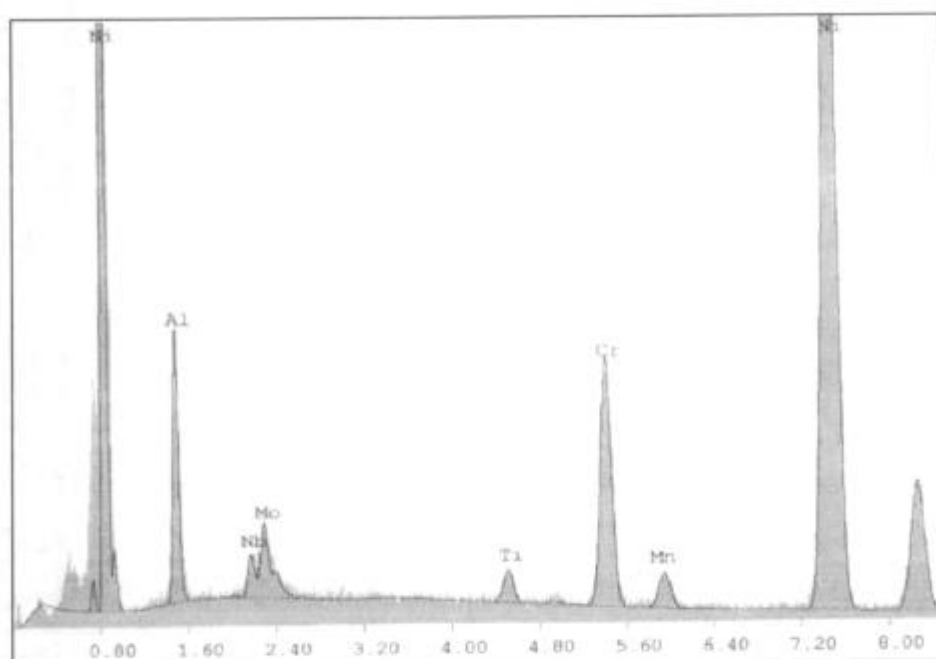


Figura 5. Espectro de rayos X característico de la fase gamma prima. Nótese la diferente cantidad de Al y Ti presente.

4.2 Cinética de crecimiento

A continuación, para cada uno de los tratamientos térmicos empleados, se estudiará:

- La evolución de la morfología de las partículas de la fase gamma prima mediante la observación de las micrografías obtenidas por microscopía electrónica de barrido.
- La cinética de crecimiento de las partículas de la fase gamma prima midiendo el radio efectivo promedio de las mismas y se determinarán parámetros adimensionales sensibles al cambio de la morfología utilizando la técnica de microscopía electrónica de transmisión.

Para establecer la ley que describe el crecimiento de la fase gamma prima, se debe medir el radio de las partículas gamma prima.

Comúnmente se utiliza el parámetro denominado *radio medio*, el cual se define como el promedio estadístico de la mitad del lado de las partículas, para lo cual se realizan

mediciones de los lados en dos direcciones perpendiculares. En este trabajo se optó por medir el radio medio efectivo de las partículas gamma prima dada la morfología irregular de las mismas.

Para ello el microscopio electrónico de transmisión PHILIPS CM 200 cuenta con el programa Analysis Ver 2.1 que permite medir longitudes características, perímetros y áreas de las partículas.

Se determinó el radio efectivo de las partículas como:

$$R = \sqrt{A/\pi} \quad (1)$$

donde A es el área de cada partícula.

También se determinó un parámetro que midiera el cociente entre el área y el perímetro de las partículas (A/P).

Se definieron parámetros adimensionales que tuvieran en cuenta el cambio de morfología de las partículas de fase gamma prima.

En particular se definieron los siguientes parámetros:

- Cociente entre el perímetro y la longitud mayor de la partícula (P/L)
- Cociente entre el área y el cuadrado de la longitud mayor (A/L^2)
- Cociente entre la longitud mayor y el doble de la longitud transversal ($L/2T$).

Para el conteo de las partículas se escogieron aquellas cuyo tamaño no superara los 2500 nm. La medida consignada es el promedio estadístico del radio obtenido según la expresión (1).

Dado que la obtención de los distintos parámetros fue con técnicas de adquisición de imágenes y software correspondiente, se le debe adjudicar un error del 10% a estos parámetros.

Se presentan los resultados de la siguiente manera:

1. Se tabulan los radios efectivos y el cociente entre área y perímetro de las partículas gamma prima en función del tiempo de envejecimiento.
2. Se grafican estos parámetros en función de la raíz cúbica del tiempo de envejecimiento. Se estudia la validez de la teoría LSW mediante el ajuste por cuadrados mínimos.
3. Se tabulan los parámetros adimensionales P/L , A/L^2 y $L/2T$ en función del tiempo de envejecimiento.
4. Se grafican estos parámetros en función de la raíz cúbica del tiempo de envejecimiento. Se acompañan micrografías electrónicas de transmisión que permiten identificar el tipo de morfología de las partículas gamma prima.

4.2.1 Tratamiento térmico standard (S)

4.2.1.a Muestras SQ

Solubilizado 2 horas 1176 ° C

Precipitado 16 horas 926 ° C

$t_{env} = 950$ ° C

Templadas en agua

En la figura 6 se muestra la evolución de la morfología de la fase gamma prima en función del tiempo de envejecimiento.

La micrografía (a) corresponde a una muestra sometida a un tiempo de envejecimiento de 120 horas. Se observa una morfología predominantemente cúbica y distribuida homogéneamente. El tamaño medio de las partículas es de 500 nm. Se observa también una dirección en el crecimiento. Este tipo de morfología seguirá predominando hasta un tiempo de envejecimiento de aproximadamente 2000 horas como se puede apreciar en la micrografía (b) que corresponde a un tiempo de envejecimiento de 1444 horas.

Para tiempos mayores a 2000 horas las partículas comienzan a alargarse, hay coalescencia entre partículas y la morfología es del tipo de la que se muestra en la micrografía (c) que corresponde a un tiempo de envejecimiento de 5139 horas.

Por último para tiempos del orden de 15000 horas se observa la unión de partículas formando láminas o placas como se puede observar en la micrografía (d).

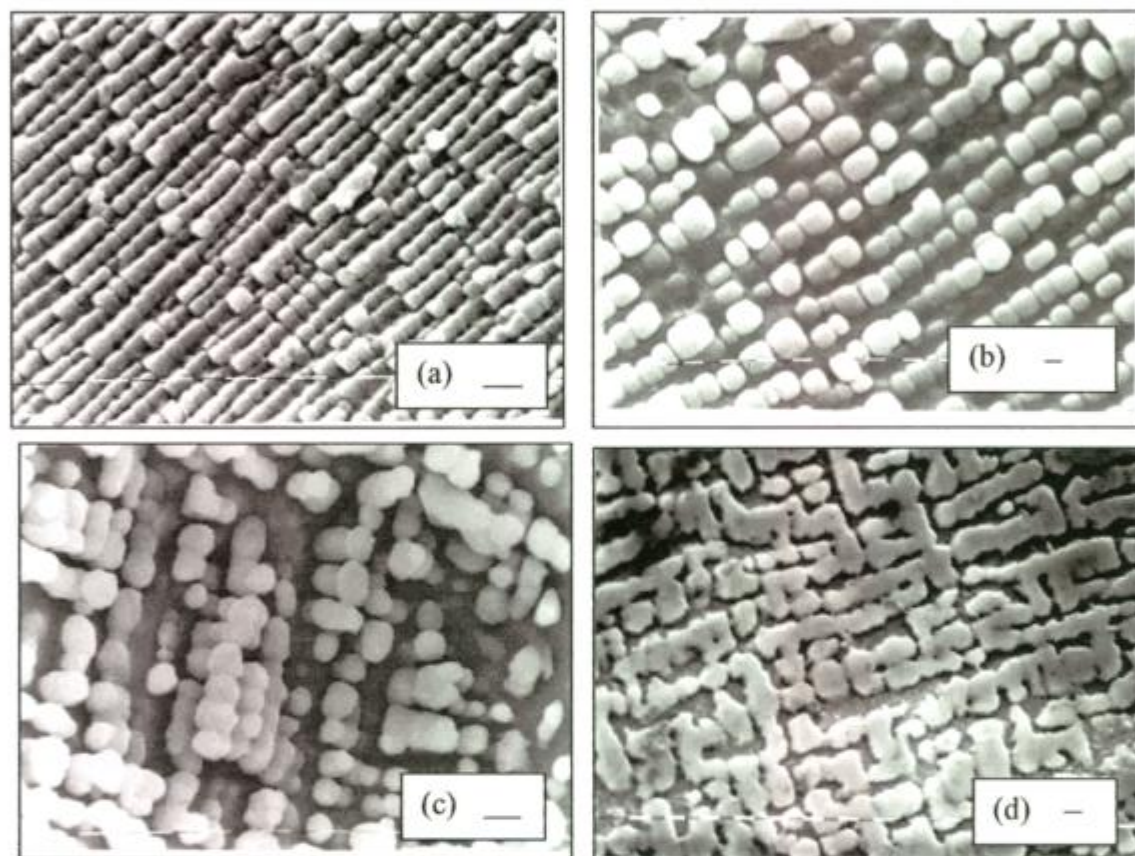


Figura 6. Micrografías electrónicas de barrido de muestras sometidas a tratamiento standard y enfriadas al agua. Evolución de la morfología de las partículas gamma prima. (a)120 h, (b) 1444 h, (c) 5139 h, (d) 15705 horas de envejecimiento. Escala 1 μm

En la Tabla 1 se representan los radios promedio efectivos obtenidos por la expresión (1) y el cociente entre el área y el perímetro de las partículas en función del tiempo de envejecimiento.

MUESTRA	TIEMPO (HS)	TIEMPO ^{1/3}	RADIO EFECTIVO (nm)	A/P (nm)
SQ1	120	4.93	180.0	82.1
SQ5	1125	10.40	343.5	147.2
SQ8	1708	11.95	406.5	167.0
SQ9	2380	13.35	469.0	191.7
SQ11	5139	17.26	430.9	171.0
SQ15	15705	25.04	545.2	215.0
SQ16	20073	27.18	506.8	206.0
SQ17	23865	28.79	406.3	167.0

Tabla 1. Parámetros Radio efectivo y A/P vs tiempo de envejecimiento para muestras del tratamiento standard y templadas en agua.

En la figura 7 se grafica el radio efectivo promedio y el cociente entre área y perímetro de las partículas gamma prima en función de la raíz cúbica del tiempo de envejecimiento.

Se realiza el ajuste por cuadrados mínimos y se observa que el ajuste es válido hasta tiempos de aproximadamente 2500 horas. Se observa también que la morfología predominante de las partículas gamma prima es cúbica para estos tiempos de envejecimiento.

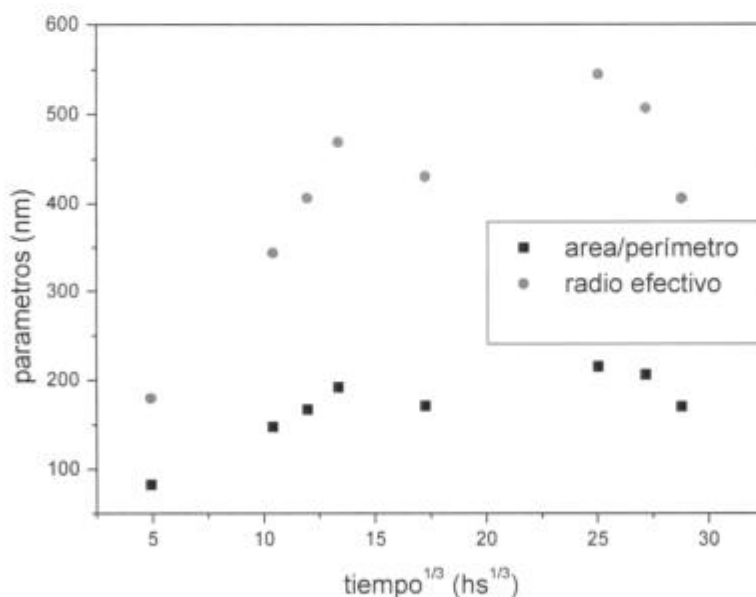


Figura 7: Muestras SQ. Gráfico de radio efectivo y A/P en función de la raíz cúbica del tiempo de envejecimiento.

En la tabla 2 se representan los parámetros adimensionales en función del tiempo de envejecimiento.

MUESTRA	TIEMPO (HS)	TIEMPO ^{1/3}	P/L	A/L ²	L/2T
SQ1	120	4.93	3.2	0.7	0.7
SQ5	1125	10.40	3.3	0.7	0.7
SQ8	1708	11.95	3.4	0.6	0.9
SQ9	2380	13.35	3.1	0.5	1.0
SQ11	5139	17.26	3.2	0.6	1.1
SQ15	15705	25.04	3.0	0.5	1.1
SQ16	20073	27.18	3.0	0.5	1.0
SQ17	23865	28.79	3.1	0.5	0.8

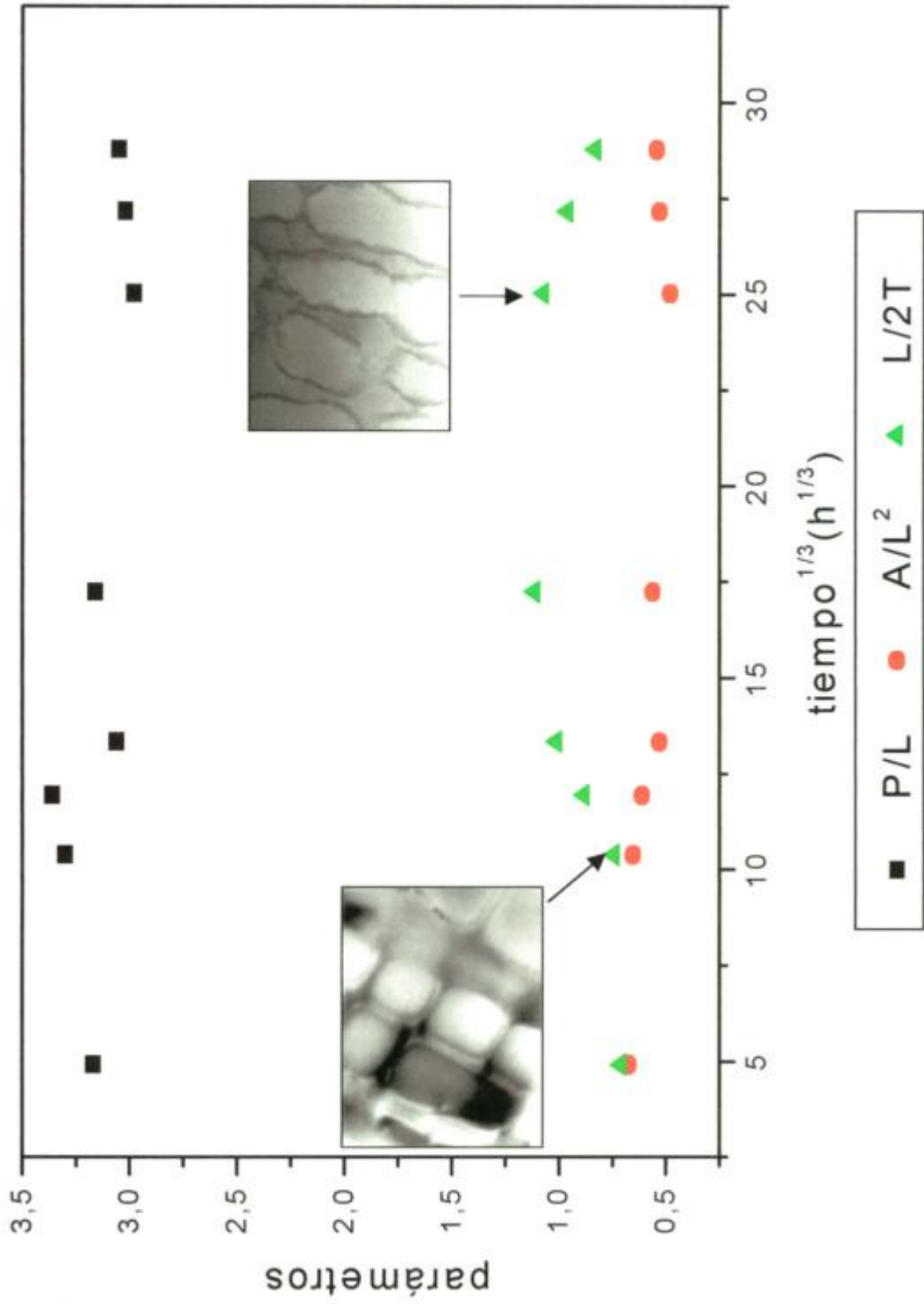
Tabla 2. Parámetros adimensionales en función del tiempo de envejecimiento para muestras del tratamiento standard templadas en agua

En la figura 8 se grafican los parámetros adimensionales en función de la raíz cúbica del tiempo de envejecimiento.

Se acompañan micrografías de microscopía electrónica de transmisión para observar el tipo de morfología de las partículas gamma prima en función del tiempo de envejecimiento.

La primer micrografía de transmisión corresponde a una muestra envejecida 1125 horas, se observa la morfología cúbica de las partículas gamma prima. Mientras que la siguiente micrografía de transmisión corresponde a una muestra envejecida 15705 horas donde se observa que la morfología es laminar.

Figura 8. Muestras SQ. Gráfico de parámetros adimensionales en función la raíz cúbica del tiempo de envejecimiento.



4.2.1.b Muestras SA

Solubilizado 2 horas 1176 ° C

Precipitado 16 horas 926 ° C

$t_{env} = 950 \text{ ° C}$

Normalizadas al aire

En la figura 9 se muestra la evolución de la morfología de la fase gamma prima en función del tiempo de envejecimiento.

La micrografía (a) corresponde a una muestra sometida a un tiempo de envejecimiento de 624 horas. Se observa una morfología predominantemente cúbica y distribuida homogéneamente. El tamaño medio de las partículas es de aproximadamente 540 nm. Este tipo de morfología seguirá predominando hasta un tiempo de envejecimiento de aproximadamente 1708 horas como se observa en la micrografía (b).

Para tiempos mayores a 2300 horas las partículas comienzan a alargarse, hay coalescencia entre partículas y la morfología es del tipo de la que se muestra en la micrografía (c) que corresponde a un tiempo de envejecimiento de 5139 horas.

Por último en la micrografía (d) que corresponde a un tiempo de envejecimiento de 20073 horas se observa la unión de partículas formando láminas o placas.

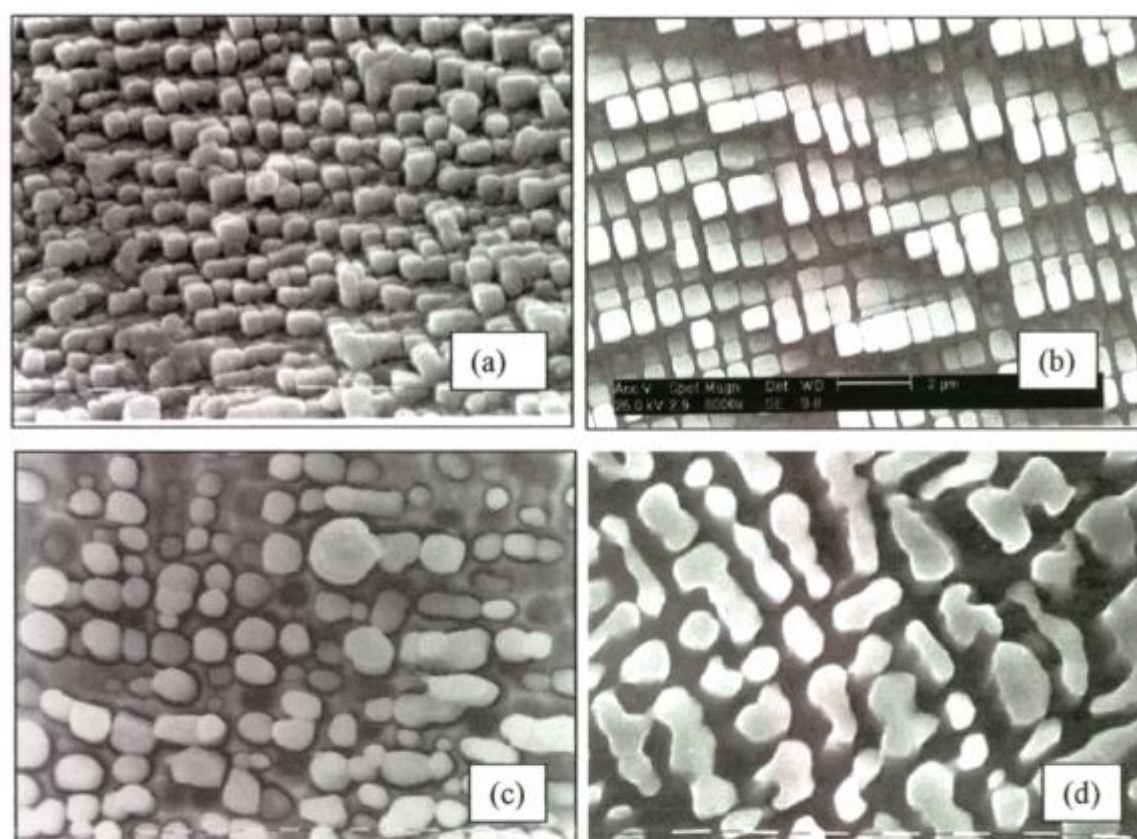


Figura 9. Micrografías electrónicas de barrido de muestras sometidas a tratamiento standard y enfriadas al aire. Evolución de la morfología de las partículas gamma prima. (a) 624 h (b) 1708 h (c) 5139 h (d) 20073 horas de envejecimiento. Escala 1 μm .

En la tabla 3 se representan los radios promedio efectivos obtenidos por la expresión (1) y el cociente entre el área y el perímetro de las partículas en función del tiempo de envejecimiento.

MUESTRA	TIEMPO (HS)	TIEMPO ^{1/3}	RADIO EFECTIVO (nm)	A/P (nm)
SA3	624	8.55	272.5	118.0
SA4	1015	10.05	390.4	158.7
SA7	1444	11.30	434.4	159.7
SA8	1708	11.95	402.0	162.4
SA10	3652	15.40	468.1	181.4
SA11	5139	17.26	513.2	207.4
SA13	10012	21.55	485.6	190.2
SA16	20073	27.18	437.6	156.5
SA17	23865	28.79	481.3	186.1

Tabla 3. Muestras SA. Radio efectivo y A/P en función del tiempo de envejecimiento

En la figura 10 se grafica el radio efectivo promedio y el cociente entre área y perímetro de las partículas gamma prima en función de la raíz cúbica del tiempo de envejecimiento.

Se realiza el ajuste por cuadrados mínimos y se observa que el ajuste es válido hasta tiempos de aproximadamente 2500 horas.

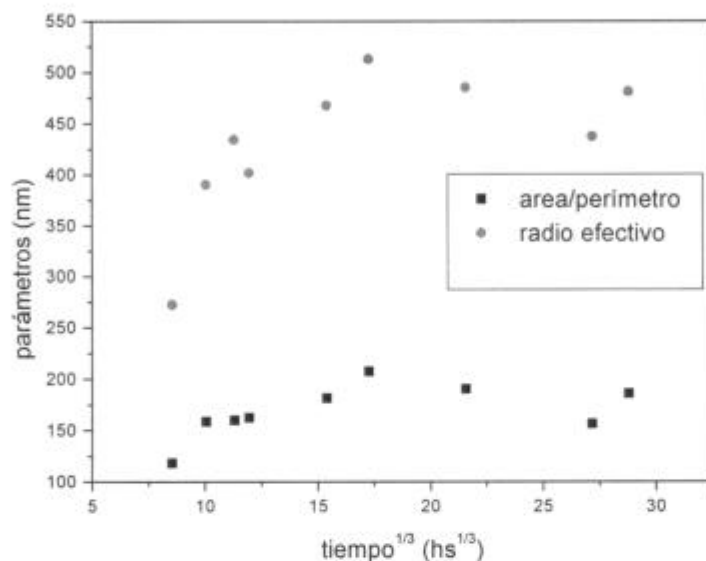


Figura 10. Muestras SA. Radio efectivo y A/P en función de la raíz cúbica del tiempo de envejecimiento.

En la tabla 4 se representan los parámetros adimensionales en función del tiempo de envejecimiento.

MUESTRA	TIEMPO (HS)	TIEMPO ^{1/3}	P/L	A/L ²	L/2T
SA3	624	8.55	3.3	0.7	0.7
SA4	1015	10.05	3.0	0.5	0.9
SA7	1444	11.30	2.9	0.4	1.2
SA8	1708	11.95	3.1	0.6	1.0
SA10	3652	15.40	3	0.5	1.0
SA11	5139	17.26	3.2	0.6	0.9
SA13	10012	21.55	3.2	0.6	1.1
SA16	20073	27.18	2.7	0.3	1.4
SA17	23865	28.79	3.0	0.5	1.0

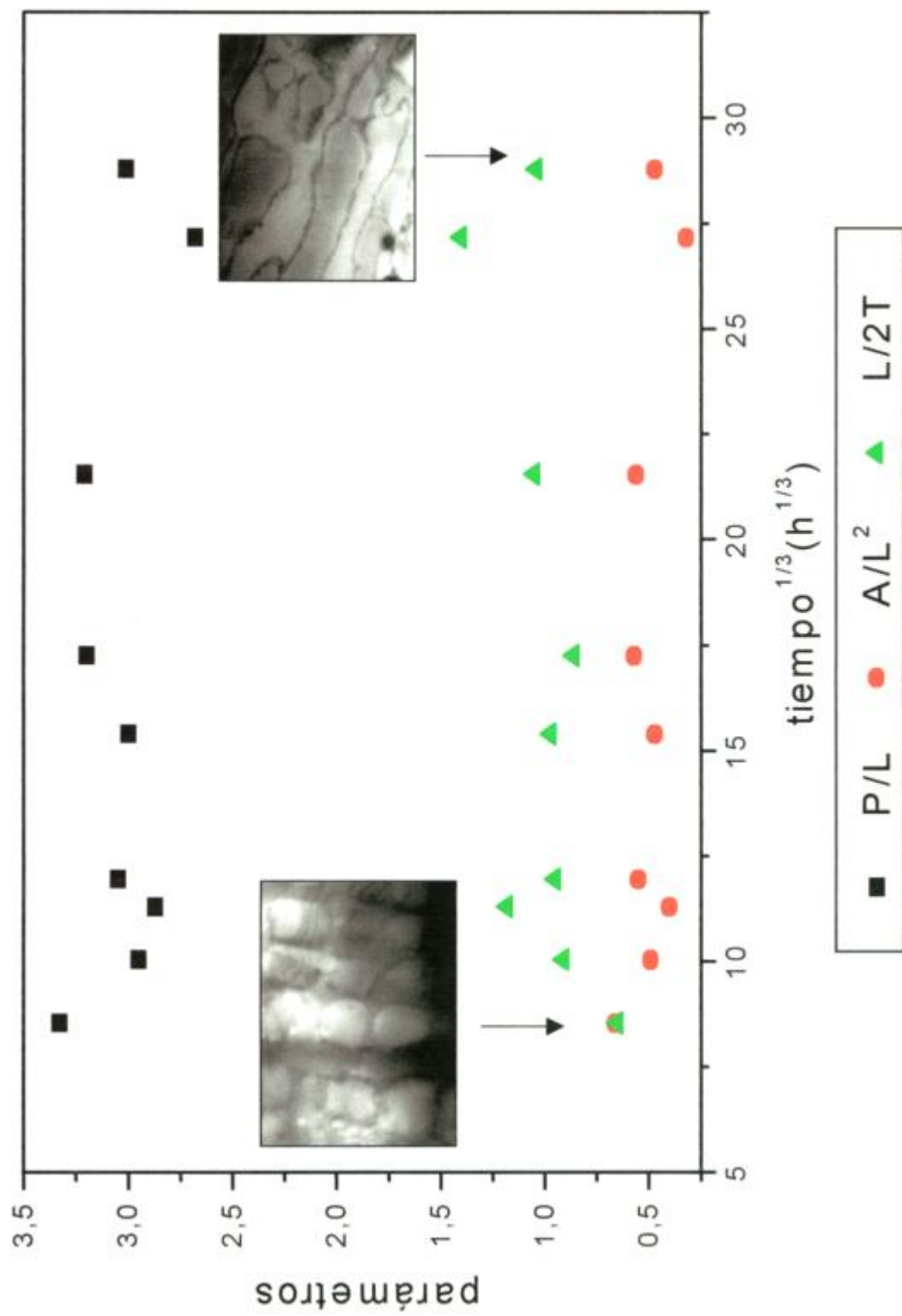
Tabla 4. Muestras SA. Parámetros adimensionales en función del tiempo de envejecimiento

En la figura 11 se grafican los parámetros adimensionales en función de la raíz cúbica del tiempo de envejecimiento.

Se acompañan micrografías de microscopía electrónica de transmisión para observar el tipo de morfología de las partículas gamma prima en función del tiempo de envejecimiento.

La primer micrografía de transmisión corresponde a una muestra con tiempo de envejecimiento de 624 horas, se observa una morfología cúbica, mientras que la micrografía siguiente corresponde a una muestra para tiempos de envejecimiento de 23865 horas, se observa morfología irregular o laminar.

Figura 11. Muestras SA. Parámetros adimensionales en función de la raíz cúbica del tiempo de envejecimiento



4.2.2 Tratamiento térmico propuesto (T)

4.2.2.a Muestras TQ

1° Solubilizado 2 horas 1176 ° C

2° Solubilizado 2 horas 1080 ° C

1° Precipitado 16 horas 925 ° C

2° Precipitado 16 horas 760 ° C

$t_{env} = 950 \text{ ° C}$

Templadas en agua

En la figura 12 se muestra la evolución de la morfología de la fase gamma prima en función del tiempo de envejecimiento.

La micrografía (a) corresponde a una muestra sometida a un tiempo de envejecimiento de 120 horas. Se observa una morfología predominantemente cúbica y distribuida homogéneamente. Este tipo de morfología seguirá predominando hasta un tiempo de envejecimiento de aproximadamente 2000 horas como se puede apreciar en la micrografía (b) que corresponde a un tiempo de envejecimiento de 1708 horas.

Para tiempos mayores a 2300 horas las partículas comienzan a alargarse, hay coalescencia entre partículas y la morfología es del tipo de la que se muestra en la micrografía (c) que corresponde a un tiempo de envejecimiento de 5139 horas.

Por último para tiempos del orden de 20000 horas se observa a las partículas formando láminas o placas como se puede observar en la micrografía (d).

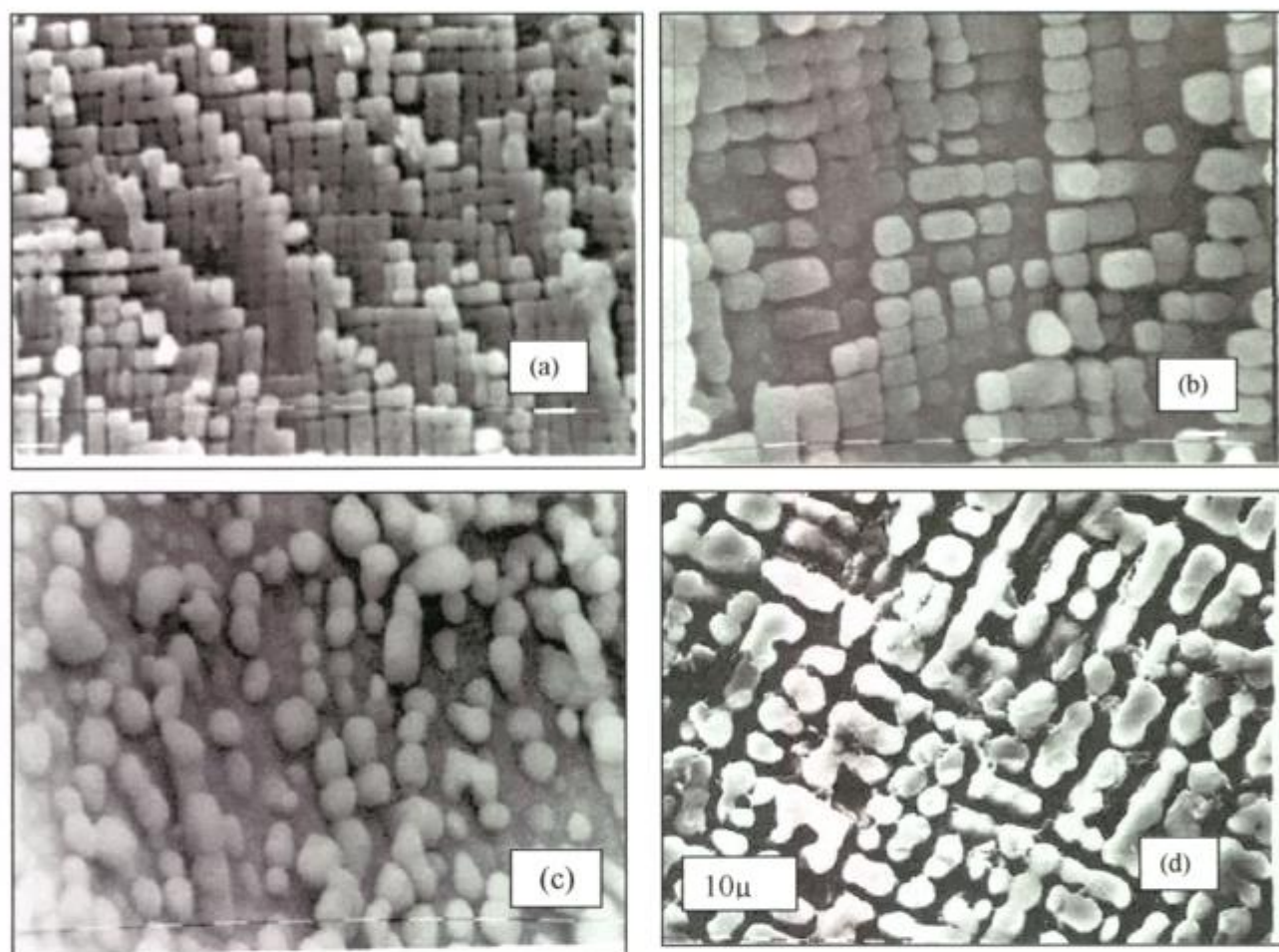


Figura 12. Micrografías electrónicas de barrido de muestras sometidas a tratamiento propuesto y templadas en agua. Evolución de la morfología de las partículas gamma prima. (a) 120 h (b) 1708 h (c) 5139 h (d) 20073 horas de envejecimiento. Escala 1 μm en (a), (b) y (c), 10 μm en (d).

En la tabla 5 se representan el radio efectivo y la relación A/P de las partículas gamma prima en función del tiempo de envejecimiento.

En la figura 13 se grafica el radio efectivo promedio y el cociente entre área y perímetro de las partículas gamma prima en función de la raíz cúbica del tiempo de envejecimiento.

Se realiza el ajuste por cuadrados mínimos y se determina que el mismo es válido hasta tiempos de aproximadamente 2500 horas.

MUESTRA	TIEMPO (HS)	TIEMPO ^{1/3}	RADIO EFECTIVO (nm)	A/P
TQ1	120	4.93	269.7	119.5
TQ4	1015	10.05	358.2	143.2
TQ5	1125	10.40	418.2	177.2
TQ8	1708	11.95	394.9	157.1
TQ9	2380	13.35	402.3	162.8
TQ10	3652	15.40	406.4	165.3
TQ11	5139	17.26	488.9	191.4
TQ13	10012	21.55	436.2	183.0
TQ14	12441	23.17	365.6	132.1
TQ16	20073	27.18	497.1	187.3

Tabla 5. Muestras TQ. Radio efectivo y A/P en función del tiempo de envejecimiento.

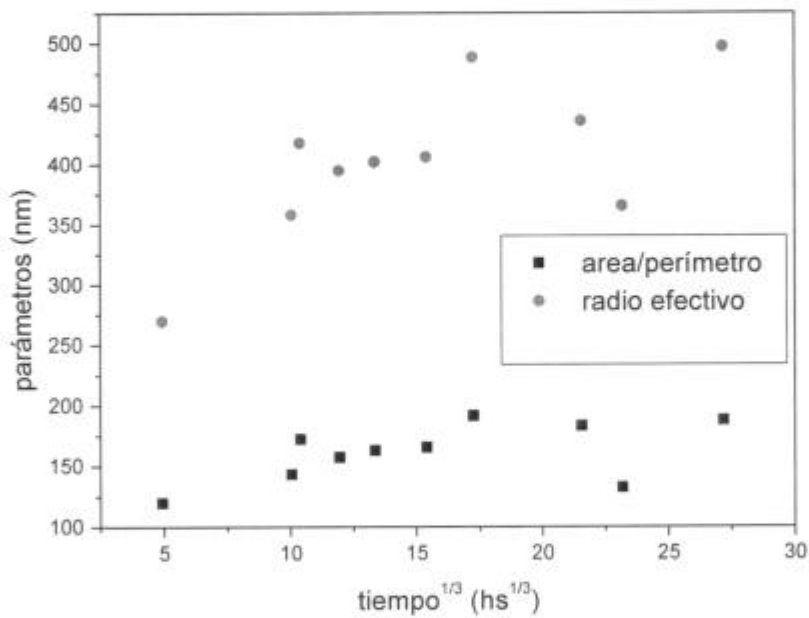


Figura 13. Muestras TQ. Radio efectivo y A/P en función de la raíz cúbica del tiempo de envejecimiento.

En la tabla 6 se representan los parámetros adimensionales en función del tiempo de envejecimiento.

MUESTRA	TIEMPO (HS)	TIEMPO ^{1/3}	P/L	A/L ²	L/2T
TQ1	120	4.93	3.4	0.7	0.7
TQ4	1015	10.05	3	0.5	1.0
TQ5	1125	10.40	3.2	0.6	0.8
TQ8	1708	11.95	3.0	0.5	1
TQ9	2380	13.35	3.2	0.5	0.8
TQ10	3652	15.40	3.0	0.5	1.0
TQ11	5139	17.26	2.9	0.5	1.1
TQ13	10012	21.55	3.2	0.6	0.8
TQ14	12441	23.17	2.9	0.4	1.2
TQ16	20073	27.18	3.1	0.5	1.1

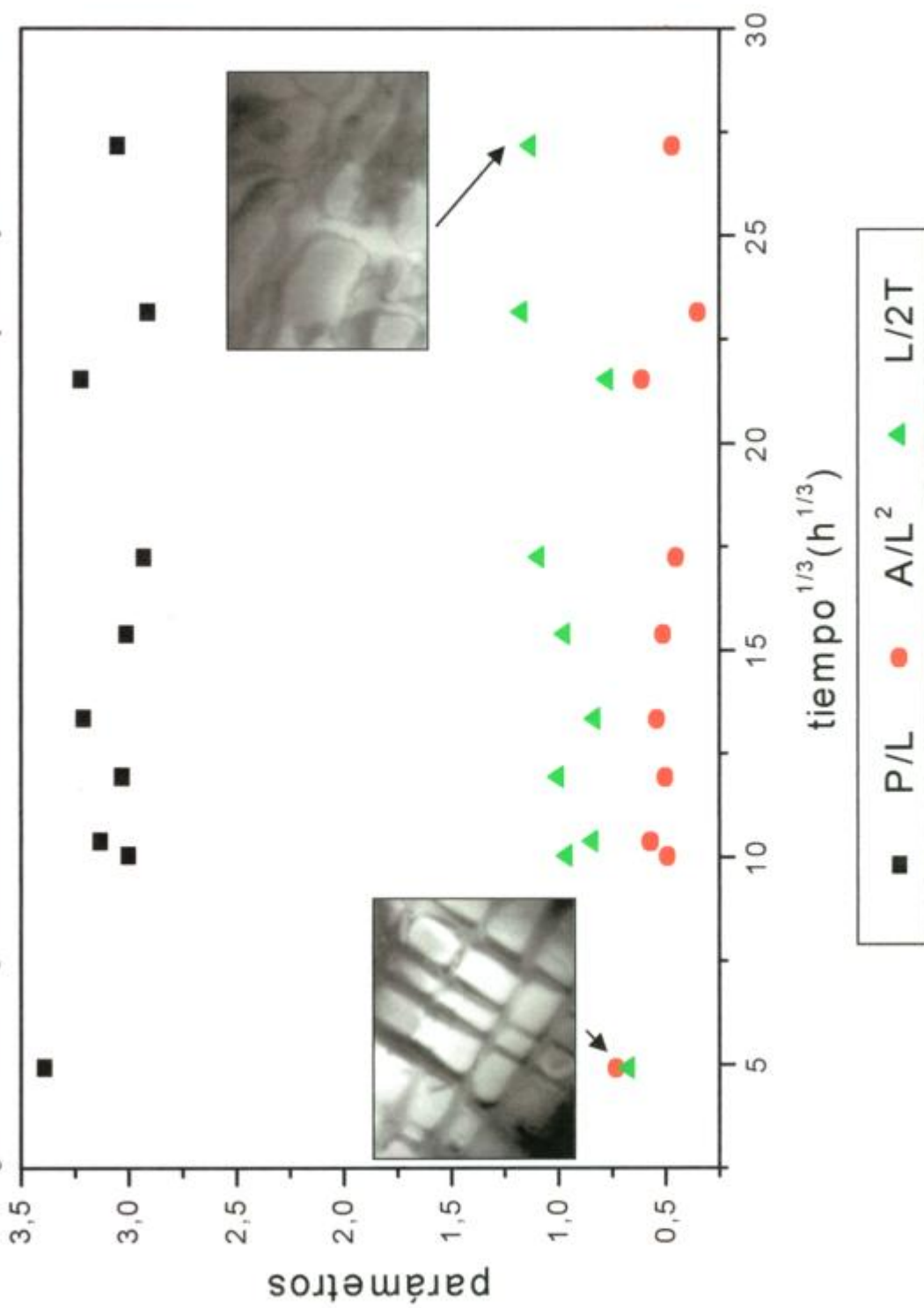
Tabla 6. Muestras TQ. Parámetros adimensionales en función del tiempo de envejecimiento.

En la figura 14 se grafican los parámetros adimensionales en función de la raíz cúbica del tiempo de envejecimiento.

Se acompañan micrografías de microscopía electrónica de transmisión para observar el tipo de morfología de las partículas gamma prima.

La primer micrografía corresponde a una muestra envejecida 120 horas, se observa una morfología cúbica. Mientras que la siguiente micrografía corresponde a una muestra envejecida 20073 horas donde se observa una morfología laminar.

Figura 14. Muestras TQ. Parámetros adimensionales en función de la raíz cúbica del tiempo de envejecimiento.



4.2.2.b Muestras TA

1° Solubilizado 2 horas 1176 ° C

2° Solubilizado 2 horas 1080 ° C

1° Precipitado 16 horas 925 ° C

2° Precipitado 16 horas 760 ° C

$t_{env} = 950 \text{ ° C}$

Normalizadas al aire

En la figura 15 se muestra la evolución de la morfología de la fase gamma prima en función del tiempo de envejecimiento.

La micrografía (a) corresponde a una muestra sometida a un tiempo de envejecimiento de 120 horas. Se observa una morfología predominantemente cúbica y distribuida homogéneamente. Este tipo de morfología seguirá predominando hasta un tiempo de envejecimiento de aproximadamente 2000 horas como se puede apreciar en la micrografía (b).

Para tiempos mayores a 2000 horas las partículas comienzan a esferoidizarse como se muestra en la micrografía (c) que corresponde a un tiempo de envejecimiento de 2380 horas.

Por último para tiempos del orden de 15000 horas se observa la unión de partículas formando láminas o placas como se puede observar en la micrografía (d).

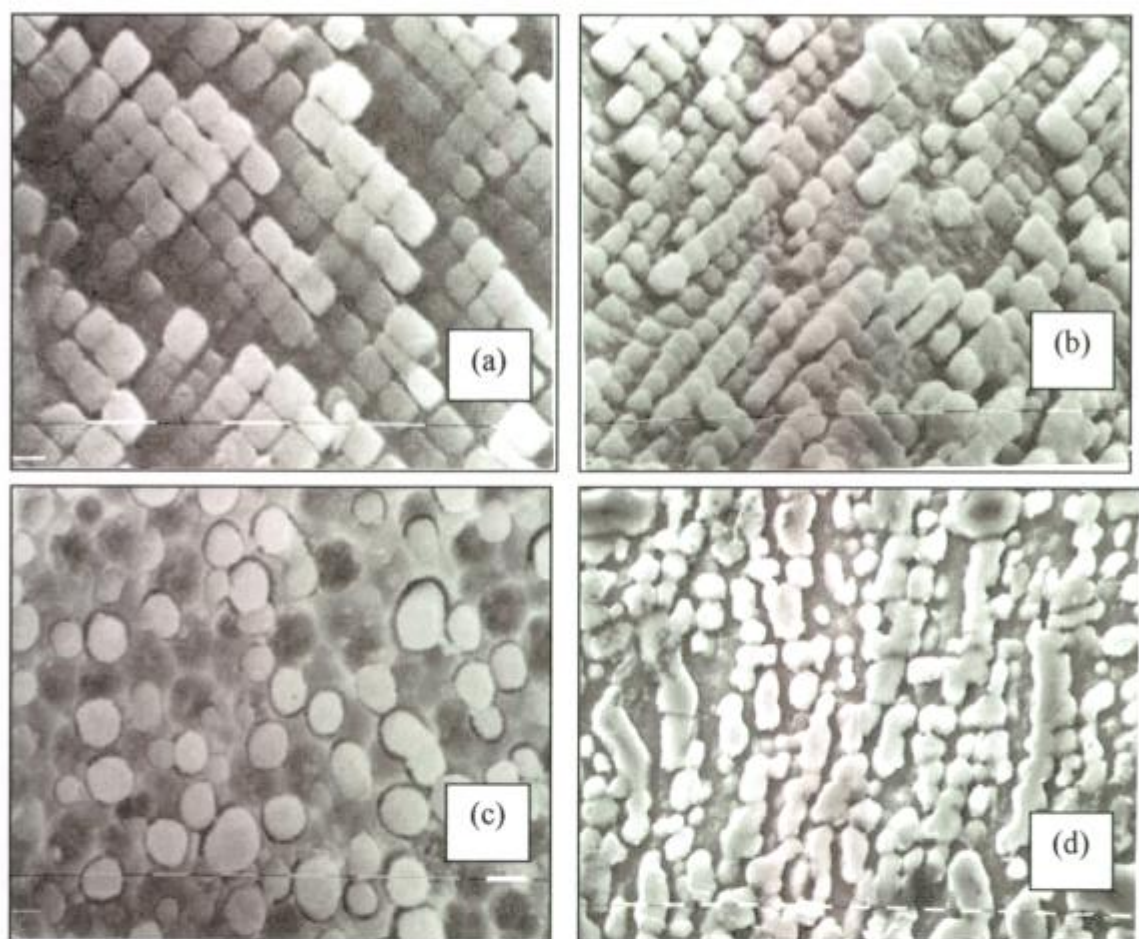


Figura 15. Micrografías electrónicas de barrido de muestras sometidas a tratamiento propuesto y enfiadas al aire. Evolución de la morfología de las partículas gamma prima. (a) 120 h (b) 1276 h (c) 2380 h (d) 15705 horas de envejecimiento. Escala 1 μm .

En la tabla 7 se representan los radios efectivos promedio obtenidos por la expresión (1) y el cociente entre el área y el perímetro de las partículas en función del tiempo de envejecimiento.

MUESTRA	TIEMPO (HS)	TIEMPO ^{1/3}	RADIO EFECTIVO (nm)	A/P (nm)
TA1	120	4.93	315.0	138.8
TA2	360	7.11	346.4	146.5
TA5	1125	10.40	374.8	154.2
TA6	1276	10.85	411.6	171.3
TA8	1708	11.95	475.0	187.9
TA9	2380	13.35	481.7	187.4
TA10	3652	15.40	440.4	174.8
TA11	5139	17.26	379.9	148.9
TA15	15705	25.04	485.4	175.3

Tabla7. Radio efectivo promedio y A/P en función del tiempo de envejecimiento.

En la figura 16 se grafica el radio efectivo promedio y el cociente entre área y perímetro de las partículas gamma prima en función de la raíz cúbica del tiempo de envejecimiento.

Se realiza el ajuste por cuadrados mínimos y se determina que el mismo es válido hasta tiempos de aproximadamente 2300 horas.

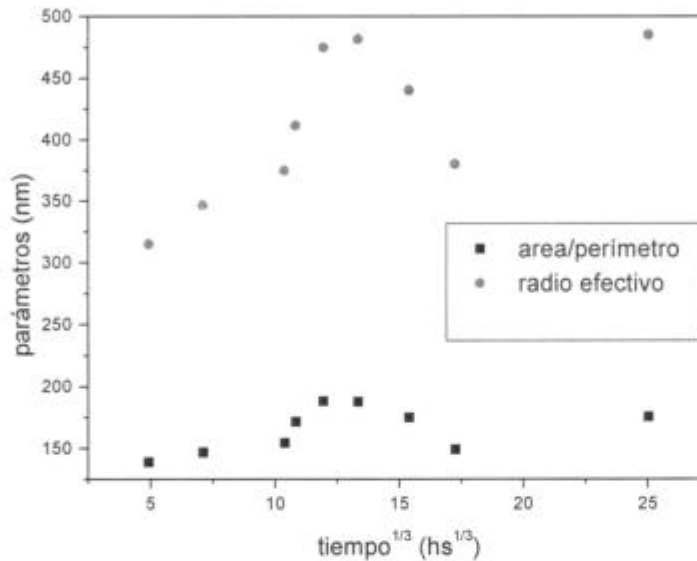


Figura 16. Muestras TA. Radio efectivo promedio y A/P en función de la raíz cúbica del tiempo de envejecimiento.

En la tabla 8 se representan los parámetros adimensionales en función del tiempo de envejecimiento.

MUESTRA	TIEMPO (HS)	TIEMPO ^{1/3}	P/L	A/L ²	L/2T
TA1	120	4.93	3.5	0.8	0.7
TA2	360	7.11	3.4	0.7	0.7
TA5	1125	10.40	3.1	0.5	0.9
TA6	1276	10.85	3.1	0.6	0.9
TA8	1708	11.95	3.0	0.5	1.0
TA9	2380	13.35	3.2	0.5	0.9
TA10	3652	15.40	3.1	0.5	1.0
TA11	5139	17.26	3.2	0.5	0.9
TA15	15705	25.04	3.0	0.4	1.0

Tabla 8. Muestras TA. Parámetros adimensionales en función del tiempo de envejecimiento.

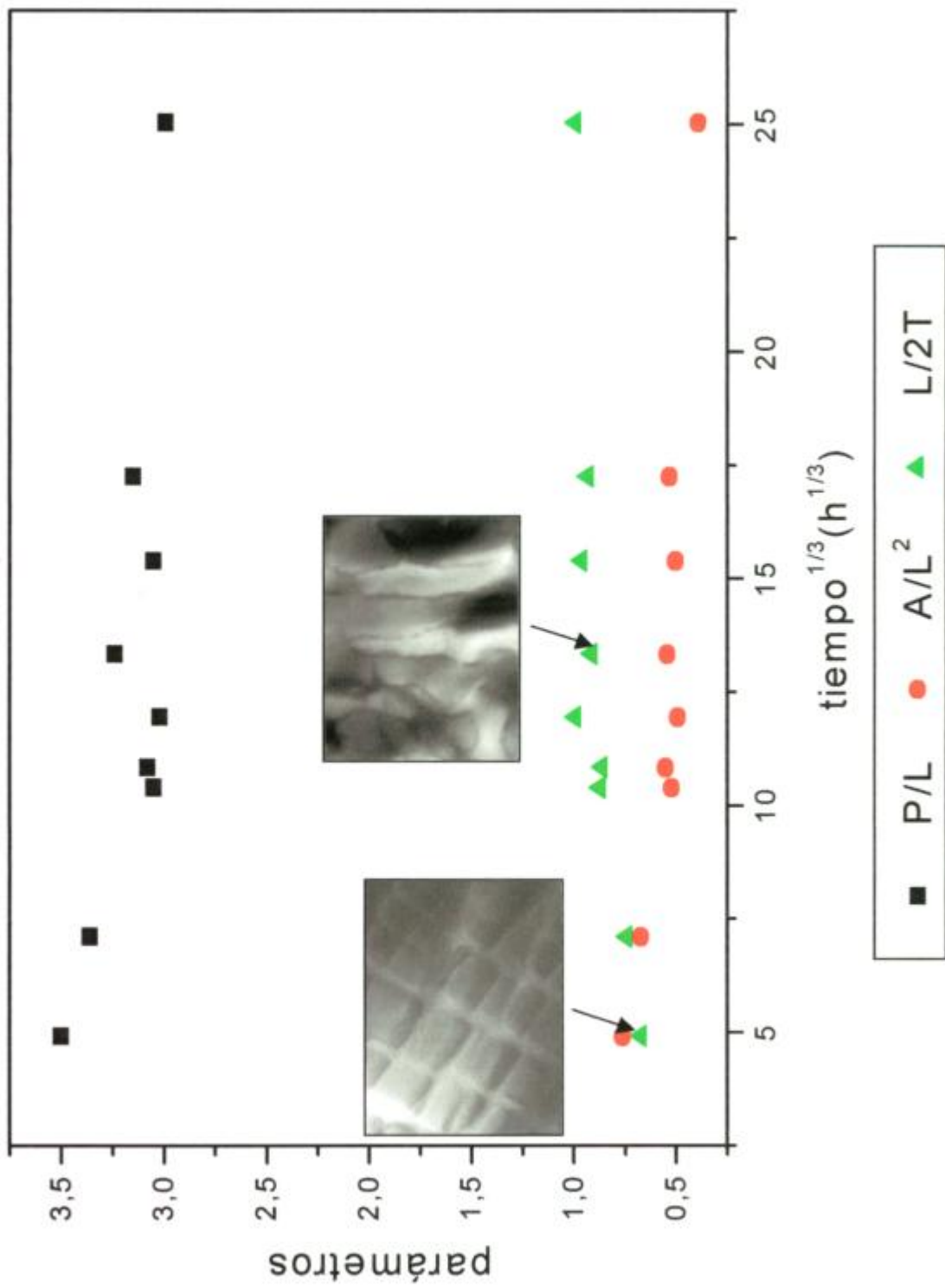
En la figura 17 se grafican los parámetros adimensionales en función de la raíz cúbica del tiempo de envejecimiento.

Se acompañan micrografías de microscopía electrónica de transmisión para observar el tipo de morfología de las partículas gamma prima.

La primer micrografía corresponde a una muestra envejecida 120 horas, mientras que la siguiente corresponde a una muestra envejecida 2380 horas.

Finalmente, en la figura 18 se grafican los parámetros adimensionales con sus respectivos errores en función de la raíz cúbica del tiempo de envejecimiento para cada uno de los tratamientos térmicos.

Figura 17. Muestras T.A. Parámetros adimensionales en función de la raíz cúbica del tiempo de envejecimiento.



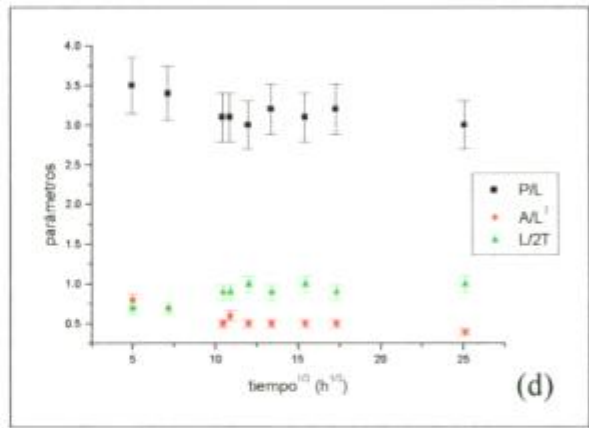
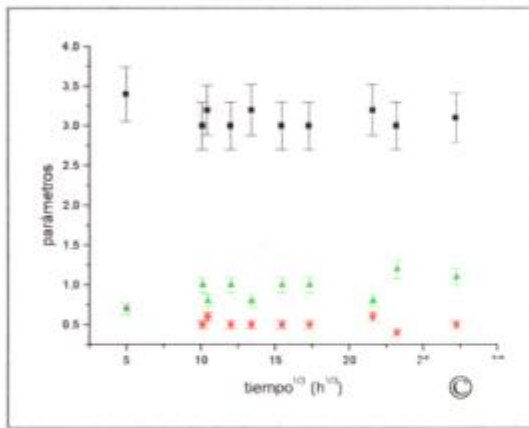
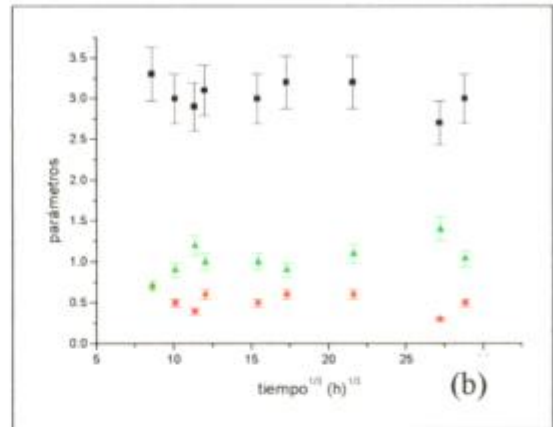
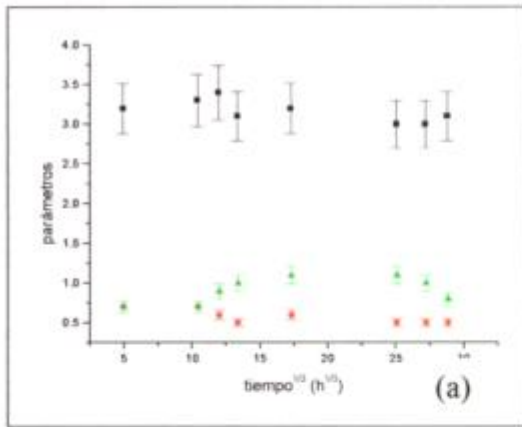


Figura 18. Parámetros adimensionales en función de la raíz cúbica del tiempo de envejecimiento (a) Muestras SQ, (b) Muestras SA, (c) Muestras TQ y (d) Muestras TA.

4.2.3 Discusión

En las secciones anteriores se han presentado los gráficos de radio efectivo en función de la raíz cúbica del tiempo de envejecimiento y de los parámetros adimensionales en función de la raíz cúbica del tiempo de envejecimiento para cada uno de los tratamientos térmicos.

De los gráficos de radio efectivo en función de la raíz cúbica del tiempo de envejecimiento resulta que:

- La cinética de crecimiento de las partículas gamma prima puede ser descrito por la teoría LSW para todos los tratamientos térmicos aproximadamente hasta las 2500 horas (figuras 7,10,13 y 16).
- El radio efectivo máximo corresponde a las muestras sometidas a tratamiento standard y templadas en agua para un tiempo de envejecimiento de 15705 horas.
- Para las muestras sometidas a tratamiento propuesto, la diferencia entre los valores máximos de los radios efectivos y los correspondientes a las muestras sin envejecer son menores a las mismas diferencias que corresponden a las muestras del tratamiento standard.

Uno de los objetivos de este trabajo fue el de encontrar parámetros sensibles al cambio de morfología de las partículas gamma prima.

Fueron propuestos los parámetros adimensionales P/L , A/L^2 y $L/2T$ donde L representa la longitud mayor de la partícula, T es su longitud transversal, A es su área y P su perímetro. Entre ellos el parámetro más sensible al cambio de morfología de las partículas gamma prima resultó ser $L/2T$ para las muestras sometidas a tratamiento standard.

Para todos los tratamientos térmicos se observó un comportamiento cíclico de estos parámetros, aunque no periódico, ya que el proceso no se repite con una frecuencia o período determinado. Este cambio de morfología se puede apreciar en las distintas micrografías que acompañan a los gráficos de los parámetros adimensionales en función del tiempo de envejecimiento (figuras 8,11,14 y 17).

De los gráficos de los parámetros adimensionales en función de la raíz cúbica del tiempo de envejecimiento resulta:

- El parámetro $L/2T$ alcanza los valores mínimos cuando las partículas gamma prima presentan simetría predominantemente cúbica o esférica, mientras los valores máximos los alcanza cuando las partículas se unen, y presentan morfología laminar y el desajuste entre la fase gamma y gamma prima es mayor.
- El parámetro A/L^2 , al contrario, alcanza los valores máximos cuando las partículas gamma prima presentan simetría predominantemente cúbica o esférica, mientras los valores mínimos los alcanza cuando las partículas se unen, y presentan morfología laminar y el desajuste entre la fase gamma y gamma prima es mayor.

En particular para las muestras sometidas a tratamiento standard y templadas al agua la morfología predominantemente cúbica se mantiene hasta las 1125 horas, esto no ocurre con los otros tratamientos térmicos.

Para este tiempo de envejecimiento, en los otros tratamientos térmicos, las partículas comienzan a elongarse, luego se unen, obteniéndose precipitados de forma laminar o formando listones.

Esto se aprecia en la figura 19 que corresponde a micrografías de transmisión de muestras sometidas a los distintos tratamientos térmicos para tiempos de envejecimiento entre 1015 horas y 1125 horas.

En ellas se aprecia la morfología cúbica de las partículas gamma prima de muestras con tratamiento standard y luego templadas al agua con un tiempo de envejecimiento de 1125 horas (micrografía a) y partículas que se elongan o se unen para las micrografías que corresponden a los otros tratamientos térmicos (micrografías b,c y d).

La micrografía (b) corresponde a una muestra sometida a tratamiento standard y normalizada con tiempo de envejecimiento de 1015 horas. La micrografía (c) corresponde a muestra sometida a tratamiento propuesto y templada en agua con un tiempo de envejecimiento de 1125 horas y la micrografía (d) corresponde a una muestra sometida tratamiento propuesto y normalizada con tiempo de envejecimiento de 1125 horas.



Figura 19 (a) : Muestra sometida a tratamiento standard y templada en agua envejecida 1125 horas.

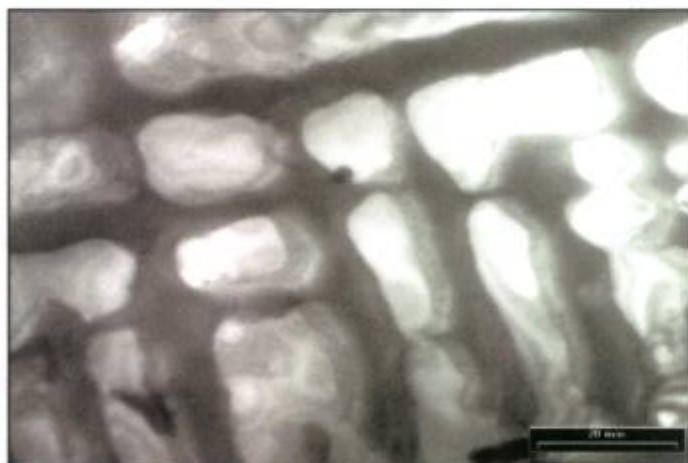


Figura 19 (b) : Muestra sometida a tratamiento standard y normalizada envejecida 1015 horas.

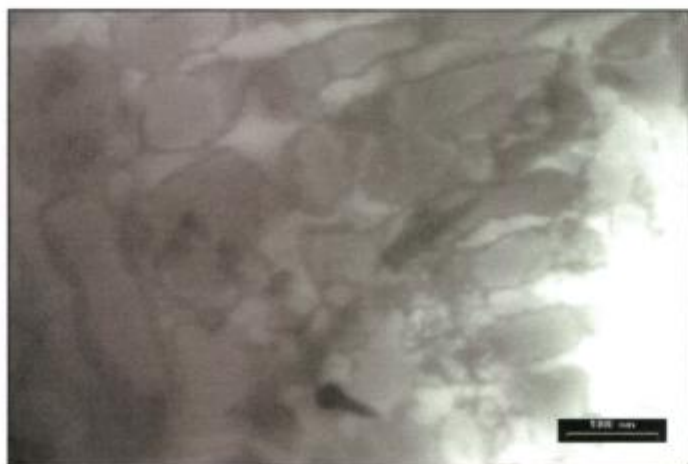


Figura 19 (c) Muestra sometida a tratamiento propuesto templada en agua envejecida 1125 horas.

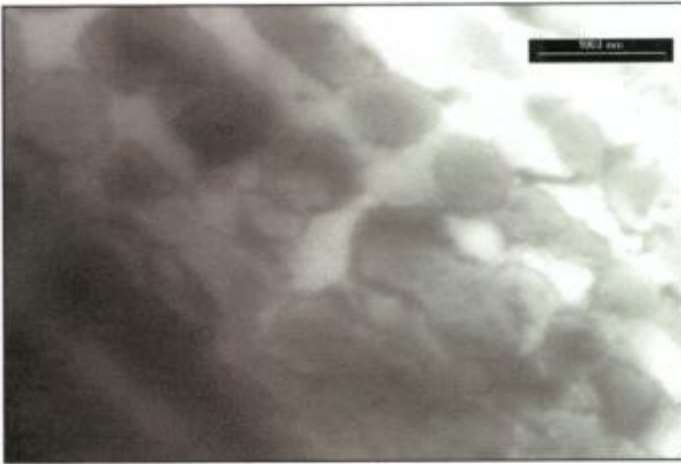


Figura 19 (d): Muestra sometida a tratamiento propuesto normalizada con tiempo de envejecimiento de 1125 horas.

Nótese la diferencia del tipo de morfología entre las micrografías.

4.3.Campo de tensiones y dislocaciones interfaciales

En las secciones anteriores se realizaron mediciones de distintos parámetros para determinar la cinética de crecimiento utilizando la técnica de microscopía electrónica de transmisión.

Debido a la mejor resolución en las técnicas de microscopía de transmisión, se obtuvieron micrografías con mayor detalle con el fin de comprender un poco más el fenómeno de crecimiento de las partículas gamma prima. En particular lo referente a la estructura de dislocaciones.

De las micrografías de transmisión se puede observar un incremento de la población de dislocaciones, debido al crecimiento de los precipitados de la fase gamma prima. Estos a medida que crecen producen desajustes en su red y se generan tensiones que se refleja en la generación de dislocaciones.

Independientemente del tratamiento térmico, pueden observarse dos tipos de dislocaciones diferentes:

- **dislocaciones interfaciales**, generadas dentro de las partículas gamma prima
- **dislocaciones de ajuste entre las fases gamma y gamma prima**, que reflejan las tensiones generadas en la red.

4.3.1.Dislocaciones interfaciales

Las figuras 20 y 21 corresponden a micrografías de transmisión de muestras sometidas al tratamiento standard y templadas en agua para tiempos de envejecimiento de 5139 horas y 23865 horas respectivamente. Se observan dislocaciones que atraviesan a las partículas gamma prima y en la última se observa un angostamiento del cuello que podría provocar la partición de la partícula.

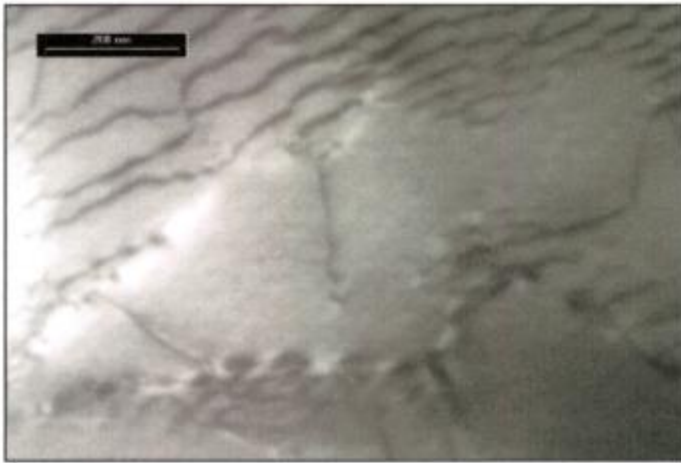


Figura 20. Micrografía electrónica de transmisión de muestra sometida a tratamiento standard y templada en agua.
 $t_{env}= 5139$ horas



Figura 21. Micrografía electrónica de transmisión de muestra sometida a tratamiento standard y templada en agua.
 $t_{env}=23865$ horas.

Estas dislocaciones también se observan para los distintos tratamientos térmicos y para distintos tiempos de envejecimiento, como se puede apreciar en las figuras 21, 22 y 23.

La figura 22 corresponde a una micrografía de una muestra sometida al tratamiento standard y luego enfriada al aire envejecida 1708 horas. La figura 23 corresponde a una micrografía de una muestra sometida al tratamiento propuesto y templada en agua con un tiempo de envejecimiento de 12441 horas y la figura 24 corresponde a una muestra sometida al tratamiento propuesto y luego enfriada al aire envejecida 15705 horas. En todas ellas se observan dislocaciones que atraviesan las partículas gamma prima.

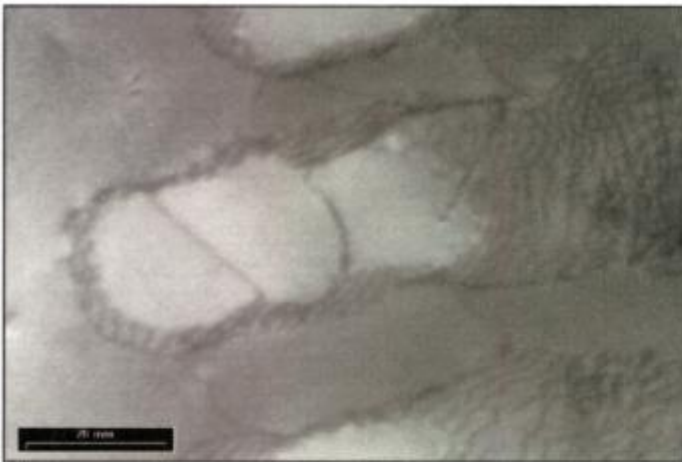


Figura 22. Micrografía electrónica de transmisión de muestra sometida a tratamiento standard enfiada al aire. $t_{env}=1708$ horas.

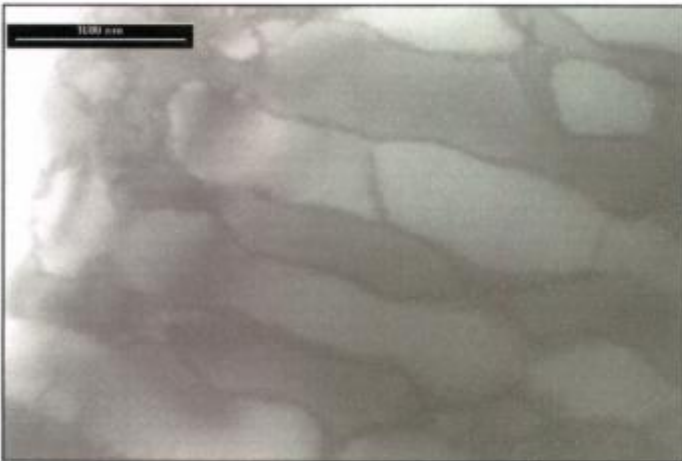


Figura 23. Micrografía electrónica de transmisión de muestra sometida a tratamiento propuesto templada en agua. $t_{env}=12441$ horas.

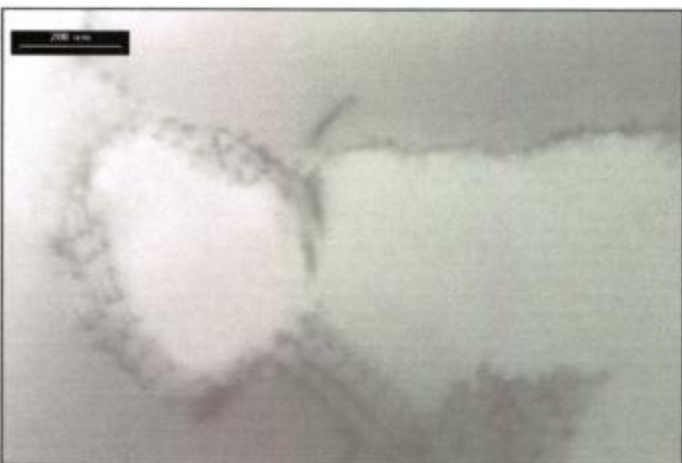


Figura 24. Micrografía electrónica de transmisión de muestra sometida a tratamiento propuesto enfiada al aire. $t_{env}=15705$ horas.

Obsérvese que donde aparecen estas dislocaciones, la partícula gamma prima se partirá o dividirá en otras más pequeñas. Este tipo de fraccionamiento de las partículas gamma prima es similar al hallado en trabajos con creep a baja carga y altas temperaturas¹. En estos trabajos se explica que los precipitados son atravesados por superdislocaciones formadas por dos vectores de Burgers en las direcciones $\pm a/2 \langle 01\pm 1 \rangle$ con un vector de Burgers resultante en la dirección $\langle 010 \rangle$ que es el que penetra en la fase gamma prima.

4.3.2. Dislocaciones de ajuste. Campo de tensiones

De la observación de las micrografías obtenidas por TEM vemos que la densidad de dislocaciones es baja entre las primeras 1000 horas de tiempo de envejecimiento. Esto se debe principalmente al tamaño pequeño que tienen los precipitados. Luego, a partir de las 10000 horas la densidad de dislocaciones aumenta considerablemente. En la figura 25 se observa alta densidad de dislocaciones. La micrografía corresponde a una muestra sometida al tratamiento standard y templada al agua con un tiempo de envejecimiento de 23865 horas.



Figura 25. Micrografía electrónica de transmisión de muestra sometida a tratamiento standard templada en agua. Tiempo de envejecimiento = 23865 horas. Se observa una alta densidad de dislocaciones.
13000 x

Las dislocaciones afectan la cinética de crecimiento por bajar la energía libre de los precipitados mediante la liberación de esfuerzos de coherencia y por constituirse en caminos rápidos para la difusión de átomos de soluto.

Las micrografías siguientes (figuras 26 y 27) corresponden a una muestra sometida a tratamiento standard y luego enfriada al aire con un tiempo de envejecimiento de 10012 horas.

Se observan partículas gamma prima de borde irregular inmersas en la matriz gamma y la interfase gamma-gamma prima está rodeada de dislocaciones.

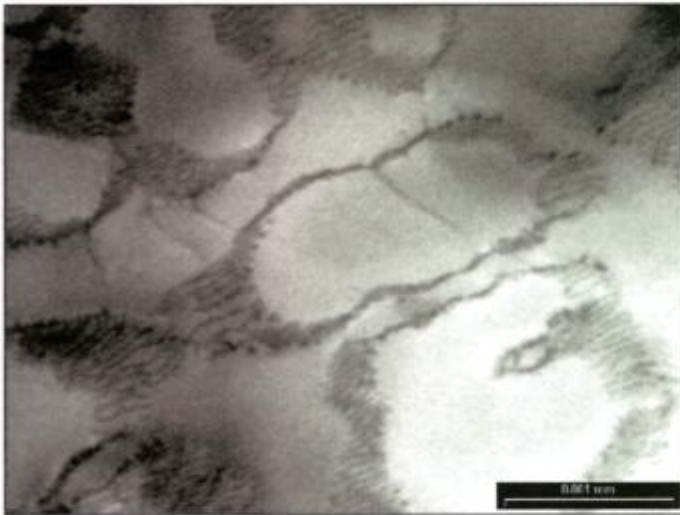


Figura 26. Micrografía electrónica de transmisión de muestra sometida a tratamiento standard y enfriada al aire. Tiempo de envejecimiento = 10012 horas.

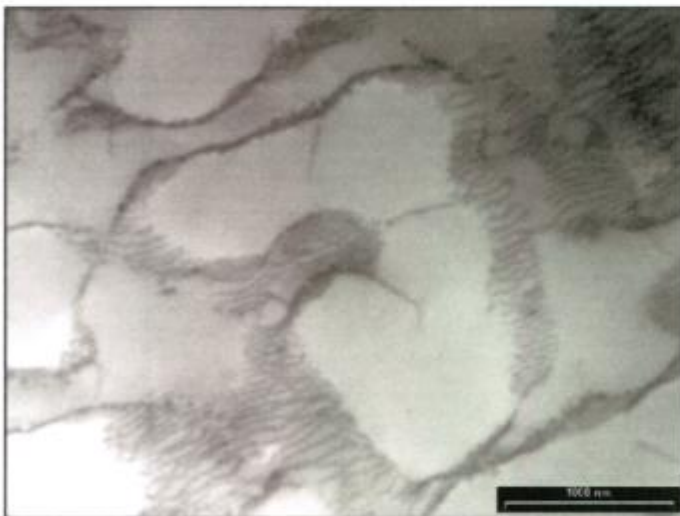


Figura 27. Micrografía electrónica de transmisión de muestra sometida a tratamiento standard y enfriada al aire. Tiempo de envejecimiento = 10012 horas.

La figura 28 corresponde a una micrografía de una muestra con tratamiento standard templada en agua con un tiempo de envejecimiento de 15705 horas. Se observa unión de partículas y partición de otras. Esta morfología es irregular y completamente diferente a la morfología cúbica para bajos tiempos de envejecimiento. Se observan partículas gamma prima deformadas de tamaño menor. Como en los estadios anteriores la morfología era laminar, podemos suponer que las partículas se hallan fraccionado.

Esto hace pensar que el fenómeno de crecimiento de las partículas gamma prima es un proceso cíclico y no asintótico como en trabajos anteriores².

Es decir, para tiempos de envejecimiento de hasta 1000 horas, la morfología de las partículas gamma prima es cúbica. Por coalescencia, las partículas se unen y adquieren una morfología laminar, luego para altos tiempos de envejecimiento algunas se fraccionan por la presencia de dislocaciones que las atraviesan, obteniéndose partículas de tamaño menor que reiniciarían el proceso de coarsening.

Esto se corrobora con el comportamiento cíclico de los parámetros adimensionales en función de la raíz cúbica del tiempo de envejecimiento para todos los tratamientos térmicos.



Figura 28. Micrografía electrónica de transmisión de muestra con tratamiento standard templada en agua con un tiempo de envejecimiento de 15705 horas. Nótase la unión de partículas y la partición de otras.

Referencias

¹ Eggeler,G.,Dlouhy,A., Acta mater., Vol 45, 10 (1997) 4251.

² Ges,A.,Palacio,H.,Versaci,R., Journal of Materials Science 32 (1997) 3687.

5 Conclusiones generales y sugerencias para futuros trabajos

En el capítulo anterior se ha descrito y discutido las observaciones experimentales realizadas. Pero sin embargo es conveniente hacer una revisión general de las principales conclusiones y de las futuras líneas de investigación que surgirán de este trabajo.

Conclusiones

- De los gráficos de radio efectivo en función del tiempo de envejecimiento se desprende que la cinética de crecimiento de las partículas gamma prima cumple con la teoría LSW, para tiempos de envejecimiento menores a las 2500 horas, independientemente del tratamiento térmico realizado.
- El parámetro radio efectivo presenta un comportamiento lineal en función de la raíz cúbica del tiempo para tiempos de envejecimiento bajos, luego se observa una oscilación del mismo para tiempos de envejecimiento mayores. Resulta entonces que el parámetro radio efectivo no tiene en cuenta la morfología de las partículas gamma prima, luego es necesario definir parámetros sensibles a la misma.
- Los parámetros adimensionales propuestos fueron P/L , A/L^2 y $L/2T$ donde L representa la longitud mayor de la partícula, T es su longitud transversal, A su área y P su perímetro. Estos parámetros fueron sensibles al cambio de morfología de las partículas. El comportamiento de los mismos en función del tiempo de envejecimiento es cíclico pero no periódico, ya que el proceso no se repite con una frecuencia o período determinado.

- De los gráficos de los parámetros adimensionales en función del tiempo de envejecimiento resulta que:
 - El parámetro $L/2T$ alcanza los valores mínimos cuando las partículas gamma prima presentan simetría predominantemente cúbica o esférica, mientras que los valores máximos los alcanza cuando las partículas se unen y el desajuste entre la fase gamma y gamma prima es mayor.
 - El parámetro A/L^2 alcanza los valores máximos cuando las partículas gamma prima presentan simetría predominantemente cúbica o esférica, mientras que los valores mínimos los alcanza cuando las partículas se unen o el desajuste entre la fase gamma y gamma prima es mayor.
 - El parámetro P/L no presenta variaciones en función del tiempo de envejecimiento.
- Haciendo un seguimiento de las micrografías electrónicas de barrido y transmisión se ve que el crecimiento de los precipitados de gamma prima está regido principalmente por la coalescencia.

Así mismo se puede observar un incremento de la población de dislocaciones, debido al crecimiento de los precipitados.

La densidad de dislocaciones es baja entre las primeras 1000 horas de envejecimiento y la morfología predominante de las partículas gamma prima es cúbica para todos los tratamientos térmicos.

Con mayor o menor rapidez, se ve que las partículas gamma prima de morfología cúbica se elongan, formándose precipitados de gamma prima de forma laminar o irregular. Estos precipitados están rodeados de campos densos de dislocaciones.

Para tiempos mayores a las 15000 horas se observa fraccionamiento de partículas gamma prima con tamaño menor al que corresponde a tiempos de envejecimiento anteriores. Esto hace presuponer que el crecimiento de las partículas gamma prima sea cíclico y no asintótico.

Propuestas para futuros trabajos

En los futuros trabajos sería importante:

- Caracterizar los campos de tensiones involucrados en el proceso de crecimiento de la fase gamma prima. Estudiar la orientación de las dislocaciones de los campos de tensiones.
- Realizar diagramas de difracción para las fases ordenadas.
- Contar con muestras con tiempo de envejecimiento más contiguas entre las últimas horas o con tiempos mayores a las 24000 horas, para verificar si el proceso continúa siendo cíclico.
- Verificar la presencia de la fase gamma prima secundaria. Si está presente ver cómo ésta afecta al campo de tensiones.

6 Apéndice: Presentaciones a congresos y publicaciones

6.1 Trabajos presentados en congresos internacionales

“Estudio de la cinética de crecimiento de las partículas gamma prima en la superaleación INCONEL 713-C”. V.C.Repetto, P.B.Bozzano, R.A.Versaci, IV Coloquio Latinoamericano de Fractura y Fatiga, Neuquén, Argentina. (Agosto 2000)

6.2 Publicaciones internacionales

“Grow kinetics of gamma prime particles in Inconel 713-C superalloy”. V.C. Repetto, P.B. Bozzano, R.A.Versaci. (enviado a Latin American Applied Research)

COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA
CENTRO DE INFORMACION C.A.C