

EFFECTO DE LOS TRATAMIENTOS TÉRMICOS EN LA MICROESTRUCTURA Y PROPIEDADES DE LA ALEACIÓN ALLOY 625

M. Angulo¹, A. López², R. Rodríguez², B. Calleja², T. Guraya¹

¹eMERG – Escuela de Ingeniería de Bilbao, Pº Rafael Moreno Pitxitxi, 3. 48013 Bilbao.
teresa.guraya@ehu.eus

²Tubacex Innovación, A.I.E. – Astondo bidea, Edificio 612, Parque Científico y Tecnológico de Bizkaia, 48160 Derio.

Resumen: La aleación Alloy 625 es conocida por sus excelentes propiedades mecánicas y de corrosión. Las fases endurecedoras γ' y γ'' contribuyen a una mejora adicional de la resistencia mecánica. En este trabajo se ha estudiado la formación de estas fases vía tratamientos térmicos. Se ha analizado la microestructura generada tras los tratamientos térmicos, así como las propiedades mecánicas y la resistencia a corrosión del material.

Palabras clave: Alloy 625, tratamientos térmicos, endurecimiento por precipitación.

1.- INTRODUCCIÓN

La aleación Alloy 625 es una aleación base níquel que combina buena fabricabilidad, alta resistencia a la corrosión y excelente resistencia mecánica hasta alta temperatura debido al alto contenido de elementos aleantes en su composición [1,2].

Este material, fue concebido como una aleación endurecida por solución sólida debido a su contenido en cromo y molibdeno, aun así, se ha probado que es sensible al endurecimiento por precipitación de fases secundarias y carburos tras largas exposiciones a temperaturas en el rango de 550-750 °C [1, 3] Las fases secundarias γ' y γ'' , tienen un gran impacto en las propiedades mecánicas del material [1].

Además, se ha comprobado que el Alloy 625 es sensible a pequeños cambios en la composición de sus aleantes y que la temperatura y tiempo de permanencia de los tratamientos de solubilización y envejecimiento pueden causar efectos opuestos en las propiedades del material. [1, 4].

En este contexto, se emprende este proyecto con el objetivo de incrementar las características mecánicas de la aleación base níquel Alloy 625, y de este modo, conseguir un producto de mejores prestaciones. Para ello, se estudiarán en detalle las posibilidades de endurecimiento del material vía tratamientos térmicos que provoquen la precipitación de fases endurecedoras. Los tratamientos que se propongan a su vez, no deberán disminuir la resistencia a la corrosión del material.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

Material y tratamientos térmicos

El material de partida es una barra laminada en caliente de Alloy 625 tratada térmicamente mediante un solubilizado a 1010 °C durante 1 hora, suministrada por Tubacex Innovación, A.I.E.. A partir de esta barra, se

han mecanizado probetas que han sido tratadas térmicamente en horno de laboratorio, para estudiar la precipitación de fases endurecedoras.

Por un lado, se ha realizado una batería de 16 tratamientos térmicos (TT) sistemáticos para estudiar el efecto del solubilizado y del envejecimiento sobre las propiedades del material. Han consistido en:

- Un tratamiento de solubilizado adicional a 1010º, 970º y 870 °C.
- Un tratamiento de solubilizado adicional a 1010º, 970º y 870 °C y un posterior tratamiento de envejecimiento a 650 °C durante 4, 8 ó 16 horas.
- Un tratamiento de envejecimiento a 650 °C durante 4, 8 ó 16 horas sobre el material sin solubilizado adicional previo.

Por otro lado, se han llevado a cabo varios tratamientos especiales para promover cambios microestructurales concretos:

- Solubilización de fases: se pretende solubilizar las posibles fases presentes en el material de suministro, para lo cual se ha realizado un tratamiento de solubilización durante 1 hora a 1150 °C. Para generar la precipitación de las fases endurecedoras se ha realizado un posterior tratamiento de envejecimiento a 650 °C durante 16 horas.
- Maximizar precipitación γ' : tras el tratamiento de solubilización a 1010 °C se ha realizado un envejecimiento con tiempo más prolongado (100 horas).
- Formación de γ'' : se ha realizado un doble tratamiento de envejecimiento después del tratamiento de solubilización adicional a 870 °C, con un primer envejecimiento a 735 °C durante 8 horas y un segundo tratamiento a 621 °C durante 8 horas [5].

Caracterización microestructural

Para caracterizar la microestructura del Alloy 625 tras los tratamientos térmicos, las muestras se han analizado mediante microscopía óptica (MO) y una selección de ellas mediante microscopía electrónica de barrido (MEB). Para el estudio mediante MO, las muestras se han preparado metalográficamente mediante pulido mecánico hasta acabado a espejo tras lo cual se ha revelado la microestructura a través de ataque químico por inmersión en una disolución de cloruro férrico.

Para el análisis mediante MEB han sido preparadas mediante dos técnicas distintas. La primera ha consistido en un pulido mecánico con acabado fino mediante suspensión de sílice coloidal y la segunda en un pulido electrolítico en una mezcla de HClO_7 y etanol.

Caracterización mecánica

Se han realizado los ensayos de tracción a todas las muestras a temperatura ambiente y a $121\text{ }^\circ\text{C}$ según norma ASTM 370-14 [6]. En las curvas tensión-deformación se han medido las siguientes propiedades: límite elástico (LE) al 0.2%, resistencia máxima a tracción (RMT) y % de alargamiento a rotura.

Caracterización a corrosión

Para evaluar la resistencia a corrosión de las distintas muestras generadas, se ha llevado a cabo el ensayo de corrosión intergranular según norma ASTM G28 método A [7]. El ensayo se realiza mediante inmersión durante 120 h en una disolución de 600cm^3 , 50% H_2SO_4 y 50% $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$. Una vez finalizado el ensayo se ha calculado la pérdida en peso (generalmente expresada en mm/año) que ha sufrido el material. Una profundidad de ataque aceptable para la aleación Alloy 625 en el ensayo G28A es 1 mm/año [7].

3. RESULTADOS

Caracterización microestructural

El material de partida muestra una microestructura típica de las aleaciones de níquel con un tamaño dual y una abundante precipitación (Figura 1a). Mediante la técnica de dispersión de Rayos X (EDX) acoplada al MEB, se han identificado dos tipos de partículas: las más gruesas, ricas en Nb distribuidas por la matriz (Figura 1b), y las partículas más finas en junta de grano cuya composición corresponde a carbonitruros ricos en Nb y Ti (Figura 1c).

En el estudio de la microestructura de las muestras sometidas a los TT sistemáticos se ha observado que es bastante parecida a la del material de suministro y que persiste la presencia de carburos ricos en Nb y carbonitruros ricos en Nb y Ti.

En el estudio de la microestructura del material sometido a los TT específicos se han observado diferentes características. El tratamiento de solubilizado a $1150\text{ }^\circ\text{C}$ seguido de 16 h de envejecimiento a $650\text{ }^\circ\text{C}$ ha provocado una microestructura completamente recrystalizada, con un apreciable crecimiento del tamaño de grano, en la que se siguen observando los carburos y carbonitruros primarios (Figura 2a), características que

se producen por el uso de una temperatura de recrystalización superior. El tratamiento de envejecimiento de 100 horas a $650\text{ }^\circ\text{C}$ ha producido una precipitación muy fina en junta de grano de partículas ricas en niobio, que posiblemente correspondan a carburos (Figura 2b). Finalmente, el doble tratamiento de envejecimiento ha generado una microestructura en la que se aprecia la formación en junta de grano dos tipos de partículas, unas ricas en Cr (tono más oscuro en la micrografía de la figura 2c), que pueden corresponder a carburos de cromo, y otras ricas en Mo (tono claro en micrografía de la figura 2c), que pueden corresponder a una fase intermetálica.

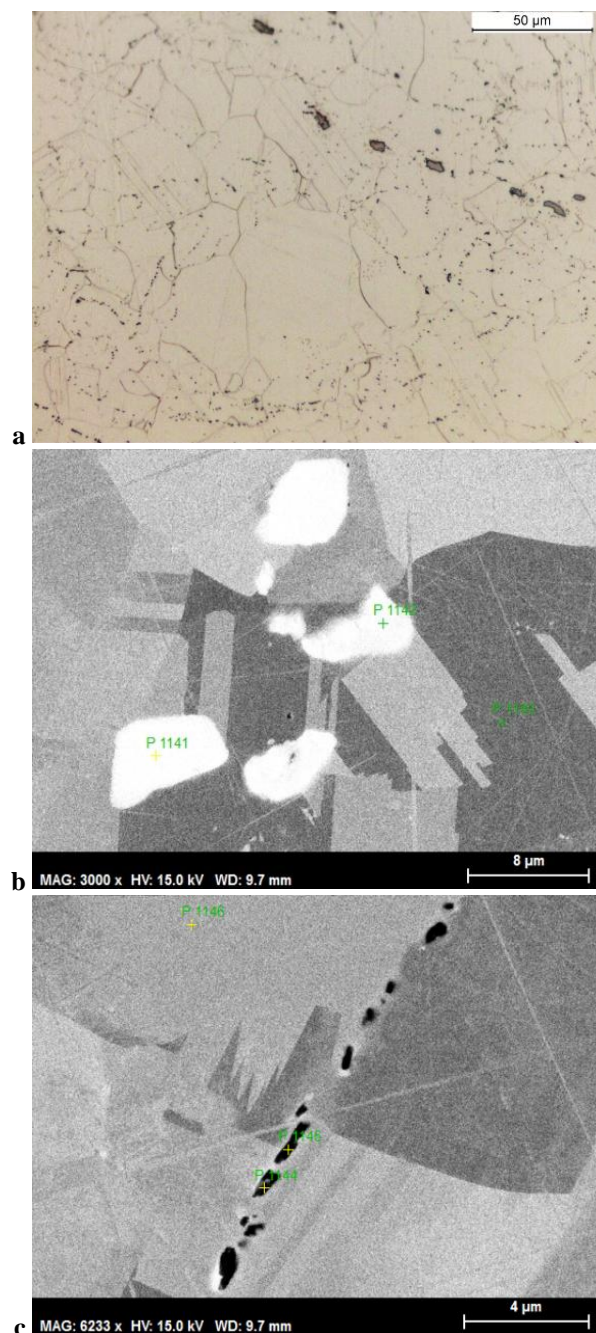


Figura 1. a. Microestructura del material original. b. Carburos ricos en Nb. c. Carbunitruros ricos en Nb y Ti en junta de grano

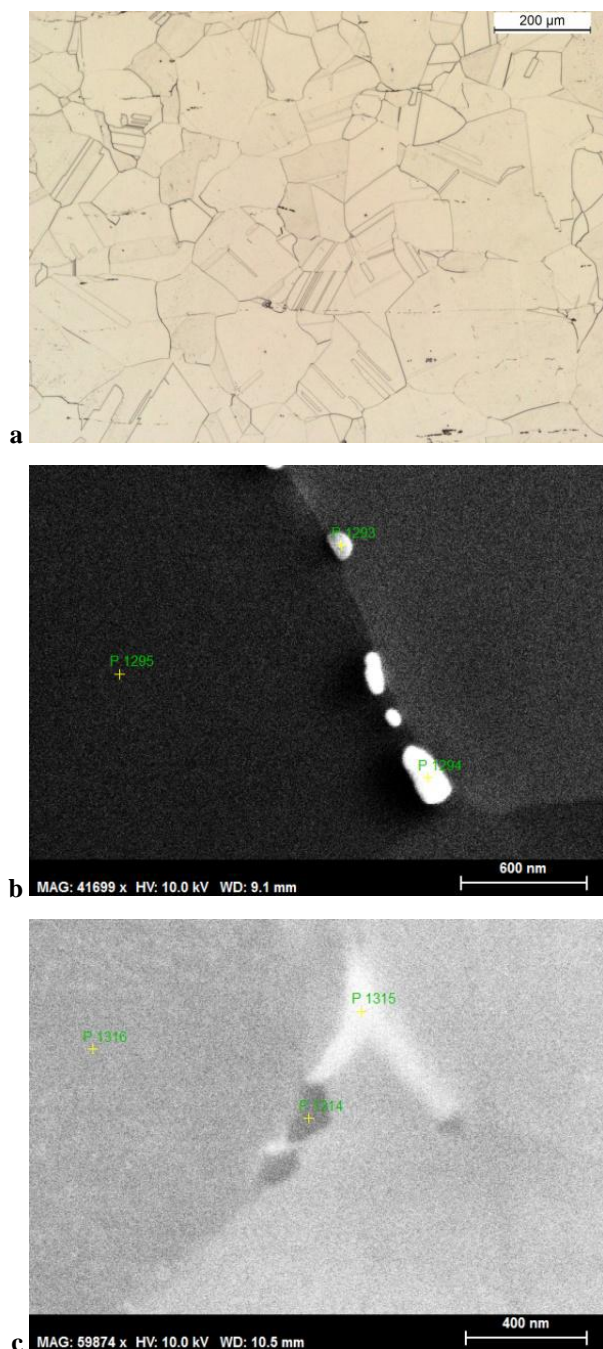


Figura 2. Microestructura del material tras los tratamientos térmicos especiales. **a.** solubilizado a 1150°C y TT envejecimiento a 650°C durante 16 h. **b.** solubilizado a 1010°C y envejecimiento a 650°C durante 100 h. **c.** Doble tratamiento de envejecimiento a 735°C durante 8h seguido de 621°C durante 8 h.

Caracterización mecánica

En la tabla 1 se han resumido los resultados de LE y RMT para el ensayo de tracción a temperatura ambiente. Los resultados obtenidos en los ensayos realizados a 121°C son muy similares a los obtenidos a temperatura ambiente. La mayoría de los valores obtenidos superan el mínimo requerido por la norma ASTM B444-06, con valores de LE y RMT superiores a 414 MPa y 827 MPa respectivamente [8].

En los TT sistemáticos se observa que el LE y la RMT aumentan al disminuir la temperatura de solubilización y aumentar el tiempo de envejecimiento. Este efecto es más notable en el LE.

En cuanto a los TT específicos, se observa que la muestra correspondiente al tratamiento de envejecimiento tras solubilizado a 1150 °C, no superan los límites establecidos por norma. El tratamiento de envejecimiento a 650°C durante tiempo muy prolongado (100 horas) genera un gran aumento en las propiedades mecánicas. Por último, el doble envejecimiento produce un material con una resistencia mecánica pobre, incluso menor si se compara con el tratamiento sistemático con un envejecimiento de 16 horas a 650°C.

	T _{sol} (°C)	T _{env} (°C)	T _{ambiente} (°C)	
			LE (MPa)	RMT (MPa)
TT sistemáticos	1010	Sin T _{env}	391	846
	1010	650-4h	401	862
	1010	650-8h	408	857
	1010	650-16h	413	860
	970	Sin T _{env}	410	863
	970	650-4h	427	880
	970	650-8h	428	883
	970	650-16h	434	884
	870	Sin T _{env}	417	859
	870	650-4h	428	867
	870	650-8h	447	873
	870	650-16h	518	921
	Sin T _{sol}	Sin T _{env}	454	884
	Sin T _{sol}	650-4h	452	875
Sin T _{sol}	650-8h	478	886	
Sin T _{sol}	650-16h	529	936	
TT especial	1150	650-16h	327	768
	1010	650-100h	704	1093
	870	735 8h +621-8h	505	904

Tabla 1. Resultados de LE y RMT medidos en los ensayos de tracción a temperatura ambiente.

Caracterización a corrosión

En lo referente a los ensayos de corrosión, los valores obtenidos se recogen en la Tabla 2. La mayoría de los resultados están por debajo del máximo generalmente admitido por la industria petroquímica de una profundidad de ataque de 1 mm/año [9]. Los tratamientos de envejecimiento a 16 horas sin solubilizado adicional y el solubilizado a 870°C, así como el TT especial de 100 horas y el de doble envejecimiento dan resultados de resistencia a la corrosión que están por encima del valor de referencia (1 mm/año). Entre estos valores, destacan dos de ellos correspondientes a dos de los tratamientos específicos, en concreto al doble envejecimiento y el de mayor tiempo de envejecimiento, por tener valores de profundidad de ataque muy elevados, 6.85 y 7.86 mm/año respectivamente.

	Tsol (°C)	Tenv (°C) - tiempo	Profundidad ataque (mm/año)
TT sistemáticos	1010	Sin Tenv	0.13
	1010	650-16h	0.41
	970	650-16h	0.91
	870	Sin Tenv	0.88
	870	650-16h	2.98
	Sin Tsol	Sin Tenv	0.41
	Sin Tsol	650-4h	0.39
	Sin Tsol	650-8h	0.55
	Sin Tsol	650-16h	1.08
TT especial	1150	650-16h	0.62
	1010	650-100h	6.85
	870	735-8h +621-8h	7.86

Tabla 2. Resultados del ensayo de corrosión G28

5.- CONCLUSIONES

De este estudio se concluye que:

- El material presenta propiedades mecánicas más bajas tras un tratamiento de solubilizado adicional. Este detrimento en las propiedades mecánicas se agrava al aumentar la temperatura del solubilizado.
- No se observan cambios notables en la microestructura tras los tratamientos de envejecimiento con las técnicas de análisis empleadas. Sin embargo, las propiedades mecánicas se incrementan cuanto mayor es el tiempo de permanencia.
- El tratamiento de solubilizado a 1150 °C ha producido un aumento del tamaño de grano muy acusado, e incluso tras el tratamiento de envejecimiento se han obtenido las características mecánicas más bajas.
- Con tiempos de envejecimiento muy prolongados de 100 horas, el material presenta una resistencia mecánica muy elevada, pero con baja resistencia a la corrosión. El incremento en propiedades mecánicas podría estar relacionado con la precipitación de las fases endurecedoras γ' y γ'' , que sin embargo no han sido observadas mediante las técnicas de análisis empleadas.
- En el doble tratamiento de envejecimiento, tanto las propiedades mecánicas del material como la resistencia a la corrosión son bajas. Al igual que en el caso anterior, no se ha conseguido detectar la precipitación de la fase γ'' .

Finalmente, tras el trabajo realizado se propone como tratamiento de mejora de las propiedades mecánicas sin penalizar el comportamiento frente a la corrosión, el tratamiento de envejecimiento a 650°C durante 16 h aplicado directamente sobre el material suministrado. Este tratamiento produce un incremento del 15% en el LE y del 6% en la RMT.

Como trabajo futuro, sería adecuado el análisis de las muestras con mayores características mecánicas

mediante una técnica de microscopía de mayor resolución, como puede ser la microscopía de transmisión, con el objetivo de detectar la presencia de fases endurecedoras.

6.- REFERENCIAS

- [1] Shaikh M. A., "Precipitation hardening in Inconel 625", *Materials Science and Technology*, 2006, 16, 129-132.
- [2] Mataveli Suave L., "Impact of microstructural evolutions during thermal aging of Alloy 625 on its monotonic mechanical properties", *MATEC Web Conferences* 14, 21001 (2014).
- [3] Shaikh M. A., "Microstructural and mechanical properties of Inconel 625 superalloy", *Journal of Nuclear Materials*, 2001, 288, 222-232.
- [4] Eiselstein H. L., "The invention and definition of Alloy 625", Ed. The Minerals, Metals and Materials Society, 1991.
- [5] Vander Voort G. F., Bowman J. W. and Frank R. B., "Microstructural characterization of custom age 625 plus alloy", *Superalloys 718, 625, 706 and various derivatives*. Ed. E.A. Loria. The Minerals, Metals & Materials Society, 1994
- [6] ASTM 370-14. "Standard Test Methods and Definitions for Mechanical Testing of Steel Products"
- [7] ASTM G28-11 "Standard Test Methods for Pitting and Crevice Corrosion Resistance of Stainless Steels and Related Alloys by Use of Ferric Chloride Solution"
- [8] ASTM B444-06. "Standard Specification for Nickel-Chromium-Molybdenum-Columbium Alloys (UNS N06625 and UNS N06852) and Nickel-Chromium-Molybdenum-Silicon Alloy (UNS N06219) Pipe and Tube"
- [9] MESC SPE 74/026, "Nickel Alloy Pipe (Supplements to ASTM B444)". November 2012.