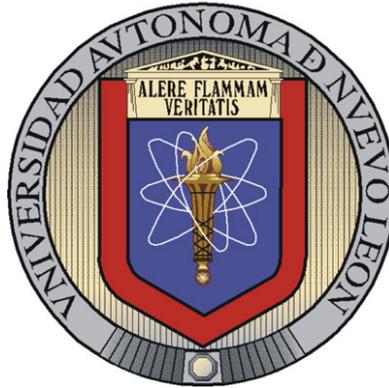


UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA



**ANÁLISIS MICROESTRUCTURAL DE UNA SUPERALEACIÓN
Fe–Ni–Co BAJO DIFERENTES CONDICIONES TÉRMICAS Y
MECÁNICAS**

MONTERREY, NUEVO LEÓN

POR

GABRIELA GONZÁLEZ JUÁREZ

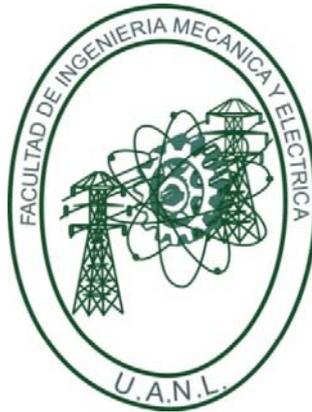
T E S I S

COMO REQUISITO PARA OBTENER EL GRADO DE MAESTRÍA
EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA MECÁNICA CON
ESPECIALIDAD EN MATERIALES

NOVIEMBRE DE 2010

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA



**ANÁLISIS MICROESTRUCTURAL DE UNA SUPERALEACIÓN
Fe–Ni–Co BAJO DIFERENTES CONDICIONES TÉRMICAS Y
MECÁNICAS**

MONTERREY, NUEVO LEÓN

POR

GABRIELA GONZÁLEZ JUÁREZ

T E S I S

COMO REQUISITO PARA OBTENER EL GRADO DE MAESTRÍA
EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA MECÁNICA CON
ESPECIALIDAD EN MATERIALES

NOVIEMBRE DE 2010

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN
FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA

DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSTGRADO

Los miembros del comité de la tesis recomendamos que la tesis "**Análisis microestructural de una superaleación Fe – Ni – Co bajo diferentes condiciones térmicas y mecánicas**" realizada por la Ing. Gabriela González Juárez sea aceptada para su defensa como opción al grado de Maestro en Ciencias de la Ingeniería Mecánica con especialidad en Materiales.

El Comité de Tesis



Asesor

Dra. Martha Patricia Guerrero Mata.


Coasesor

Dr. Rafael Colás Ortiz.


Coasesor

Dr. Yvan Houbaert.



Vo. Bo.

Dr. Moisés Hinojosa Rivera

San Nicolás de los Garza, N. L., Noviembre de 2010

DEDICATORIA

A Dios, por su infinita compañía.

A mis padres Pueblito y Alfonso, a mis hermanos Victoria, Erendira, Edgar y Darío y a mi familia porque indudablemente me apoyan y creen en mí.

A Angel, por su amor, su respeto y su apoyo incondicional.

A Antonio y Martha, y a sus hijos Gera y Tony, por su orientación, su cariño familiar y su valiosa amistad.

A ellos dedico esta obra, porque siempre han sido los motores de mi vida y me han formado. Muchas, muchas gracias.

AGRADECIMIENTOS

A la Universidad Autónoma de Nuevo León, porque me ha dado las oportunidades, el conocimiento y las herramientas para mi crecimiento profesional y personal.

A la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica y al Doctorado en Ingeniería de Materiales por el apoyo otorgado para la realización de este proyecto.

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología, CONACYT, por haberme brindado la oportunidad y el apoyo necesario para realizar este proyecto.

A la empresa FRISA AEROSPACE por el material donado para el desarrollo de varias investigaciones en conjunto con investigadores de esta facultad.

A la Dra. Martha Patricia Guerrero Mata por la confianza, apoyo y conocimientos compartidos que me ha brindado a lo largo de estos años; por ser promotora y guía de mi crecimiento profesional, y por su valiosa amistad.

Al Dr. Rafael Colás Ortiz por su asesoramiento, orientación y ayuda durante el desarrollo de este proyecto.

Al Prof. Yvan Houbaert por permitirme realizar y concretar parte importante de los estudios de este proyecto en la Universidad de Gante, en Bélgica.

A la Dra. Maribel de la Garza por su ayuda y asesoramiento para el desarrollo de este trabajo.

A Fernando González Cámara por sus valiosos conocimientos compartidos durante mi estancia mixta, por su asesoramiento y guía sobre microscopía, por su grato compañerismo.

A Nuria Sánchez Mouriño por su ayuda, orientación y compañerismo que hicieron mi estancia más agradable.

Al Dr. Ignacio Álvarez, Dr. Arturo Juárez, Dr. Domingo García, Dr. Marco Garza y Dr. Eduardo Valdés por todos sus conocimientos compartidos y orientaciones para este trabajo.

A todos los doctores del DIMAT que siempre me han apoyado, orientado y guiado en mi crecimiento profesional durante toda mi estancia en el Postgrado de Materiales.

A los profesores del área de materiales de nivel licenciatura que me apoyaron y me ayudaron en este proyecto y por todos sus conocimientos compartidos.

A mis amigas y compañeras Karina, Paola, Dana, Gris e Isabel con las cuales he convivido y compartido muchos de los mejores momentos de mi vida.

A todos mis compañeros del DIMAT de los que he aprendido mucho, por compartir su amistad.

A mis amigos Claudia, Renata, Kathy, Valentina, Dugui, Adriana, Livin, Eduardo, Joaquín, Mariuxi, Valeria y Tim, con los cuales pase una estancia muy agradable en Gante.

A todos ellos gracias...

TABLA DE CONTENIDO

RESUMEN	VII
INTRODUCCIÓN	1
SUPERALEACIONES	3
1.1 INTRODUCCIÓN	3
1.2 INCOLOY 909	14
PROCESAMIENTO TERMOMECAÁNICO	18
2.1 INTRODUCCIÓN	18
2.1.1 <i>Deformación en caliente</i>	20
2.1.2 <i>Procesos dinámicos</i>	23
2.1.3 <i>Procesos estáticos</i>	26
2.1.4 <i>Segundas fases</i>	30
2.2 PROCESO DE FORJA	33
2.3 FORMADO DE ANILLOS	34
TRATAMIENTOS TÉRMICOS	37
3.1 INTRODUCCIÓN	37
3.2 TRATAMIENTOS TÉRMICOS DE SUPERALEACIONES	40
3.3 SUPERALEACIONES BASE HIERRO-NÍQUEL, ENDURECIDAS POR PRECIPITACIÓN	46
EXPERIMENTACIÓN	51
4.1 INTRODUCCIÓN	51
4.2 PRIMERA EXPERIMENTACIÓN	56
4.2.1 <i>Macroataque</i>	56
4.2.2 <i>Tratamientos Térmicos</i>	58
4.2.2.1 <i>Microataque</i>	59
4.2.2.2 <i>Microscopía electrónica de barrido (MEB)</i>	60
4.2.2.3 <i>Microscopía de fuerza atómica</i>	62
4.2.2.4 <i>Microdureza Vickers</i>	64
4.2.2.5 <i>Tamaño de grano</i>	66
4.3 SEGUNDA EXPERIMENTACIÓN	67

4.3.1 Tratamientos Térmicos.....	69
4.3.2 Ensayo de compresión.....	70
4.3.2.1 Microscopía óptica.....	72
4.3.2.2 Microscopía electrónica de barrido (MEB).....	72
4.3.2.3 Microscopía electrónica de transmisión (MET).....	73
4.3.2.4 Difracción de rayos X.....	75
RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	78
5.1 SEGUNDA EXPERIMENTACIÓN.....	78
5.1.1 Pruebas Mecánicas.....	78
5.1.1.1 Microscopía óptica.....	85
5.1.1.2 Microscopía electrónica de barrido (MEB).....	92
5.1.1.3 Microscopía electrónica de transmisión (MET).....	98
5.1.1.4 Difracción de rayos X.....	112
5.1.1.5 Indexación de patrones de difracción de electrones.....	113
CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.....	118
REFERENCIAS.....	VIII
INDICE DE FIGURAS.....	XIII
INDICE DE TABLAS.....	XVII
APÉNDICES.....	XVIII

RESUMEN

Las superaleaciones son materiales que mantienen sus propiedades de resistencia mecánica a elevadas temperaturas y tienen su mayor aplicación en la industria aeroespacial y energética. Estas aleaciones son procesadas bajo diferentes condiciones térmicas y mecánicas, principalmente buscando la mejora de sus propiedades finales que puedan resultar en mayor utilidad y vida del material. El presente trabajo consiste en la caracterización de la microestructura de una superaleación base Fe–Ni–Co, Incoloy 909 previamente forjada.

Para la caracterización del material se llevaron a cabo cuatro tratamientos térmicos diferentes y se realizaron ensayos de compresión mecánica a 550°C, con la finalidad de simular las condiciones bajo las cuales la aleación trabaja. Se encontró que la combinación adecuada de predeformación, 35% de deformación de forjado, el tratamiento térmico de solubilizado, 1000°C/1h/enfriamiento en aire y envejecido de 720 °C / 8h / enfriamiento en el horno / rampa 25 °C X 25 min / 620 °C / 8h / enfriamiento en aire y un tamaño de grano promedio de 18 µm además de los parámetros de ensayo utilizados, proporcionan un esfuerzo de compresión de 1190 MPa; el más alto de todos los ensayos de las muestras que fueron forjadas a 900 °C.

Después de realizados los tratamientos térmicos y los ensayos de compresión se estudió la microestructura, fases y precipitados del material utilizando las técnicas de microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido, microscopía electrónica de transmisión, microscopía de fuerza atómica, microdureza Vickers y difracción de rayos X.

Se encontró que las muestras forjadas a 900 °C presentan una mayor cantidad de precipitación que las forjadas a 1060 °C, y se asoció esta precipitación con los resultados de esfuerzos de compresión.

Del análisis microestructural se encontró que la fase épsilon ϵ se presenta en la aleación Incoloy 909, de los análisis y mapas químicos realizados con la técnica de espectroscopía de energías dispersivas se encontró que los elementos Fe, Ni, Co, Nb, Si y Ti componen los precipitados y el Nb y Si se encontraban solo en los precipitados; mediante la indexación de patrones de difracción obtenidos para varios precipitados se encontró que la estructura cristalina que corresponde a estos precipitados es hexagonal compacta y se observó que la fase ϵ puede participar de manera adecuada en el incremento de la resistencia del material.

INTRODUCCIÓN

Las nuevas tecnologías desarrolladas van encaminadas a una mejora constante de la calidad de vida de sus habitantes. La industria tiene el compromiso de enfocar sus productos y servicios hacia el beneficio de la sociedad. Para llevar a cabo este compromiso se les presenta el reto de crear, mejorar e innovar sus productos, y esto lo realizan mediante la investigación constante y fructífera. Por más de veinte años nuevos avances se han presentado en las compañías cuyo enfoque es la industria aeroespacial y la energética. A lo largo de décadas se han mejorado muchos materiales y nuevos se han desarrollado los cuales cumplen con específicas funciones que permiten que este tipo de industrias sean pilares elementales del desarrollo sostenible.

Las superaleaciones son materiales, metales, que tienen su mayor aplicación en ambas industrias. Gracias a sus propiedades mecánicas, principalmente, a la resistencia que presentan cuando se usan a elevadas temperaturas, hacen factible su utilización en un amplio número de aplicaciones, desde piezas sencillas hasta anillos forjados en caliente que cumplen funciones críticas dentro de turbinas de avión. Numerosas investigaciones han sido enfocadas a entender el comportamiento mecánico y microestructural de estos materiales, a fin de poder mejorar y extender su utilidad.

La superaleación Incoloy 909 es una aleación base Fe – Ni – Co, la cual presenta un coeficiente de baja expansión térmica, módulo de elasticidad constante y alta resistencia. Esta aleación debe su resistencia a la combinación de un tratamiento térmico que propicie el endurecimiento por precipitación y la adición de cantidades adecuadas de niobio y titanio. La formación de estos precipitados y fases y las propiedades finales de la aleación dependerán en

gran medida de las condiciones del tratamiento térmico, del proceso de trabajado previo del material y del proceso mecánico que se le aplique.

En el presente trabajo se busca determinar y caracterizar las fases y precipitados presentes en la microestructura variando las condiciones de tratamiento térmico y de deformación mecánicas aplicadas al material.

Objetivo General:

Estudiar la formación de precipitados y fases en una superaleación Incoloy 909 sometida a ciclos térmicos y mecánicos diferentes, considerando la deformación debida a un proceso de forjado previo y la influencia de la composición química, para encontrar los mecanismos que determinan las propiedades mecánicas y microestructurales del material.

Justificación:

La superaleación Incoloy 909 es utilizada para la fabricación de turbinas de avión; sin embargo el proceso de producción al cual es sometida esta aleación altera su microestructura y sus propiedades mecánicas. El análisis, estudio y caracterización de la microestructura y de las propiedades mecánicas pueden ayudar a la comprensión del comportamiento de la aleación bajo un proceso de trabajado.

Hipótesis:

La composición química, el proceso de trabajado y los diferentes parámetros térmicos y mecánicos influyen en la cinética de formación final de la microestructura, es decir, la distribución de los precipitados y fases finales presentes en el material.

CAPITULO 1

SUPERALEACIONES

1.1 Introducción

El término superaleación es adjudicado a aquellos materiales que mantienen sus propiedades mecánicas a temperaturas elevadas; tres características importantes de estas aleaciones son:

- 1) la capacidad para mantener una carga a temperatura de operación cercana a su punto de fusión.
- 2) alta resistencia a la degradación mecánica durante tiempos de exposición largos con estabilidad en la superficie y buena ductilidad a temperaturas hasta por encima de 650°C.
- 3) tolerancia en ambientes de operación severos [1].

Las superaleaciones base níquel se distinguen por tener una matriz austenítica de gran solubilidad por otros elementos aleantes y por tener fases únicas que proporcionan efectiva resistencia mecánica a la aleación; su módulo de elasticidad varía entre 172 y 241 GPa dependiendo del sistema de aleación o de la direccionalidad de los granos en la microestructura, sus propiedades físicas como conductividad térmica, eléctrica o expansión térmica varían de acuerdo con el metal base de la aleación y con los elementos aleantes que se adicionen. Ya que estos materiales presentan buena ductilidad pueden ser laminados, forjados o extruidos a temperatura ambiente o alta; o simplemente dejarlos en condiciones de vaciado [2].

Placas, hojas metálicas, barras, tubos, discos, ejes y perfiles aerodinámicos, son algunas de las piezas que se producen con estos materiales; son utilizados en turbinas de gas marinas, industriales y de aviones, reactores nucleares, estructuras de naves espaciales, producción petroquímica, ortopédica, prótesis dentales, aplicaciones de protección ambiental y energéticas; siendo la industria aeroespacial la de mayor consumo de estos metales [2].

El desarrollo metalúrgico de las superaleaciones está ligado fuertemente a la evolución que los motores de turbina de avión tuvieron antes y durante la segunda guerra mundial, aunque su uso también estaba ligado a la industria de generación de energía y a otras aplicaciones que requerían altas temperaturas. La Tabla 1.1 muestra la evolución de las superaleaciones en conjunto con algunas aplicaciones a elevadas temperaturas.

Tabla 1.1 Evolución e historia de las superaleaciones.

AÑO	DESCRIPCIÓN
1800	Primera turbinas de vapor bajo el ciclo termodinámico Brayton (John Barber, 1791).
1904	Turbina de gas usada para generación de energía eléctrica en Europa.
1905	Interés de Estados Unidos por las turbinas de gas.
1910 – 1915	Era de los aceros inoxidable austeníticos es descubierta y desarrollada. El campo de la austenita toma relevancia. Los avances en el entendimiento de la teoría aerodinámica ayudaron a desarrollar nuevas tecnologías aplicadas a las turbinas de avión.
1929	Bedford, Pilling y Merica agregan pequeñas cantidades de Ti y Al (80/20 aleación de Ni – Cr. Endurecimiento fluencia.
1930	A pesar de la inhabilidad para observar las estructuras en las aleaciones, en Inglaterra, Estados Unidos y Alemania se crearon aleaciones base níquel y hierro y aleaciones base cobalto endurecidas por carburos.
1937	Vuelo con el motor de turbina de Hans von Ohain, Alemania.

1939	Vuelo con el motor de turbina de Whittle, Inglaterra.
1940	Bradley and Taylor descubren la fase γ' .
1940	La segunda guerra mundial provoca cambios y desarrollos para las turbinas de gas. Se propician mejoras y desarrollos de nuevas composiciones de superaleaciones, así como, de procesos industriales para su producción y aplicación.
1950 – hoy en día	Creación, desarrollo, mejoras y nuevas aplicaciones de las superaleaciones. Aumento en investigación de sus propiedades y características.

La composición química de un material define las fases presentes que darán lugar a la microestructura y propiedades mecánicas del mismo material; de esta manera, la composición química, las fases y la microestructura definen el sentido físico de la superaleación; a altas temperaturas de operación la superaleación es una entidad dinámica de constantes cambios de fases en estado sólido [3].

Al final de los años 20's se presentó un importante período de desarrollo de procesos mecánicos y térmicos utilizados en el tratamiento, desarrollo y creación de superaleaciones. Durante este periodo se mejoró el entendimiento de la relación composición química–propiedades–proceso termomecánico para estos materiales. La Figura 1.1 muestra las fases físicas detectadas a partir de los años 40's relacionadas con la resistencia de las superaleaciones, así como con su deterioro [3].

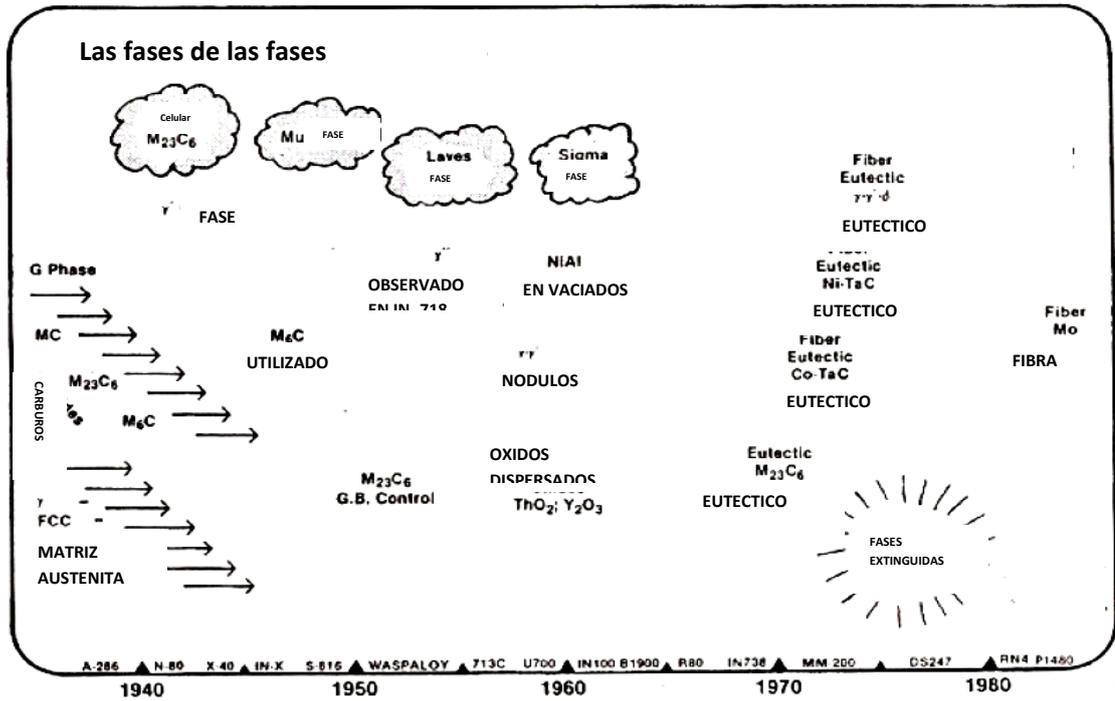


Figura 1.1 Descubrimiento de fases útiles y dañinas en superaleaciones, hasta los años 80's [3 modificada].

Durante los años 40's el entendimiento de la resistencia de las superaleaciones se logró a base de análisis químico, microscopía óptica y la intuición; en los años 50's, con la introducción de la microscopía electrónica, se dio un gran paso en el entendimiento de las fases y las propiedades de las superaleaciones, Figura 1.2 [3].

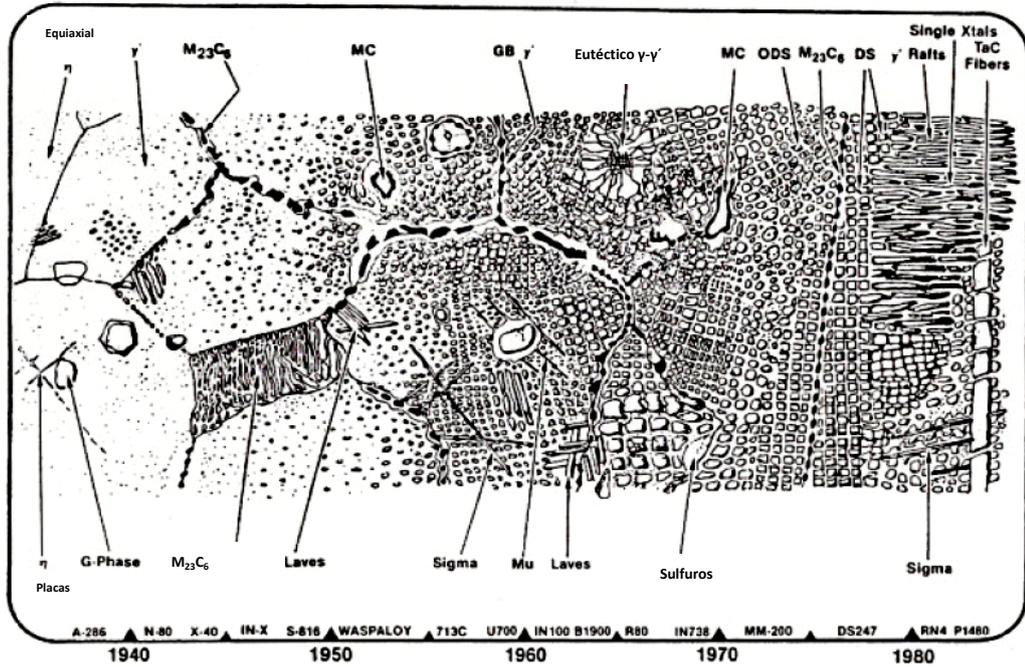


Figura 1.2 Desarrollo de la microestructura en una superaleación de níquel mostrando fases dañinas y favorables, en distintos periodos; 10,000 aumentos con microscopía electrónica [3 modificada].

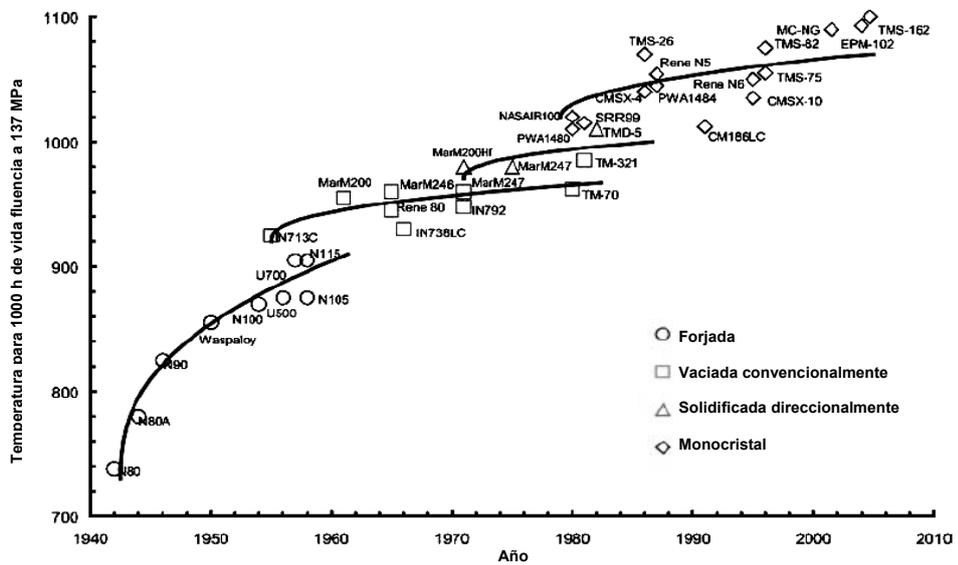


Figura 1.3 Evolución de la resistencia a temperaturas elevadas a partir de los años 40's para superaleaciones [1 modificada].

En la Figura 1.3 se relacionan diferentes superaleaciones utilizadas para la fabricación de aspas de turbina con la resistencia mecánica que tienen para trabajar a elevadas temperaturas; se nota que el proceso de vaciado convencional toma mayor importancia que el proceso de forjado para los años 60s; sin embargo el proceso que actualmente tiene mayor relevancia es el de la fabricación de monocristales. Se debe tener en cuenta que las propiedades finales de las superaleaciones dependen tanto de la composición química como del proceso de fabricación y de su aplicación final, esto indica que, así como el proceso fue mejorando en estos últimos años, es de esperarse que las propiedades de las superaleaciones también hayan mejorado.

Las fases y estructuras que se presentan en las superaleaciones son:

Matriz gama (γ): es un fase austenítica, continua base níquel, estructura cristalina cúbica centrada en las caras, puede contener altos porcentajes en solución sólida de elementos como cromo, cobalto, molibdeno o tungsteno.

Gama Primera (γ'): es una fase compactada geoméricamente, tiene estructura cristalina cúbica centrada en las caras del orden $L1_2$, fórmula Ni_3Al o $Ni_3(Al,Ti)$. Los parámetros de red de la matriz γ y de la fase γ' son muy similares por lo que existe coherencia en la red cristalina. Esta fase se comporta como el principal endurecedor en las superaleaciones base níquel y base níquel–hierro; su forma puede ser esférica o cuboidal y su tamaño varía de acuerdo a la temperatura y al tiempo de exposición; la fracción volumen, tamaño y distribución de esta fase son importantes parámetros en el control de propiedades.

Gama segunda (γ''): tiene una estructura cristalina ordenada tetragonal centrada en el cuerpo $D0_{22}$ con composición Ni_3Nb , se encuentra en las superaleaciones base hierro–níquel que contienen niobio; esta fase presenta una morfología en forma de disco y también precipita con una relación de

coherencia bien definida con la matriz austenítica y el endurecimiento es debido a deformaciones coherentes que hay entre la γ/γ'' . Es una fase muy pequeña (600 Å, aproximadamente) que puede ser observada con técnicas como microscopía electrónica de transmisión.

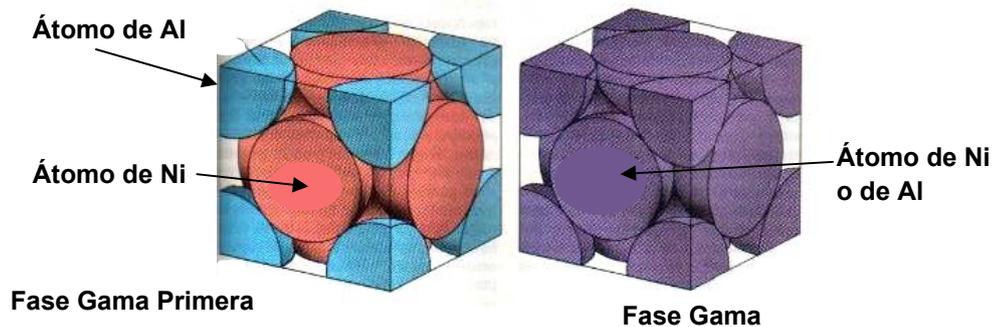


Figura 1.4 Estructura cristalina de la fase γ (matriz) y la fase γ' . Generalmente el Al tiende a colocarse en las esquinas de la celda unitaria cúbica centrada en las caras que caracteriza a las superaleaciones base níquel [4].

Carburos: cuando se agrega carbono en cantidades de 0.05–0.2%, este se combina con elementos reactivos y refractarios como titanio, tántalo y hafnio para formar carburos del tipo MC; durante el tratamiento térmico o servicio estos carburos comienzan a descomponerse y generar carburos del tipo $M_{23}C_6$ y M_6C los cuales tienden a aglomerarse en las fronteras de grano.

Fase eta (η): esta fase presenta una estructura cristalina hexagonal $D0_{24}$ y una composición Ni_3Ti ; se caracteriza porque no tiene solubilidad por otros elementos, precipita lentamente, crece rápidamente y forma partículas más grandes que la misma γ' ; se puede encontrar como constituyentes con forma celular o como agujas.

Fase delta (δ): las aleaciones que son endurecidas por la fase γ'' son susceptibles a formar la fase delta; esta fase es la forma termodinámicamente

estable de la fase γ'' , con estructura cristalina ortorrómbica. Esta fase no contribuye a la resistencia del material, al contrario, su presencia se asocia con la susceptibilidad al agrietamiento en caliente. Fracciones moderadas de esta fase son efectivas en limitar el crecimiento de grano durante el tratamiento de solubilizado y en fronteras de grano donde se encuentre precipitada esta fase delta, si tiene una morfología adecuada, puede proporcionar resistencia a la fractura por fluencia en fronteras de grano [5].

Boruros: el boro es agregado en pequeñas cantidades a las superaleaciones para evitar la formación de la fase eta y para mejorar las propiedades de ruptura por esfuerzo o termofluencia; los boruros son duros, frágiles y precipitan en las fronteras de grano; grandes cantidades de boro son dañinas para este tipo de aleaciones.

Fases Laves: son partículas intergranulares gruesas observadas comúnmente en las aleaciones base hierro-níquel, aunque puede ocurrir precipitación intragranular. El silicio y el niobio promueven la precipitación de este tipo de partículas. Este tipo de fases tienen una estructura cristalina hexagonal $MgZn_2$ con una composición del tipo AB_2 , donde A puede ser Mo, Ti o Nb y B puede ser Fe, Cr, Mn o Si. Su fórmula general es $(Fe,Cr,Mn,Si)_2(Mo,Ti,Nb)$. Es común observarlas en la superaleaciones del tipo base hierro-níquel.

Las superaleaciones, o bien, materiales resistentes a elevadas temperaturas se clasifican como superaleaciones base níquel, base hierro-níquel o base cobalto; los tres tipos tienen características y propiedades diferentes entre sí.

Superaleaciones base níquel; el níquel posee una estructura cúbica centrada en las caras la cual es dúctil y resistente debido a la energía cohesiva que surge de los enlaces que se forman debido a los electrones de valencia de la capa d en el elemento. Una matriz con alto contenido de níquel favorece la

precipitación de γ' porque, como el átomo de níquel es muy denso resulta muy poco compresible, es decir, el cambio en tamaño atómico es muy pequeño cuando se da la precipitación de esta fase; y debido a que ese cambio es muy pequeño, existirá compatibilidad de la estructura cristalina de γ' CCC y del parámetro de red con la matriz γ permitiendo la nucleación homogénea de un precipitado con baja energía superficial y estabilidad a tiempos largos. Además, entre la matriz γ y la γ' se mantendrá coherencia. [1, 6, 7].

El níquel no presenta transformaciones de fase desde temperatura ambiente hasta su punto de fusión lo cual no produce contracciones ni expansiones de su red cristalina. Las velocidades de difusión para metales con estructura cúbica centrada en las caras son bajas, lo que produce estabilidad microestructural considerable a elevadas temperaturas [1].

Aunado a estas características, el costo del níquel lo hace accesible para la producción de este tipo de materiales; las superaleaciones base níquel se pueden dividir de acuerdo al mecanismo de endurecimiento por el cual ganan su resistencia característica, por ejemplo, si son endurecidas por solución sólida, es decir, si contienen o no aluminio, titanio o niobio, una característica importante de este tipo es su fácil soldabilidad. También pueden ser endurecidas por la adición, en pequeñas cantidades, de partículas de algún tipo de óxido como óxido de itrio Y_2O_3 , éstas últimas son fabricadas utilizando metalurgia de polvos. Otro tipo de aleaciones base níquel, tal vez el más importante, son las endurecidas por precipitación de la fase γ' , éstas contienen aluminio, titanio y pequeñas cantidades de niobio; el volumen, tamaño y dispersión de la fase γ' es la que, principalmente, define las propiedades que se buscan para este tipo de aleaciones, básicamente la resistencia a temperaturas elevadas; de acuerdo a la fórmula de la fase γ' Ni_3Al o $Ni_3(Al, Ti)$ los contenidos de titanio y de aluminio y la relación Ti/Al son parámetros de control de dicha fase. La relación Ti/Al influye en la precipitación de diferentes tipos de

morfologías para la fase γ' , tales como esferoidales, globulares o cuboidales, con un incremento en el parámetro de desajuste (mistif) de la red se produce la precipitación de la fase delta δ ; a altas temperaturas se busca una distorsión coherente baja para minimizar la energía superficial de $\gamma - \gamma'$ y así mantener la estabilidad de la fases [8]. Algunos ejemplos de este tipo de aleaciones son la René 80 y la Waspalloy, utilizadas principalmente en el campo aeroespacial.

Superaleaciones base hierro–níquel: se pueden dividir en cuatro grupos dependiendo de la composición y del mecanismo de endurecimiento por el cual obtienen su resistencia.

El primer grupo son aquellos que son endurecidos por la fase γ' , éste se divide a su vez en dos grupos:

Aleaciones ricas en hierro con bajos contenidos de níquel y contenidos de titanio necesarios para provocar la precipitación de la fase γ y obtener así los niveles necesarios para la resistencia a elevadas temperaturas.

Aleaciones ricas en níquel se caracterizan por tener grandes cantidades de endurecedores por solución sólida como molibdeno, cromo o tungsteno y grandes fracciones en volumen de endurecedores por precipitación, además tienen mucha aplicación como piezas principales en turbinas de avión de gas.

En el segundo grupo se encuentran clasificadas las superaleaciones que son endurecidas por precipitación de la fase γ'' , la aleación más conocida de este grupo es Inconel 718; γ'' es una fase que proporciona muy favorables propiedades de resistencia y trabajo a temperaturas muy elevadas; la función de la fase γ' es también de endurecedora pero en menor grado que la fase γ'' , se ha reportado que la fracción de volumen de la fase γ'' es 4 veces más grande que la correspondiente a la fase γ' [9].

El tercer grupo se conforma por aleaciones ricas en hierro o aleaciones base Fe–Ni–Co, son aleaciones que combinan la precipitación de la fase γ' , la cual proporciona alta resistencia y bajos coeficientes de expansión térmica; éstos bajos coeficientes se deben a que no existe la presencia de endurecedores de solución sólida como cromo o molibdeno, sin embargo, la falta de cromo propicia la oxidación de estas aleaciones durante el servicio a altas temperaturas.

En el cuarto grupo está conformado por aleaciones que deben su resistencia a la formación de carburos, nitruros o carbunitruros, son aleaciones que pueden operar en aplicaciones que requieren bajos esfuerzos pero con temperaturas de hasta 1093°C, su mayor requisito es la resistencia a la oxidación.

Las superaleaciones base hierro–níquel principalmente son forjadas o trabajadas en aplicaciones a temperaturas que no exceden los 650 °C; emplean niobio para fortalecimiento de la resistencia, pero las fases principales son la γ' y γ'' ; en este tipo de superaleaciones la cantidad de níquel debe exceder el 25% para asegurar que se forme la matriz austenítica cúbica centrada en las caras en la cual la fase γ' precipita [10].

Superaleaciones base cobalto: este tipo de aleaciones son endurecidas por la combinación de la adición de endurecedores por solución sólida y carburos; a diferencia de otras superaleaciones, no son endurecidas por una precipitación ordenada y coherente. A la presencia de Cr en estas aleaciones se le atribuye la alta resistencia a la corrosión a elevadas temperaturas. Generalmente exhiben mejor soldabilidad y resistencia a la fatiga térmica en comparación con las superaleaciones base níquel.

1.2 Incoloy 909

La superaleación Incoloy 909 es el material bajo estudio de este proyecto; corresponde a una aleación del tipo base hierro–níquel–cobalto, dentro de la clasificación de aleaciones resistentes a altas temperaturas con bajos coeficientes de expansión térmica, presenta también módulo constante de elasticidad [11]. La combinación de estas propiedades hace que esta superaleación sea utilizada en turbinas de gas en la industria aeronáutica. La composición química de la aleación se muestra en la Tabla 1.2 y el tratamiento térmico recomendado para obtener óptimas propiedades mecánicas es un solubilizado a 980°C, envejecido a 720°C por 8 horas, enfriamiento en horno con una rampa de 55°C por hora hasta 620°C, permaneciendo por 8 horas y con enfriamiento al aire. Algunas propiedades de esta aleación se muestran en la Tabla 1.3 [11].

Tabla 1.2 Composición química nominal de la superaleación Incoloy 909 [12].

Aleación	Composición % en peso ^(a)													
	Ni	Cr	Fe	Co	Mo	W	Nb	Ti	Al	C	Mn	Si	B	Otro
Aleación de expansión controlada (Fe – Ni – Co)														
Aleación 909	38.0	...	42.0	13.0	4.7	1.5	0.03	0.01	...	0.4

(a) Si de otra manera no es indicada los valores mostrados son valores máximos.

Tabla 1. 3 Propiedades físicas de la superaleación Incoloy 909.

Densidad gr/cm ³	8.19
Intervalo de fusión °C	1395 – 1430
Temperatura de Curie °C	400 – 455
Módulo de Young GPa	159
Módulo de corte GPa	59

Esta aleación ha sido ampliamente investigada, principalmente buscando y llevando a cabo su caracterización microestructural bajo muchos y diferentes parámetros.

Debido a que la Incoloy 909 se clasifica como una superaleación base hierro-níquel, debe su alta resistencia a la precipitación de la fase γ' producida por el mecanismo de endurecimiento por precipitación vía un tratamiento térmico de envejecido adecuado y controlado. Se ha reportado para esta aleación, que presenta buena resistencia a la oxidación en frontera de grano acelerada por esfuerzos, por sus siglas en inglés (SAGBO), es decir, fragilidad a temperaturas elevadas; esta aleación fue desarrollada para resolver este problema que lo presentaba la Incoloy 903, reduciendo la cantidad de Al, sustituyéndolo por Nb y Ti y adicionando Si, la precipitación con estos elementos influyen en la resistencia de la aleación y en la mejora de sus propiedades de tensión [13, 14, 15].

El mecanismo de SAGBO es un tipo de corrosión por esfuerzo, ocurre en un material que está sensibilizado y que se encuentra sometido a esfuerzos de tensión altos en un ambiente corrosivo; se produce por la fragilización de las fronteras de grano debido a difusión de oxígeno, lo que promueve la oxidación y agrietamiento del material. Se ha reportado que este mecanismo es responsable de agrietamiento o corrosión intergranular en aleaciones como Inconel 718 y 706 en temperaturas elevadas. Para disminuir su efecto se puede reducir los esfuerzos de tensión aplicados, el contenido de oxígeno en la aleación, o bien, modificar su composición química, como es en el caso del Incoloy 909, modificar el proceso termomecánico o aplicar algún recubrimiento resistente a la oxidación [16].

Debido a que las superaleaciones trabajan a temperaturas elevadas, la resistencia a la oxidación a dichas temperaturas debe ser alta; para la Incoloy 909 se ha reportado la formación de óxidos, $\text{CoO}\cdot\text{Fe}_2\text{O}_3$, $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (923°C) y

FeO.Nb₂O₅ de forma intergranular como intragranular, cuando este material está sujeto a oxidación en atmósferas de argón y agua [17]. Las fases microestructurales que principalmente se presentan en esta aleación son la matriz austenítica γ , la fase endurecedora γ' , la fase η y carburos. En los últimos 20 años se ha reportado en esta aleación, la presencia de la fase ϵ , en forma de precipitados tipo Widmanstätten [13]; de acuerdo con Chen et al., esta fase tiene una estructura del tipo ortorrómbica [18], mientras que Heck et. al., y Kusabiraki et. al., le reportan una estructura hexagonal compacta [18, 19].

Para la Incoloy 909 se ha reportado un proceso de precipitación que incluye la fase ϵ , la secuencia es partiendo de una solución supersaturada, precipitación de la fase γ' , precipitación de la fase ϵ y precipitación de una fase celular; además se ha mencionado que la fase ϵ corresponde a estructuras A₃B del tipo DO₁₉ [20]. Así mismo se reporta que la morfología Widmanstätten se promueve a bajas temperaturas de tratamiento de envejecido por lapsos de tiempo largos; mientras que a altas temperaturas y lapsos de tiempo cortos de envejecido tienden a la formación de dichos precipitados sin cambio aparente en su morfología [20].

Con respecto a la composición química de dichos precipitados de la fase ϵ se ha reportado que en fórmula química corresponden a (Fe,Ni,Co)₃(Nb,Ti,Si) con estructura cristalina ortorrómbica [18]; sin embargo para la fase γ' se reporta la fórmula química de (Ni,Co,Fe)₃(Nb,Ti) considerando que la cantidad de Al sea muy poca en esta aleación o casi nula en algunas superaleaciones y que la formación de dichos intermetálicos son menos estables en comparación con aquellas aleaciones que contienen Al como parte de los elementos endurecedores [19]; o reportan también la fórmula (Ni)₃(Ti, Nb) para esta fase γ' [14].

En general la composición de γ es Ni_3Al con los átomos de Al ocupando las esquinas de la celda unitaria y el níquel las caras de la misma; algunos otros elementos pueden sustituir al Ni o al Al o a ambos. La contribución de esta fase a la resistencia se debe a que sus precipitados impiden el movimiento de las dislocaciones lo cual se relaciona con la formación de campos de esfuerzos producidos de deformaciones coherentes y de energías de frontera interfase asociadas con el movimiento de dislocaciones a través de los precipitados [21].

Se ha reportado que en un proceso de soldadura por fricción entre las aleaciones Inconel 718 e Incoloy 909, la deformación plástica y las velocidades de enfriamiento altas que se generan, influyen en la precipitación de la fase ϵ debido a que, como esta fase es muy similar a la fase γ'' en contenido de Nb y Ti, estos elementos disminuyen en la matriz para formar y distribuirse en ambas fases, de esta manera, se produce una caída en la resistencia de la parte soldada por la disminución de γ'' y se presenta un aumento en las concentraciones precipitadas de ϵ sobre fronteras de grano deteriorando las propiedades de resistencia de la zona afectada por el calor [22].

Para estudiar el comportamiento de las superaleaciones se utilizan procesos que relacionan ciclos térmicos y ciclos mecánicos diferentes; estos procesos se describen en los capítulos siguientes.

CAPITULO 2

PROCESAMIENTO TERMOMECÁNICO

2.1 Introducción

Los procesos de trabajado se pueden definir como un conjunto de actividades que utilizan las características de los materiales frente a su deformación plástica; los tres aspectos que definen el trabajado son el mecánico, definido por los esfuerzos aplicados, el metalúrgico, definido por los cambios microestructurales inherentes a la tensión y a la temperatura y el aspecto tecnológico, definido por los costos económicos, aspectos ambientales y de utilidad real del material [23].

La dependencia entre un tratamiento térmico y el trabajado mecánico en caliente de un material involucran un proceso termomecánico; en los últimos años se ha estudiado esta relación, ya que las propiedades finales difícilmente son alcanzables aplicando sólo tratamientos térmicos, aún más, no son alcanzables si los parámetros de temperatura y deformación no son controlados adecuadamente durante todo el proceso; por lo tanto, el conocimiento de temperaturas de fusión y de precipitación, y la adecuada combinación tanto de los parámetros de tratamiento térmico como del proceso de trabajado producirán un material con la microestructura y propiedades deseadas para su aplicación específica; dado que el objetivo del proceso termomecánico es el control del tamaño de grano de la aleación, dichos procesos son diferentes dependiendo del tipo de superaleación que esté bajo estudio. La capacidad de predecir y controlar la microestructura de las superaleaciones durante el proceso termomecánico es crítico para el desarrollo de atractivas propiedades de servicio [24].

Los procesos de trabajado se pueden estructurar de acuerdo con la temperatura homóloga del material durante el proceso de trabajado, siendo la temperatura homóloga (T_H) el parámetro obtenido al dividir la temperatura absoluta de trabajado (T_t) por la de fusión (T_f) del material: $T_H = T_t / T_f$.

Se consideran procesos de trabajado en frío aquellos que se realizan desde temperatura ambiente hasta aproximadamente $T_H < 0.4$; los procesos de trabajado en semicaliente se efectúan a $0.4T_H$ - $0.5T_H$ y se caracterizan por efectuarse en el límite en el que tienen lugar los fenómenos de recristalización; y los procesos de trabajado en caliente se realizan de $0.6T_H$ a $0.8T_H$.

En los tratamientos realizados entre $0.5T_H$ y $0.6T_H$ existen otros parámetros, tales como la velocidad de deformación y la propia deformación, que pueden hacer variar levemente los límites que definen los diferentes tipos de tratamiento. Estos límites vienen marcados por los efectos que los tratamientos realizados a la temperatura correspondiente producen en el material; se trata ante todo de cambios microestructurales, de procesos de recristalización y de acabado superficial. Es decir, cada material determina sus propios límites o zonas de trabajado en función de su historia y de sus características intrínsecas, tales como su composición o cualquiera de los procesos previos al trabajado.

Los efectos microestructurales que se pueden presentar de manera general en superaleaciones durante el proceso termomecánico son:

- Mecanismos de restauración.
- La recuperación y recristalización dinámicas son los mecanismos de suavizamiento que se presenta durante el trabajado en caliente.
- Las fronteras de grano son sitios preferidos de nucleación para la recristalización.

- La velocidad de la recristalización disminuye con la disminución de la temperatura o con la reducción de la deformación.
- La precipitación que pueda ocurrir durante la recristalización puede inhibir el proceso de recuperación.
- La recristalización termina hasta que los precipitados toman un engrosamiento y morfología inadecuada [25].

2.1.1 Deformación en caliente

Se refiere a la deformación realizada bajo condiciones de temperatura y velocidad de deformación de tal manera que, se promueven procesos de restauración durante el proceso de deformación alcanzando grandes deformaciones con bajos esfuerzos aplicados. No solamente el resultado del trabajado en caliente es la disminución en la energía requerida para la deformación del metal y el aumento de la formabilidad, sino que, la rápida difusión que se presenta a temperaturas de trabajado en caliente ayuda a disminuir las heterogeneidades químicas de la estructura del lingote vaciado. Una desventaja de este proceso es que, debido a las altas temperaturas que involucra, se presentan reacciones de superficie entre el metal y la atmósfera circundante; cuando el metal es trabajado en aire, reacciones de oxidación se presentan fragilizando el metal y causando la pérdida considerable de material; por lo tanto, se debe considerar la atmósfera de trabajo a utilizar.

Usualmente los procesos como el laminado, la extrusión y la forja en caliente son usados como primer paso para convertir un lingote vaciado en un producto terminado. El proceso de laminado en caliente se esquematiza en la Figura 2.1.

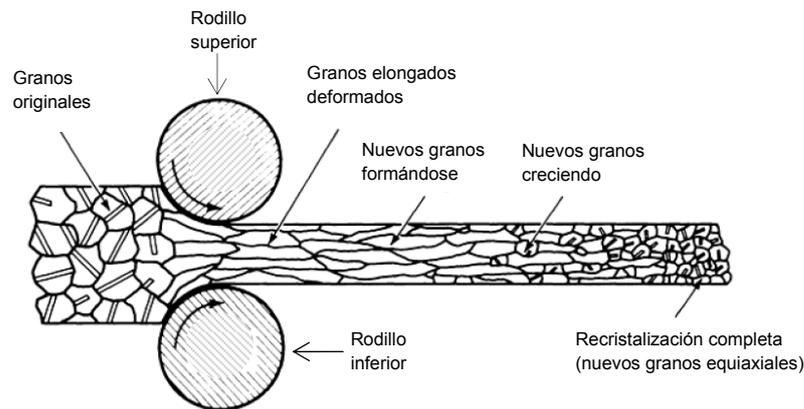


Figura 2.1 Ilustración esquemática del cambio en la estructura y forma de los granos durante un proceso de laminado en caliente [25 modificada].

La deformación se caracteriza por el modo en que se realiza, ya sea por deslizamiento o por maclaje. El deslizamiento implica la traslación de un plano atómico en relación a otros gracias al movimiento de las dislocaciones. Cuando los metales son trabajados se generan defectos en su estructura cristalina. Los defectos más importantes son los defectos de línea llamados dislocaciones. Estas dislocaciones se pueden mover de dos formas en la estructura cristalina ya sea por deslizamiento o por escalada dependiendo de la temperatura y de los obstáculos que se les presenten en su movimiento. Cuando se deslizan lo hacen en una dirección perpendicular a su longitud; sin embargo para moverse verticalmente utilizan el proceso de escalada siempre y cuando la difusión de átomos o vacancias tome lugar a velocidades apreciables. A valores bajos e intermedios de temperatura la deformación está controlado por el deslizamiento, mientras que a temperaturas altas la deformación está controlada por la escada de dislocaciones, es decir, por difusión. Cabe señalar que cada estructura cristalográfica tiene unos planos privilegiados de deslizamiento que son generalmente los planos más densos de la red cristalina $CCC\{111\}$, $CC\{110\}$, $HC\{0001\}$.

Según se incrementa la deformación, la resistencia a la deformación se incrementa debido al incremento del contenido de dislocaciones. Las dislocaciones son alteraciones en el orden y colocación de la red cristalina que provocan o favorecen la ruptura encadenada de ligaduras lo que permite el avance progresivo de la deformación. El endurecimiento por deformación es causado por la interacción de dislocaciones con otras dislocaciones o con cualquier otro tipo de barrera, vacancias intersticiales, fronteras de grano, reagrupación de átomos o presencia de precipitados los cuales impiden su movimiento a través de la estructura cristalina. Sin embargo, el incremento de la densidad de dislocaciones tiene un límite a causa de la aniquilación de dislocaciones.

En la deformación en caliente el endurecimiento por deformación y la estructura de granos distorsionada producidos por la deformación son rápidamente eliminados por la formación de nuevos granos libres de deformación como resultado de la recrystalización. Grandes deformaciones son posibles debido a que procesos de restauración son mantenidos conforme la deformación. Para muchas aleaciones la deformación en caliente debe llevarse a cabo a temperaturas relativamente altas con la finalidad de promover una velocidad de recrystalización alta. La temperatura que se utilice en un proceso de trabajado depende de: 1) la temperatura inicial de las herramientas y del material, 2) la generación de calor debida a la deformación plástica, 3) el calor generado por fricción en las intercaras del material y de las herramientas, 4) la transferencia de calor entre el material que se deforma, las herramientas y el medio ambiente.

El desarrollo de una microestructura deseable durante el trabajado en caliente es un factor crítico en el diseño de procesos. Durante este proceso y el subsecuente tratamiento térmico los mecanismos clave que controlan la evolución de la microestructura son: recuperación estática, recuperación dinámica, recrystalización estática, recrystalización dinámica y crecimiento de

grano. En principio, es importante distinguir entre aquellos procesos los cuales ocurren durante la deformación (llamados procesos dinámicos) y aquellos que toman lugar entre intervalos de deformación o después de que la deformación es completada (llamados procesos estáticos), además de los procesos metadinámicos.

2.1.2 Procesos dinámicos

Hay dos mecanismos responsables del suavizamiento en el trabajado en caliente y estos dependen del metal. Como su nombre indica, la recuperación y recristalización dinámicas ocurren durante el trabajado en caliente.

Recuperación dinámica

Durante este proceso, dislocaciones individuales o pares de dislocaciones son aniquiladas durante el endurecimiento. Las densidades de dislocaciones bajas asociadas con la deformación son debido a su facilidad de deslizamiento cruzado, de escalada y a la movilización de dislocaciones que se encuentran detenidas en nodos. Este mecanismo de deformación resulta en la formación de celdas y subgranos que actúan como sitios de eliminación de las dislocaciones. Debido a que los subgranos se forman y se destruyen continuamente durante el trabajado en caliente, el material deformado frecuentemente presenta subgranos equiaxiales (con bajas desorientaciones a través de sus fronteras) contenidos dentro de granos primarios elongados. El proceso de recuperación dinámica conduce a esfuerzos bajos a temperaturas altas. Los sitios de nucleación y crecimiento son retardados y la ductilidad es alta. Este proceso ocurre en materiales como el aluminio, el hierro alfa y la mayoría de los metales con estructura cristalina cúbica centrada en el cuerpo. El tamaño e grano que generalmente se observa con el mecanismo de recuperación dinámica es del orden de 1-10 μm .

Recristalización dinámica

En materiales como el hierro en fase de austenita, cobre y níquel la recuperación dinámica ocurre a bajas velocidades cuando el material es trabajado en caliente, esto es debido a que las dislocaciones en movimiento son disociadas. Por lo tanto el movimiento por escalada es difícil. Esto conduce a densidades de dislocaciones un poco más grandes que en materiales en los cuales la deformación es controlada por recuperación dinámica. Además, según la temperatura se incremente la movilidad de las fronteras de grano se incrementa rápidamente. Las diferencias en densidad de dislocaciones a través de las fronteras de grano junto con la alta movilidad producen la nucleación y crecimiento de nuevos granos libres de deformación por un proceso de recristalización dinámica. A grandes deformaciones una completa estructura recristalizada es obtenida. Sin embargo, aún en esta etapa los granos recristalizados son más deformados y por consiguiente, experimentan ciclos adicionales de recristalización dinámica. No obstante, se alcanza un estado continuo en el cual la velocidad de dislocación de entrada debida a la deformación impartida, es balanceada por la aniquilación de dislocación debido a la nucleación y crecimiento de nuevos granos. Por lo tanto, aunque una estructura de grano equiaxial es obtenida a grandes deformaciones la distribución de energía almacenada no es uniforme. Según las condiciones de deformación, temperatura y velocidad de deformación (Ecuación 2.8), las curvas de fluencia para este mecanismo pueden presentar dos comportamientos diferentes, curva de pico simple que se convierte en curva de comportamiento cíclico al aumentar la temperatura. El tamaño de grano para la recristalización dinámica viene dado por las ecuaciones 2.6 y 2.7.

El comportamiento de un material que es deformado en caliente se puede observar en curvas de fluencia que representan gráficamente el esfuerzo de compresión verdadera versus la deformación verdadera, (Ecuaciones 2.1,

2.2 y 2.3); los ensayos de compresión que se realizan a nivel de laboratorio son ensayos que permiten obtener este tipo de curvas de fluencia, Figura 2.2.

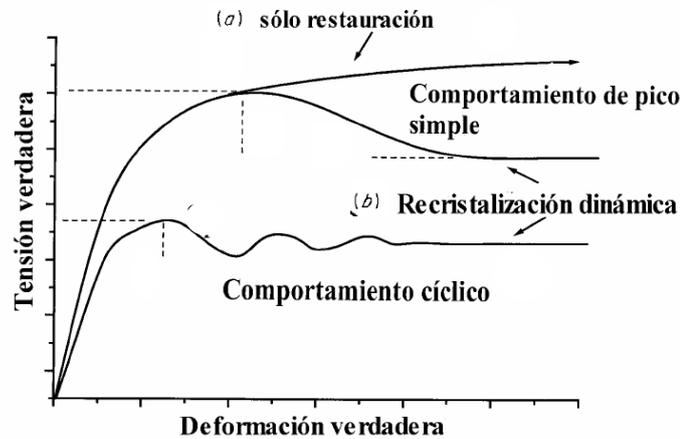


Figura 2.2 a) Curva esfuerzo – deformación verdadera del trabajado en caliente para un metal, la cual muestra el proceso de recuperación dinámica. b) metal bajo recristalización dinámica después del periodo inicial de recuperación dinámica [26 modificada].

Estas curvas de fluencia se dividen en tres etapas diferentes: etapa de endurecimiento por deformación y recuperación dinámica, etapa de transición, donde se presenta la caída en la tensión de fluencia debido al inicio de la recristalización dinámica y se presenta la nucleación y crecimiento de grano; la tercera etapa del estado estable o de saturación, en donde la tensión de fluencia del estado estable se relaciona con que la microestructura evoluciona a un nivel local, permanente y constante, con todos los valores promedios de los parámetros microestructurales constantes.

La Figura 2.3 muestra los cambios microestructurales que se presentan durante la restauración dinámica.

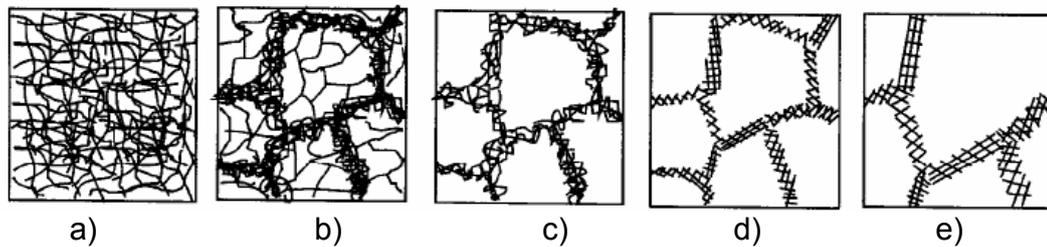


Figura 2.3 Diferentes etapas de la recuperación dinámica, a) generación de dislocaciones, b) formación de celdas, c) aniquilación de dislocaciones dentro de celdas, d) formación de subgranos y e) crecimiento de granos [26].

2.1.3 Procesos estáticos

Las dislocaciones residuales del trabajado en caliente juegan un papel importante en la evolución de la microestructura durante el tratamiento térmico posterior al trabajado [27].

Recuperación y recristalización estáticas

La recuperación estática o la recuperación y recristalización estáticas pueden ocurrir dependiendo de la cantidad de trabajo almacenado, de la velocidad a la cual el material es recalentado y de la temperatura de recocido y movilidad de fronteras. El movimiento de dislocaciones por escalada y la absorción de dislocaciones dentro de subfronteras ocurren en la recuperación estática y en esto se asemeja a la recuperación dinámica; el crecimiento de subgranos también puede ocurrir además de una reducción en la densidad de dislocaciones. Sin embargo, no se obtiene por completo un material libre de deformación aún después de tiempos de recocido largos en ausencia de recristalización estática. Como en el caso del aluminio que contiene partículas de segundas fases la recristalización estática puede ocurrir como resultado de una nucleación estimulada de partículas; es decir, subgranos que se encuentren en regiones de deformación altamente localizada cercanos a dichas

partículas sirven como núcleos para recristalización; estos subgranos crecen rápidamente consumiendo la subestructura del área circundante.

Dependiendo del nivel de deformación durante el trabajado en caliente (predeformación) procesos de recuperación estática pueden ocurrir.

A valores de predeformación que son mucho menores a los requeridos para que inicie el proceso de recristalización dinámica, no existe suficiente energía almacenada para que inicie el proceso de recristalización estática, de manera que, sólo el proceso de recuperación estática ocurre. Por lo tanto, sólo una pequeña parte como subestructura de dislocaciones es retenida sin obtener un completo suavizamiento.

El proceso de recuperación estática es seguido por el proceso de recristalización estática, la cual involucra un proceso de nucleación y crecimiento. En este caso se obtiene una microestructura completamente recocida/suavizada, cuando los valores de predeformación son ligeramente menores a los requeridos para que inicie el proceso de recristalización dinámica.

En los valores de predeformación que exceden los requeridos a los cuales el proceso de recristalización dinámica inició durante el trabajo en caliente, ciertos núcleos de recristalización dinámica residual experimentan un crecimiento muy rápido sin un periodo de incubación, a este proceso se le conoce también como recristalización post o meta dinámica y es seguido por los procesos de recuperación y recristalización estática. Algunas regiones parcialmente trabajadas pueden experimentar recuperación metadinámica, de esta manera, se reduce la energía almacenada que se necesita para la nucleación de recristalización estática, y por consiguiente se reduce, la posibilidad de obtener una condición de suavizamiento completo.

Es común que después de la recuperación estática y de la recristalización estática ocurra el crecimiento de grano. Como en los procesos de recuperación y recristalización, la fuerza motriz para el crecimiento de grano es una reducción de energía almacenada. Para el proceso de crecimiento de grano esta energía está en forma de energía de frontera de grano. Este proceso puede producir tamaños de grano muy grandes y texturas cristalográficas definidas particularmente en metales de una sola fase que son tratados térmicamente a temperaturas altas. En aleaciones que contienen partículas de segundas fases se puede alcanzar un tamaño de grano equilibrado debido a la inmovilización de las fronteras de grano por segunda fase. El tamaño de grano después de la recristalización estática está determinado por la Ecuación 2.5.

El trabajado en caliente involucra procesos difusionales. La difusión se ve aumentada por la formación, durante la deformación, de una subestructura de recuperación dinámica, en la cual las subfronteras proporcionan rutas para conducir la difusión, lo cual es considerablemente más rápido que la difusión en volumen.

En una curva de fluencia, Figura 2.2, que se obtuvo mediante ensayos de compresión, sin presencia de fricción, el esfuerzo de compresión verdadero producido por una fuerza está dado por [28]:

$$p = 4P/\pi D^2 \quad (2.1)$$

Donde P es la fuerza compresiva uniaxial requerida para producir la cedencia y D el diámetro de la probeta; la deformación compresiva verdadera es [28]:

$$\epsilon_c = \ln (h_0 / h) \quad (2.2)$$

La curva de fluencia de muchos metales, en la región de deformación plástica uniforme puede ser expresada con la ecuación de Ludwik [28]:

$$\sigma = \sigma_0 + K\varepsilon^n \quad (2.3)$$

Donde σ_0 es el esfuerzo de fluencia, K es el coeficiente de resistencia y n es el exponente de endurecimiento por deformación; gran cantidad de datos para el esfuerzo de fluencia han sido ya reportados bajo condiciones de trabajado de metales; sin embargo para deformaciones grandes ($\varepsilon > 1$) ha sido propuesto que el esfuerzo de fluencia esta mejor expresado con la siguiente ecuación [28]:

$$\sigma_0 = A + B\varepsilon \quad (2.4)$$

Donde $A = K(1 - n)$ y $B = Kn$.

El tamaño de grano final que resulta tras la recristalización estática se obtiene mediante la ecuación [23]:

$$D_{\text{rec}} = kD_0\varepsilon^p Z^q \quad (2.5)$$

Donde D_{rec} representa el tamaño de grano recristalizado y D_0 el inicial, ε es la deformación generalizada, Z el parámetro de Zener-Hollomon y p y q son parámetros empíricos y k una constante. La recristalización dinámica provoca una reducción del tamaño de grano evaluable mediante la ecuación [23]:

$$D_{\text{rec}} = kZ^q \quad (2.6)$$

En la recristalización estática el tamaño de grano final depende del inicial y del grado de deformación, mientras que en la recristalización dinámica

depende nada más que del parámetro de Zener-Hollomon, de acuerdo con la ecuación [23]:

$$Z = \dot{\epsilon} \exp(Q/RT) \quad (2.7)$$

Donde $\dot{\epsilon}$ es la velocidad generalizada de deformación, Q la energía de activación, R la constante de los gases perfectos y T la temperatura a la que se ha realizado el proceso. La velocidad generalizada de deformación en el proceso de deformación viene dada por la ecuación:

$$\dot{\epsilon} = v / h \quad (2.8)$$

Donde h es la altura instantánea y v es la velocidad de deformación. Este valor no coincide con el de la velocidad de desplazamiento del cabezal de la máquina de ensayos, o con el de la prensa de estampado o forja, ni con la de los rodillos de una laminadora o con el desplazamiento de material extruido en una extrusora. Por eso se le atañe el calificativo de generalizada o de verdadera. En un proceso de deformación de forja abierta las velocidades de deformación oscilan entre $10-1000s^{-1}$, de forja por estampa $10-100s^{-1}$ [23, 28].

2.1.4 Segundas fases

La presencia de partículas de segundas fases afecta la evolución de la microestructura durante el trabajado en caliente, para materiales que presentan baja y alta energía de falla de apilamiento. En materiales de alta energía las partículas afectan la homogeneidad y magnitud de la subestructura de dislocación que se desarrolla. En materiales de baja energía las partículas pueden afectar la evolución de la subestructura, sirven como sitios de nucleación para recristalización dinámica y sirven como obstáculos para la migración de fronteras durante el proceso de recristalización.

Las características del trabajo plástico de aleaciones de doble fase dependen de la distribución microscópica de las dos fases. La presencia de una alta fracción de volumen de partículas duras dispersadas uniformemente, tales como las que se encuentran en muchas superaleaciones, incrementa grandemente el esfuerzo de fluencia, y hace que el trabajado sea difícil. Si las partículas de segunda fase son duras y en mayor cantidad, éstas tenderán a fracturarse en la deformación, con la extrusión de la matriz más suave dentro de vacíos creados por esta fractura. Si las partículas de las segundas fases son dúctiles la falla ocurrirá porque la matriz tenderá a separarse de las partículas. Las aleaciones que contienen segundas fases duras ubicadas en fronteras de grano son difíciles de trabajar porque la tendencia a la fractura comenzará por estas fronteras de grano.

Como resultado del trabajado mecánico las partículas de segunda fase tenderán a tomar una forma y una distribución que corresponderá aproximadamente a la deformación del material. Partículas o inclusiones que originalmente tengan la forma esferoidal se distorsionarán en dirección principal del trabajado con una forma elipsoidal, si estas partículas son más dúctiles y suaves que la matriz. Por otro lado, si son frágiles se romperán en fragmentos que serán orientados de manera paralela a la dirección de trabajo; y si estas partículas son más duras y fuertes que la matriz esencialmente no se deformarán. La orientación de partículas de segundas fases forma parte de una estructura fibrosa que es muy común en materiales trabajados [27, 28]. En el caso particular de aleaciones que experimentan precipitación de segundas fases, es importante detectar bajo que condiciones de deformación y de precipitación dinámica se presentan [29].

Los elementos de aleación influyen en los fenómenos de recristalización sobre todo si estos promueven la precipitación de partículas dentro de los granos y en las fronteras de los mismos. Los precipitados están formados por compuestos que precipitan sobre la matriz, sus parámetros de red son

diferentes a los de la matriz provocando distorsión de la matriz, sin embargo, puede existir algo de coherencia entre la red cristalina de los precipitados con la matriz. Existen elementos de aleación que son solubles en el material base, de tal manera que si aumenta la temperatura estos elementos pueden entrar en solución, se produce una solución sobresaturada, así, cuando se baja la temperatura, comienzan a formarse precipitados dentro de los granos o en las fronteras, promoviendo el endurecimiento y evitando el crecimiento de grano. Hasta un cierto tamaño y distribución en la matriz estos precipitados pueden favorecer la microestructura y las propiedades del material; sin embargo una mala distribución y engrosamiento de estos precipitados la perjudican provocando la fragilidad del material.

El vanadio es un elemento utilizado como elemento endurecedor por precipitación porque es totalmente soluble a temperaturas previas al conformado; elementos como el niobio y el titanio también presentan solubilidad parcial a dichas temperaturas. El endurecimiento por precipitación que promueven el Nb y el Ti es bajo en comparación al vanadio, sin embargo, éstos controlan el crecimiento de grano a elevadas temperaturas, de ahí que sean utilizados como elementos endurecedores para superaleaciones.

El niobio tiene una estructura cúbica centrada en el cuerpo y es uno de los principales elementos refractarios utilizados en superaleaciones; su módulo, punto de fusión y densidad son más bajos en comparación con otros elementos refractarios como el tántalo, tungsteno o molibdeno. La relación atómica del niobio con el níquel y el hierro es la más grande de estos elementos refractarios y esta relación contribuye a limitar la solubilidad. El niobio también es el más electropositivo de estos elementos por lo cual su contribución es mayor en la formación de compuestos del tipo A_3B , fases detrimentales para las superaleaciones del tipo TCP (Topologically Close-Packed) σ , μ , y Laves [10, 30].

La naturaleza de los granos precipitados está relacionada con el contenido en carbono y nitrógeno presente en la aleación, formándose nitruros y carbonitruros debido a que su parámetro de red es muy similar [23].

2.2 Proceso de Forja

La forja conforma piezas aplicando fuerzas de compresión mediante la presión que ejercen las prensas ya sean hidráulicas o mecánicas o por la energía que descargan sobre ella las máquinas de impacto o directamente la fuerza humana [23].

Las aleaciones resistentes a elevadas temperaturas forjadas son ampliamente utilizadas en industrias petroleras, químicas, de generación de energía, como componentes de aviones en la industria aeronáutica, etc. La forja de las superaleaciones es más difícil que la de los aceros inoxidable austeníticos y que muchos otros metales. Como ya se ha mencionado anteriormente, las superaleaciones se pueden dividir en aleaciones que son endurecidas por solución sólida y las que son endurecidas por precipitación de la fase γ' , de esta clasificación el segundo tipo de superaleaciones son las más difíciles de forjar; además, para algunas superaleaciones puede existir un efecto negativo en el proceso de forjado si hay una precipitación muy rápida de la fase γ' a temperaturas propias de forjado, lo cual provocaría un incremento requerido en las fuerzas de compresión o de forjado [31].

Los factores críticos que se deben considerar para el proceso de forja son la velocidad de deformación, la temperatura en cualquier etapa de la forja y la cantidad de reducción en sí (deformación). Los objetivos de la forja son refinamiento de grano uniforme, flujo de grano controlado, recristalización en cada etapa del proceso para obtener el tamaño de grano deseado y

características de flujo o eliminar tipos de carburos que se ubiquen en fronteras de grano y de maclas.

Las dos características esenciales para que una superaleación pueda ser forjada son su ductilidad y el esfuerzo de fluencia; en las superaleaciones la ductilidad es limitada y el esfuerzo de fluencia es alto, ya que, como su nombre las describe, son materiales que resisten deformación a elevadas temperaturas, por lo que el trabajado en caliente no es tan sencillo dificultándose todavía más cuando contienen en su composición elementos aleantes que promuevan el endurecimiento y fortalecimiento de la aleación, debido a la concentración de estos elementos y al estar disueltos en la matriz, estos son los que promueven que el esfuerzo de fluencia sea alto y que la temperatura de recristalización también sea alta.

Por otro lado, la ductilidad para este tipo de aleaciones, que se puede definir como la cantidad de deformación posible hasta la fractura, está influenciada por la temperatura de deformación, velocidad de deformación, la historia previa del material, composición, grado de segregación, pureza y el estado de esfuerzos impuesto por el proceso mismo de deformación [32]. Las superaleaciones pueden ser forjadas con un solo método o varios, o inclusive, cada método puede constar de varias secuencias. Normalmente en un proceso de forja se siguen los siguientes pasos: 1. Corte del material, 2. Calentamiento de la pieza en horno, 3. Precalentamiento y lubricación de dados, 4. Prensado, 5. Enfriamiento, 6. Tratamiento térmico, 7. Acabado superficial [32].

2.3 Formado de anillos

El formado de anillos es un proceso de deformación que lamina las paredes gruesas de un anillo para obtener anillos de paredes más delgadas, pero de un diámetro mayor. Conforme el anillo de paredes gruesas (preforma)

se comprime, el material se alarga, ocasionando que el diámetro del anillo se agrande; dado que el volumen del anillo se conserva constante durante la deformación, la reducción en espesor se compensa con un incremento en el diámetro del anillo.

El formado de anillos se aplica usualmente en procesos de trabajo en caliente para anillos grandes y en procesos de trabajo en frío para anillos pequeños dependiendo del tamaño, resistencia y ductilidad del material de la pieza de trabajo.

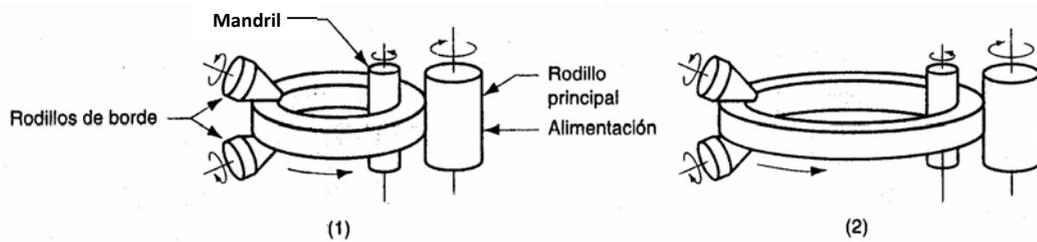


Figura 2.4 Formado de anillos para reducción de espesor de la preforma e incrementar su diámetro, (1) inicio con preforma, (2) pieza final rolada.

La preforma o pieza en bruto en forma de anillo puede producirse cortándola con una placa, perforándola, o cortando un tubo de pared gruesa; mediante el uso de rodillos para anillo se pueden producir varias formas.

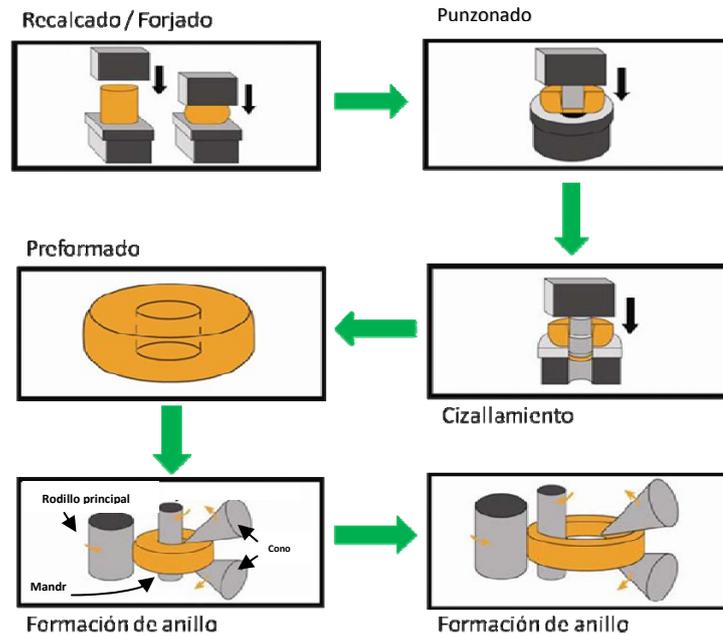


Figura 2.5 Secuencia de pasos principales para el formado de anillos [33 modificada].

Las aplicaciones del laminado de anillos incluyen collares para rodamientos de bolas y rodillos, llantas de acero para ruedas de ferrocarril y cinchos para tubos, recipientes a presión y máquinas rotatorias, los grandes anillos para cohetes y turbinas, las coronas de engranes, las pistas para bolas y rodillos de cojinetes, las bridas y los anillos de refuerzo para tubería. Las paredes de los anillos no se limitan a secciones rectangulares, el proceso permite la laminación de formas más complejas. Las ventajas del laminado de anillos sobre otros métodos para fabricar las mismas partes son: el ahorro de materias primas, la orientación ideal de los granos a favor de las propiedades mecánicas finales requeridas en el anillo y el endurecimiento a través del trabajo en frío, corto tiempo de producción y estrictas tolerancias dimensionales [33,34, 35].

CAPITULO 3

TRATAMIENTOS TÉRMICOS

3.1 Introducción

La resistencia de las superaleaciones se basa en la combinación de una matriz estable austenítica cúbica centrada en las caras con algún mecanismo que promueve precipitación o endurecimiento por solución sólida. Se debe tener en cuenta ciertas características que promueven un endurecimiento por precipitación deseable. La matriz debe ser relativamente blanda y dúctil; el precipitado o segunda fase deberá ser resistente, el precipitado deberá ser redondo y discontinuo, las partículas de precipitado deberán ser numerosas y pequeñas; en general, cuanto más precipitado se tenga mayor resistencia tendrá la aleación. Para que se forme un precipitado a partir de una matriz sólida debe ocurrir tanto nucleación como crecimiento; como el precipitado no ocupa el mismo volumen que la matriz, es deformado, por lo tanto, se requiere de energía para adecuar el precipitado en la matriz.

La nucleación ocurre más fácilmente sobre superficies ya presentes en la estructura, por lo tanto, el precipitado nucleará más fácilmente en los bordes de grano y en otros defectos de la red, por ejemplo, dislocaciones y vacancias. Este fenómeno puede ocurrir homogéneamente o heterogéneamente. La mayoría de los precipitados involucran o requieren la presencia de sitios preferenciales para la nucleación heterogénea, zonas Guinier-Preston (GP) y otros precipitados coherentes (ej. precipitado Ni_3Al en superaleaciones) se forman sobre dislocaciones o sobre otros defectos en planos preferenciales. La precipitación coherente ocurre cuando se mantiene continuidad entre la red cristalina del precipitado y la red cristalina de la matriz [36].

Las zonas GP son ordenadas, son grupos ricos en átomos de soluto que pueden ser solamente uno o dos planos de átomos en espesor. Estas zonas retienen la estructura de la matriz con la cual son coherentes, aunque pueden producir apreciables deformaciones elásticas en los alrededores de la matriz. La difusión asociada con su formación involucra el movimiento de átomos sobre relativamente cortas distancias y está ayudada por los sitios de la red vacantes que también son retenidos en el enfriamiento. Dependiendo del sistema de aleación en particular, la velocidad de nucleación y la estructura real pueden estar muy influenciadas por la presencia del exceso de sitios de la red vacantes. Generalmente, el precipitado intermedio es mucho más grande en tamaño que una zona GP y parcialmente coherente con algunos planos de la matriz. Se ha aceptado que esté presente una composición definida y una estructura cristalina también definida, las cuales, difieren ligeramente de las del precipitado en equilibrio.

En algunas aleaciones el precipitado intermedio puede nuclear en sitios de zonas GP estables. En otras aleaciones esta fase nuclea heterogéneamente en defectos de la red como dislocaciones. La formación del precipitado de equilibrio final involucra una completa pérdida de coherencia con la red original y se forma a temperaturas de envejecido relativamente altas, debido a que este precipitado es dispersado de manera ensanchada, poco endurecimiento se ve reflejado. La Figura 3.1 esquematiza el crecimiento de un precipitado a partir de una zona GP [37].

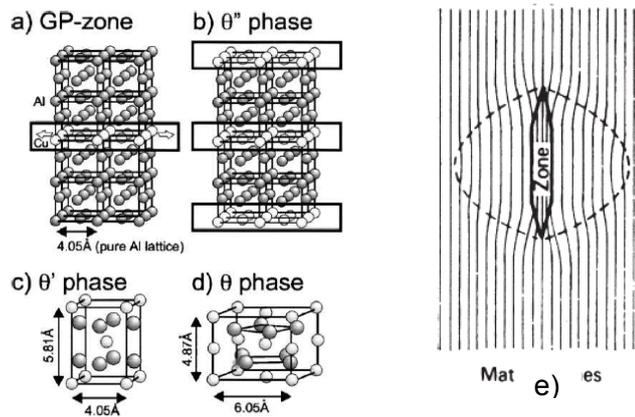


Figura 3.1 Esquemas mostrando la estructura cristalina de a) zonas GP, b) θ'' , c) θ' , d) θ (Al_2Cu), que precipitan en aleaciones binarias Al – Cu. Las esferas claras representan átomos de cobre y las oscuras átomos de aluminio. e) representación de la distorsión de los planos de la red de la matriz cercanos a una zona GP coherente [37].

El crecimiento del precipitado ocurre normalmente mediante difusión de largo alcance y redistribución de los átomos; los átomos durante la difusión deben cambiar sus posiciones originales, después moverse hacia el núcleo a través del material que los rodea e incorporarse en la estructura del precipitado. La cinética del proceso de transformación dependerá tanto de la nucleación como del crecimiento, que a su vez dependen de la temperatura; a temperaturas mayores el coeficiente de difusión es más alto, las velocidades de crecimiento más rápidas y la transformación se terminará en un tiempo más corto.

Para satisfacer los requisitos de un buen endurecimiento por precipitación se debe controlar la precipitación de la segunda fase. Aún cuando se produzca una distribución uniforme de precipitados discontinuos, dicha distribución pudiera no desordenar completamente la estructura de matriz circundante provocando un bloqueo al deslizamiento sólo si está directamente en la trayectoria de la dislocación. Sin embargo, cuando se forma un precipitado

coherente los planos de los átomos en la red del precipitado están relacionados e incluso tienen continuidad con los planos en la red de la matriz, se crea una interrupción extensa de la red de la matriz obstaculizando el movimiento de dislocación, aún cuando éste pasa cerca del precipitado coherente. Un tratamiento térmico especial como el endurecimiento por envejecimiento puede producir un precipitado coherente. Un cierto número de aleaciones metálicas importantes, incluyendo ciertos aceros inoxidables y aleaciones basadas en aluminio, magnesio, titanio, níquel y cobre pueden ser endurecidos por envejecimiento [37, 38].

3.2 Tratamientos térmicos de superaleaciones

Se ha mencionado anteriormente que cada tipo de superaleación se ve favorecido con algún mecanismo de endurecimiento; así, las aleaciones base níquel son endurecidas por la precipitación de la fase γ' , mientras que hay aleaciones no endurecibles por precipitación sino por endurecimiento de la matriz austenítica; las aleaciones base hierro o base hierro-níquel son endurecidas por precipitación de la fase γ' o también las hay endurecidas por la precipitación de la fase γ'' , mientras que, las superaleaciones base cobalto pueden ser endurecidas por dispersión de carburos. Para provocar un mecanismo de endurecimiento es necesario someter a la aleación a un tratamiento térmico o a alguna operación después del tratamiento, de esta manera se obtiene la resistencia requerida y por consiguiente propiedades resultantes adecuadas. El endurecimiento por envejecimiento o por precipitación produce una dispersión uniforme de un precipitado coherente duro y fino en una matriz más blanda y dúctil. Este tratamiento consta de tres pasos: solubilizado, enfriamiento y envejecido

Solubilizado: usualmente el primer paso cuando se quiere tratar superaleaciones es un tratamiento de solubilizado, la temperatura de este tratamiento dependerá de las propiedades que se requieran, por ejemplo, si se requiere obtener buenas propiedades de fluencia–ruptura la temperatura del solubilizado debe ser alta, mientras que, si se requieren buenas propiedades de tensión a corto tiempo a elevada temperatura o resistencia a la fatiga la temperatura de solubilizado debe ser baja; en microestructura, el principal objetivo del solubilizado es poner en solución las fases encargadas del endurecimiento y la disolución de la mayoría de los elementos; si la temperatura del solubilizado es baja se disolverán solo algunas fases principales, algunos carburos estarán en solución y no se promoverá el crecimiento de grano, mientras que a una temperatura alta de solubilizado el crecimiento de grano es mayor.

Enfriamiento: normalmente se realiza algún tipo de enfriamiento después del solubilizado, esto es con la finalidad de mantener a temperatura ambiente la solución sólida supersaturada producida por el solubilizado; se pueden utilizar varios medios de enfriamiento ya sea agua, aceite, aire o gas inerte. El enfriamiento permite que el tamaño de los precipitados sea más fino.

Envejecido: la finalidad de este tratamiento es provocar la precipitación de cantidades adicionales de la matriz supersaturada obtenida por el tratamiento de solubilizado en forma de fases precipitadas, de esta manera, promover la mejora de las propiedades de la aleación; algunos factores críticos para llevar a cabo este tratamiento son: el tipo y número de fases disponibles, la temperatura de servicio, tamaño de los precipitados, la combinación de resistencia y ductilidad deseadas y el conocimiento de tratamientos térmicos para aleaciones similares [36].

Con este tratamiento las principales fases que precipitan son γ' , γ'' , η , algunas fases secundarias como δ , carburos MC, $M_{23}C_6$, $M_{27}C_3$, M_6C , nitruros, carbonitruros o boruros, fases del tipo Laves o, si la composición de la aleación no es la adecuada, fases del tipo σ o μ pueden precipitar durante este tratamiento o más comúnmente durante el servicio que generalmente son dañinas a las propiedades de la aleación. Se debe tener en cuenta que la distribución del tamaño de los precipitados se controla con la temperatura del envejecido, una temperatura alta de este tratamiento promoverá el engrosamiento de las fases que precipitan con dicho tratamiento y la resistencia se puede ver comprometida.

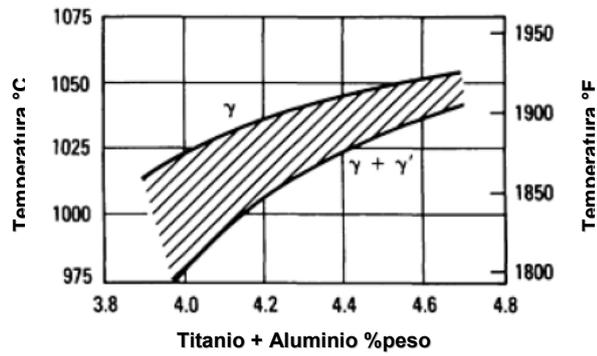
Con el engrosamiento de la fase γ' las propiedades de fluencia se ven favorecidas, mientras que con partículas dispersas finamente de γ' las propiedades de tensión a elevada temperatura se ven favorecidas, depende mucho de las propiedades finales que se requieran; se debe considerar que al controlar la precipitación de la fase γ' también se debe observar o controlar la distribución correcta de carburos.

Doble tratamiento de envejecido: la finalidad de realizar un segundo tratamiento de envejecido, además de controlar la distribución de tamaño de las fases γ' y γ'' es para precipitar y controlar la morfología de los carburos en las fronteras de grano [36]; la temperatura del doble envejecido y el hecho de que se lleve a cabo depende mucho de la aleación y de las propiedades finales que se estén buscando.

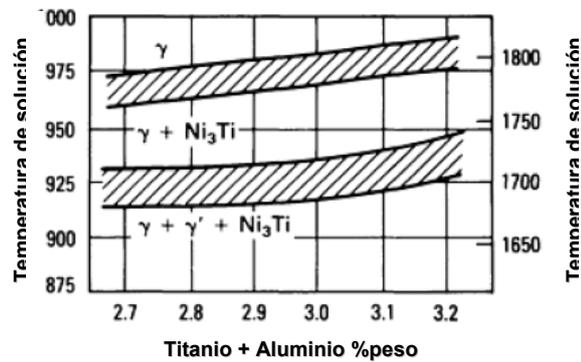
Las superaleaciones, dependiendo de su ductilidad, pueden ser trabajadas en frío o en caliente, existe una dependencia entre el tratamiento térmico aplicado a la aleación y el proceso bajo el cual son trabajadas, generalmente las propiedades deseadas no son alcanzadas vía solamente tratamiento térmico, los parámetros de deformación y de temperatura del proceso deben ser controlados de tal manera que cuando la aleación reciba el tratamiento térmico indicado se obtengan las propiedades óptimas y deseadas.

El tratamiento térmico de superaleaciones trabajadas depende si son superaleaciones base níquel endurecidas por precipitación, si son superaleaciones base hierro–níquel endurecidas por precipitación o si son superaleaciones base hierro, base níquel o base cobalto endurecidas por solución sólida [36].

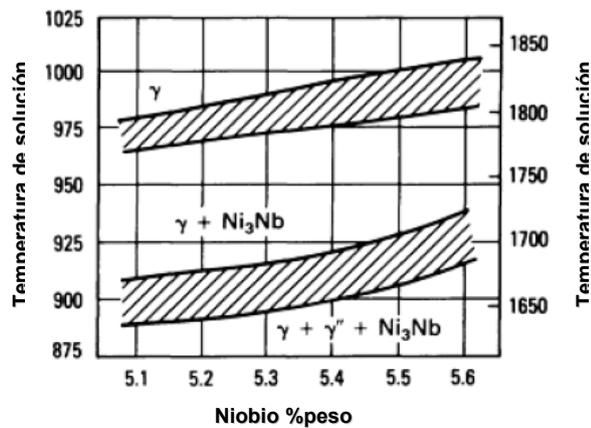
La diferencia principal entre las superaleaciones endurecidas por precipitación y endurecidas por solución sólida radica en el contenido de los elementos que forman precipitados como el aluminio, titanio y niobio; generalmente el contenido de estos elementos es más bajo para las aleaciones endurecidas por solución sólida.



(a)



(b)



(c)

Figura 3.2 Se muestran partes de diagramas de precipitación isotérmica a) la aleación Waspalloy mantenida a una temperatura por 4 horas y enfriada en aceite, b) una aleación 901, mantenida a una temperatura de solución por 1 hora y enfriada en aceite, c) para una aleación 718 mantenida a una temperatura de solución por 1 hora y enfriada al aire [32 modificada].

En la Figura 3.2 se muestra la formación de las diferentes fases responsables del endurecimiento de cada aleación y la temperatura a la cual se forman con respecto a la cantidad en porcentaje en peso del elemento aleante promotor del endurecimiento. Para las aleaciones 901 y Waspaloy su endurecimiento depende fuertemente del contenido de titanio y de aluminio, mientras que para la aleación 718, la fase γ'' , responsable del endurecimiento depende del contenido de niobio.

Durante la exposición prolongada en un tratamiento a elevada temperatura, los precipitados tienden a alterarse en tamaño y forma debido a la difusión de los elementos de aleación del material [9]. Se ha reportado que en muchos materiales policristalinos que son endurecidos por precipitación, zonas libres de precipitado (PFZs) se forman a lo largo de las fronteras de grano y que generalmente estas zonas son perjudiciales para las propiedades mecánicas del material como lo reportan para la superaleación Nimonic PE16 [40]. Estas zonas libres de precipitados (PFZs) se forman por dos razones.

Primero, existe una región, de aproximadamente 50nm a ambos lados de la frontera de grano, la cual es reducida de soluto debido a la rápida difusión de átomos de soluto hacia la frontera, donde grandes partículas de precipitados son subsecuentemente formadas. Y segundo, el resto de una zona libre de precipitación surge debido a una reducción de vacancias a niveles más bajos de los que se necesitan para que ocurra la nucleación de precipitados a una temperatura de envejecido particular.

El ancho de una zona libre de precipitación puede ser alterada y varía de acuerdo a las condiciones de tratamiento térmico [37].

3.3 Superalaciones base hierro–níquel, endurecidas por precipitación.

Una diferencia entre las aleaciones base hierro–níquel y las base níquel es que en las primeras generalmente se formarán intermetálicos adicionales además de las fases γ' y γ'' tales como laves, δ o η ; estas fases adicionales pueden tener una influencia positiva sobre el tamaño de grano y a su vez sobre las propiedades finales de la aleación si su precipitación vía tratamiento térmico es adecuada.

Para las aleaciones base hierro–níquel que son endurecidas por precipitación de la fase γ' los tratamientos térmicos aplicados son diseñados para controlar el tamaño de grano y para desarrollar una morfología adecuada de fases primarias, γ' , η y carburos del tipo MC. La precipitación de la fase η se da a temperaturas más altas que la temperatura de solvus de la fase γ' por lo cual esta puede proporcionar control de tamaño de grano durante el proceso de trabajado o durante el tratamiento térmico [36].

En la Figura 3.3 se observan tres diferentes ciclos térmicos con tres diferentes tamaño de grano como resultado; estas condiciones térmicas y de grano influyen en el aumento del porcentaje de elongación a cuesta de la disminución en los valores de esfuerzo conforme aumenta la temperatura. La microestructura de la aleación final y las propiedades finales deseadas dependerán básicamente del control que se tenga sobre los parámetros del proceso termomecánico y de los parámetros y el tipo de tratamiento térmico aplicado.

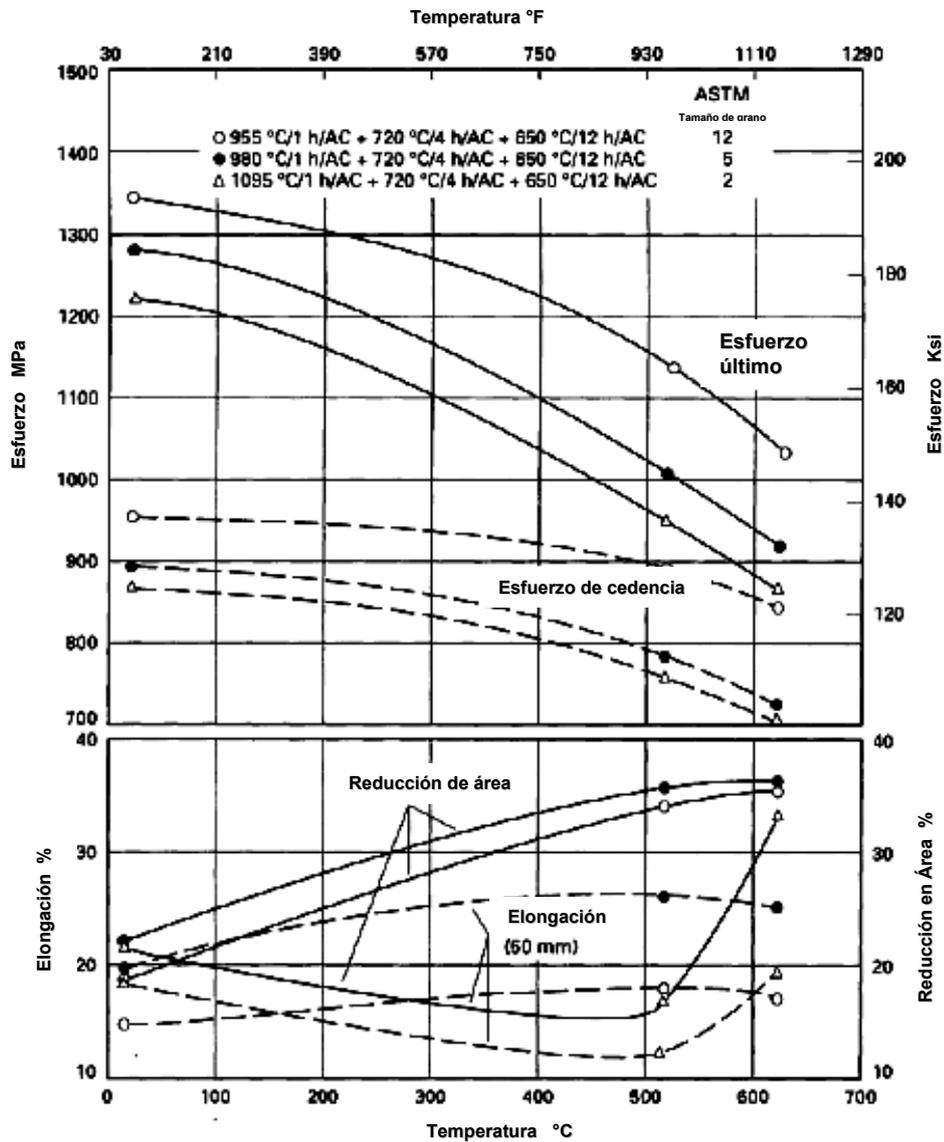


Figura 3.3 Efecto de la temperatura y del tamaño de grano sobre las propiedades de una superaleación 901 endurecida por la precipitación de la fase γ' [36 modificada].

Los precipitados de la fase γ' están inmersos en una matriz de estructura c.c.c (cúbica centrada en las caras) que es fundamentalmente una solución sólida de níquel. La cinética del 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 en consecuencia 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 [41].

La energía interfásial depende de la magnitud del desajuste entre el precipitado y la matriz que se define en función de los parámetros de red del precipitado y de la matriz $\delta = (a\gamma' - a\gamma)/a\gamma$ donde ' $a\gamma'$ ' es el parámetro de red de la matriz y ' $a\gamma$ ' el del precipitado. De acuerdo con este desajuste será la morfología del precipitado, los precipitados esféricos generalmente se observan cuando el desajuste es menor que 0.3%. Para desajustes más grandes, 0.3-1.0%, los precipitados γ' toman una morfología en forma de cubo. En aleaciones en que el desajuste es mayor al 1% se observan precipitados en forma de disco. La morfología de estos precipitados se conserva en función del tamaño hasta el momento en que colapsan [41].

Para las aleaciones base hierro-níquel que son endurecidas por precipitación de la fase γ'' el tratamiento térmico es diseñado de manera muy similar para las aleaciones endurecidas por γ' , sin embargo lo que se tiene que buscar es la precipitación de γ'' y no de la fase δ , se debe tener mucho cuidado porque δ presenta la misma composición que la fase γ'' , es decir, Ni_3Nb , y esta fase se encuentra presente a temperaturas más altas que la temperatura de solvus de la fase γ'' , un adecuado control de su precipitación puede ayudar al control del tamaño de grano; sin embargo su presencia en grandes cantidades promueve incoherencia con la red cristalina y promueve así la disminución en resistencia. El diagrama de la Figura 3.4 muestra la transformación de la fase γ'' a la fase δ con respecto a tiempo-temperatura; es de mucha utilidad para controlar la transformación y crecimiento de la fase δ .

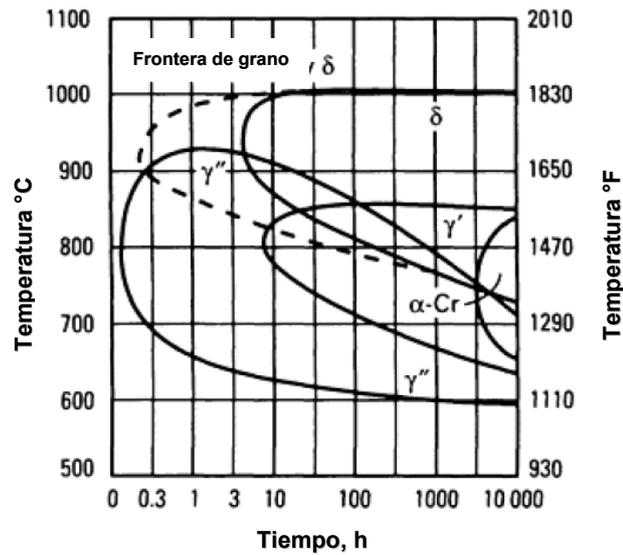


Figura 3.4 Diagrama de transformación de fases para una aleación Inconel 718 fundida en vacío y forjada en caliente [36 modificada]. Se muestra la temperatura a la cual se hace presente la precipitación de la fase endurecedora γ'' y la fase δ con respecto al tiempo de exposición.

Para la superaleación Incoloy 909 fue reportado por Heck et al., el diagrama de transformación isotérmica de la Figura 3.5, se puede observar el intervalo de temperaturas a las cuales precipita la fase ϵ . Reportó que esta fase precipita inicialmente en las fronteras de grano alrededor de nitruros y carbonitruros e intragranularmente alrededor de ϵ'' ; la morfología de los precipitados ubicados dentro de granos es del tipo Widmstätten y en las fronteras es acicular y ópticamente son muy similares a la fase δ presente en la superaleación Inconel 718, como sucede con la fase ϵ'' el Si aumenta la precipitación de ϵ , mencionó que si la precipitación de ϵ'' precede a ϵ es incierta. Reporta que la fase épsilon presenta una estructura de superred hexagonal tipo $D0_{19}$ con fórmula química del tipo Ni_3Sn .

El contenido de Co de ϵ es más grande y el contenido de Ti es más bajo que el que se muestra para ϵ'' . Reportó además, que la fase eta, con estructura cristalina tipo $D0_{24}$ con fórmula Ni_3Ti y morfología similar a ϵ no fue encontrada [42].

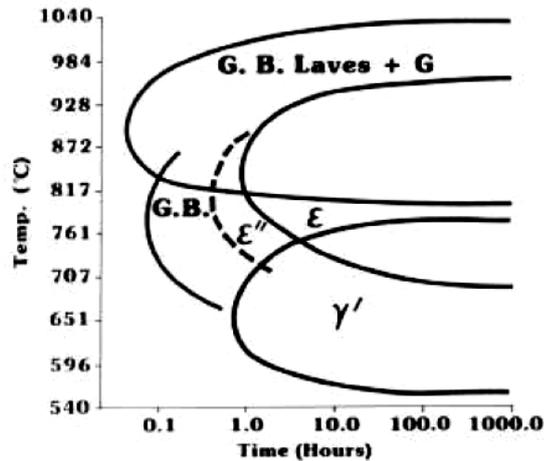


Figura 3.5 Diagrama de transformación isotérmica para la superaleación Incoloy 909. La fase G corresponde a siliciuros del tipo $A_{16}B_6Si_7$, mientras que γ' corresponde a gama primera [42].

La superaleación Incoloy 909 que se estudia en este proyecto se sometió a diferentes ciclos térmicos y mecánicos con el fin de entender sobre su comportamiento; en siguientes capítulos se describe el trabajo realizado con este material.

CAPITULO 4

EXPERIMENTACIÓN

4.1 Introducción

Se trabajó con una superaleación Incoloy 909, que es un material muy utilizado en la industria aeroespacial, en este caso para la fabricación de anillos de turbina. El material fue proporcionado por la empresa FRISA AEROSPACE* en forma de 6 cuñas forjadas y seccionadas, Figura 4.1; a cada una fue forjada en caliente en la empresa, a diferentes temperaturas, 900, 1060 y 1100 °C y después cada cuña fue cortada en 6 secciones A, B, C, D, E y F, más material sobrante debido al corte; las dimensiones de las cuñas sin forjar y las condiciones del forjado en caliente se muestran en la Tabla 4.1. Al material recibido no se le realizó ningún tipo de tratamiento térmico después del forjado.

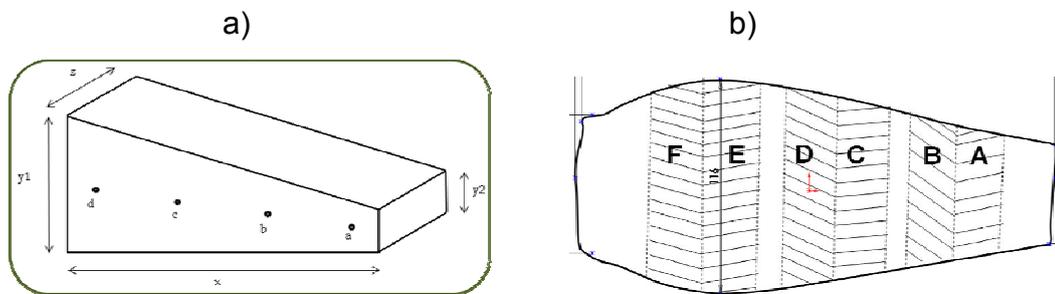


Figura 4.1 a) se muestra la forma de las cuñas antes de ser forjadas, los acotamientos corresponde a las dimensiones mencionadas en la Tabla 4.1 para cada una de las cuñas. b) se muestra la forma de las cuñas ya forjadas y seccionadas.

*Valentín G. Rivero 200, Los Treviño, C. P. 66150 Santa Catarina, N.L., México.

Tabla 4.1 Condiciones de forjado en caliente aplicadas a las cuñas Incoloy 909.

Cuña	Dimensiones (in)				Termopares				Temperatura de deformación (°C)	Tiempo de forja (s)
	x	y1	y2	z	a	b	c	d		
1	7 1/2	3 1/8	1 1/8	2 1/8	1	2	3	4	1100	4
2	7 9/16	3	1	2	5	6	7	8	1060	4
3	7 1/2	3	1	2	9	10	11	12	900	4
4	7 1/2	3 1/8	1 1/8	2	9	10	11	12	1100	4
5	7 1/2	3	1	2	5	6	7	8	1060	4
6	7 1/2	3	1	2	1	2	3	4	900	4

La composición química nominal de la superaleación Incoloy 909 se muestra en la Tabla 4.2.

Tabla 4.2 Composición química nominal del material [12].

Aleación	Composición % en peso ^(a)													
	Ni	Cr	Fe	Co	Mo	W	Nb	Ti	Al	C	Mn	Si	B	Otro
Aleaciones de expansión controlada (Fe – Ni – Cr, Fe – Ni – Co)														
Aleación 909	38.0	...	42.0	13.0	4.7	1.5	0.03	0.01	...	0.4

(a) Si de otra manera no es indicada los valores mostrados son valores máximos.

La composición química de la superaleación Incoloy 909 determinada con un analizador de fluorescencia de rayos X, FRX en campo es indicada en la Tabla 4.3.

Tabla 4.3 Composición química tomada en campo al material bajo estudio.

FRX	Elemento	Fe	Ni	Co	Nb	Ti
		% en peso	44.29	36.69	12.42	4.98

La Tabla 4.4 presenta la composición química de la aleación 909 proporcionada por el fabricante** a la empresa.

Tabla 4.4 Composición química del material de acuerdo al fabricante.

Elemento	% en peso
Carbono	0.06 Max.
Manganeso	1.00 Max.
Silicio	0.25 – 0.50
Fósforo	0.015
Azufre	0.015
Níquel	35.00 – 40.00
Cobalto t	12.00 – 16.00
Niobio + Tantalio	4.30 – 5.20
Titanio	1.30 – 1.80
Boro	0.012 Max.
Cromo	1.00 Max.
Aluminio	0.15 Max.
Cobre	0.50 Max.
Hierro	Al balance

** Solar Turbines, a Caterpillar Company; Specification NO. ES 9 – 308; Bars, forgings and rings, controlled expansion alloy, recrystallized (Incoloy 909)

De las 6 cuñas, la número 1 y 4 fueron forjadas bajo iguales condiciones, así como, las cuñas 2 y 5 y las cuñas 3 y 6, Tabla 4.1; esto es con la finalidad de tener material de reserva para posteriores proyectos o incidentes durante la experimentación del presente trabajo. De las 6 cuñas proporcionadas se decidió tomar para trabajar en este proyecto las cuñas 3 y 5 cuyas temperaturas de forjado fueron 900 y 1060 °C respectivamente; esta decisión fue tomada debido a que estas dos cuñas presentaban muy claramente líneas de flujo de deformación, que fueron más visibles que en la cuña 1, y además que, con dichas cuñas, se realizaría un estudio de visioelasticidad bajo otro proyecto. Las dimensiones de las cuñas 3 y 5 sin forjar se presentaron en la Tabla 4.1 y las Figuras 4.2 y 4.3 indican las dimensiones de las cuñas 3 y 5 ya forjadas.

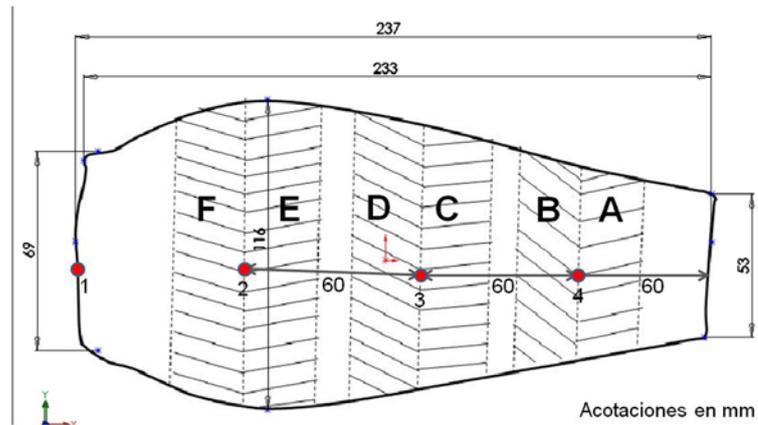


Figura 4.2 División, acotamiento y dimensiones de la cuña 3 ya forjada a 900°C. Las 6 secciones son A, B, C, D, E y F.

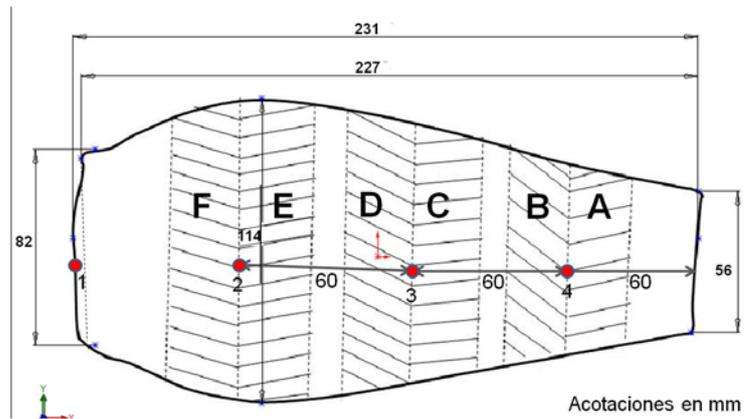


Figura 4.3 División, acotamiento, dimensiones de la cuña 5 ya forjada a 1060°C. Las 6 secciones son A, B, C, D, E y F.

El proceso termomecánico de forja implica la deformación del material, se calcularon valores aproximados de porcentajes de deformación en los 4 puntos de los termopares indicados en la Figura 4.1 - A), puntos a, b, c y d en ambas cuñas, considerando las dimensiones originales de éstas. Dichos puntos corresponden a los indicados como 1, 2, 3 y 4 de las Figuras 4.2 y 4.3 para las cuñas ya forjadas. De acuerdo al porcentaje de deformación de forjado calculado, en este proyecto, para las cuñas se usa la nomenclatura baja, media y alta deformación en caliente debida al forjado, la baja deformación

corresponde a las secciones A y B, la media deformación corresponde a las secciones C y D, y alta deformación a las secciones E y F; o bien, la deformación que corresponde a los puntos 4 (baja), 3 (media) y 2 (alta) en las Figuras 4.2 y 4.3.

Tabla 4.5 Porcentaje de deformación de forjado en cuatro puntos diferentes para cada cuña.

CUÑA 3	Punto	d	c	b	a
	% Deformación	66	65.39	55.74	38.64
CUÑA 5	Punto	d	c	b	a
	% Deformación	66	65.39	55.74	38.64

La experimentación se dividió en dos partes, en la primera se utilizaron las técnicas de microscopía óptica, microdureza Vickers, microscopía electrónica de barrido (MEB) y microscopía de fuerza atómica. La finalidad de la primera parte de la experimentación fue conocer y observar de una manera macro y micro el material y establecer diferencias o similitudes microestructurales en ambas cuñas, además de que se determinó el tamaño de grano promedio en la microestructura observada y valores promedio de microdureza de la misma, los resultados de la primera experimentación se muestran en el Apéndice A. La Figura 4.4 esquematiza la experimentación.

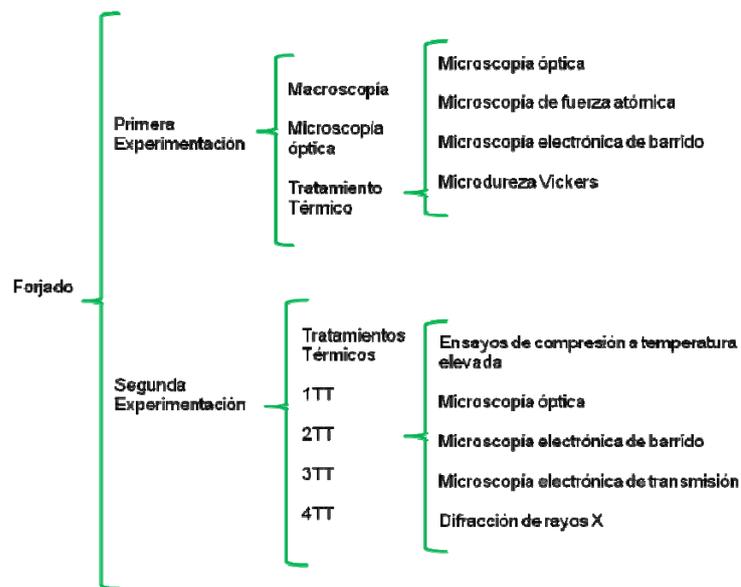


Figura 4.4 Esquema de experimentación.

4.2 Primera Experimentación

4.2.1 Macroataque

El análisis macroestructural tiene como finalidad observar un material o una pieza a magnificaciones muy bajas, a fin de conocer su superficie, determinar si presenta macrogrietas, golpes, rechupes, malas soldaduras, cortes mal elaborados, zonas afectadas por el calor, tonalidades debidas a ataques químicos o por el medio ambiente, corrosión, zonas deformadas debidas a diferentes procesos y a su vez líneas de deformación, etc.

La observación puede realizarse utilizando equipos como los estereoscopios, lentes de mano o en algunos casos puede ser solo con la vista, sin embargo es muy recomendable utilizar reactivos de ataque químico, electroquímico o físico; éstos varían dependiendo del material a analizar, estos reactivos tienen como finalidad develar macro o microestructura y

características superficiales del material, hacer más sencilla la observación y atacar de manera diferente el material dependiendo de lo que se busca develar.

El principio de los procesos de macroataque (macroscopía) y microataque (microscopía), los cuales forman parte de los procesos de ataque utilizando métodos químicos, involucra procesos de corrosión controlada, es decir, reacciones de reducción (electrones absorbidos) y reacciones de oxidación (electrones emitidos). Los reactivos de ataque promueven diferentes velocidades en estas reacciones de reducción y oxidación, además, este tipo de reacciones implican también diferencias de potencial. Los elementos microestructurales que tienen diferentes potenciales son atacados a diferentes velocidades produciendo diferentes ataques que resulta en un contraste microestructural en la muestra; los elementos microestructurales pueden ser fronteras de grano, diferencias en composiciones de fase, zonas deformadas o irregularidades en la red cristalina; sin embargo, cualquier heterogeneidad bajo un reactivo de ataque producirá un contraste microestructural o macroestructural. Para los metales puros y las aleaciones de una sola fase la diferencia de potencial existe entre las fronteras de grano y el interior de los granos, entre granos con diferentes orientaciones cristalográficas, entre la fase y la matriz o debido a gradientes de concentración. Para aleaciones multifases la diferencia de potencial existe entre las fases mismas [43].

Se realizó un macroataque sobre las secciones A, C y E de las cuñas 3 y 5, se seleccionaron estas partes debido al interés de observar las líneas de flujo a baja, media y alta deformación, el reactivo que se utilizó para el ataque químico del material Incoloy 909 fue una solución de ácido nítrico (HNO_3) con agua destilada en proporciones de 50–50% de cada sustancia, y el tiempo de ataque fue de 12 horas. Con este reactivo de ataque se develaron líneas de flujo de deformación observables a simple vista sobre la superficie de las secciones. Los resultados del macroataque se muestran en el Apéndice A.

4.2.2 Tratamientos Térmicos

Los tratamientos térmicos que se aplican generalmente a superaleaciones son, un solubilizado a alta temperatura y su correspondiente envejecido; la finalidad del solubilizado es poner en solución fases endurecedoras y disolver una mayor cantidad de carburos presentes en las muestras; la finalidad del envejecido es causar la precipitación de cantidades adicionales de una o más fases partiendo de una matriz supersaturada que se desarrolló en el tratamiento de solubilizado. Después del envejecido la microestructura resultante en las superaleaciones que son forjadas, consiste de granos grandes que contienen las fases endurecedoras y una concentración mayor de carburos que generalmente se ubican en las fronteras de grano.

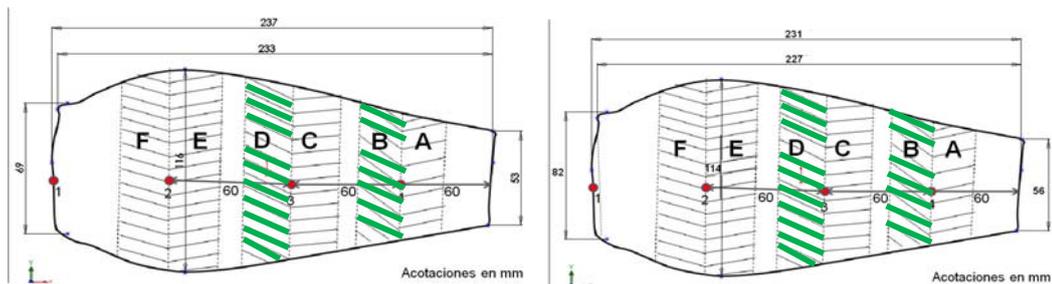
Un tratamiento térmico de solubilizado a una temperatura baja ayuda a disolver las principales fases del envejecido, y un doble envejecido es comúnmente usado para controlar la distribución de tamaño de las fases precipitadas y para propiciar la precipitación o control de la morfología de los carburos en las fronteras de grano. El doble envejecido varía según la aleación a tratar [36].

Para el material Incoloy 909 del presente proyecto, se aplicó un tratamiento térmico propuesto de solubilizado y un doble envejecido a las secciones B y D de cada cuña; el tratamiento térmico nominal reportado en la literatura para esta aleación y el tratamiento propuesto se muestran en la Tabla 4.6.

Tabla 4.6 Tratamientos térmicos para la superaleación Incoloy 909.

Tratamiento	Solubilizado			Envejecido		
	Temperatura °C	Tiempo Horas	Enfriamiento	Temperatura	Tiempo Horas	Enfriamiento
Nominal [3]	980	1	Al aire	720	8	En el horno
				620	8	Al aire
Propuesto	1000	2	Al aire	720	8	En el horno
				Rampa 100°C 25°C cada 25 min		
				620	8	Al aire

Los tratamientos térmicos fueron aplicados de la siguiente forma:



a) Cuña 3

b) Cuña 5

Secciones B y D → Tratamiento Térmico Propuesto

Figura 4.5 Secciones B y D con tratamiento térmico propuesto aplicado en ambas cuñas.

4.2.2.1 Microataque

El microataque (microscopía óptica) está basado en los métodos químicos descritos anteriormente (sección macroataque); el microataque se utiliza principalmente para revelar características microestructurales con magnificaciones que van desde los 25x hasta 1500x en el microscopio óptico.

Esta forma de ataque químico revela la forma, tamaño y arreglo de los elementos microestructurales como fases, inclusiones o poros, así como, cambios estructurales producidos por procesos químicos, mecánicos o térmicos

durante la manufactura del material o pieza, o durante el servicio del mismo. Una vez realizado el microataque se utiliza el microscopio óptico de luz para la observación de la microestructura [43].

Para obtener micrografías de las secciones A, B, C, D y E de cada cuña se utilizó el reactivo de ataque que consiste en una solución saturada de alcohol metílico ($\text{CH}_3\text{-OH}$), ácido clorhídrico (HCl) y cloruro cúprico (CuCl_2) en cantidades de 10ml–5ml–0.5g respectivamente por un tiempo de 5 segundos. La observación se realizó en la orilla de cada sección, y a lo largo del centro de las mismas; las micrografías se muestran en el Apéndice A y se tomaron a magnificaciones de 100x. Se realizó una comparación de micrografías de dos secciones, C sin tratamiento térmico y D con tratamiento térmico propuesto (Tabla 4.6).

4.2.2.2 Microscopía electrónica de barrido (MEB)

Este tipo de microscopía consiste en barrer la superficie de una muestra con un haz de electrones de sección transversal pequeña y de alta energía para generar una imagen punto a punto de ella. Cuando el haz electrónico interactúa con los electrones de la superficie de la muestra se producen varios tipos de señales como: electrones secundarios, retrodispersados, difractados, transmitidos, rayos X o absorbidos; una vez que el haz de electrones choca con la muestra penetra en ella; la profundidad a la que penetran los electrones es directamente proporcional al número atómico de los átomos que la constituyen. A medida que el haz de electrones penetra la muestra, los electrones pierden su energía. En microscopía electrónica de barrido los electrones secundarios, retrodispersados y los rayos X son de mayor interés ya que éstos proporcionan información topográfica de la superficie de la muestra y espectros de composición química [44].

Los electrones retrodispersados se producen cuando los electrones incidentes que chocan con los núcleos o con los electrones de los átomos de la muestra rebotan y escapan de ella; los electrones retrodispersados tienen una energía cercana a la de los electrones incidentes por lo que en el trayecto desde su origen hasta la superficie de la muestra pueden interactuar con sus átomos y dar lugar a otro tipo de señales (electrones secundarios, fotones, etcétera). La producción de electrones retrodispersados está en íntima relación con el número atómico de los átomos que componen la muestra; de tal manera que cuanto más alto es este número atómico mayor número de electrones retrodispersados se producen.

Los electrones secundarios se producen cuando alguno de los electrones incidentes o retrodispersados colisionan con un electrón de los átomos que constituyen a la muestra (colisión inelástica). Por efecto de esta colisión el átomo se ioniza y puede emitir electrones que se denominan secundarios [45].

La espectroscopía de energías dispersivas (EDS o EDX) permite realizar un microanálisis químico, que normalmente es cualitativo. Los electrones provenientes del haz emitido excitan a los átomos de la muestra y provocan la emisión de rayos X cuya longitud de onda es característica de cada elemento que está presente en la muestra y cuya intensidad, para una determinada longitud de onda, es proporcional a la concentración relativa del elemento a esa longitud de onda.

Para utilizar este tipo de microscopía electrónica se seleccionó una pieza central de 2 x 2 cm de las secciones D y C, con y sin tratamiento térmico, de cada una de las cuñas; se estudiaron 4 muestras con esta técnica, 3C y 5C sin tratamiento térmico, y 3D y 5D con tratamiento térmico. Las muestras fueron pulidas a acabado espejo y atacadas con el reactivo que consiste en la solución saturada de alcohol metílico, ácido clorhídrico y cloruro cúprico mencionado

anteriormente. Se utilizaron las señales de electrones secundarios y retrodispersados, así como, el análisis de energías dispersivas para obtener composiciones químicas de los precipitados presentes y de la matriz.

La finalidad de utilizar esta técnica es observar y analizar la microestructura a mayores magnificaciones, de tal manera, que se puedan establecer diferencias o similitudes microestructurales entre las dos cuñas, estudiar la morfología y dispersión de los precipitados. Los resultados se muestran en la Figura 5.13 y en el Apéndice A.

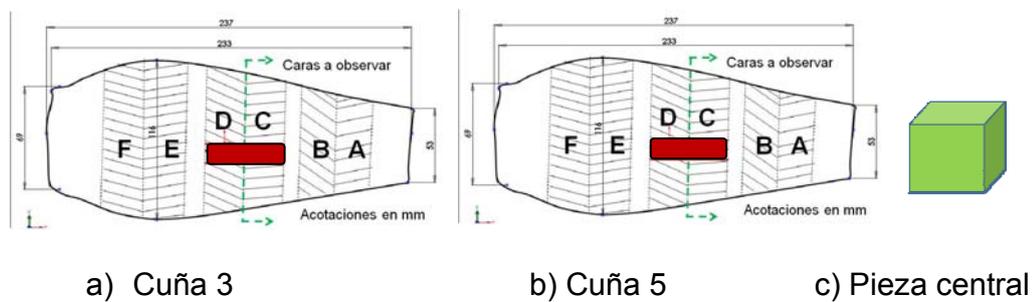


Figura 4.6 a) Corresponde al corte de dos muestras en la parte central de las secciones C y D de la cuña 3; b) corresponde al corte de dos muestras en la parte central de las secciones C y D de la cuña 5; c) la figura muestra la forma de las piezas ya cortadas.

4.2.2.3 Microscopía de fuerza atómica

Esta técnica proporciona información de las propiedades de la superficie en la muestra haciendo un escaneo o rastreo con una punta muy pequeña. La información acerca de la interacción entre la punta y la superficie es transmitida a través de una fase electrónica hacia un equipo de cómputo, donde una imagen de la superficie es generada.

La superficie que es escaneada por la punta es tocada a una distancia de pocos Angstroms; el movimiento de la punta sobre la superficie es controlado por un cerámico piezoeléctrico; el contacto de la punta con la superficie es usado para generar la imagen de la topografía de la superficie; esta topografía presenta una resolución espacial alta sin dañar la propia superficie escaneada [46].

La microscopía de fuerza atómica se basa en la medición de las fuerzas que se generan entre la punta y la superficie de la muestra. Las fuerzas están determinadas por la naturaleza del material, la distancia de operación entre la punta y la superficie de la muestra, la geometría de la punta y los contaminantes presentes sobre la superficie de la muestra. El microscopio de fuerza atómica registra fuerzas interatómicas entre la punta y los átomos en la muestra, según como sea movida la punta sobre su superficie. Durante el proceso de escaneo, la punta es sensible a fuerzas repulsivas si ésta se mantiene tocando la superficie; la punta es muy aguda y la fuerza de presión es muy pequeña, así la punta se mueve sobre los átomos individuales de la superficie sin dañarla. La punta puede ser sensible a fuerzas atractivas también, si ésta no se encuentra en contacto directo y constante con la superficie de la muestra. Métodos de escaneo son de modo contacto o modo intermitente [47].

En este proyecto se utilizó microscopía de fuerza atómica para obtener información de la topografía de la superficie de las muestras 3C, 5C, 3D y 5D. Se realizó el escaneo en áreas de 40, 20 y 10 micrones utilizando el modo de contacto. Las muestras fueron atacadas previamente con una solución saturada de alcohol metílico, ácido clorhídrico y cloruro cúprico en cantidades de 10ml–5ml–0.5g respectivamente por un tiempo de 5 segundos. Las imágenes fueron tomadas al centro de cada una de las muestras y los resultados se presentan en el Apéndice A.

4.2.2.4 Microdureza Vickers

El término de dureza se relaciona con la habilidad de un material para resistir una indentación o deformación permanente cuando éste se encuentra en contacto con un indentador bajo una carga, o bien, la habilidad de un material para resistir cargas compresivas; generalmente un ensayo de dureza consiste en presionar un indentador de geometría y propiedades mecánicas conocidas dentro de un material de prueba. La dureza del material es cuantificada usando una variedad de escalas que directamente o indirectamente indican la presión de contacto involucrada en deformar la superficie de prueba. El indentador puede ser esférico, en forma de pirámide o cónico. Para metales la dureza es directamente proporcional al esfuerzo de cedencia uniaxial en la deformación impuesta por la deformación.

La dureza es una propiedad que representa un efecto de campos de esfuerzos elásticos y plásticos complejos establecidos en el material que está siendo ensayado; es posible que algunos eventos microscópicos como movimiento de dislocaciones o tal vez transformaciones de fase se produzca durante la penetración del indentador; sin embargo, no se debe esperar que tales eventos se repitan ensayo tras ensayo, el número de dureza podrá ser muy similar pero pocas veces se repetirá exactamente [48].

De acuerdo con investigaciones teóricas y empíricas se ha demostrado que hay una relación cuantitativa muy similar entre la dureza y otras propiedades de los materiales como: resistencia última a tensión, resistencia a la cedencia, coeficiente de dureza a la deformación, resistencia a la fatiga y fluencia. Los ensayos de dureza y microdureza son métodos de caracterización mecánica de un material. Existen varios tipos de ensayo para medir la dureza de un material, su principal diferencia es la carga utilizada para hacer la penetración con el indentador, la forma y tipo de material del indentador [48].

Se realizaron ensayos de microdureza Vickers; este tipo de ensayo utiliza cargas de 1 a 1000 g, el indentador es de la forma piramidal con un ángulo de 136° entre caras opuestas y en este tipo de ensayo la fuerza es aplicada suavemente, sin impacto y mantenida en contacto dentro del material de 10 a 15 segundos; después de que la carga ha sido removida las diagonales que definen la huella son medidas y con el dato de la carga se calcula el número de dureza HV, por sus siglas en inglés (Hardness Vickers). La indentación es realizada directamente sobre un área muy pequeña seleccionada sobre la microestructura. Este tipo de ensayo es más comúnmente usado en aceros inoxidables y aleaciones no ferrosas ya que para el ensayo Brinell algunos de estos tipos de materiales son demasiado duros para ser penetrados [48].

La Tabla 4.7 presenta los parámetros de microdureza utilizados para las muestras 3C, 5C sin tratamiento térmico y las muestras 3D, 5D con tratamiento térmico.

Cada una de las muestras se dividió en tres partes, superior, media e inferior; en cada parte se realizaron 5 indentaciones sobre fronteras de grano y 5 dentro de grano sobre la microestructura con 2 mm de distancia entre indentaciones; la Figura 4.7 esquematiza la secuencia de indentación. Los valores de microdureza y promedios para cada una de las muestras se reportan en las Tablas A.11 y A.12 del Apéndice A.

Figura 4.7 Ubicación para realizar las indentaciones sobre cada muestra.

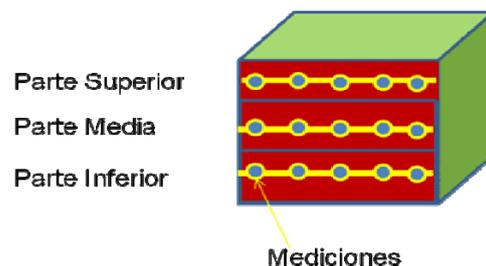


Tabla 4.7. Parámetros para ensayos de microdureza Vickers.

Microdureza Vickers	
Carga	200gf
Tipo de indentador	Piramidal de diamante
Tiempo	10 a 15 segundos

4.2.2.5 Tamaño de grano

Es una medida de áreas o de volúmenes de granos en un metal policristalino, usualmente es expresado como un promedio cuando los tamaños individuales son bastante uniformes; en metales que contienen dos o más fases, el tamaño de grano se refiere al tamaño de grano de la matriz, a menos que sea especificado de otra manera. El tamaño de grano es reportado en términos de número de granos por unidad de área o de volumen, diámetro promedio o como un número de tamaño de grano derivado de mediciones de un área específica; normalmente es reportado de acuerdo a la norma ASTM E112 utilizando el método de comparación especificado en dicha norma [48].

Para determinar el tamaño de grano promedio en las muestras 3C, 3D, 5C y 5D se utilizó el método de comparación de acuerdo a la norma ASTM E 112; las muestras de la cuña 3, presentan grano deformado y alargado en el centro de las piezas, en este caso sólo se determinó el tamaño de grano en las partes superior e inferior las cuales presentan grano equiaxial. Se tomaron 5 mediciones de tamaño de grano en cada parte para cada muestra a cada 2 mm de distancia. La figura 4.8 esquematiza la secuencia de medición de tamaño de grano. Los resultados se presentan en la Tabla A.13 del Apéndice A.

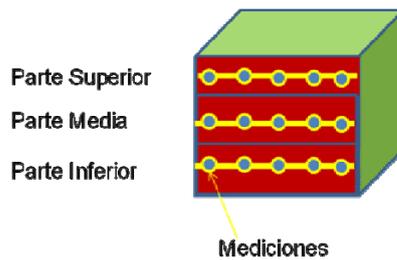


Figura 4.8 Secuencia de medición de tamaño de grano sobre cada muestra. Los valores obtenidos están de acuerdo a la norma ASTM E 112.

4.3 Segunda experimentación

Considerando las 6 secciones de cada cuña y que no cuentan con tratamiento térmico, se cortaron piezas más pequeñas de 2 x 2 cm, para maquinaslas, después tratarlas térmicamente y realizar con éstas ensayo de compresión. Las Figura 4.9 indica los cortes de las secciones.

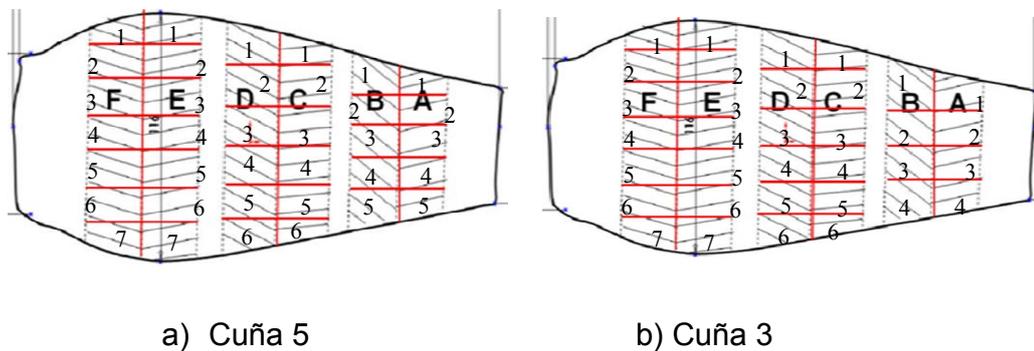


Figura 4.9 Cortes de cada una de las secciones de cada cuña.

Tabla 4.8. Número de muestras que se obtuvieron del corte de las secciones.

CUÑA	3						5					
Secciones	A	B	C	D	E	F	A	B	C	D	E	F
Núm. Muestras	4	4	6	6	7	7	4	4	6	6	7	7
Total x cuña	34						34					
TOTAL	68											

Tabla 4.9. Nomenclatura de las muestras de la cuña 3 y 5. De cada sección se tomaron 4 muestras a las cuales se les aplicó algún tratamiento térmico de los indicados en la Tabla 4.10.

Sección	Cuña 3						
A	C31A	C32A	C33A	C34A			
B	C31B	C32B	C33B	C34B			
C	C31C	C32C	C33C	C34C	C35C	C36C	
D	C31D	C32D	C33D	C34D	C35D	C36D	
E	C31E	C32E	C33E	C34E	C35E	C36E	C37E
F	C31F	C32F	C33F	C34F	C35F	C36F	C37F
Sección	Cuña 5						
A	C51A	C52A	C53A	C54A	C55A		
B	C51B	C52B	C53B	C54B	C55B		
C	C51C	C52C	C53C	C54C	C55C	C56C	
D	C51D	C52D	C53D	C54D	C55D	C56D	
E	C51E	C52E	C53E	C54E	C55E	C56E	C57E
F	C51F	C52F	C53F	C54F	C55F	C56F	C57F

El maquinado de las piezas ya cortadas fue en forma de cilindros de 7 mm de diámetro por 10 mm de altura, con un orificio al centro para la ubicación del termopar; los cilindros se obtuvieron de la parte central de cada sección de cada cuña ya que a lo largo del centro de cada sección el grano de la microestructura se mantenía más uniforme con respecto a la orilla. La Figura 4.10 esquematiza la obtención de las probetas.



Figura 4.10 Las muestras en forma de cilindros ya maquinadas se obtuvieron del centro de las secciones de cada cuña.

4.3.1 Tratamientos Térmicos

Se realizaron tratamientos de solubilizado y dos envejecidos, como se mencionó anteriormente, se busca promover la precipitación de fases. Los 4 tratamientos y sus parámetros se presentan en la Tabla 4.10.

Tabla 4.10. Tratamientos térmicos aplicados.

Identificación del Tratamiento Térmico	Tratamiento Térmico
1TT	SOLUBILIZADO 1000°C/2H/AC + ENVEJECIDO*
3TT	SOLUBILIZADO 1000°C/1H/AC + ENVEJECIDO*
2TT	SOLUBILIZADO 960°C/2H/AC + ENVEJECIDO*
4TT	SOLUBILIZADO 960°C/1H/AC + ENVEJECIDO*

*ENVEJECIDO: 720 °C/8H/FC/RAMPA 25 °C X 25 MIN/620 °C/8H/AC.

Se seleccionaron 4 muestras de cada sección (Tabla 4.9) de cada cuña, a estas muestras se les aplicaron los tratamientos de acuerdo a la secuencia mostrada en la Figura 4.11. Las muestras tratadas térmicamente fueron 48.

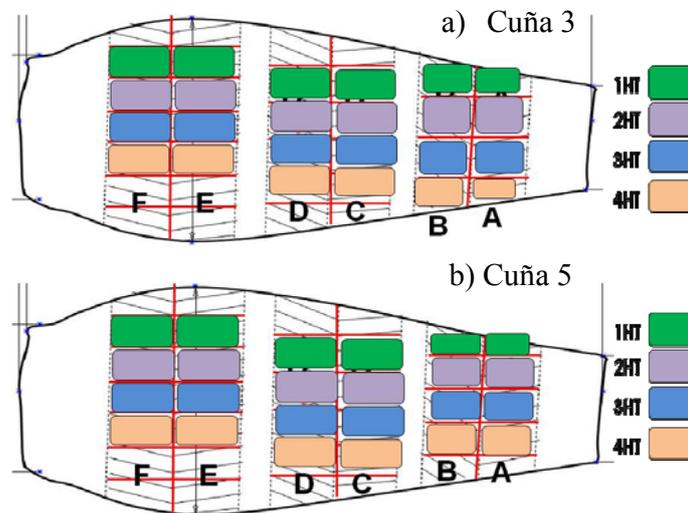


Figura 4.11 Orden en el cual fueron aplicados los 4 tratamientos térmicos en cada cuña. a) cuña 3 y b) cuña 5.

4.3.2 Ensayo de compresión

Es un método para determinar el comportamiento de materiales bajo cargas aplastantes o compresibles. La probeta se comprime y se registra la deformación con distintas cargas. El esfuerzo y la deformación de compresión se calculan y se trazan como un diagrama carga-deformación, utilizado para determinar el límite elástico, el límite proporcional, el punto de fluencia, el esfuerzo de fluencia y, en algunos materiales, la resistencia a la compresión [49]. El ensayo de compresión ayuda al entendimiento del comportamiento de un material sometido a grandes deformaciones plásticas durante el proceso de deformación, las medidas que definen este comportamiento se realizan más allá del límite de estricción para ensayos de compresión. Los ensayos de compresión y torsión presentan alternativas para cubrir esta limitación [48]. Una vez aplicados los tratamientos térmicos, se realizaron ensayos de compresión a las 48 muestras de la Figura 4.11, la finalidad de realizar este tipo de ensayo es de obtener información de propiedades mecánicas del material, específicamente, sobre el esfuerzo de compresión y observar si se presenta recristalización en la microestructura mediante el comportamiento de la curva de fluencia; cada una de estas muestras se maquinó en forma de cilindros, los parámetros del ensayo son:

- Medida de cada muestra:
 - > Diámetro: 7 mm
 - > Altura: 10 mm
- Tiempo de calentamiento a 550 °C: 5 minutos
- Tiempo de permanencia a 550 °C: 5 minutos
- Temperatura de ensayo de compresión: 550 °C
- Velocidad del cabezal: 30 mm/min
- Deformación (Altura final): 4mm
- Velocidad de deformación inicial (a una altura de muestra de 10 mm):
0.05 seg⁻¹

- Enfriamiento al aire
- Registro de Temperatura: termopar tipo K.

Los valores de esfuerzo y deformación de compresión se graficaron y se compararon para las dos cuñas, se utilizaron solo las probetas de las secciones B, D y F para realizar esta comparación ya que las secciones A, C y E presentan porcentaje de deformación de forjado muy similares. La gráfica correspondiente a la sección B se presenta en la Figura B.1 en el Apéndice B.

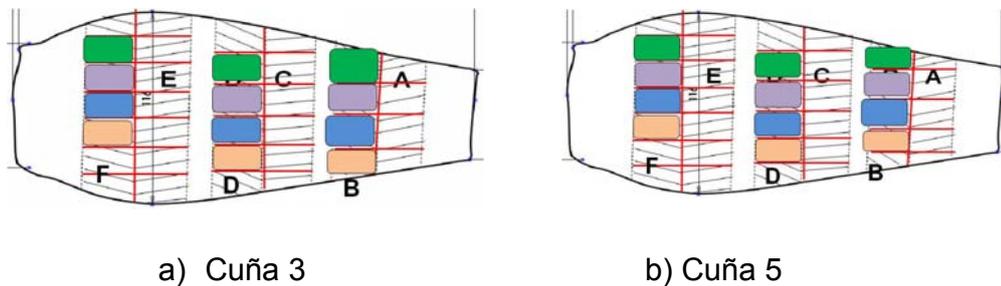


Figura 4.12 Probetas de las secciones B, D y F (baja, media y alta deformación de forjado) de la cuña 3 y 5 utilizadas para comparación de resultados de ensayo de compresión.

Tabla 4.11. Probetas utilizadas para comparación de resultados de ensayo de compresión y microscopía óptica.

Sección	Cuña 3				Sección	Cuña 5			
B	C31B	C32B	C33B	C34B	B	C51B	C52B	C53B	C54B
D	C32D	C33D	C34D	C35D	D	C52D	C53D	C54D	C55D
F	C32F	C33F	C34F	C35F	F	C52F	C53F	C54F	C55F

Después de las compresiones se volvió a determinar tamaño de grano utilizando el método de intersección y con los valores de esfuerzo máximo de compresión se trazaron gráficas para comparar estos dos parámetros con respecto a los tratamientos térmicos para las muestras de las secciones D y F de cada cuña. Las gráficas se presentan en las Figuras de la 5.1 a la 5.6. Los

valores de tamaño de grano y de esfuerzos de compresión se muestran en las tablas del Apéndice B.

4.3.2.1 Microscopía óptica

Se observó la microestructura de las muestras que fueron tratadas térmicamente y ensayadas en compresión a temperatura de 550°C por microscopía óptica.

Las muestras estudiadas bajo esta técnica son las utilizadas en la comparación de los resultados de los ensayos de compresión Tabla 4.11. Las muestras pertenecen a las secciones F, D y B de cada cuña, alta, media y baja deformación de forjado respectivamente. Se obtuvieron micrografías a 125x y 500x. El reactivo de ataque que se utilizó fue una solución saturada de alcohol metílico, ácido clorhídrico y cloruro cúprico en cantidades de 10ml–5ml–0.5g respectivamente por un tiempo de 5 segundos. Las micrografías se muestran en las Figuras 5.7–5.12 con su respectivo tratamiento térmico (Tabla 4.10); la finalidad de las micrografías es observar el cambio en el tamaño de grano y la microestructura promovida por la forja del material.

4.3.2.2 Microscopía electrónica de barrido (MEB)

Se tomaron dos muestras representativas ya tratadas térmicamente y ensayadas en compresión, una de cada cuña. Se observó la microestructura utilizando esta técnica con la señal de electrones secundarios, se utilizó espectroscopía de energía dispersiva EDS (Energy Dispersive Spectroscopy) para determinar la composición química de los precipitados ubicados dentro de grano, en fronteras de grano, matriz y algunos carburos.

Las dos muestras fueron atacadas con la misma solución saturada mencionada anteriormente. Las imágenes se muestran en las Figuras 5.14 y 5.15, las Tablas 5.1 y 5.2 indican la composición química en las zonas señaladas sobre las imágenes.

4.3.2.3 Microscopía electrónica de transmisión (MET)

Este tipo de microscopía electrónica es una técnica única e importante para caracterización de materiales; permite realizar examinaciones de características microestructurales utilizando imágenes de alta resolución, adquisición de información química y cristalográfica de la muestra, estructura e información de la red cristalina. Las señales generadas, colectadas y analizadas dentro del microscopio electrónico son producidas por interacciones de los electrones en el haz incidente de alta energía y la muestra directamente; estas interacciones entre el haz y la muestra básicamente pueden dividirse en dos categorías: 1) eventos elásticos, se refieren a que las trayectorias de los electrones incidentes pueden ser afectadas, mientras que sus velocidades o energías cinéticas no se alteran significativamente; este tipo eventos producen señales como electrones difractados, transmitidos y retrodispersados; 2) eventos inelásticos los cuales se refieren a una transferencia de energía a la muestra sólida con un pequeño cambio en la trayectoria de los electrones generando señales como electrones secundarios, Auger, rayos X, radiación electromagnética, pares electrón–vacancia, vibraciones de la red y oscilaciones de la red [44].

Cuando se trabaja con esta técnica es común obtener patrones de difracción de electrones. Estos patrones ayudan a conocer y entender la cristalografía del material, por lo tanto, el tipo de patrón depende de este.

Hay tres tipos de patrones de difracción con esta técnica: patrones de anillos (muestras policristalinas), patrones de puntos (región monocristalina de la muestra) y patrones de líneas de Kikuchi (región monocristalina de la muestra) [50].

Un patrón de difracción es el registro de haces difractados de una muestra. Un patrón de difracción de puntos corresponde a imágenes magnificadas de secciones planares a través de la red recíproca tomadas de manera normal a la dirección del haz incidente, y la red recíproca es otra manera de ver la red cristalina del material; ésta existe en el espacio recíproco y es usada para entender los patrones de difracción [51]. Para asociar un patrón de difracción con la estructura cristalina del material, es necesario indexar dichos patrones, es decir, determinar los planos cristalinos que están llevando a cabo la difracción del haz incidente los cuales se relacionan con los puntos brillantes en el patrón y además, es necesario determinar el eje de zona, es decir, la normal al plano del patrón de difracción [52]. También es conveniente tener información cristalográfica adicional del material por ejemplo, sus parámetros de red, para facilitar la indexación.

Esta técnica fue utilizada para obtener información de composición química, mapas químicos e información cristalográfica (patrones de difracción) de precipitados y de la matriz presentes en esta aleación. Se utilizaron dos muestras específicamente, la muestra C34F de la cuña 3 y la muestra C53B de la cuña 5, Tabla 4.11. La preparación de la muestra consistió en corte de discos delgados, 10 mm en diámetro, adelgazamiento de discos, punzonado para obtener discos de 2 mm en diámetro, electropulido químico para producir un agujero o varios en la muestra y desbastado final utilizando la técnica 'ion milling' o 'ataque con iones'.

Para el electropulido químico se utilizó una solución de ácido perclórico (HClO_4) y ácido acético ($\text{CH}_3\text{-COOH}$), en cantidades de 50 y 950 ml respectivamente, 23 volts, temperatura 10°C , utilizando el método de twin jet; los parámetros con 'ion milling' son, 3° superior, 4° inferior, 5kV, 2 horas. El equipo utilizado fue el sistema de pulido ion milling Gatan – 691. Los resultados se muestran en las Figuras 5.16 – 5.27, la Tabla 7.3 muestra los porcentajes atómicos obtenidos con espectroscopía de energías dispersivas y los espectros químicos de cada precipitado y de la matriz se presentan en los Apéndices C y D.

Se mencionó anteriormente que las fases posibles en la aleación Incoloy 909 son γ' , ϵ o η . Como la finalidad de hacer la indexación de patrones de difracción es determinar la estructura cristalina de los precipitados, se tomaron en cuenta datos cristalográficos de dos fases, γ' (estructura cúbica centrada en las caras, CCC) y ϵ (estructura hexagonal compacta, HC) para determinar con que estructura cristalina se indexan correctamente. Se realizó la indexación utilizando el método de relaciones [50], los parámetros de red y la tabla de relaciones de distancias interplanares fueron tomadas para la fase épsilon de la referencia [20], para la fase γ' de la [43, 50], para la fase γ (matriz) de la [50] y su parámetro de red (matriz) se tomó de los resultados de difracción de rayos X. Los resultados de la indexación de 4 patrones de difracción de electrones, 3 de precipitados y 1 de la matriz se presentan en las Figuras 5.30–5.33.

4.3.2.4 Difracción de rayos X

Es una técnica que proporciona información de la estructura cristalina de un material. Cuando un haz monocromático, de una sola longitud de onda, del mismo orden de magnitud que el espaciamiento atómico del material interacciona con este, los rayos X se dispersan en todas direcciones; la mayor parte de la radiación dispersa por un átomo anula la dispersada por otros

átomos; sin embargo los rayos X que golpean ciertos planos cristalográficos a ángulos específicos se ven reforzados en vez de eliminados, se produce difracción.

Para que el haz de electrones emitido se vea reforzado o para que exista difracción se debe satisfacer la ley de Bragg* [38]:

$$\text{Sen } \theta = \lambda/2d_{hkl} \quad (4.1)$$

Donde el ángulo θ es la mitad del ángulo difractado y la dirección original del haz, λ es la longitud de onda de los rayos X y d_{hkl} es la distancia interplanar entre los planos que causan el refuerzo constructivo del haz. Dentro del equipo un detector móvil de rayos X registra los ángulos 2θ en los cuales se difracta el haz, produciendo un patrón característico de difracción; si se conoce la longitud de onda de los rayos X se puede determinar la distancia interplanar y por consiguiente la identidad de los planos que causan dicha difracción [38].

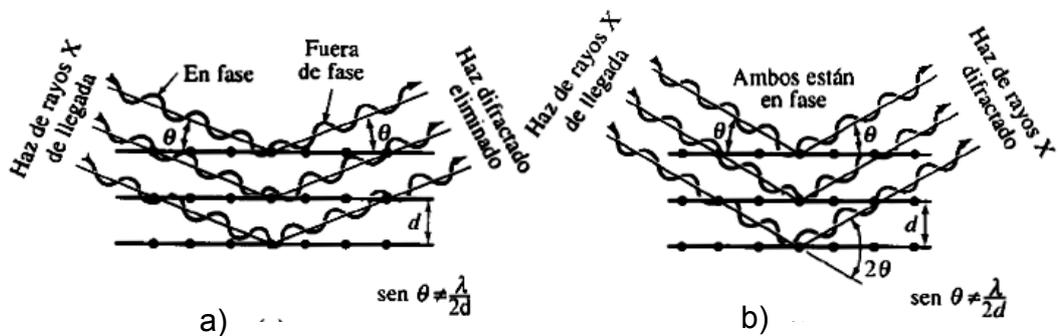


Figura 4.13 a) Interacciones destructivas, b) interacciones de refuerzo entre rayos X y la estructura cristalina del material a ángulos que satisfacen la ley de Bragg* (Ecuación 4.1) [38].

Se utilizó esta técnica para obtener información de la estructura cristalina de la cuña 3 y 5. Las muestras C34F y C53B se pulieron hasta acabado espejo,

después se atacaron con la solución saturada mencionada previamente para revelar la microestructura. Dado que se hizo incidir el haz de electrones sobre la superficie de cada muestra, la información obtenida es referente a la matriz y precipitados y no a los precipitados específicamente; se recomienda realizar difracción de rayos X sobre los precipitados exclusivamente. Los ensayos se realizaron en un difractómetro marca Philips PW3040/00 X'Pert MPD, con un ángulo de 20° a 130° , paso del ángulo de 0.1 y tiempo por paso de 5 segundos, el voltaje de excitación fue de 40 kV y el de corriente fue de 30 mA; el equipo utilizado se ubica en el CIMAV**. Los resultados se presentan en las Figuras 5.28 y 5.29.

* Sir William Lawrence Bragg. Físico Británico. Premio Nobel de Física en el año de 1915.

**Centro de Investigación en Materiales Avanzados. Parque de Investigación e Innovación Tecnológica (PIIT), Autopista Monterrey- Aeropuerto Km. 10, 66600, Apodaca, Nuevo León, México.

CAPITULO 5

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

5.1 Segunda Experimentación

En el presente capítulo se expondrán los resultados obtenidos de la experimentación y caracterización llevada a cabo, como se mencionó en el capítulo anterior. Se analizará parte del comportamiento mecánico de la superaleación Incoloy 909 mediante las curvas de fluencia obtenidas a partir de los ensayos de compresión, la influencia de cada uno de los 4 tratamientos térmicos y de la predeformación de forjado sobre dichos esfuerzos y sobre el tamaño de grano. Se analizará el cambio de tamaño de grano y la precipitación de fases mediante los resultados de microscopía óptica, de barrido y de fuerza atómica. De varios precipitados y de la matriz se analizarán sus mapas y composiciones químicas, sus patrones de difracción y mediante la indexación de estos se determinará a qué tipo de estructura cristalina corresponden, utilizando los resultados obtenidos mediante microscopía electrónica de barrido y de transmisión.

5.1.1 Pruebas Mecánicas

Primero se realizaron 4 tratamientos térmicos (Tabla 4.10), a piezas ya maquinadas de cada cuña, 3 y 5; posteriormente se realizaron los ensayos de compresión a 550 °C, a cada una de las muestras. Los resultados de los ensayos de compresión se muestran de la Figuras 5.1 a 5.6.

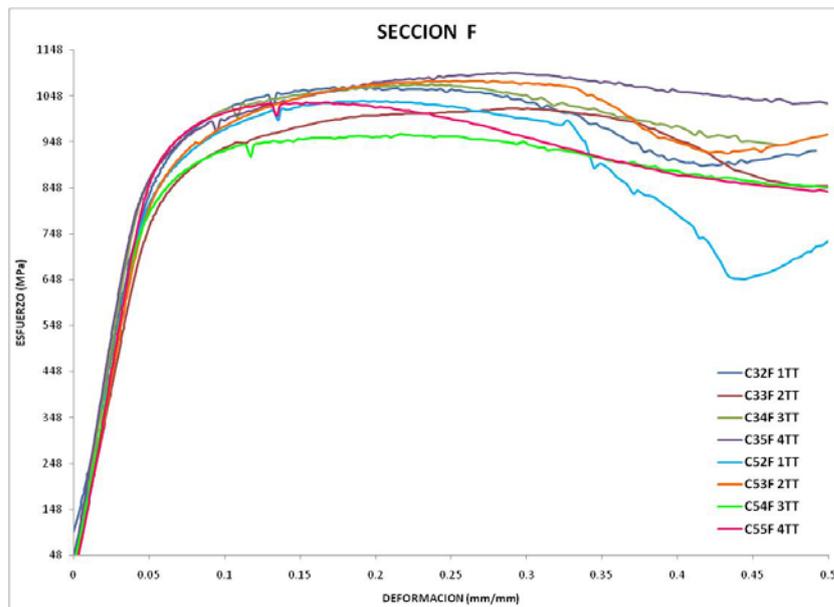


Figura 5.1 Curvas esfuerzo – deformación verdadera de compresión para cada muestra de la sección F de las cuñas 3 y 5 (Tabla 4.11). La sección F corresponde a alta deformación de forjado no de compresión. Cada muestra tiene la influencia de un tratamiento térmico TT.

En las curvas de fluencia se aprecian valores de esfuerzo de compresión entre 950 – 1050 MPa, se muestra la influencia de cada tratamiento térmico y la predeformación con los cambios en los valores de esfuerzo más altos en cada curva. El comportamiento de las curvas de fluencia se relacionan con fenómenos de recuperación. El valor más alto de esfuerzo de compresión corresponde a la muestra C35F tratada con el cuarto tratamiento, mientras que el valor más bajo de esfuerzo le corresponde a la muestra C54F con el 3TT; esta diferencia en valores de esfuerzo se puede deber a la resistencia que proporciona la cantidad de segundas fases precipitadas durante el tratamiento aplicado, la cuña 3 tiene mayor cantidad de precipitación que la cuña 5.

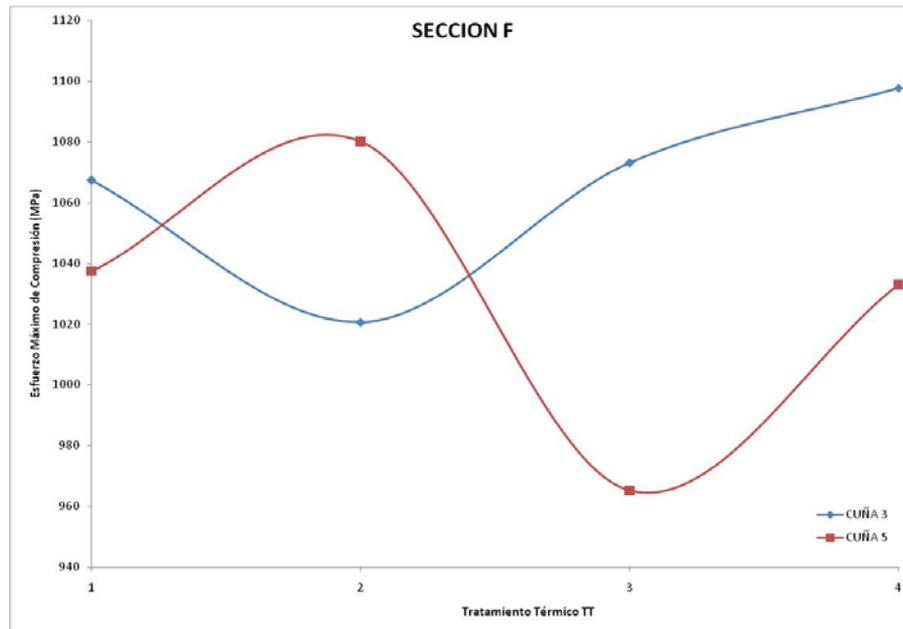


Figura 5.2 Variación del esfuerzo máximo de compresión con respecto al tratamiento térmico aplicado previamente; los tratamientos son 1TT, 2TT, 3TT y 4TT, (Tabla 4.10). Las curvas corresponden a la sección F (alta deformación de forjado) de cada cuña.

Se observa la influencia de cada tratamiento térmico sobre los esfuerzos más altos de compresión en la sección 'F'. Se observa que el valor de esfuerzo es menor con el 2TT y mayor con el 4TT para la cuña 3, mientras que para la cuña 5, es menor con el 3TT y mayor con el 2TT. Cabe recordar que la sección 'F' es la que presenta mayor predeformación de forjado, 66%. En comparación con el esfuerzo último de tensión para esta aleación ensayada a 540 °C, 1160 MPa, los esfuerzos de compresión obtenidos no son muy altos [14].

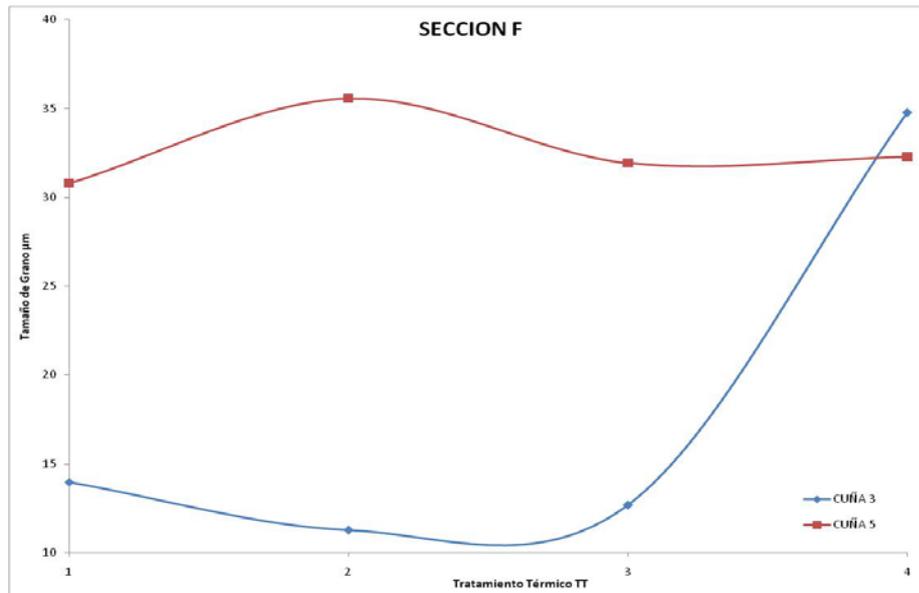


Figura 5.3 Variación del tamaño de grano en μm versus tratamiento térmico TT; el tamaño de grano fue medido después de realizar los tratamientos y los ensayos de compresión, se utilizó el método de intersección. Las curvas corresponden a la sección F (alta deformación de forjado) para cada cuña.

Respecto al tamaño de grano, se observa, para la misma sección 'F', que presenta valores pequeños de tamaño de grano menores a $15 \mu\text{m}$ en 3 tratamientos, cuña 3, lo cual indica mucha recrystalización, grano muy fino; por el contrario con la cuña 5, los valores de tamaño de grano se mantienen ligeramente constantes con cada tratamiento térmico. Se observa que para la cuña 3 el 4TT promueve el valor de esfuerzo de compresión más alto y el valor de tamaño de grano más alto también, mientras que el 2TT promueve los valores más bajos. Para la cuña 5 el 2TT promueve los valores más altos, mientras que el 3TT los valores más bajos. Se puede suponer que los tratamientos que tienen una buena influencia en la resistencia del material son el 4TT con las condiciones de forjado de la cuña 3 y el 2TT con las condiciones de forjado de la cuña 5. Los valores de tamaño de grano se relacionan con los fenómenos de recuperación.

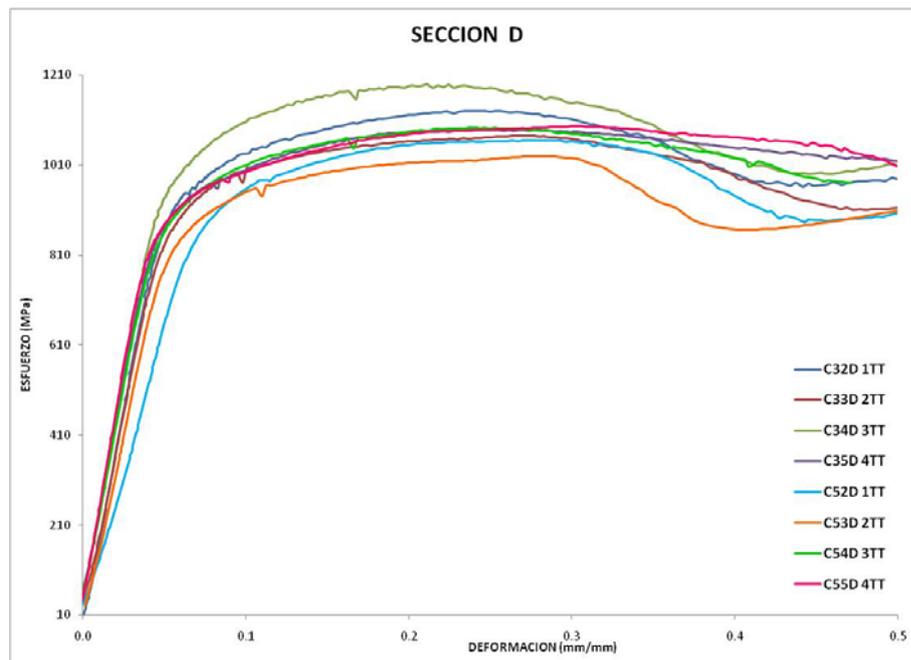


Figura 5.4 Curvas esfuerzo – deformación verdadera de compresión para cada muestra de la sección D de las cuñas 3 y 5 (Tabla 4.11). La sección D corresponde a media deformación de forjado. Cada muestra se sometió a un tratamiento térmico TT.

Para la sección ‘D’, que corresponde a media predeformación de forjado, se muestra en las gráficas de la Figura 5.4 la ocurrencia de fenómenos de recuperación durante los ensayos. Los valores de esfuerzo de compresión se encuentran entre 1000 – 1200 MPa, son más altos que para la sección ‘F’, posiblemente la diferencia se deba más a la cantidad de fases precipitadas y al engrosamiento de éstas que al cambio en tamaño de grano, ya que, como se observa en las micrográficas el tamaño de grano aumenta conforme aumenta la deformación de forjado. El valor más alto de esfuerzo corresponde a la muestra C34D, 3TT, y el valor más bajo los presenta la muestra C53D, 2TT.

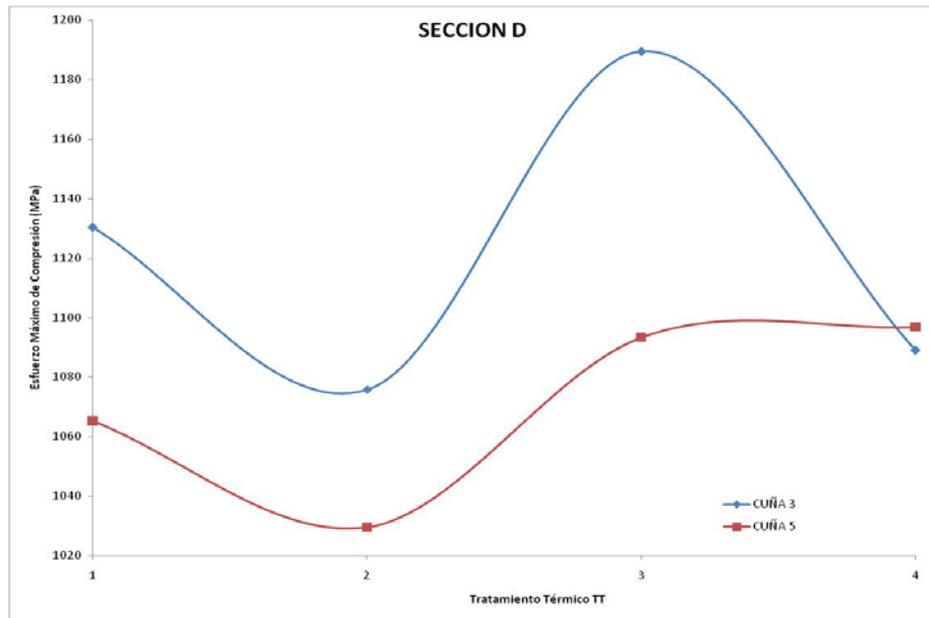


Figura 5.5. Variación del esfuerzo máximo de compresión con respecto al tratamiento térmico aplicado previamente; los tratamientos son 1TT, 2TT, 3TT y 4TT (Tabla 4.10). Las curvas corresponden a la sección D (media deformación de forjado) de cada cuña.

Las Figuras 5.5 y 5.6 comparan el valor de esfuerzo más alto de compresión y el tamaño de grano promedio para los 4 tratamientos térmicos aplicados previo a los ensayos de compresión. Se observa que para ambas cuñas el 2TT disminuye el valor del esfuerzo de compresión, mientras que con el 3TT se obtiene el valor más alto. Por el contrario, el valor promedio de tamaño de grano más alto en ambas cuñas se obtiene con el 2TT, mientras que, el valor más bajo lo promueve el 3TT. D

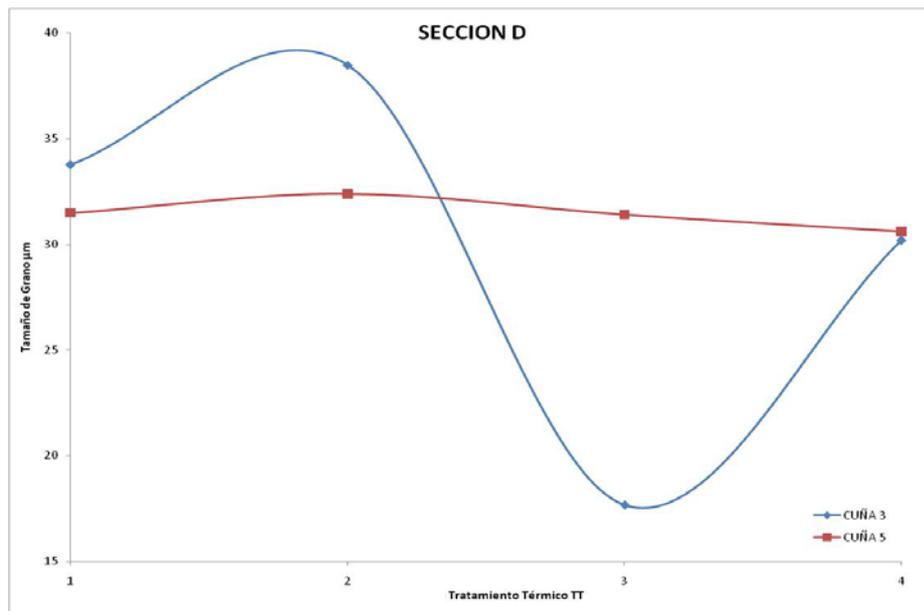
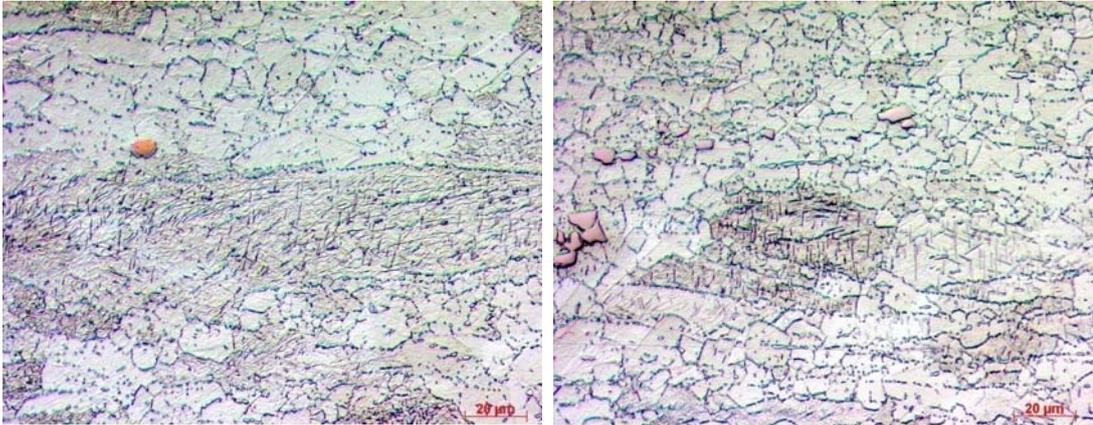


Figura 5.6 Variación del tamaño de grano en μm versus tratamiento térmico TT; el tamaño de grano fue medido después de realizar los tratamientos, se utilizó el método de intersección. Las curvas corresponden a las muestras de la sección D (media deformación de forjado) para cada cuña.

Se observó que la cantidad de predeformación de forjado afectó el tamaño de grano, si disminuye el valor de predeformación aumenta el tamaño de grano, por otro lado, la cantidad de precipitados generados con cada tratamiento proporcionaron valores de esfuerzo más altos en la sección D que los de la sección F y los de la sección B de alta y baja deformación de forjado respectivamente. A causa de que la máquina de ensayos mecánicos no contaba con calibración correcta y presentaba desviaciones al aplicar la carga durante los ensayos; las curvas de fluencia no son confiables para hacer juicios sobre el fenómeno de recristalización, y también, por cálculos de temperatura homóloga para esta aleación no se esperaría grano recristalizado ya que solo alcanza $0.4T_H$ lo que indica que el material está siendo ensayado a una temperatura semicaliente, de esta manera solo consideramos que se presentó el fenómeno de recuperación dinámica.

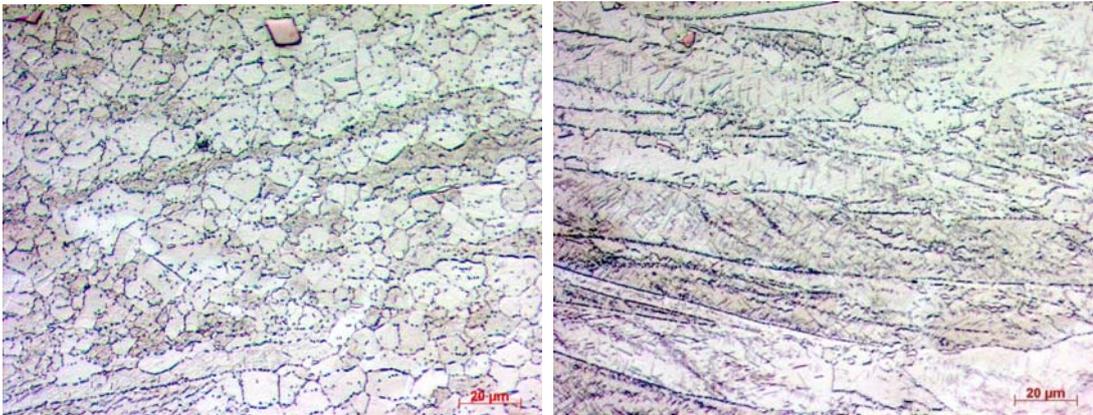
5.1.1.1 Microscopía óptica

Se presentan los resultados de la Figura 5.7 a la 5.12.



a) 1TT

b) 2TT

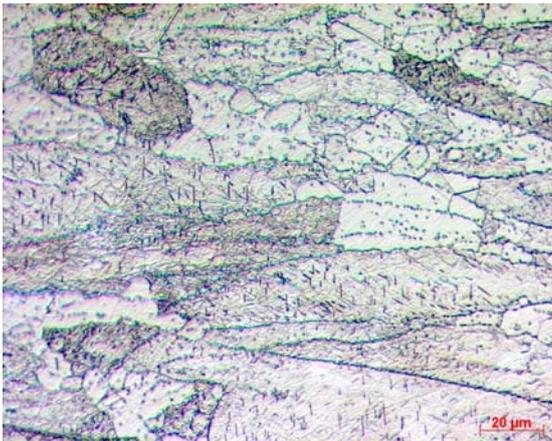


c) 3TT

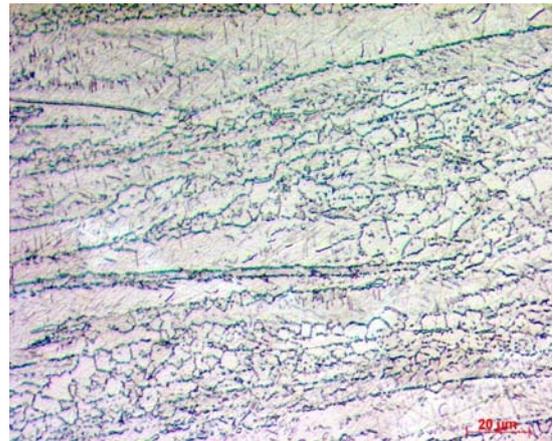
d) 4TT

Figura 5.7 Las micrografías muestran el efecto del tratamiento térmico y los ensayos de compresión sobre diferentes zonas microestructurales de la sección F de la cuña 3 a alta deformación de forjado. Las micrografías se tomaron a 500x. Cada micrografía corresponde a un tratamiento térmico diferente (Tabla 4.10).

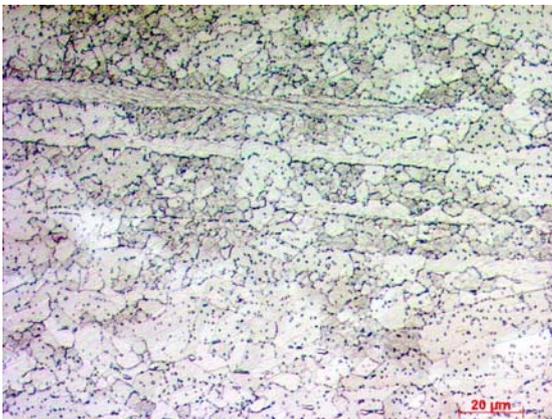
Las micrografías muestran el efecto del cada uno de los 4 tratamientos térmicos aplicados sobre 4 muestras de la sección 'F', alta predeformación de forjado. Se observa que el 1TT, 3TT y 2TT promueven el crecimiento de pequeños granos inmersos en granos deformados mientras que con el 4TT no se observa este crecimiento de granos pequeños. El tamaño de estos granos en esta sección se relaciona con fenómenos de recuperación.



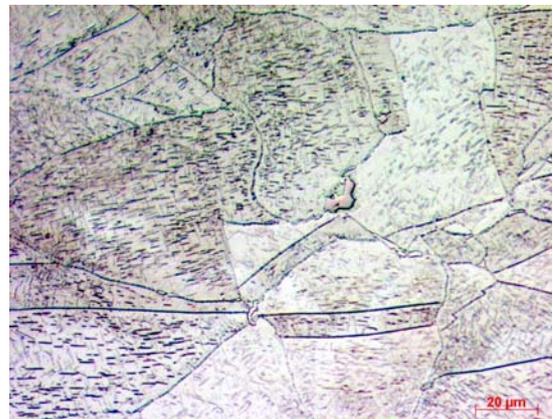
a) 1TT



b) 2TT



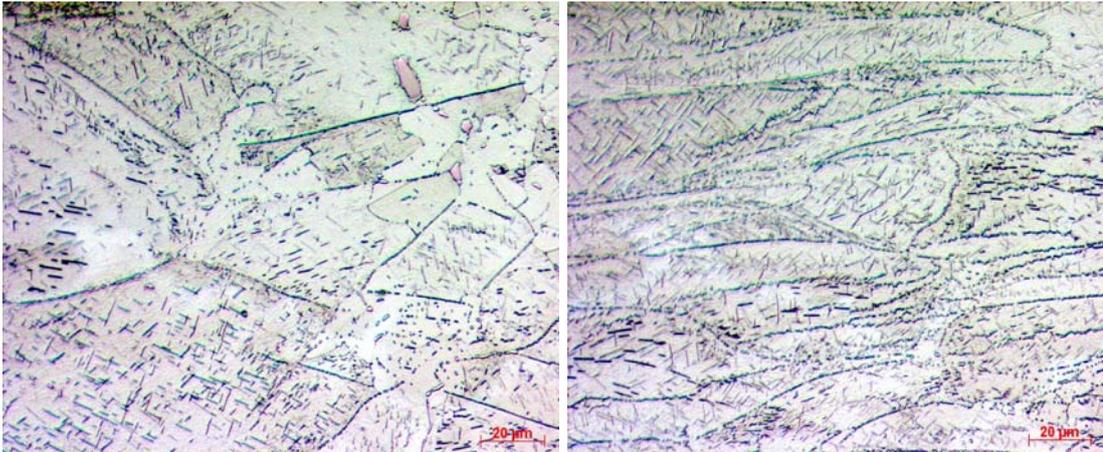
c) 3TT



d) 4TT

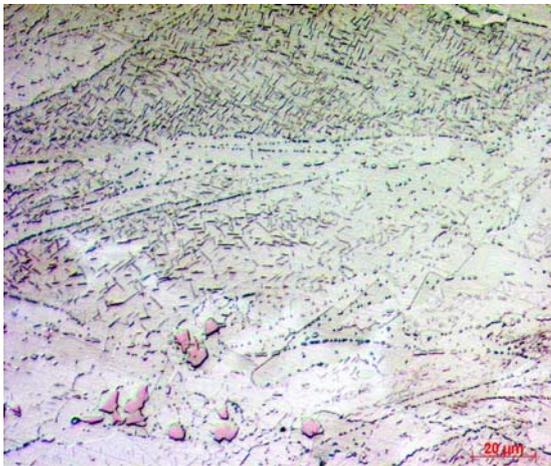
Figura 5.8 Micrografías de diferentes zonas microestructurales de la sección D, cuña 3 a media deformación de forjado tomadas a 500x. Cada micrografía corresponde a un tratamiento térmico diferente (Tabla 4.10).

En las micrografías de la Figura 5.8, se observa la influencia de los 4 tratamientos térmicos sobre las 4 muestras de la sección 'D', predeformación de forjado media. Se observa que los tratamientos promueven más precipitación y que los ensayos mecánicos promueven menor crecimiento de granos pequeños; se puede suponer que se presentó el fenómeno de recuperación.



a) 1TT

b) 2TT



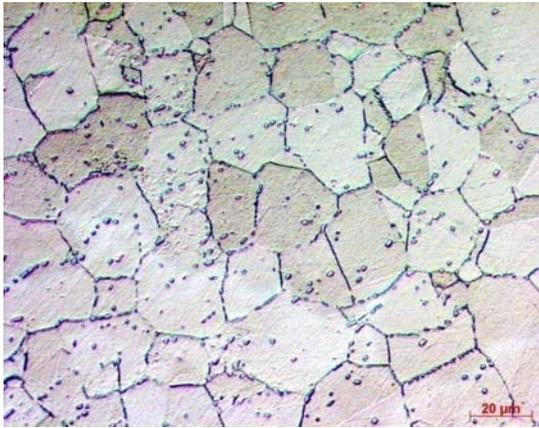
c) 3TT

Figura 5.9 Micrografías de diferentes zonas microestructurales de la sección B de la cuña 3 a baja deformación de forjado. Las micrografías se tomaron a 500x. Cada micrografía corresponde a un tratamiento térmico diferente (Tabla 4.10).

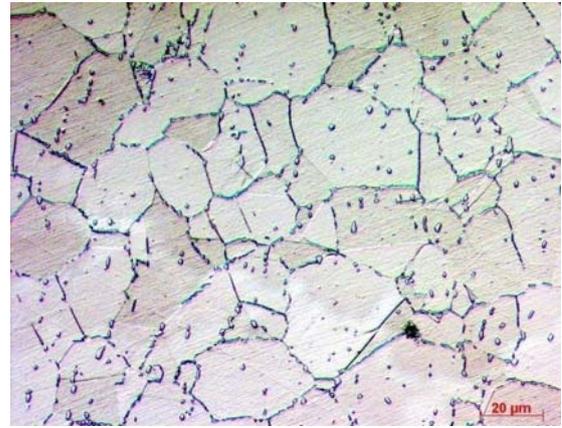
Del cuarto tratamiento térmico no se presenta micrografía ya que durante el ensayo la temperatura se elevó rápidamente sin seguir la curva de calentamiento, se volvió a aplicar calentamiento, sin embargo nuevamente se descontroló el calentamiento por lo que se consideró fallido el ensayo.

Para baja deformación de forjado, sección 'B' de la cuña 3, en las micrografías de la Figura 5.9 se puede apreciar que el fenómeno de recuperación dinámica no ocurrió con ninguno de los tres tratamientos térmicos, se observa una gran cantidad de precipitación.

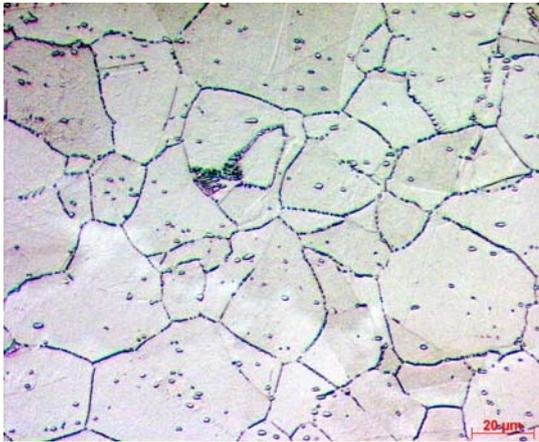
De las micrografías de la cuña 3 se observa que el tamaño de grano aumenta conforme disminuye la cantidad de predeformación, los tratamientos térmicos promovieron la precipitación de fases y se observa más esta precipitación en las secciones D y B mientras que en la sección F se observa crecimiento de pequeños granos lo que se puede atribuir a recuperación dinámica.



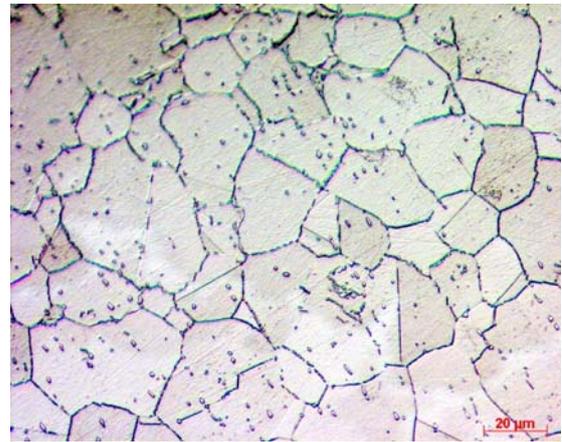
a) 1TT



b) 2TT



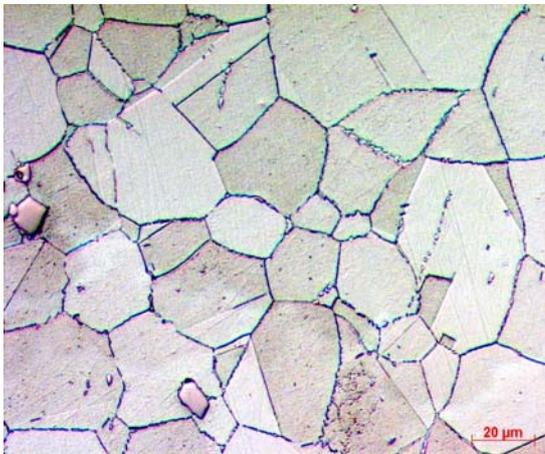
c) 3TT



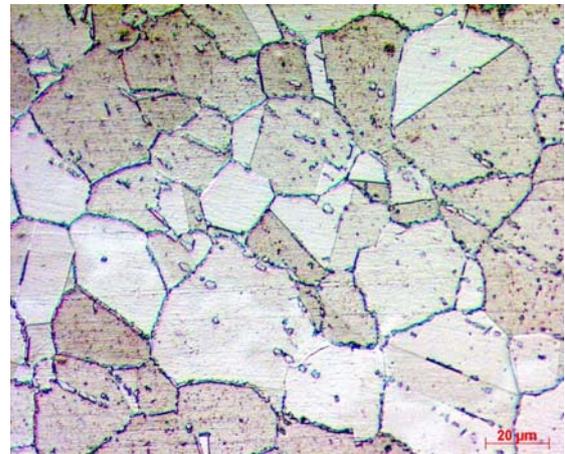
d) 4TT

Figura 5.10 Micrografías de la sección F en la cuña 5 a alta deformación de forjado. Las micrografías se tomaron a 500x. Cada micrografía corresponde a un tratamiento térmico diferente (Tabla 4.10).

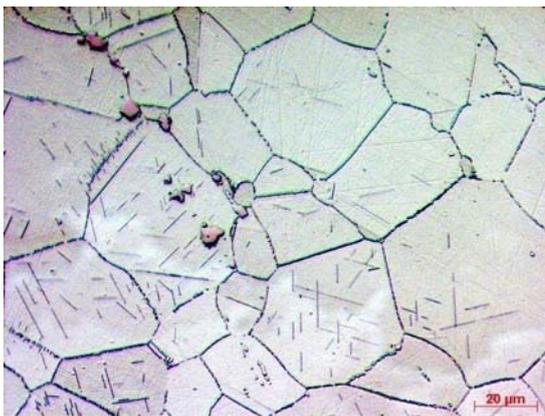
Para la cuña 5, sección 'F', alta deformación de forjado, se observa que los 4 tratamientos térmicos producen precipitación dispersa sobre la microestructura y en fronteras de grano. El grano es más homogéneo y equiaxial.



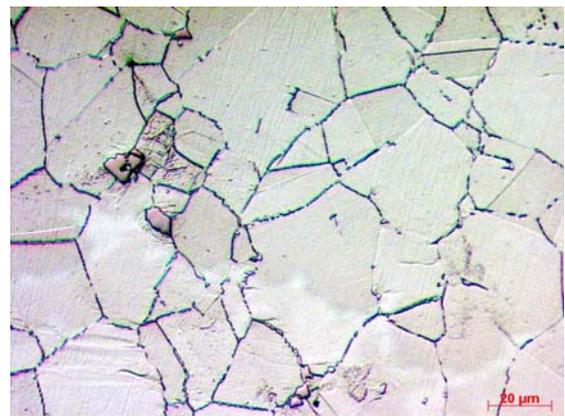
a) 1TT



b) 2TT



c) 3TT

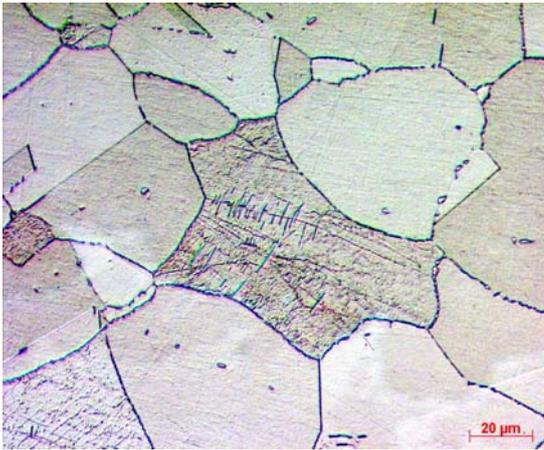


d) 4TT

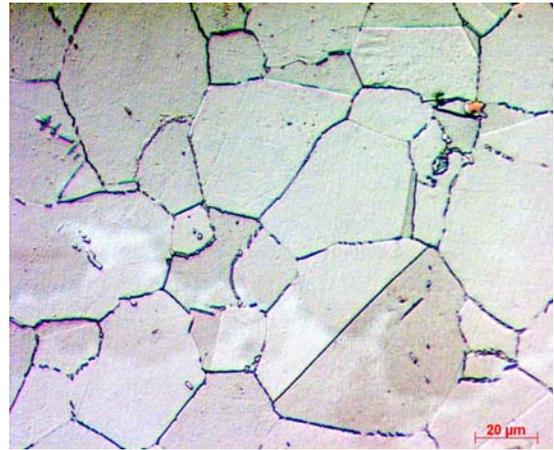
Figura 5.11 Las micrografías muestran el efecto del tratamiento térmico sobre diferentes zonas microestructurales de la sección D en la cuña 5 a media deformación de forjado. Las micrografías se tomaron a 500x. Cada micrografía corresponde a un tratamiento térmico diferente (Tabla 4.10).

Las micrografías correspondientes a las 4 muestras de la sección 'D', deformación de forjado media, cuña 5, muestran grano homogéneo y equiaxial, sin embargo, la precipitación dispersa en la microestructura no se observa, esto

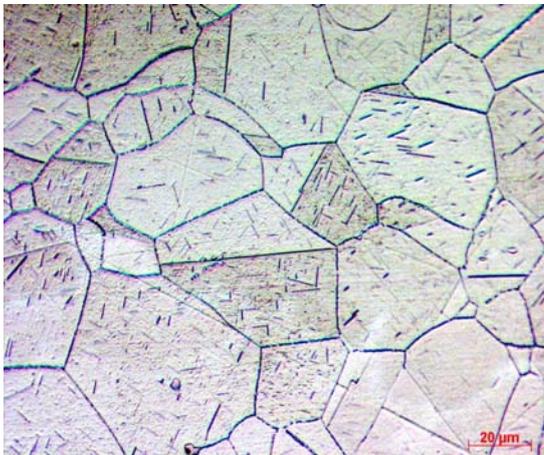
puede ser debido a que la predeformación de forjado es menor que la de la sección 'F'. Se aprecia un tamaño de grano más grande en la sección 'D' en comparación con el de las micrografías de la sección 'F'. Se observa también, precipitación en forma de agujas con el 3TT.



a) 1TT



b) 2TT



c) 3TT

Figura 5.12. Micrografías de la sección B de la cuña 5 a baja deformación de forjado. Las micrografías tomadas a 500x. Cada micrografía corresponde a un tratamiento térmico diferente (Tabla 4.10).

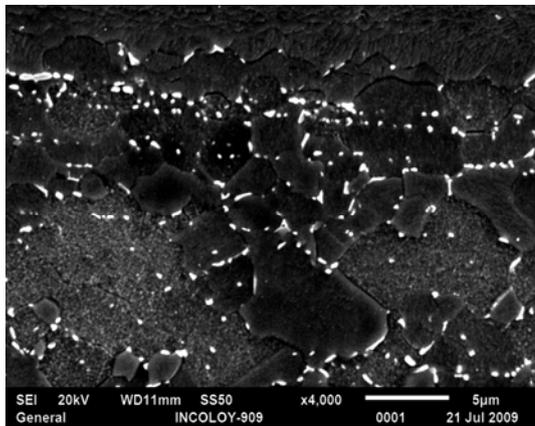
Del cuarto tratamiento térmico no se presenta micrografía debido a que durante el ensayo de compresión la temperatura se elevó rápidamente sin seguir la curva de calentamiento, se volvió a ensayar, sin embargo nuevamente se descontroló el calentamiento por lo que se consideró fallido el ensayo.

En la sección 'B' de la cuña 5, Figura 5.12, se aprecia tamaño de grano más grande en comparación con el de las secciones 'F' y 'D', homogéneo y equiaxial, precipitados en forma de agujas dentro y en frontera de grano, se observan maclas.

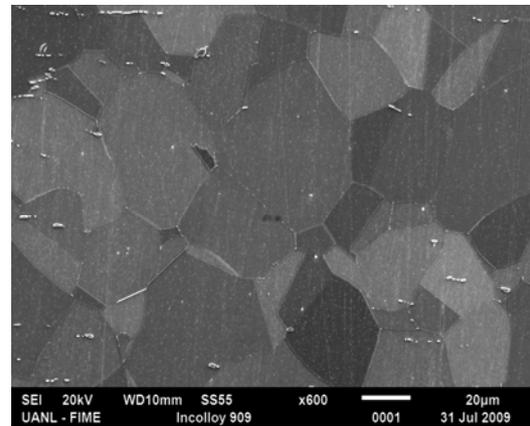
En general, se observa que hay menos precipitación a mayor predeformación de forjado, se observa mayor precipitación de fases en fronteras de grano, dentro de granos y dispersos en las secciones D y B, media y baja predeformación de forjado. Se observa que el tamaño de grano es mayor cuando disminuye la cantidad de predeformación de forjado

5.1.1.2 Microscopía electrónica de barrido (MEB)

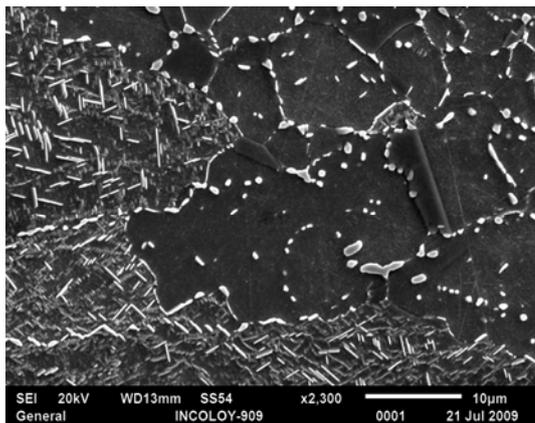
Las imágenes fueron tomadas antes y después de los tratamientos térmicos, y después de los ensayos de compresión. Los resultados se muestran de la Figura 5.13 a la 5.15.



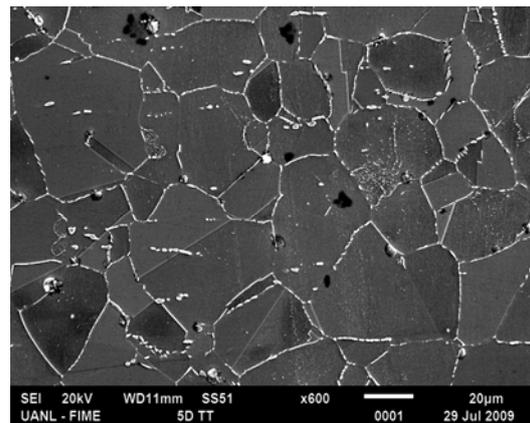
a)



b)



c)



d)

Figura 5.13. Imágenes de microscopía electrónica de barrido en modo de electrones secundarios tomadas antes y después de los tratamientos térmicos y antes de los ensayos de compresión; a) microestructura de la cuña 3, b) microestructura de la cuña 5, ambas sin tratamiento térmico; c) microestructura de la cuña 3, d) microestructura de la cuña 5, ambas con tratamiento térmico correspondiente al 1TT, Tabla 4.10.

Se muestran imágenes de ambas cuñas:

a) se muestran granos pequeños con precipitados de diferentes morfologías dispersos sobre la microestructura y algunos ubicados sobre fronteras de grano.

b) para la cuña 5 sin tratamiento térmico se observa la ausencia de precipitación sobre la matriz y en las fronteras de grano, se observan granos equiaxiales y solo muy poca precipitación dispersa y aislada. El análisis químico indica que la matriz se forma de Fe, Ni, Co, Nb, Ti y Si; mientras que en los precipitados se encuentran distribuidos Fe, Ni, Nb, Co, Si y Ti.

c) se observa mayor precipitación de fases con morfologías diferentes. Sobre la matriz dentro de granos deformados y elongados se observa que los precipitados presentan una morfología acicular o en forma de agujas de tamaño promedio de 1 a 2 μm en longitud, esta precipitación se asocia con la fase ϵ ya reportada [19, 21, 22, 55, 56]. Sobre las fronteras de grano se observan precipitados redondos y sobre granos pequeños solo poca precipitación dispersa. El análisis químico cualitativo denota que en los precipitados se encuentran principalmente distribuidos Fe, Ni, Nb, Co, Si y Ti.

d) cuña 5; se observa solo precipitación en fronteras de grano y muy poca precipitación dispersa, diferentes morfologías. Se aprecian maclas. En cuanto al análisis químico, se obtiene la misma distribución de elementos en precipitados, que en la cuña 3, recalando que sobre los precipitados el Nb y el Si tienen mayor concentración.

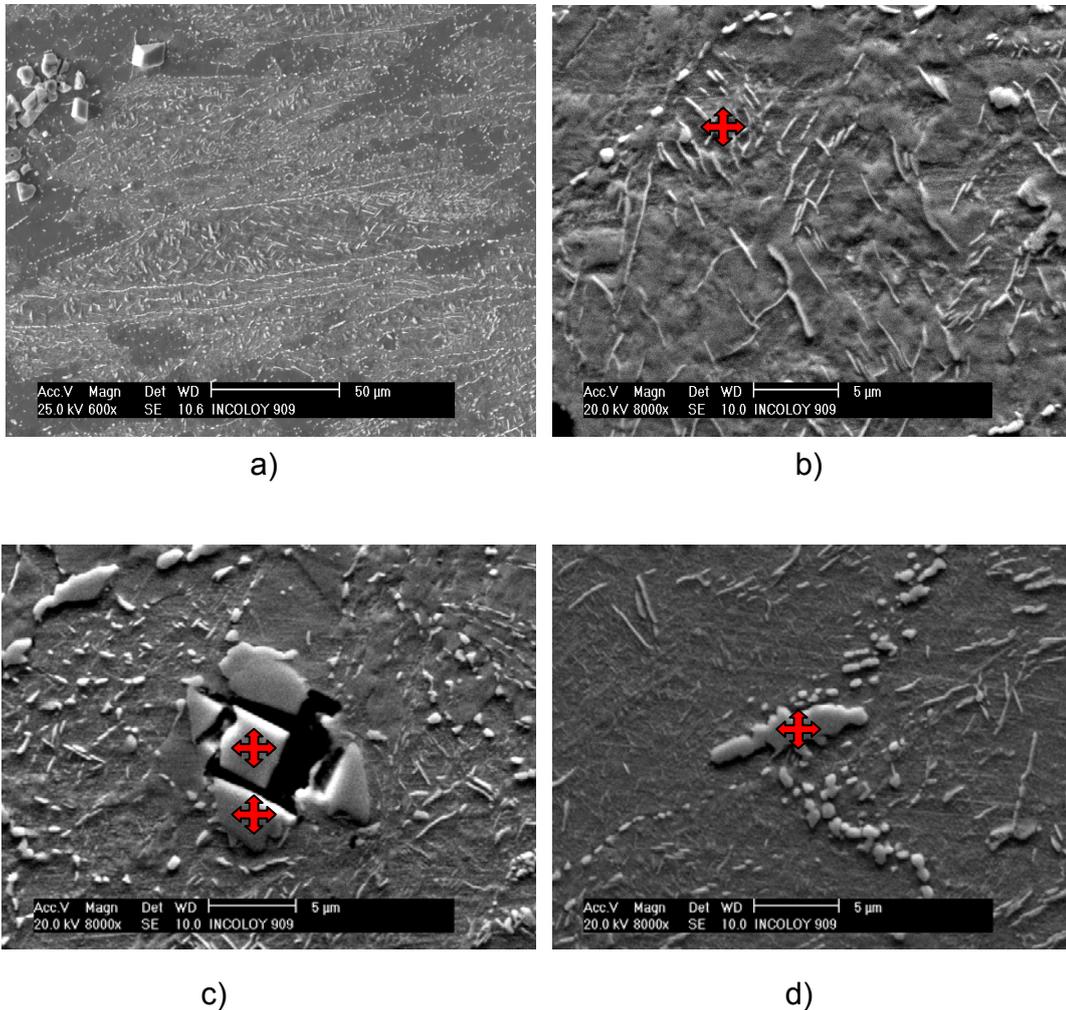


Figura 5.14. Imágenes de microscopía electrónica de barrido en modo de electrones secundarios tomadas después de los ensayos de compresión. Cuña 3, temperatura de deformación de forjado 900°C. a) microestructura general, diferentes morfologías en fronteras de grano y dentro de granos, b) análisis de energías dispersivas sobre precipitados dentro de grano, c) análisis de energías dispersivas sobre un carburo, d) análisis de energías dispersivas sobre precipitado en frontera de grano.

De acuerdo a los análisis químicos cualitativos realizados sobre diferentes zonas de los precipitados se observa que los elementos con mayor distribución son el Fe, Ni, Co y Nb. Se determinó que el carburo mostrado es de niobio ya que con el análisis químico se obtiene para este más del 45 % en peso de este elemento y 40 % en peso de carbono. Con estos análisis se observa que el niobio tiende a segregarse en precipitados y carburos independientemente de la ubicación que tengan en la microestructura. La Tabla 5.1 muestra los porcentajes en peso para cada una de las áreas señaladas en las imágenes anteriores, se denota que Ni, Fe, Co y Nb tienen mayor cantidad.

Tabla 5.1. Se muestra la composición aproximada en porcentaje en peso de los elementos que se presentan en las zonas indicadas sobre las imágenes anteriores a), b), c) y d), Figura 7.14; se indica además, el orden de mayor a menor cantidad en peso de los principales elementos en dichas zonas.

b) Precipitados dentro de grano		c) Parte central de carburo		c) Orilla de carburo		d) Precipitado en frontera de grano	
Elemento	%Peso	Elemento	%Peso	Elemento	%Peso	Elemento	%Peso
SiK	0.91	C K	40.78	C K	11.38	SiK	2.43
NbL	8.25	NbL	46.88	NbL	54.36	NbL	32.72
TiK	1.57	TiK	5.62	TiK	6.73	TiK	1.27
FeK	39.75	FeK	4.08	FeK	12.12	FeK	21.02
CoK	13.15	NiK	2.63	CoK	4.31	CoK	13.41
NiK	36.37	Total	100	NiK	11.1	NiK	29.14
Total	100			Total	100	Total	100
Fe > Ni > Co > Nb		Nb > C		Nb > Fe > C > Ni		Nb > Ni > Fe > Co	

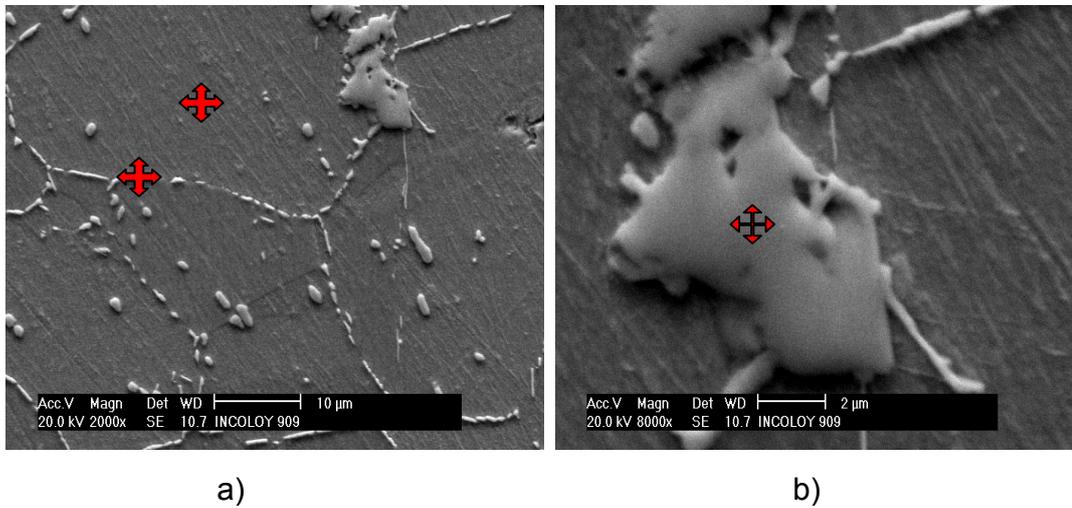


Figura 5.15. Se muestran precipitados con diferentes morfologías y tamaños en fronteras de grano y dentro de éstos; a) microestructura general de la cuña 5, temperatura de deformación 1060°C. b) carburo en frontera de grano. Imágenes posteriores a los ensayos de compresión.

De igual manera para la cuña 5, se observa que los elementos predominantes en los precipitados de frontera de grano son el Fe, Ni, Co y Nb, mientras que para la matriz se presentan los mismos elementos pero el Nb en menor porcentaje en peso.

En ambas cuñas se determinó que el Nb y el Si tienen mayor distribución y peso en los precipitados que en la matriz. Los porcentajes en peso obtenidos con energías dispersivas se muestran en la tabla 5.2; se observa que Fe, Ni, Co y Nb se presentan en mayor cantidad.

Tabla 5.2. Composición aproximada en porcentaje en peso de los elementos que se presentan en las zonas indicadas sobre las imágenes anteriores a), b), Figura 5.15, se menciona el orden descendente de la cantidad en peso de los principales elementos en dichas zonas.

a) Microestructura general frontera de grano		a) Microestructura general matriz		b) Carburo	
Elemento	%Peso	Elemento	%Peso	Elemento	%Peso
C K	0.77	C K	1.46	C K	8.76
SiK	2.32	SiK	1.93	NbL	81.34
NbL	20.59	NbL	15.46	TiK	9.9
TiK	1.67	TiK	1.44	Total	100
FeK	32.35	FeK	31.02		
CoK	12.91	CoK	11.98		
NiK	29.39	NiK	36.7		
Total	100	Total	100		
Fe > Ni > Nb > Co		Ni > Fe > Nb > Co		Nb > Ti > C	

5.1.1.3 Microscopía electrónica de transmisión (MET)

Las dos muestras para estudio con esta técnica son la muestra C34F, cuña 3 y la muestra C53B, cuña 5; los resultados se obtuvieron analizando precipitados ubicados en frontera de grano, dentro de grano y la matriz. Se realizó un estudio de energías dispersivas, composición química, de los precipitados y la matriz con el fin de relacionarlos con las fases reportadas en la literatura. Se obtuvo información de la cristalografía de los precipitados y la matriz, los resultados se presentan de las Figuras 5.16 a 5.27.

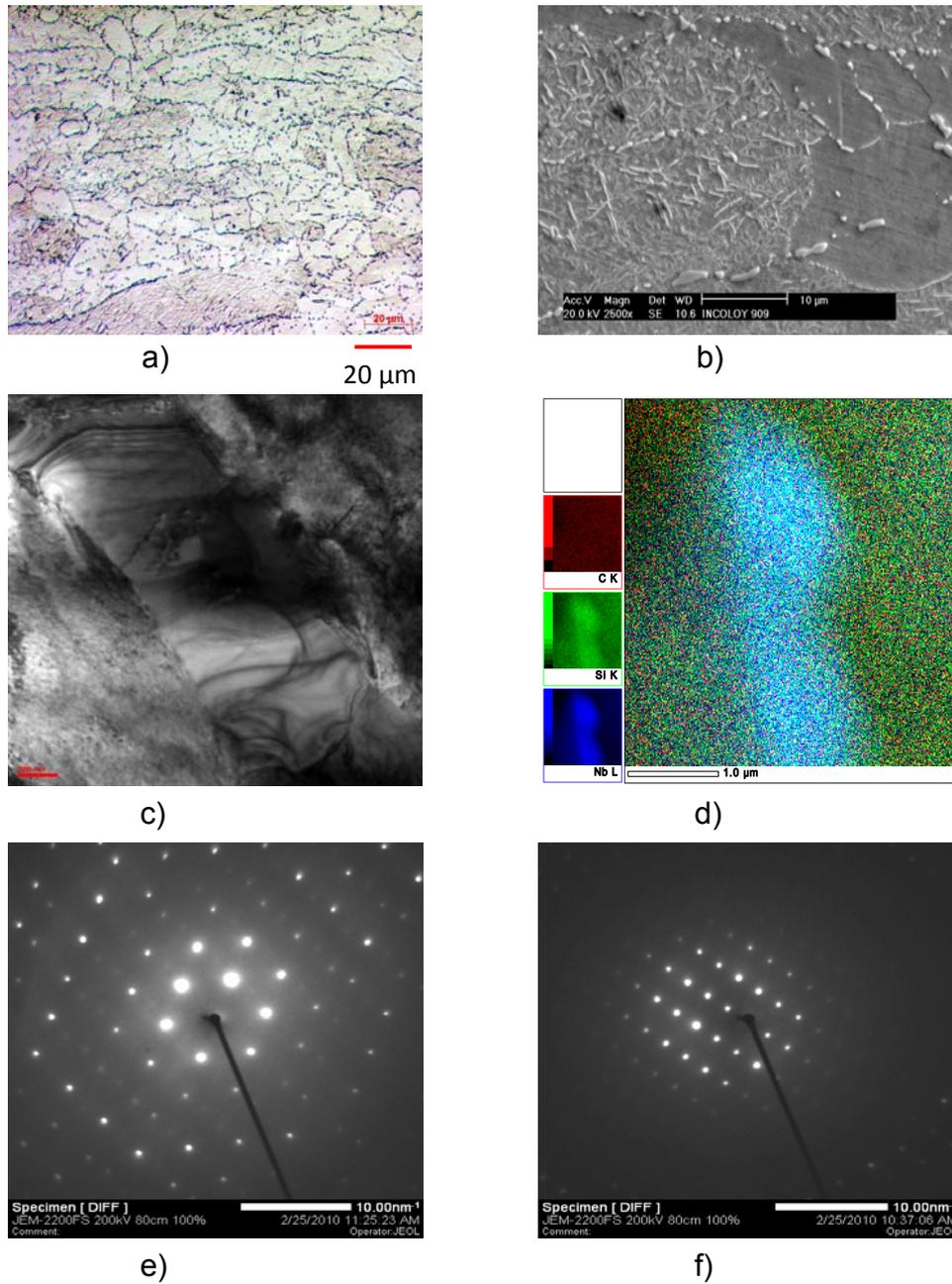


Figura 5.16 Precipitado 1. Cuña 3, muestra C34F, temperatura de forjado 900°C; la micrografía a) y la imagen b) corresponden a la microestructura de la muestra C34F, a 500x y 2500x respectivamente, la imagen de campo claro c) muestra un precipitado inmerso en la matriz de la microestructura a 200 nm; d) mapa de análisis químico del precipitado; e), f) presentan los patrones de difracción característicos del precipitado.

Se presenta un precipitado de la muestra correspondiente a la cuña 3, la micrografía y la imagen de MEB, a), b), muestran la microestructura de manera general y a bajos aumentos, donde se puede observar diferentes formas de precipitados; mientras que, la imagen de campo claro, c), presenta un precipitado de aproximadamente 2 μm en largo y su respectivo mapa de análisis químico; en éste se observa que elementos como el Nb y Si se segregan más sobre el precipitado que sobre la matriz. De acuerdo a los patrones de difracción de electrones para este precipitado se hace la suposición de que corresponden a una estructura cristalina hexagonal compacta; y de acuerdo al análisis químico se obtiene que los elementos con mayor presencia en este precipitado son Fe, Ni, Nb y Co.

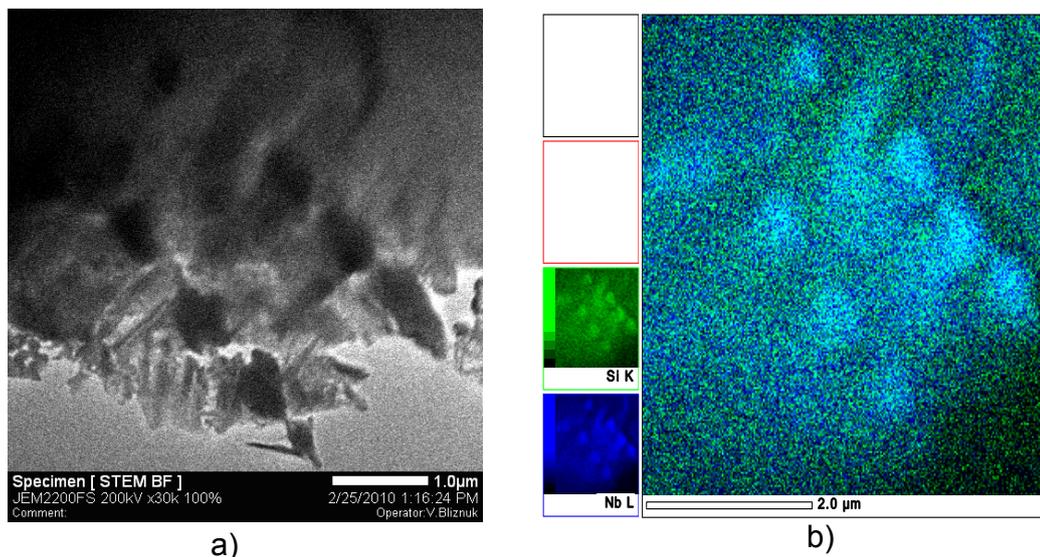


Figura 5.17. Precipitado 2. Correspondientes a la muestra C34F de la cuña 3. La imagen de campo claro a) muestra precipitados con forma circular dispersos en la matriz y el mapa de análisis químico b) de los precipitados.

La imagen de campo claro muestra otro tipo de precipitados presentes en la misma muestra, se observa que su morfología es circular y que su tamaño es menor a 1 μm . El mapa de análisis químico nos muestra que los elementos Nb y Si tienden a segregarse más sobre éstos que sobre la matriz y de acuerdo a

este mismo análisis, los elementos con mayor presencia sobre estos precipitados son el Fe, Ni, Co y Nb, en ese orden.

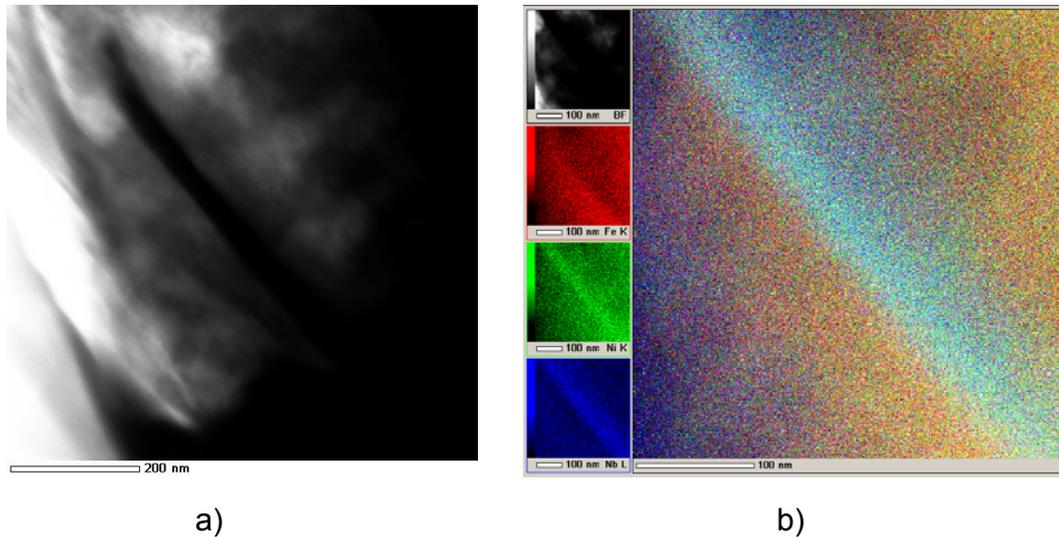


Figura 5.18. Precipitado 3. a) Imagen de campo claro que muestra un precipitado delgado en forma de aguja, b) mapa de análisis químico del precipitado. Imágenes correspondientes a la muestra C34F, cuña 3.

Otro precipitado, en forma de aguja, más delgado de aproximadamente 600 nm de largo; su mapa de análisis químico denota que el Nb y el Si tienen mayor presencia sobre este que en la matriz y el Fe, Ni, Co y Nb tienen mayor porcentaje atómico sobre este precipitado.

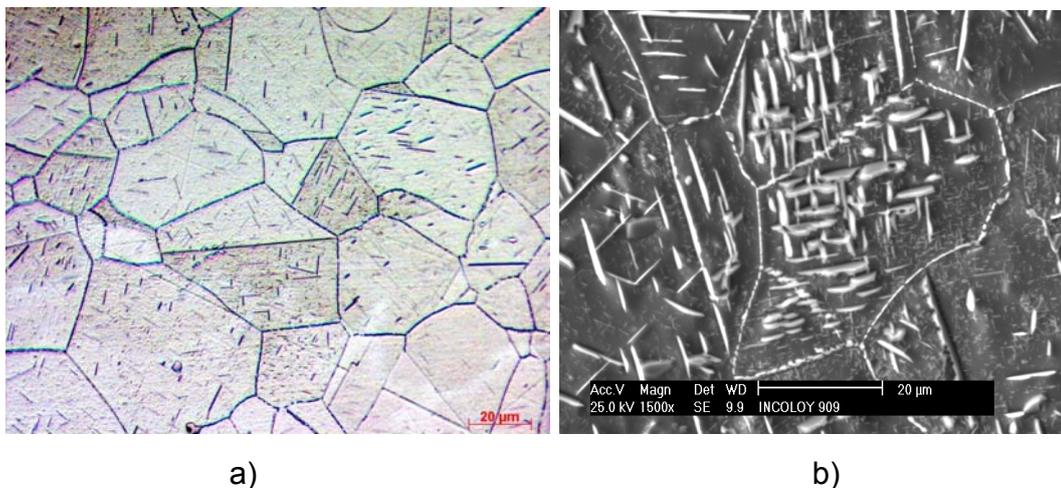


Figura 5.19. a), b) Micrografía e imagen de MEB que muestran la microestructura formada por diferentes morfologías y tamaños de precipitados, ubicados en fronteras de grano y dentro de grano, de la muestra C53B, cuña 5, a magnificaciones de 500x y 1500x respectivamente.

La micrografía y la imagen de MEB de la Figura 5.19 presentan ahora la microestructura y diferentes tipos de precipitados de la muestra correspondiente a la cuña 5. Se observa que los precipitados se ubican en fronteras de grano y dentro de estos, tienen un arreglo en forma de agujas entrecruzadas y algunos se acomodan y se ubican en zonas de maclas; se observan precipitados más pequeños menores a $1\ \mu\text{m}$ que siguen el mismo arreglo entrecruzado.

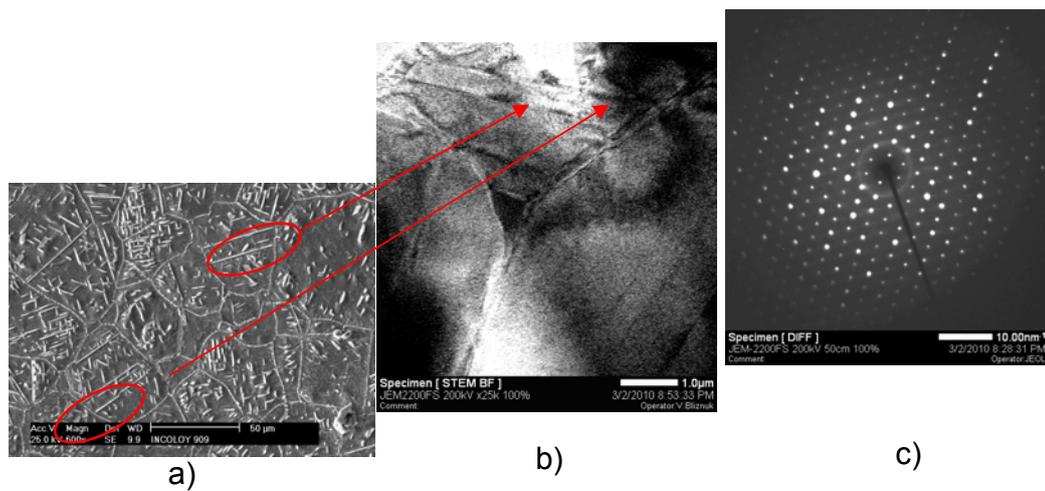


Figura 5.20. a) Microestructura de la muestra C53B con la presencia de maclas, b) imagen de campo claro que muestra un precipitado en frontera de grano, c) patrón de difracción del precipitado.

En Figura 5.20 b) se muestra un precipitado que está ubicado en un frontera de grano separando tres granos adyacentes a este; y se señala una macla ubicada dentro de un grano y su ubicación en la microestructura a). El patrón de difracción corresponde al del precipitado y se hace la suposición de que se asocia a una estructura cristalina hexagonal compacta. La Figura 5.21 siguiente, demuestra que el precipitado está ubicado en frontera de grano, ya que los patrones de difracción de los tres granos presentan distintas orientaciones con respecto a la del precipitado, la imagen de campo claro muestra el cambio en la matriz debido a la macla y en el patrón de difracción de la macla los puntos dobles demuestran su presencia. Su mapa de análisis químico, Figura 5.22, denota que el Si y Nb se ubican con mayor fuerza sobre el precipitado y sobre los que se encuentran en frontera de grano, mientras que el Fe, Ni, Co y Nb presentan mayor peso atómico de acuerdo al análisis.

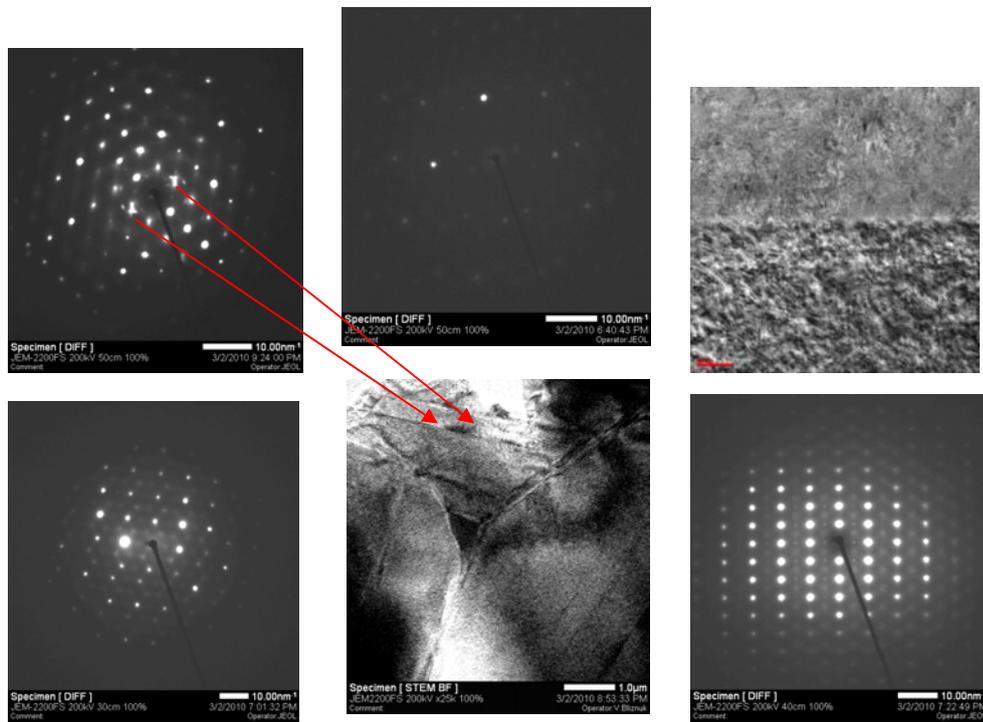


Figura 5.21. Imagen de campo claro de precipitado ubicado en frontera de grano y patrones de difracción de la matriz y de la macla. Muestra C53B, cuña 5.

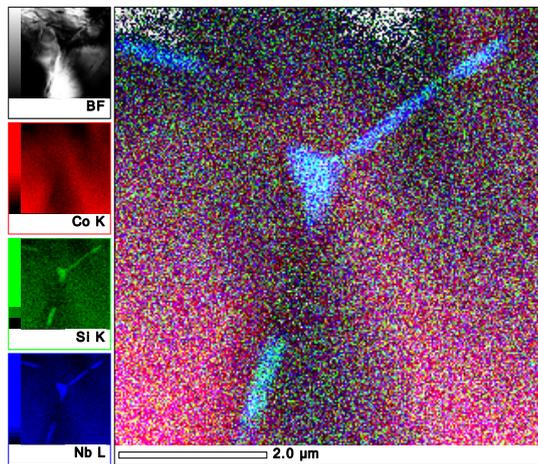


Figura 5.22 Precipitado 4. Mapa de análisis químico de precipitado en frontera de grano. Muestra C53B, cuña 5.

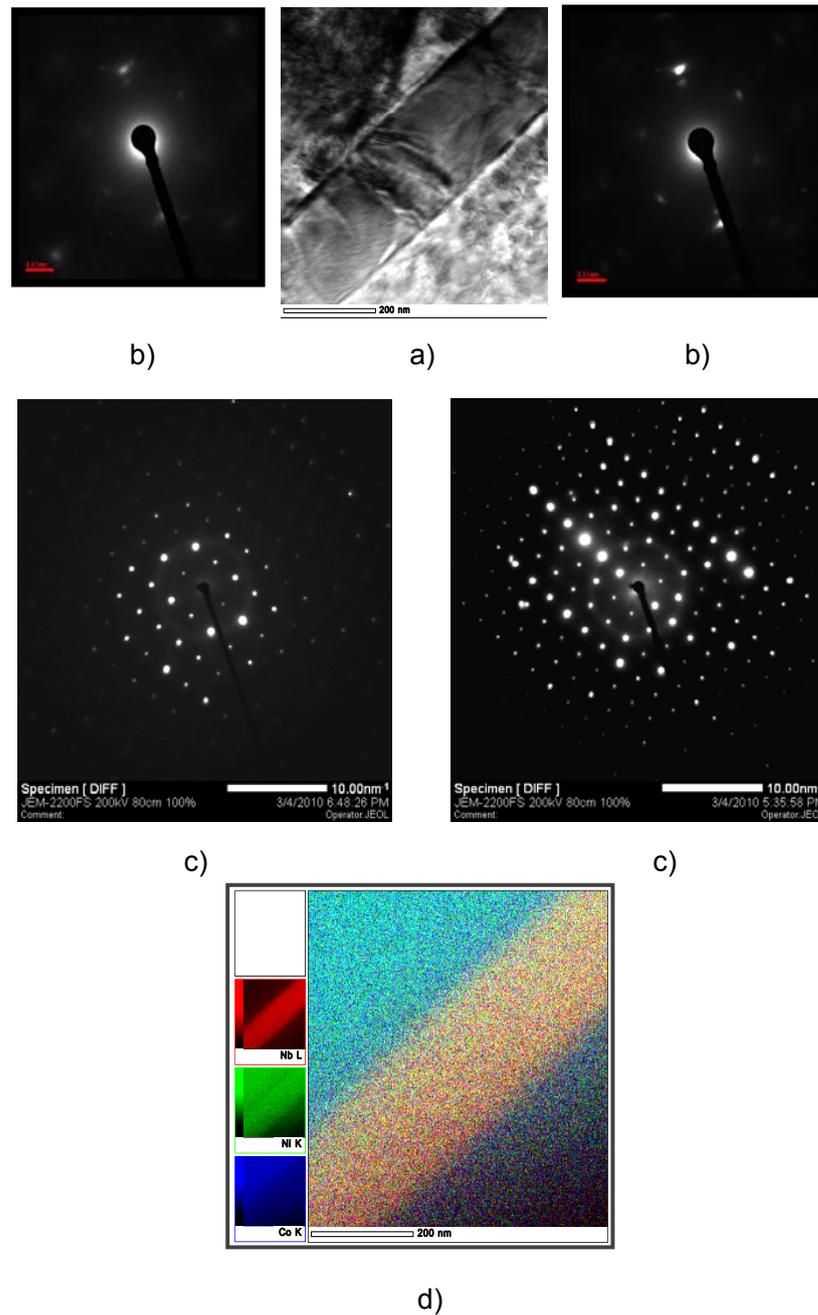
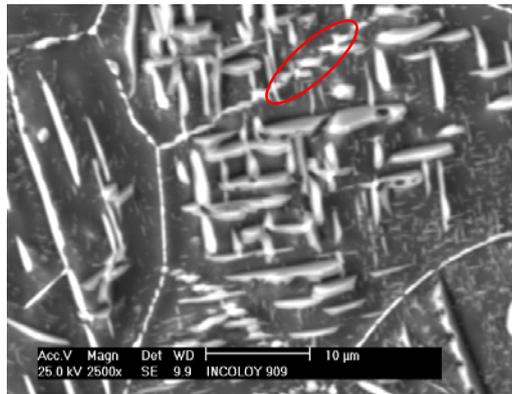


Figura 5.23. Precipitado 5. a) Imagen de campo claro de un precipitado de la muestra C53B inmerso en un grano, b) patrones de difracción de la matriz de ambos lados del precipitado que presentan la misma orientación; c) patrones de difracción del precipitado; d) mapa de análisis químico de precipitado. Muestra C53B, cuña 5.

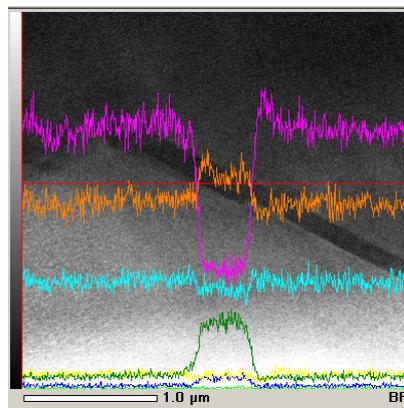
Se presenta otro precipitado de la microestructura en la cuña 5 de aproximadamente 600 μm de largo, este se encuentra ubicado dentro de un grano ya que como se observa en la Figura 5.23 b) los patrones de difracción a ambos lados del precipitado presentan la misma orientación. En el c) se muestran los patrones del precipitado, con los cuales se hace la suposición de que corresponden a una estructura hexagonal compacta. En el mapa de análisis químico se puede observar que el Si y el Nb se segregan más sobre el precipitado que sobre la matriz, aún más que el Co; en porcentaje atómico se observa que el Fe, Ni y Co, elementos base de esta aleación se presentan en mayor cantidad y con mayor distribución sobre la matriz, sin embargo el Nb con un % atómico considerable tiene su mayor ubicación sobre el precipitado.



a)



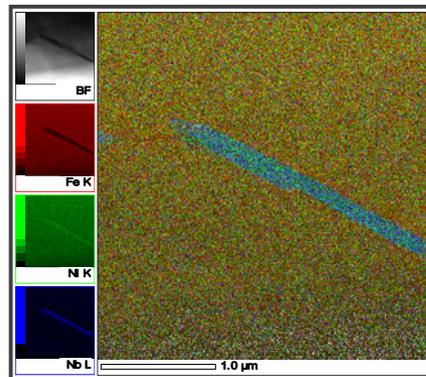
b)



c)

Element	Intensity
<input checked="" type="checkbox"/> C K	5
<input checked="" type="checkbox"/> Si K	13
<input checked="" type="checkbox"/> Ti K	44
<input checked="" type="checkbox"/> Fe K	803
<input checked="" type="checkbox"/> Co K	282
<input checked="" type="checkbox"/> Ni K	535
<input checked="" type="checkbox"/> Nb L	29

d)



e)

Figura 5.24. Precipitado 6. Las imágenes corresponden a un precipitado de la muestra C53B de la cuña 5; a) imagen de MEB donde se indican precipitados en frontera de grano; b) imagen de campo claro de precipitado obtenida por MET; c) intensidad de cada elemento a lo largo de la imagen; d) valores de intensidad; e) mapa de análisis químico del precipitado.

Se analizaron otros precipitados b), que son similares a los ubicados en frontera de grano, imagen a), Figura 5.24. Se observa en las imágenes del c) y d) que las intensidades de hierro y cobalto disminuyen en la zona del precipitado, mientras que, la intensidad de níquel, niobio y silicio aumenta; para este mismo precipitado el mapa de análisis químico denota que Ni y Nb se segregan más sobre estos precipitados que sobre la matriz y en porcentaje atómico se observa que además de los elementos base el Nb y C están en mayor cantidad. Se observa la ausencia de hierro sobre el precipitado en el mapa químico del e).

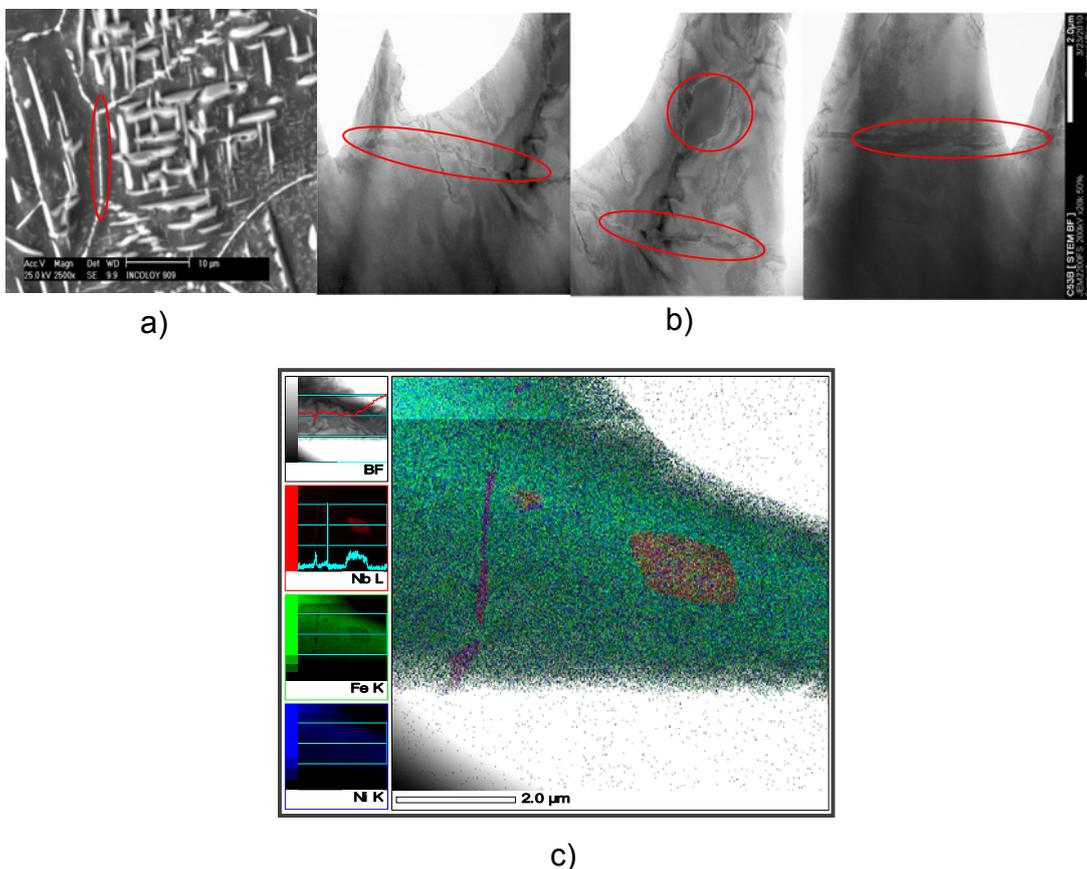


Figura 5.25. Precipitado 7. a) Imagen de MEB que indica una frontera de grano; b) Imágenes de campo claro que muestran una frontera de grano y un precipitado; c) mapa de análisis químico de frontera de grano y precipitado. Muestra C53B de la cuña 5.

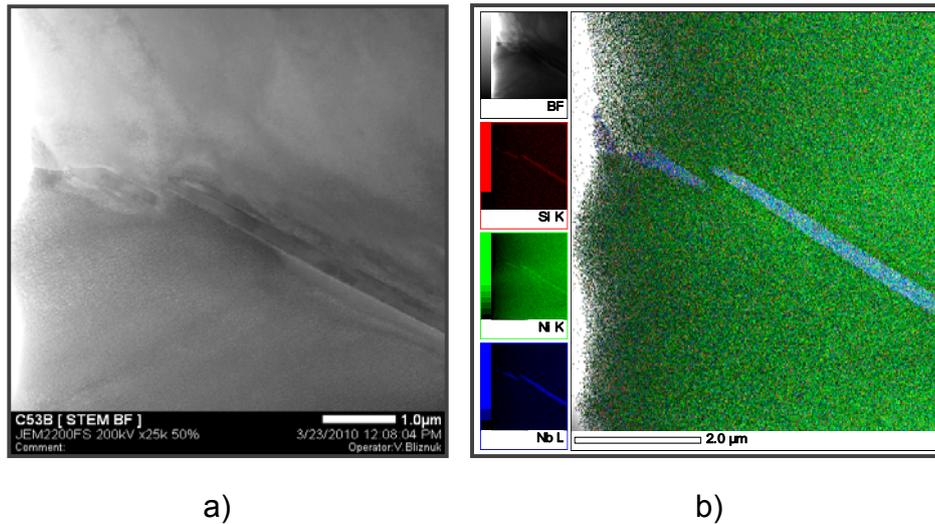


Figura 5.26. Precipitado 8. a) Imagen de campo claro que muestra precipitados ubicados en frontera de grano de la muestra C53B de la cuña 5; b) mapa de análisis químico.

Se observó en otros precipitados Figuras 5.25 y 5.26 ubicados a lo largo de una frontera de grano; que de igual manera que para los anteriores, la intensidad del Nb y Si es mayor sobre los precipitados que sobre la matriz, mientras que Fe, Ni y Co tienden a ubicarse más sobre la matriz. Se observa nuevamente que el análisis químico cualitativo denota más cantidad en porcentaje atómico para Fe, Ni y Co seguidos de Nb.

En general para todos los precipitados se observa que el Nb, Si y Ni tienden a segregarse hacia estos en mayor cantidad y que en porcentaje en peso o atómico se presentan en mayor cantidad Fe, Ni, Co, Nb, Si, Ti en esa secuencia.

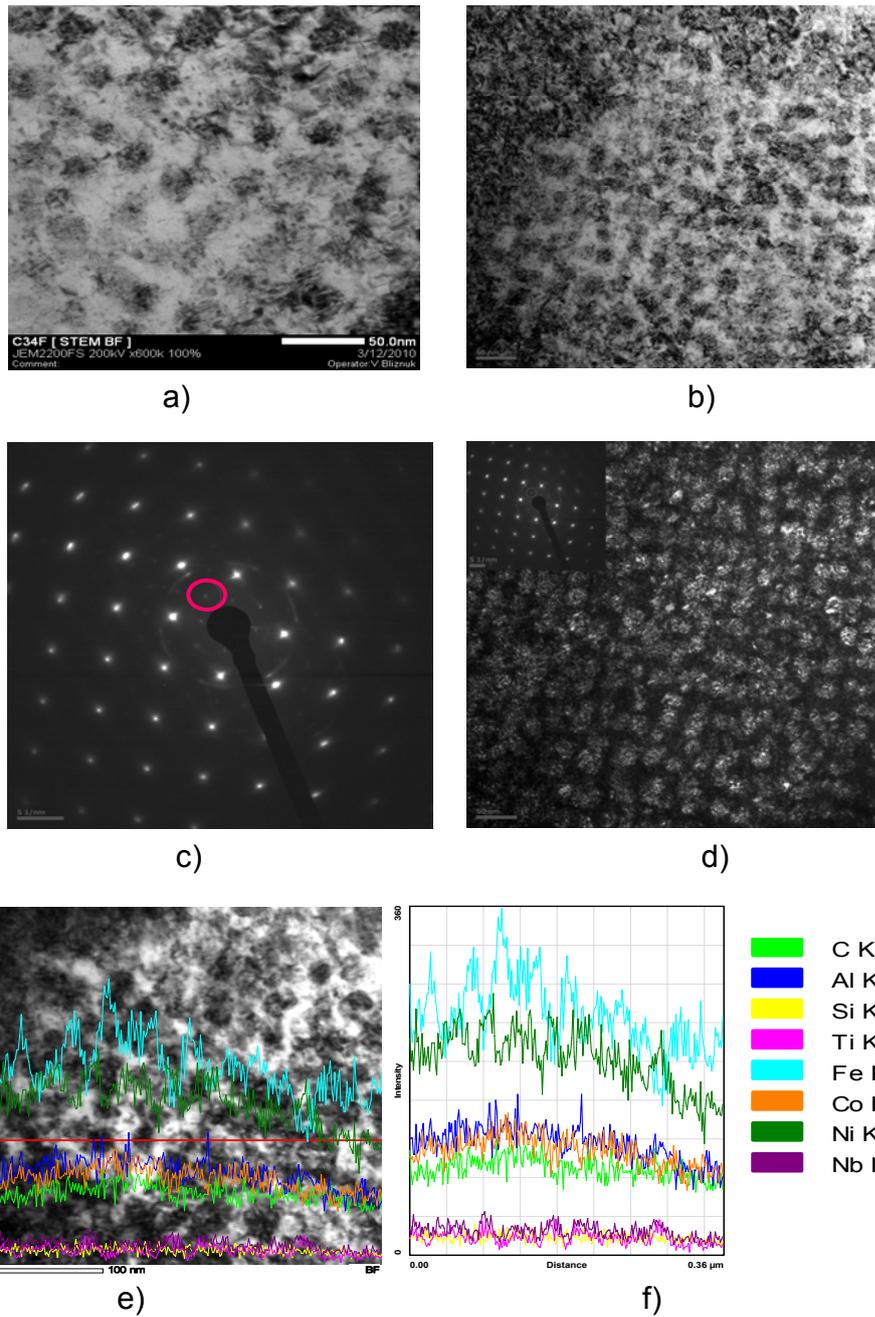


Figura 5.27. Matriz. a), b) imágenes de campo claro de la matriz en la microestructura, cuña 3; c) patrón de difracción de la matriz, d) imagen de campo oscuro de la matriz, e) mapa de análisis de elementos sobre la matriz; f) esquema de intensidades de elementos en la matriz.

De acuerdo a la forma de la fase γ' reportada por Patel, Penkalla y Kusabiraki [13, 31, 53]; las imágenes de campo claro a), b) de la Figura 5.27 muestran esta fase precipitada sobre la matriz de la aleación en la muestra de la cuña 3; la parte blanca se relaciona con la matriz γ y las partes más oscuras circulares se relacionan con la fase γ' , se observa que esta fase es similar a la de estos autores en forma y tamaño. El patrón de difracción corresponde a la matriz, sin embargo, los puntos menos intensos y más cercanos al haz transmitido se relacionan con la presencia de otra fase que puede ser γ' . En la imagen e) se presenta la matriz con líneas de intensidad para cada elemento presente en la aleación a lo largo de esta matriz; se observa en f), que Ni y Fe tienen las intensidades más grandes, le siguen Al, Co y C, mientras que a intensidades más bajas se encuentra el Nb, Ti y Si.

Tabla 5.3. Porcentajes atómicos para cada precipitado y para la matriz. Los espectros y análisis químicos se presentan en los Apéndices C y D respectivamente.

Precipitado	1	2	3	4	5	6	7	8	Matriz
Elemento	% atómico								
Al K	0.11	0.21	0.16	0.09	0.11				6.37
Si K	3.62	0.37	0.41	0.33	0.68	0.23		0.44	0.16
Ti K	1.78	2.02	1.89	1.55	1.08	1.51	1.73	1.71	0.56
Fe K	30.02	36.51	38.41	42.73	32.85	43.50	44.63	44.61	10.72
Co K	14.40	13.07	13.32	12.95	13.89	14.06	13.99	13.65	3.51
Ni K	26.83	32.46	33.78	34.70	35.14	36.20	35.52	35.37	9.51
Nb L	23.24	5.30	5.03	2.38	7.31	2.48	4.13	2.76	0.81
Cu K				1.91					
Cr K		1.36	1.35	2.85	1.34				
C K		6.97	5.66		7.62	2.03		1.46	68.36
O		1.74						0.44	
N K				0.50					
Total	100	100	100	100	100	100	100	100	100

5.1.1.4 Difracción de rayos X

En las Figuras 5.28 y 5.29 se observa que ambos difractogramas son similares, denotan los picos característicos para la fase gamma austenita y su parámetro de red determinado es de 3.62\AA , se muestra además la posible presencia de carburos del tipo $M_{23}C_6$; sin embargo se requiere realizar extracción de residuos y difracción para determinar los parámetros de red de las fases precipitadas y de esta manera relacionarlos con las fases reportadas para este tipo de aleación γ' , ϵ , η o posiblemente carburos.

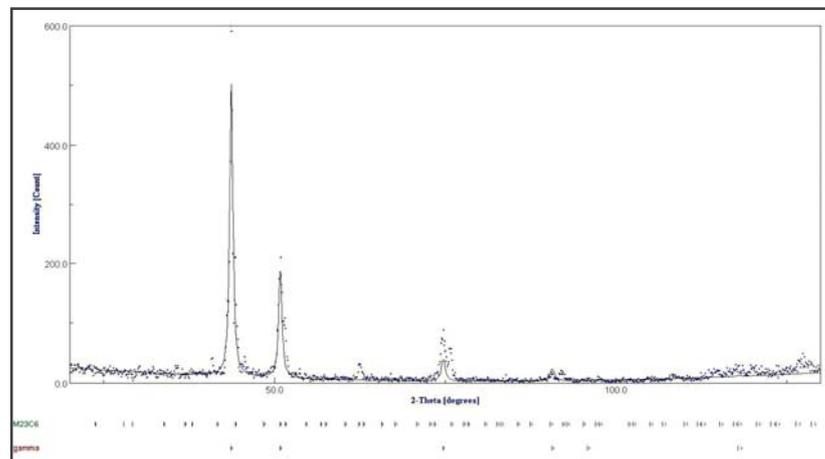


Figura 5.28. Patrón de difracción de rayos X, muestra C34F, cuña 3.

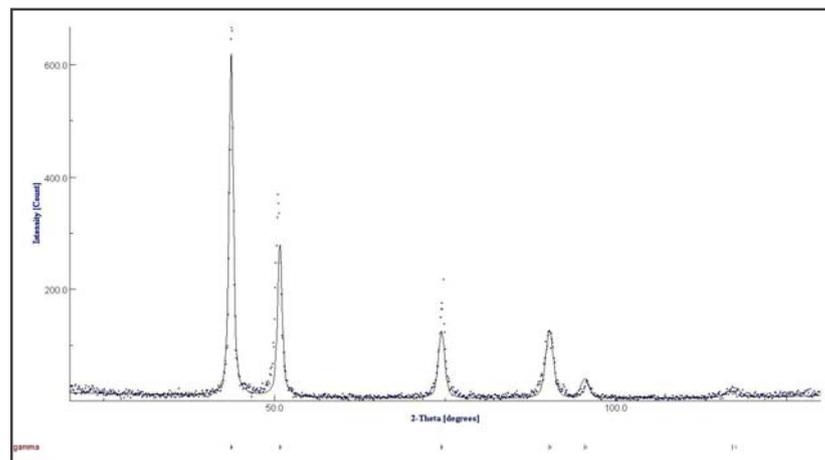


Figura 5.29. Patrón de difracción de rayos X muestra C53B, cuña 5.

5.1.1.5 Indexación de patrones de difracción de electrones

Precipitado 1

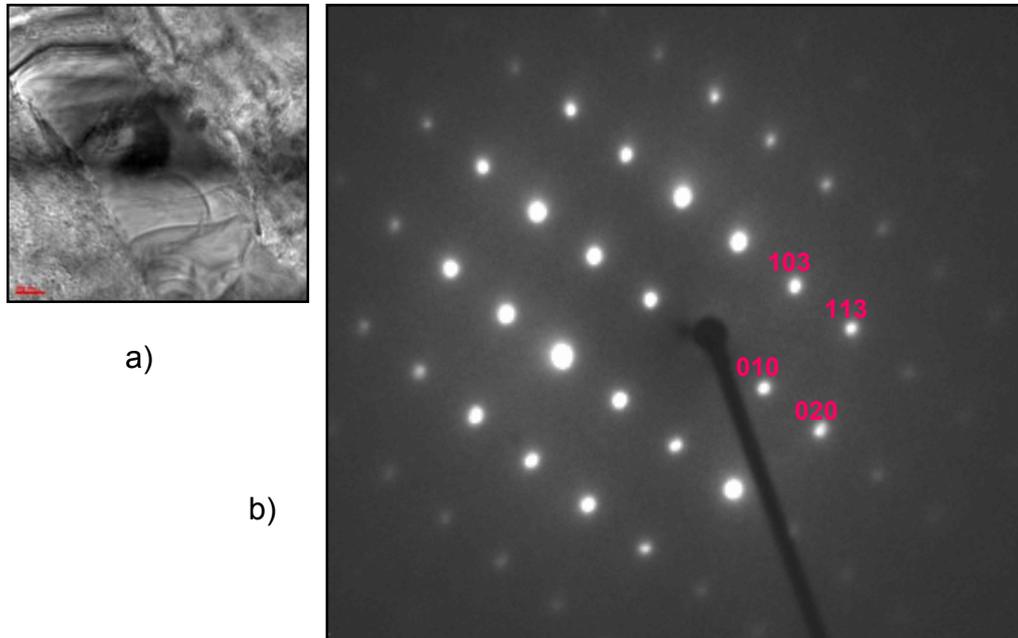


Figura 5.30. a) imagen de campo claro de precipitado de la muestra C34F, cuña 3; b) patrón de difracción de precipitado correspondiente a la fase ϵ en el eje de zona $[-301]$.

En la Figura 5.30, a) se muestra un precipitado inmerso en la matriz, dado que este se toma como una región monocristalina en la microestructura, se obtiene su patrón de difracción de electrones, lo que indica que tiene una estructura cristalina que lo caracteriza; de acuerdo a la metodología de indexación para su patrón se obtuvo que la estructura cristalina que le corresponde es del tipo hexagonal compacta con eje de zona $[-301]$ y de acuerdo a esta estructura este precipitado se relaciona con la fase ϵ , como ha sido encontrado y reportado, para la aleación Incoloy 909.

Precipitado 4

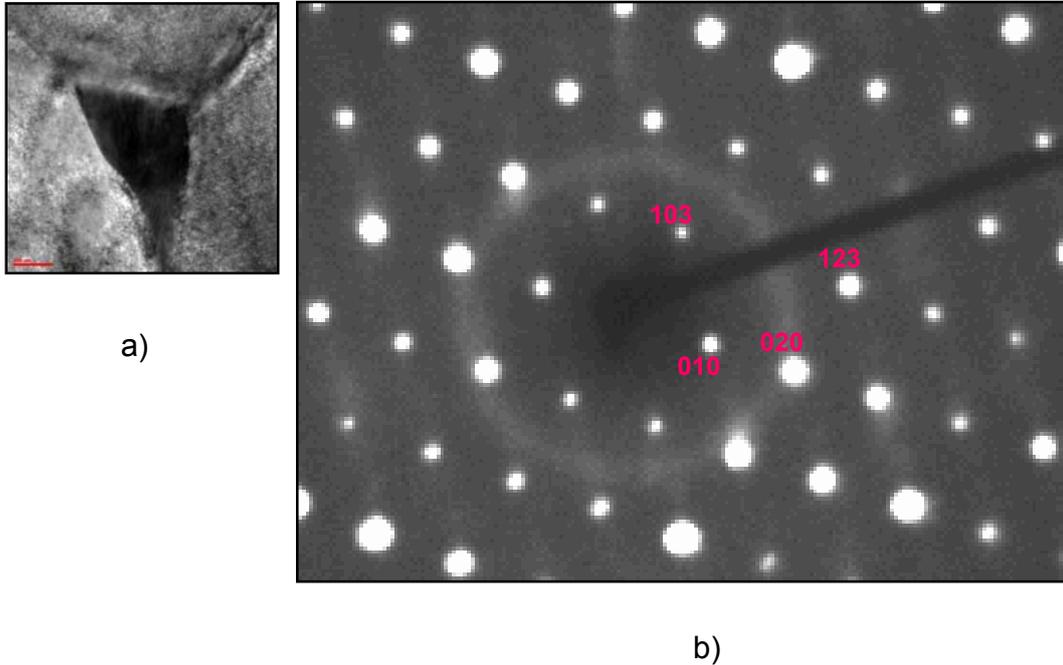


Figura 5.31. a) imagen de campo claro de precipitado en frontera de grano de la muestra C53B, cuña 5; b) patrón de difracción de precipitado correspondiente a la fase ϵ en el eje de zona $[-301]$.

Para el siguiente precipitado, a) ubicado en frontera de grano, nuevamente, de acuerdo a la indexación de su patrón, se encontró que la estructura cristalina que le corresponde es del tipo hexagonal compacta, con eje de zona $[-301]$, por lo que este precipitado también se puede relacionar con la fase ϵ con estructura HC reportada.

Precipitado 5

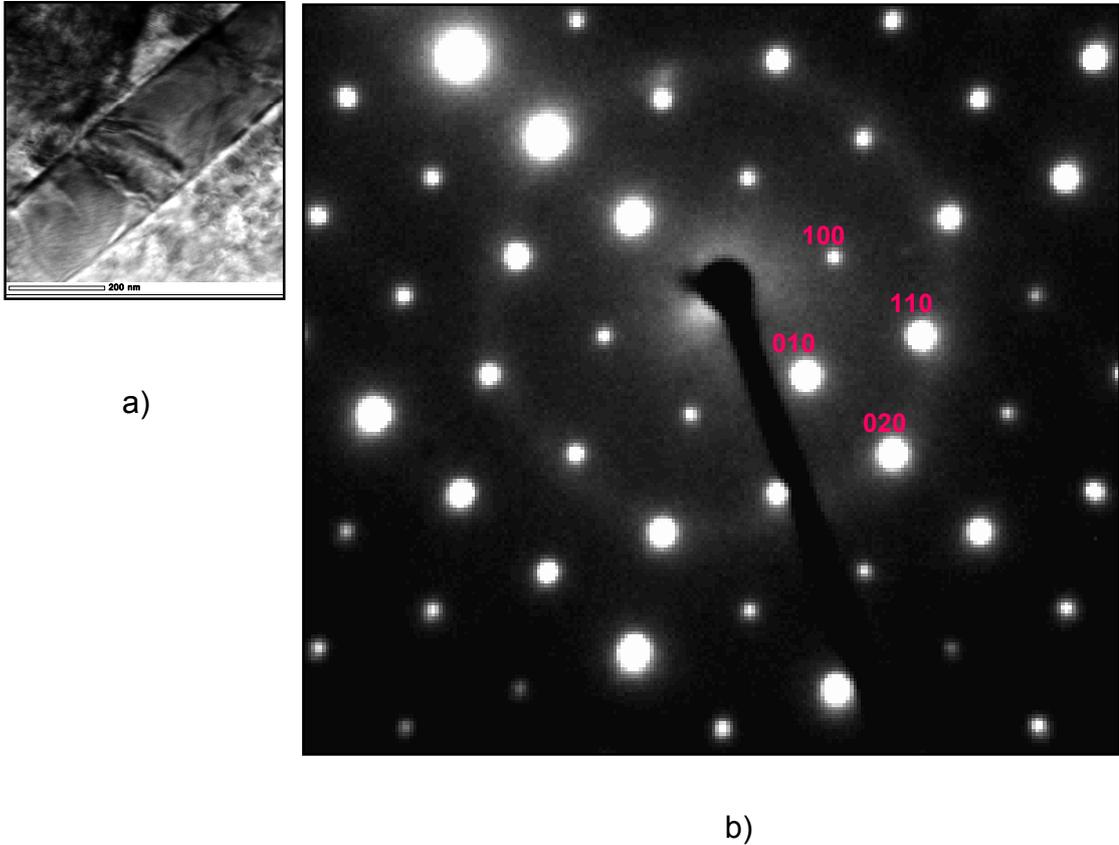


Figura 5.32. a) imagen de campo claro de precipitado ubicado dentro de grano de la muestra C53B, cuña 5; b) patrón de difracción de precipitado correspondiente a la fase ϵ en el eje de zona [001].

La imagen de campo claro a) de la Figura 5.32 muestra otro precipitado inmerso en la matriz y dentro de un grano, el patrón de difracción b) corresponde a una región monocristalina y denota zonas amorfas en la muestra. Se obtuvo con la metodología de indexación que la estructura cristalina que caracteriza a este precipitado es del tipo hexagonal compacta, por lo que, se le asocia con la precipitación de la fase ϵ . La normal al plano del patrón de difracción es [001]. Esto indica que en este eje de zona los planos (100), (110), (010), (020) entre otros, difractan el haz incidente.

Matriz

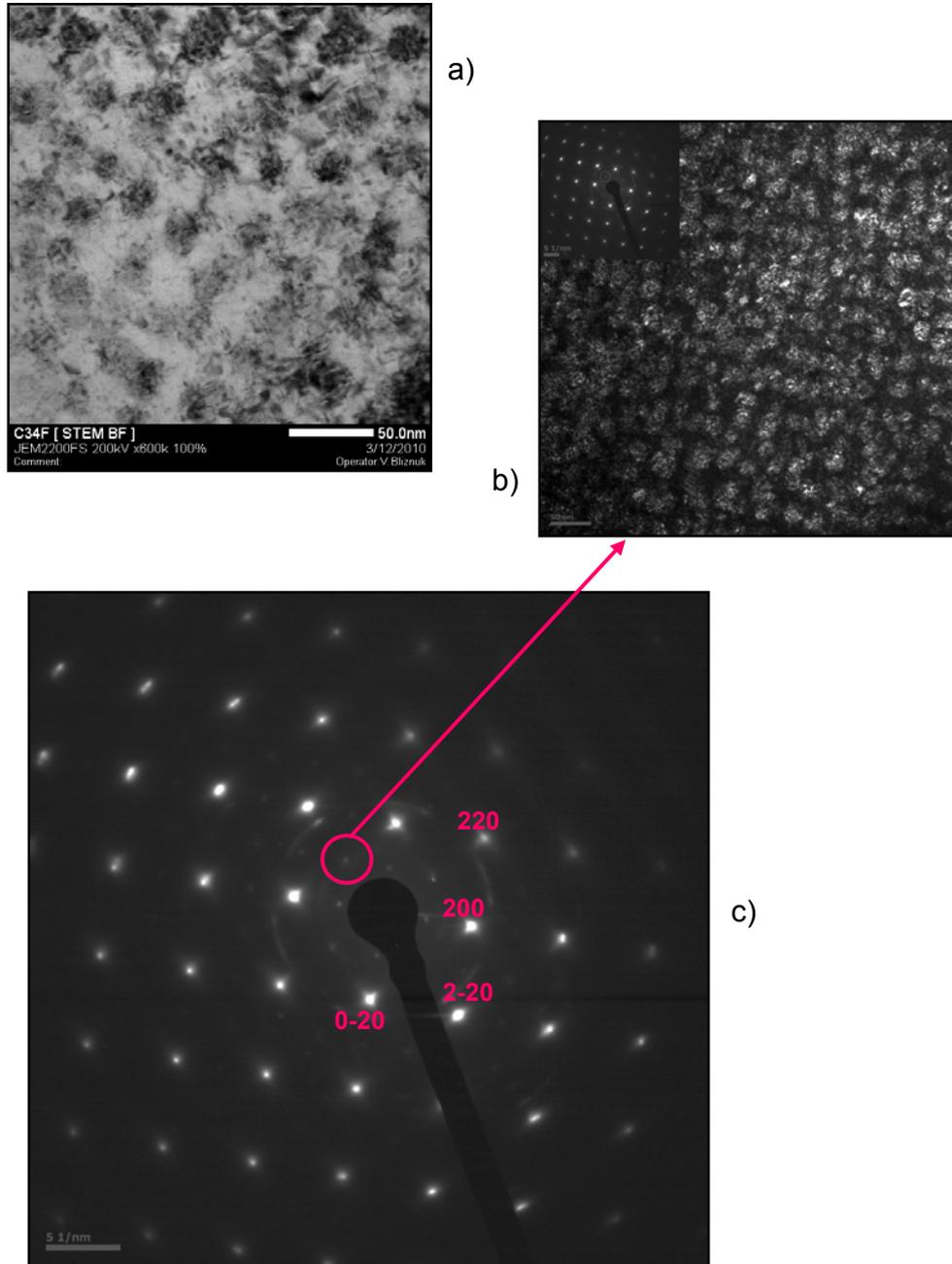


Figura 5.33. a) imagen de campo claro de la matriz de la muestra C34F, cuña 3; b) imagen de campo oscuro de la matriz; c) patrón de difracción de la matriz y en el eje de zona [001].

El patrón de difracción de la Figura 5.33 c) corresponde a la matriz, sin embargo, este presenta puntos de difracción de superredes (puntos más cercanos al haz transmitido), dado que una superred debe ser periódica, el ordenamiento periódico de precipitados hace que se forme esta superred, en este caso se forma debido al ordenamiento periódico de los precipitados de la fase gamma prima, es decir, la fase gamma prima tiene muy buena periodicidad que aparece en el patrón de difracción (punto señalado).

Esta reportado [49], y se mencionó previamente que la fase gamma prima tiene formula química NiAl o $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$ y que tiene una estructura ordenada del tipo $L1_2$, es decir, forma una superred, que se observa claramente en el patrón; el hecho de que los puntos sean los más cercanos al haz transmitido indica que los precipitados de la fase γ' son grandes 30 a 50 nm separados por distancias grandes 10 nm aproximadamente y que están ordenados de manera periódica y repetitiva, esto se puede observar en la imagen de campo oscuro b). Este patrón de difracción corresponde a la fase γ austenita. De acuerdo a la indexación de este patrón se encontró que corresponde a una estructura cúbica centrada en las caras con eje de zona [001]. Se ha reportado además, que la fase γ' presenta una morfología esferoidal, lo cual se puede observar mediante los resultados de microscopía de fuerza atómica reportados en el Apéndice A [54, 55].

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

- Las condiciones de forjado afectaron la microestructura de ambas cuñas, la estructura fibrosa que se observa en la cuña 3 denota la presencia de precipitados de segundas fases, por lo que, la temperatura, velocidad de deformación y deformación que se aplicaron en ésta influyen más en la precipitación de segundas fases pero no mucho en el refinamiento de grano y la recristalización, mientras que en la cuña 5 la precipitación es escasa pero el refinamiento de grano es mayor y más homogéneo.
- La aplicación del tratamiento térmico promovió la precipitación de segundas fases en fronteras y dentro de granos y el crecimiento de grano en ambas cuñas, la estructura fibrosa de la cuña 3 permaneció sin mostrar mucho crecimiento de grano lo que podría indicar que la cantidad de fases precipitadas es mayor en la cuña 3 que en la cuña 5.
- Las fases precipitadas tienden a ubicarse en fronteras de grano, dentro de grano y de manera dispersa en toda la microestructura. La forma de los precipitados en frontera de grano es circular mientras que la forma de precipitados dentro de los granos se asemeja más a una morfología de agujas entrecruzadas; y la forma de los precipitados dispersos es circular.
- De acuerdo a los análisis químicos obtenidos con la técnica de energías dispersivas (EDS) sobre precipitados, se observó que éstos se componen principalmente de Fe, Ni, Co, Nb, Si y Ti, y que los elementos Nb y Si se ubican en los precipitados en ambas cuñas; aún después de aplicar tratamiento térmico y ensayos de compresión.

- Para la fase ϵ presente en esta aleación, se ha reportado que su morfología es muy parecida al tipo Widmanstätten de agujas entrecruzadas y que su fórmula química es $(\text{Fe, Ni, Co})_3(\text{Nb, Si, Ti})$, de acuerdo a esto, los precipitados entrecruzados ubicados dentro de los granos se pueden asociar con esta fase.
- El fenómeno de recuperación se observa en las curvas de esfuerzo – deformación verdadera y en las micrografías correspondientes a cada curva. Con los ensayos mecánicos se determinó que la combinación adecuada de la cantidad de predeformación, tratamiento térmico (cantidad de fases precipitadas) y parámetros de ensayo proporciona esfuerzos de compresión relativamente altos y por consiguiente resistencia a la aleación. Se observó, además, que los valores de esfuerzo de compresión más altos se obtienen a media deformación de forjado, más que a alta y baja predeformación, en la cuña 3 no en la 5.
- Se encontró que la mayor resistencia se obtiene con las siguientes combinaciones:
 - Cuña 5: alta deformación de forjado, el 2TT y un tamaño de grano de 35 micrómetros, 1080 MPa.
 - Cuña 3: alta deformación de forjado, 4TT y un tamaño de grano de 34 micrómetros, 1100 MPa.
 - Cuña 5: media deformación de forjado, 3TT y tamaño de grano de 32 micrómetros, 1090 MPa.
 - Cuña 3: media deformación de forjado, 3TT y tamaño de grano de 18 micrómetros, 1190 MPa.
- De acuerdo a los mapas de análisis químico se observó que los elementos que principalmente se segregan en los precipitados ubicados

en fronteras de grano, dentro de grano y dispersos, son niobio, silicio y níquel, mientras que en la matriz Fe, Ni, Co, Al y C.

- Se obtuvo que para la fase austenita γ , la matriz, el parámetro de red es de 3.62 Å, su estructura es cúbica centrada en las caras indexada con eje de zona [001].
- Para la fase γ' se observó que presenta una morfología esferoidal, tamaños menores a una micra y un ordenamiento periódico y repetitivo.
- De la indexación de patrones se obtuvo que hay precipitados en la microestructura con estructura hexagonal compacta cuyos patrones de difracción de electrones fueron indexados con ejes de zona [-301] y [001]. Con esta información se relacionan estos precipitados con la fase épsilon reportada para esta aleación.
- Se recomienda realizar extracción de residuos y analizarlos con la técnica de difracción de rayos X para obtener información cristalográfica propia de los precipitados que se presentan en esta aleación.
- Realizar más ensayos de compresión en caliente variando condiciones y parámetros para observar los cambios microestructurales y su relación con las propiedades mecánicas.

REFERENCIAS

- [1] Reed. Roger C. The Superalloys Fundamentals and Applications. Ed. Cambridge University Press (2006), pag. 1 – 29.
- [2] ASM Specialty Handbook Nickel, Cobalt and Their Alloys, 2000. ASM International. Estados Unidos (2000).
- [3] Sims. T. Chester. A History of Superalloy Metallurgy for Superalloys Metallurgists. General Electric Company, Estados Unidos (1984).
- [4] Introducción a la Ciencia de Materiales para Ingenieros. Ed. Shackelford. Pearson (2005).
- [5] Azadian S., Wei L., Warren R. Delta phase precipitation in Inconel 718. Materials Characterization 53 (2004) 7– 16.
- [6] Sims Chester T., Stoloff Norman S., Hagel William C. Superalloys II. Ed. John Wiley and Sons. Estados Unidos (1987).
- [7] E.L. Cuellar, et al., J. Alloys Compd. (2008), doi: 10.1016 / j.jallcom .2007. 12.051
- [8] Ges A., Palacio H., Versaci R. IN 713C Characteristic Properties optimized through different heat treatments. Journal of Materials Science 29 (1994) 3572 – 3576.
- [9] Slama C., Abdellaoui M. Structural characterization of the aged Inconel 718. Journal of Alloys and Compounds 306 (2000) 277–284.
- [10] Patel S. J., Smith G. D., The Role Of Niobium In Wrought Superalloys. TMS Niobium Science and Technology (2001) 1081 – 1108.
- [11] Incoloy 909, Special Metals. www.specialmetals.com
- [12] ASM Metals Handbook Volume 2, Properties and Selection Nonferrous Alloys. ASM International. Estados Unidos (2004).
- [13] Kiyoshi Kusabirakl., Eiji Amada., Takayuki Ooka. Precipitation and Growth of γ' Phase in an Fe - 38Ni - 13Co - 4.7Nb Superalloy. ISIJ International Vol. 36 No. 2, pp. 208-214 (1996).

- [14] Kusabiraki K., Tsujino H., Saji S. Effects of tensile stress on the high temperature oxidation of an Fe-38Ni13Co-4.7Nb-1.5Ti-0.4Si superalloy in air, *ISIJ International*, Vol. 38, No. 9, pp. 1015-1021 (1998).
- [15] Sato K., Ohno T. Development of Low Thermal Expansion Superalloys. *JMEPEG* 511-517 (1993).
- [16] Pender M. Alloy 706. University Turbine Systems Research Fellowship. Estados Unidos (2007).
- [17] Kusabiraki K., Ikegami J., Nishimoto T., Ooka T. Oxidation Behavior of an Fe – 38Ni – 13Co – 4.7 Nb – 1.5Ti – 0.4 Si Superalloy at High Temperature in Ar – H₂O Atmospheres. *Oxidation of Metals*, Vol. 47, Nos. 5/6 (1997).
- [18] Chen Z., Identification of orthorhombic phase in Incoloy alloy 909, *Scripta Metallurgica et Materialia*, Vol. 26, No. 7, pp. 1077-1082 (1992).
- [19] X. Guo., K. Kusabiraki., S. Saji. Intragranular Precipitates In Incoloy Alloy 909. *Scripta mater.* 44, pp. 55–60 (2001).
- [20] Kusabiraki K., Amada E., Ooka T., Saji S. Epsilon and eta phases precipitated in an Fe-38Ni-13Co-4.7Nb-1.5Ti-0.4Si superalloy, *ISIJ International*, Vol. 37, No. 1, pp. 80-86 (1997).
- [21] Mitchell R. J., Preuss M., Hardy M. C., Tin. S. Influence of composition and cooling rate on constrained and unconstrained lattice parameters in advanced polycrystalline nickel–base superalloys. *Materials Science and Engineering A* 423, pp. 282–291(2006).
- [22] Roder O., Albrecht J., Lütjering, G. Microstructure and mechanical properties of an inertia welded Incoloy alloy 909 - Inconel alloy 718 joint for rotating applications *EN Welds 2005* (Section: Materials at High Temperature), (2005).
- [23] Moro Vallina Miguel. *Tecnología de Materiales*. España (2005).
- [24] Weaver D. S., Semiatin S. L., Recrystallization and grain-growth behavior of a nickel-base superalloy during multi-hit deformation. *Scripta Materialia* 57, pp. 1044-1047 (2007).
- [25] *ASM Specialty Handbook Heat Resistant Material*. ASM International. Estados Unidos (1997).

- [26] El Wahabi. M. Tesis Caracterización termomecánica de aceros inoxidable austeníticos AISI-304. Universidad Politécnica de Cataluña, España (2003).
- [27] ASM Handbook of Workability and Process Design (2003).
- [28] Dieter George E. Mechanical Metallurgy SI Metric Edition. Mc Graw Hill Book Company. Estados Unidos (1988).
- [29] Thomas A., El-Wahabi M., Cabrera J. M., Prado J. M. High temperature deformation of Inconel 718. Journal of Materials Processing Technology 177, pp. 469 – 472 (2006).
- [30] ASM Superalloys A Technical Guide. ASM international. Estados Unidos (2002).
- [31] Penkalla H.J., Wosik J., Czyska-Filemonowicz A. Quantitative microstructural characterization of Ni-base superalloys. Materials Chemistry and Physics 81, pp. 417–423 (2003).
- [32] ASM Metals Handbook Volume 14, Forming and Forging. ASM International. Estados Unidos (2004).
- [33] Steven R., Sánchez G. G., Figueroa L. U. Manufactura, Ingeniería y Tecnología. Editorial Pearson (2002).
- [34] McInnes Rolled Rings <http://mcinnesrolledrings.com>
- [35] Schey John., "Procesos de Manufactura". 3ª. Edición. Mc Graw Hill. México (2001).
- [36] ASM Metals Handbook Volume 4, Heat Treating. ASM International. Estados Unidos (2004).
- [37] Polmear I. J. Light Alloys. Butterworth-Heinemann. Elsevier. Fourth Edition. (2006).
- [38] Askeland D. R. Ciencia e Ingeniería de los Materiales. Editorial Thomson. 3ª. Edición (1998).
- [39] Siva Kumar V., Kelenkajeri G., Gerhardt R. A. Characterization of microstructural fluctuations in Waspaloy exposed to 760 °C for times up to 2500 h. Electrochimica Acta 51, pp. 1873–1880 (2006).
- [40] Nembach E., Pesicka J., Mohles V., Baither D., Vovk V., Krol T. The effects of a second aging treatment on the yield strength of γ' -hardened NIMONIC

- PE16 polycrystals having γ' -precipitate free zones. *Acta Materialia* 53, pp. 2485–2494 (2005).
- [41] Peretti M., Versaci R. A., Ges A., Somoza A. Comparación de la fase gamma prima secundaria, en aleaciones de base níquel, sometidas a diferentes tratamientos térmicos. *Jornadas SAM - CONAMET - AAS 2001*, pp. 381-386 (2001).
- [42] K. A. Heck., D. F. Smith., J. S. Smith., D. A. Wells., M. A. Holderby. *The physical metallurgy of a silicon-containing low expansion superalloy. Superalloys* (1988).
- [43] *ASM Metals Handbook Volume 9, Metallography and Microstructures.* ASM International. Estados Unidos (2004).
- [44] *ASM Metals Handbook Volume 10, Materials Characterization.* ASM International. Estados Unidos (2004).
- [45] Ojeda Sahagún José. L. *Métodos de microscopía electrónica de barrido en biología.* Ed. Universidad de Cantabria. España (1997).
- [46] Quesant Instrument Corporation. *Operator's Manual, V4.02,* (2003).
- [47] *ASM Metals Handbook Volume 19, Fatigue and Fracture.* ASM International. Estados Unidos (2004).
- [48] *ASM Metals Handbook Volume 8, Mechanical Testing and Evaluation.* Estados Unidos (2004).
- [49] INSTRON www.instron.com.ar/wa/resourcecenter/glossaryterm.aspx?ID=23
- [50] Edington J. W. *Electron diffraction in the electron microscope.* Philips technical library. Macmillan (1975).
- [51] *Dissemination of IT for the Promotion of Materials Science (DoITPoMS).* University of Cambridge. <http://www.doitpoms.ac.uk/index.html>
- [52] Fultz Brent., Howe M. James. *Transmission electron microscopy and diffractometry of materials.* 3rd. Edition. Springer (2001).
- [53] Shuangqun Zhao., Xishan Xie., Gaylord D. Smith., Shailesh J. Patel. *Microstructural stability and mechanical properties of a new nickelbased superalloy.* *Materials Science and Engineering A355*, pp. 96 – 105 (2003).

[54] M. de la Garza., A. V. Lara., M. P. Guerrero Mata. Grain boundary precipitation during thermomechanical processing of a nanostructured Fe-Ni based superalloy. *Revista Mexicana de Física*. S 55(1), pp. 6 – 9 (2009).

[55] Tesis 'Determinación de las propiedades de una aleación Incoloy 909 para aplicación aeroespacial a diferentes condiciones de deformación en caliente'. Lara Mendoza A. V. FIME – UANL. México (2009).

INDICE DE FIGURAS

Figura 1.1 Descubrimiento de fases útiles y dañinas en superaleaciones, hasta los años 80's [3 modificada].	6
Figura 1.2 Desarrollo de la microestructura en una superaleación de níquel mostrando fases dañinas y favorables, en distintos periodos; 10,000 aumentos con microscopía electrónica [3 modificada].	7
Figura 1.3 Evolución de la resistencia a temperaturas elevadas a partir de los años 40's para superaleaciones [1 modificada].	7
Figura 1.4 Estructura cristalina de la fase γ (matriz) y la fase γ' . Generalmente el Al tiende a colocarse en las esquinas de la celda unitaria cúbica centrada en las caras que caracteriza a las superaleaciones base níquel [4].	9
Figura 2.1 Ilustración esquemática del cambio en la estructura y forma de los granos durante un proceso de laminado en caliente [25 modificada].	21
Figura 2.2 a) Curva esfuerzo – deformación verdadera del trabajado en caliente para un metal, la cual muestra el proceso de recuperación dinámica. b) metal bajo recristalización dinámica después del periodo inicial de recuperación dinámica [26 modificada].	25
Figura 2.3 Diferentes etapas de la recuperación dinámica, a) generación de dislocaciones, b) formación de celdas, c) aniquilación de dislocaciones dentro de celdas, d) formación de subgranos y e) crecimiento de granos [26].	26
Figura 2.4 Formado de anillos para reducción de espesor de la preforma e incrementar su diámetro, (1) inicio con preforma, (2) pieza final rolada.	35
Figura 2.5 Secuencia de pasos principales para el formado de anillos [33 modificada].	36
Figura 3.1 Esquemas mostrando la estructura cristalina de a) zonas GP, b) θ'' , c) θ' , d) θ (Al ₂ Cu), que precipitan en aleaciones binarias Al – Cu. Las esferas claras representan átomos de cobre y las oscuras átomos de aluminio. e) representación de la distorsión de los planos de la red de la matriz cercanos a una zona GP coherente [37].	39
Figura 3.2 Se muestran partes de diagramas de precipitación isotérmica a) la aleación Waspalloy mantenida a una temperatura por 4 horas y enfriada en aceite, b) una aleación 901, mantenida a una temperatura de solución por 1 hora y enfriada en aceite, c) para una aleación 718 mantenida a una temperatura de solución por 1 hora y enfriada al aire [32 modificada].	44
Figura 3.3 Efecto de la temperatura y del tamaño de grano sobre las propiedades de una superaleación 901 endurecida por la precipitación de la fase γ' [36 modificada].	47
Figura 3.4 Diagrama de transformación de fases para una aleación Inconel 718 fundida en vacío y forjada en caliente [36 modificada]. Se muestra la temperatura a la cual se hace presente la precipitación de la fase endurecedora γ'' y la fase δ con respecto al tiempo de exposición.	49
Figura 3.5 Diagrama de transformación isotérmica para la superaleación Incoloy 909. La fase G corresponde a siliciuros del tipo A ₁₆ B ₆ Si ₇ , mientras que γ' corresponde a gama primera [42].	50

Figura 4.1 a) se muestra la forma de las cuñas antes de ser forjadas, los acotamientos corresponde a las dimensiones mencionadas en la Tabla 4.1 para cada una de las cuñas. b) se muestra la forma de las cuñas ya forjadas y seccionadas.....	51
Figura 4.2 División, acotamiento y dimensiones de la cuña 3 ya forjada a 900°C. Las 6 secciones son A, B, C, D, E y F.	54
Figura 4.3 División, acotamiento, dimensiones de la cuña 5 ya forjada a 1060°C. Las 6 secciones son A, B, C, D, E y F.	54
Figura 4.4 Esquema de experimentación.	56
Figura 4.5 Secciones B y D con tratamiento térmico propuesto aplicado en ambas cuñas.	59
Figura 4.6 a) Corresponde al corte de dos muestras en la parte central de las secciones C y D de la cuña 3; b) corresponde al corte de dos muestras en la parte central de las secciones C y D de la cuña 5; c) la figura muestra la forma de las piezas ya cortadas.....	62
Figura 4.7 Ubicación para realizar las indentaciones sobre cada muestra.	65
Figura 4.8 Secuencia de medición de tamaño de grano sobre cada muestra. Los valores obtenidos están de acuerdo a la norma ASTM E 112.	67
Figura 4.9 Cortes de cada una de las secciones de cada cuña.....	67
Figura 4.10 Las muestras en forma de cilindros ya maquinadas se obtuvieron del centro de las secciones de cada cuña.	68
Figura 4.11 Orden en el cual fueron aplicados los 4 tratamientos térmicos en cada cuña. a) cuña 3 y b) cuña 5.	69
Figura 4.12 Probetas de las secciones B, D y F (baja, media y alta deformación de forjado) de la cuña 3 y 5 utilizadas para comparación de resultados de ensayo de compresión.	71
Figura 4.13 a) Interacciones destructivas, b) interacciones de refuerzo entre rayos X y la estructura cristalina del material a ángulos que satisfacen la ley de Bragg* (Ecuación 4.1) [38].	76
Figura 5.1 Curvas esfuerzo – deformación verdadera de compresión para cada muestra de la sección F de las cuñas 3 y 5 (Tabla 4.11). La sección F corresponde a alta deformación de forjado no de compresión. Cada muestra tiene la influencia de un tratamiento térmico TT.	79
Figura 5.2 Variación del esfuerzo máximo de compresión con respecto al tratamiento térmico aplicado previamente; los tratamientos son 1TT, 2TT, 3TT y 4TT, (Tabla 4.10). Las curvas corresponden a la sección F (alta deformación de forjado) de cada cuña.	80
Figura 5.3 Variación del tamaño de grano en μm versus tratamiento térmico TT; el tamaño de grano fue medido después de realizar los tratamientos y los ensayos de compresión, se utilizó el método de intersección. Las curvas corresponden a la sección F (alta deformación de forjado) para cada cuña.	81
Figura 5.4 Curvas esfuerzo – deformación verdadera de compresión para cada muestra de la sección D de las cuñas 3 y 5 (Tabla 4.11). La sección D corresponde a media deformación de forjado. Cada muestra se sometió a un tratamiento térmico TT.....	82
Figura 5.5. Variación del esfuerzo máximo de compresión con respecto al tratamiento térmico aplicado previamente; los tratamientos son 1TT, 2TT, 3TT y 4TT (Tabla 4.10). Las curvas corresponden a la sección D (media deformación de forjado) de cada cuña.	83
Figura 5.6 Variación del tamaño de grano en μm versus tratamiento térmico TT; el tamaño de grano fue medido después de realizar los tratamientos, se utilizó el método de intersección. Las curvas corresponden a las muestras de la sección D (media deformación de forjado) para cada cuña.	84

Figura 5.7 Las micrografías muestran el efecto del tratamiento térmico y los ensayos de compresión sobre diferentes zonas microestructurales de la sección F de la cuña 3 a alta deformación de forjado. Las micrografías se tomaron a 500x. Cada micrografía corresponde a un tratamiento térmico diferente (Tabla 4.10).....	85
Figura 5.8 Micrografías de diferentes zonas microestructurales de la sección D, cuña 3 a media deformación de forjado tomadas a 500x. Cada micrografía corresponde a un tratamiento térmico diferente (Tabla 4.10).....	86
Figura 5.9 Micrografías de diferentes zonas microestructurales de la sección B de la cuña 3 a baja deformación de forjado. Las micrografías se tomaron a 500x. Cada micrografía corresponde a un tratamiento térmico diferente (Tabla 4.10).....	87
Figura 5.10 Micrografías de la sección F en la cuña 5 a alta deformación de forjado. Las micrografías se tomaron a 500x. Cada micrografía corresponde a un tratamiento térmico diferente (Tabla 4.10).....	89
Figura 5.11 Las micrografías muestran el efecto del tratamiento térmico sobre diferentes zonas microestructurales de la sección D en la cuña 5 a media deformación de forjado. Las micrografías se tomaron a 500x. Cada micrografía corresponde a un tratamiento térmico diferente (Tabla 4.10).....	90
Figura 5.12. Micrografías de la sección B de la cuña 5 a baja deformación de forjado. Las micrografías tomadas a 500x. Cada micrografía corresponde a un tratamiento térmico diferente (Tabla 4.10).....	91
Figura 5.13. Imágenes de microscopía electrónica de barrido en modo de electrones secundarios tomadas antes y después de los tratamientos térmicos y antes de los ensayos de compresión; a) microestructura de la cuña 3, b) microestructura de la cuña 5, ambas sin tratamiento térmico; c) microestructura de la cuña 3, d) microestructura de la cuña 5, ambas con tratamiento térmico correspondiente al 1TT, Tabla 4.10.	93
Figura 5.14. Imágenes de microscopía electrónica de barrido en modo de electrones secundarios tomadas después de los ensayos de compresión. Cuña 3, temperatura de deformación de forjado 900°C. a) microestructura general, diferentes morfologías en fronteras de grano y dentro de granos, b) análisis de energías dispersivas sobre precipitados dentro de grano, c) análisis de energías dispersivas sobre un carburo, d) análisis de energías dispersivas sobre precipitado en frontera de grano.....	95
Figura 5.15. Se muestran precipitados con diferentes morfologías y tamaños en fronteras de grano y dentro de éstos; a) microestructura general de la cuña 5, temperatura de deformación 1060°C. b) carburo en frontera de grano. Imágenes posteriores a los ensayos de compresión.....	97
Figura 5.16 Precipitado 1. Cuña 3, muestra C34F, temperatura de forjado 900°C; la micrografía a) y la imagen b) corresponden a la microestructura de la muestra C34F, a 500x y 2500x respectivamente, la imagen de campo claro c) muestra un precipitado inmerso en la matriz de la microestructura a 200 nm; d) mapa de análisis químico del precipitado; e), f) presentan los patrones de difracción característicos del precipitado.	99
Figura 5.17. Precipitado 2. Correspondientes a la muestra C34F de la cuña 3. La imagen de campo claro a) muestra precipitados con forma circular dispersos en la matriz y el mapa de análisis químico b) de los precipitados.....	100
Figura 5.18. Precipitado 3. a) Imagen de campo claro que muestra un precipitado delgado en forma de aguja, b) mapa de análisis químico del precipitado. Imágenes correspondientes a la muestra C34F, cuña 3.	101

Figura 5.19. a), b) Micrografía e imagen de MEB que muestran la microestructura formada por diferentes morfologías y tamaños de precipitados, ubicados en fronteras de grano y dentro de grano, de la muestra C53B, cuña 5, a magnificaciones de 500x y 1500x respectivamente.....	102
Figura 5.20. a) Microestructura de la muestra C53B con la presencia de maclas, b) imagen de campo claro que muestra un precipitado en frontera de grano, c) patrón de difracción del precipitado.	103
Figura 5.21. Imagen de campo claro de precipitado ubicado en frontera de grano y patrones de difracción de la matriz y de la macla. Muestra C53B, cuña 5.	104
Figura 5.22 Precipitado 4. Mapa de análisis químico de precipitado en frontera de grano. Muestra C53B, cuña 5.	104
Figura 5.23. Precipitado 5. a) Imagen de campo claro de un precipitado de la muestra C53B inmerso en un grano, b) patrones de difracción de la matriz de ambos lados del precipitado que presentan la misma orientación; c) patrones de difracción del precipitado; d) mapa de análisis químico de precipitado. Muestra C53B, cuña 5.	105
Figura 5.24. Precipitado 6. Las imágenes corresponden a un precipitado de la muestra C53B de la cuña 5; a) imagen de MEB donde se indican precipitados en frontera de grano; b) imagen de campo claro de precipitado obtenida por MET; c) intensidad de cada elemento a lo largo de la imagen; d) valores de intensidad; e) mapa de análisis químico del precipitado.	107
Figura 5.25. Precipitado 7. a) Imagen de MEB que indica una frontera de grano; b) Imágenes de campo claro que muestran una frontera de grano y un precipitado; c) mapa de análisis químico de frontera de grano y precipitado. Muestra C53B de la cuña 5.	108
Figura 5.26. Precipitado 8. a) Imagen de campo claro que muestra precipitados ubicados en frontera de grano de la muestra C53B de la cuña 5; b) mapa de análisis químico.	109
Figura 5.27. Matriz. a), b) imágenes de campo claro de la matriz en la microestructura, cuña 3; c) patrón de difracción de la matriz, d) imagen de campo oscuro de la matriz, e) mapa de análisis de elementos sobre la matriz; f) esquema de intensidades de elementos en la matriz.	110
Figura 5.28. Patrón de difracción de rayos X, muestra C34F, cuña 3.	112
Figura 5.29. Patrón de difracción de rayos X muestra C53B, cuña 5.	112
Figura 5.30. a) imagen de campo claro de precipitado de la muestra C34F, cuña 3; b) patrón de difracción de precipitado correspondiente a la fase ϵ en el eje de zona [-301].	113
Figura 5.31. a) imagen de campo claro de precipitado en frontera de grano de la muestra C53B, cuña 5; b) patrón de difracción de precipitado correspondiente a la fase ϵ en el eje de zona [-301].	114
Figura 5.32. a) imagen de campo claro de precipitado ubicado dentro de grano de la muestra C53B, cuña 5; b) patrón de difracción de precipitado correspondiente a la fase ϵ en el eje de zona [001].	115
Figura 5.33. a) imagen de campo claro de la matriz de la muestra C34F, cuña 3; b) imagen de campo oscuro de la matriz; c) patrón de difracción de la matriz y en el eje de zona [001].	116

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1.1 Evolución e historia de las superaleaciones	4
Tabla 1.2. Composición química nominal de la superaleación Incoloy 909 [12].....	14
Tabla 1.3. Propiedades físicas de la superaleación Incoloy 909.	14
Tabla 4.1 Condiciones de forjado en caliente aplicadas a las cuñas Incoloy 909.	52
Tabla 4.2 Composición química nominal del material [12].....	52
Tabla 4.3 Composición química tomada en campo al material bajo estudio.	52
Tabla 4.4 Composición química del material de acuerdo al fabricante.....	53
Tabla 4.5 Porcentaje de deformación de forjado en cuatro puntos diferentes para cada cuña..	55
Tabla 4.6 Tratamientos térmicos para la superaleación Incoloy 909.....	59
Tabla 4.7. Parámetros para ensayos de microdureza Vickers.....	66
Tabla 4.8. Número de muestras que se obtuvieron del corte de las secciones.....	67
Tabla 4.9. Nomenclatura de las muestras de la cuña 3 y 5. Se seleccionaron 4 muestras de cada cuña a las cuales se les aplicó algún tratamiento térmico de los indicados en la Tabla 4.10.	68
Tabla 4.10. Tratamientos térmicos aplicados.....	69
Tabla 4.11. Probetas utilizadas para comparación de resultados de ensayo de compresión y microscopía óptica.	71
Tabla 5.1. Se muestra la composición aproximada en porcentaje en peso de los elementos que se presentan en las zonas indicadas sobre las imágenes anteriores a), b), c) y d), Figura 5.14; se indica además, el orden de mayor a menor cantidad en peso de los principales elementos en dichas zonas.....	96
Tabla 5.2. Composición aproximada en porcentaje en peso de los elementos que se presentan en las zonas indicadas sobre las imágenes anteriores a), b), Figura 5.15, se menciona el orden descendente de la cantidad en peso de los principales elementos en dichas zonas	98
Tabla 5.3. Porcentajes atómicos para cada precipitado y para la matriz. Los espectros y análisis químicos se presentan en los Apéndices C y D respectivamente.....	111

APÉNDICES

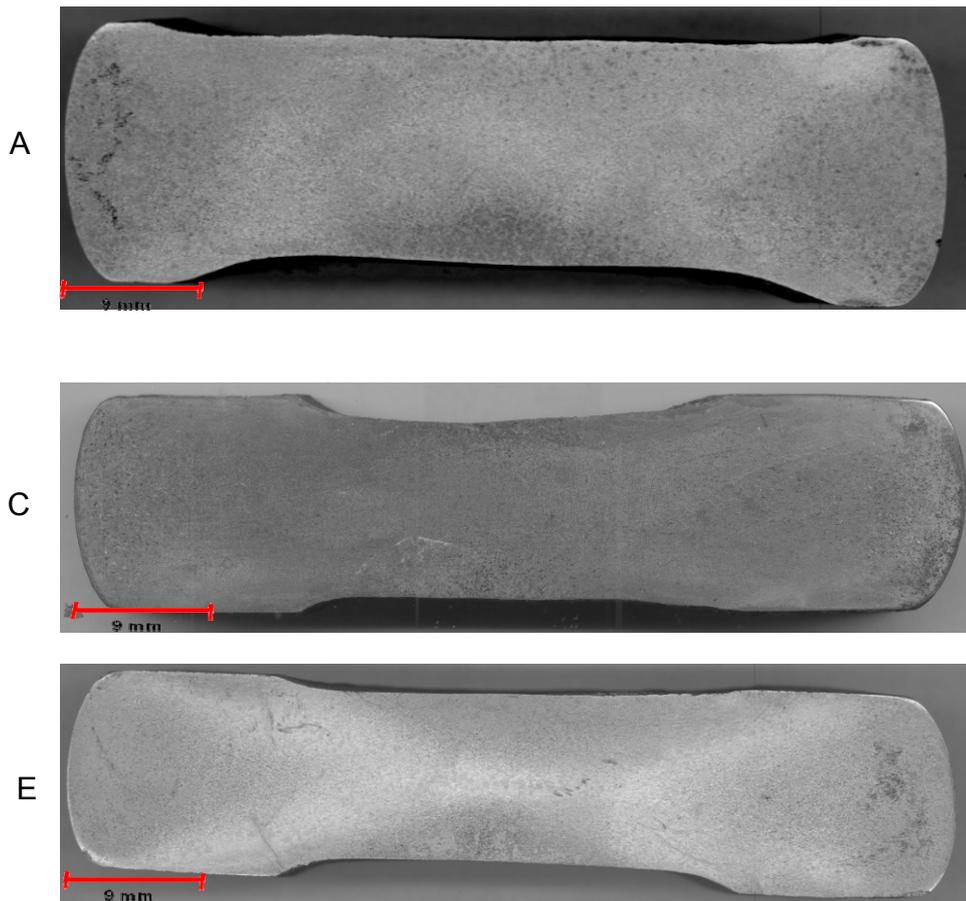
APÉNDICE A

A.1 Primera Experimentación

A.1.1 Caracterización del material

Los resultados de la caracterización del material en la primera parte de la experimentación, se obtuvieron con las técnicas de macroscopía, microscopía óptica, electrónica de barrido, de fuerza atómica y microdureza Vickers.

A.1.1.1 Macroscopía



a)

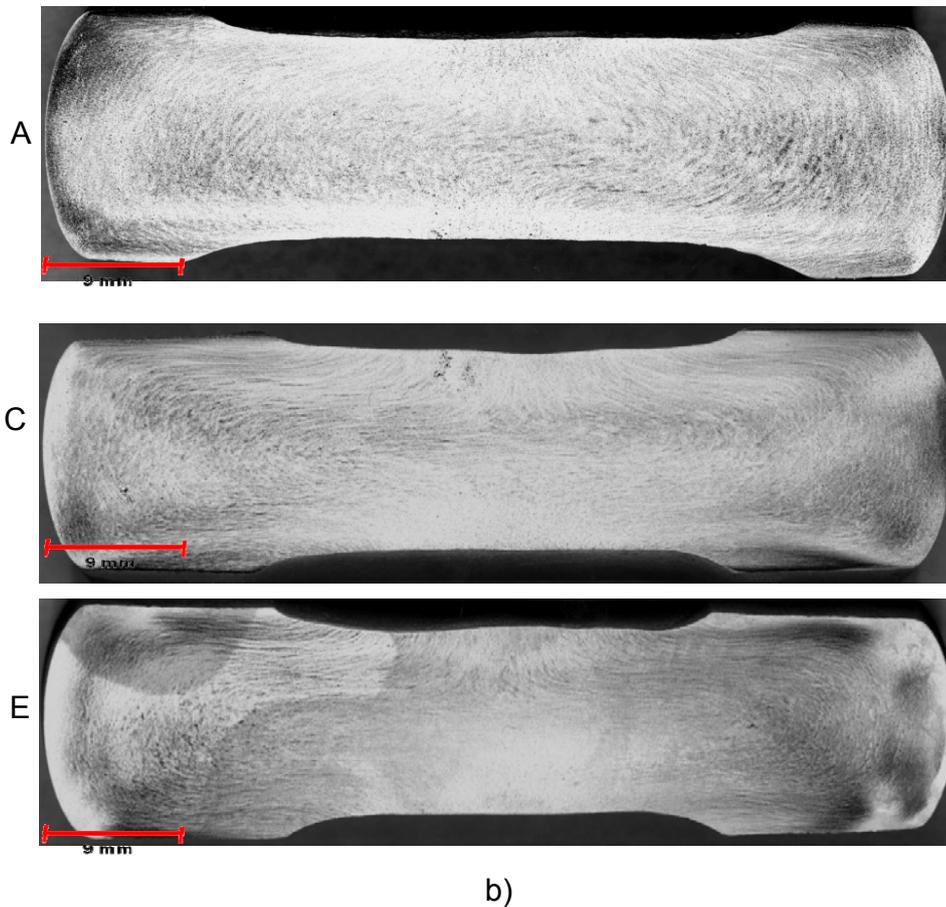


Figura A.1. Las macrografías de las secciones de cada cuña, A baja (38.64%), C media (55.74%) y E alta (65.39%) deformación para cada una de las cuñas. Porcentajes de deformación en Tabla 6.5. a) Cuña 3, temperatura de deformación 900°C, secciones A, C y E respectivamente, b) Cuña 5, temperatura de deformación 1060°C, secciones A, C y E respectivamente.

A.1.2 Tratamiento térmico

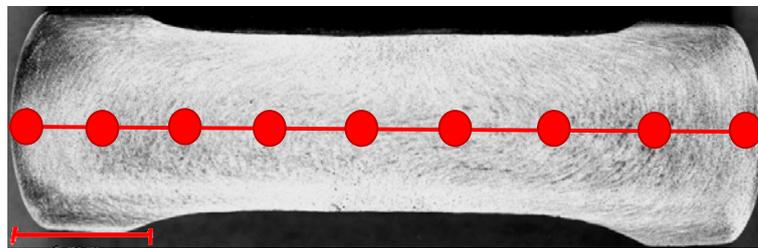
Una vez realizado el tratamiento térmico propuesto de solubilizado y el doble envejecido a las secciones B y D de cada cuña, Tabla 6.6, se obtuvieron micrografías de las secciones A, B, C, D y E en la orilla y a lo largo del centro

de las mismas. Se hizo una comparación entre las micrografías de las secciones C y D, con y sin tratamiento térmico.

A.1.2.1 Microscopía óptica

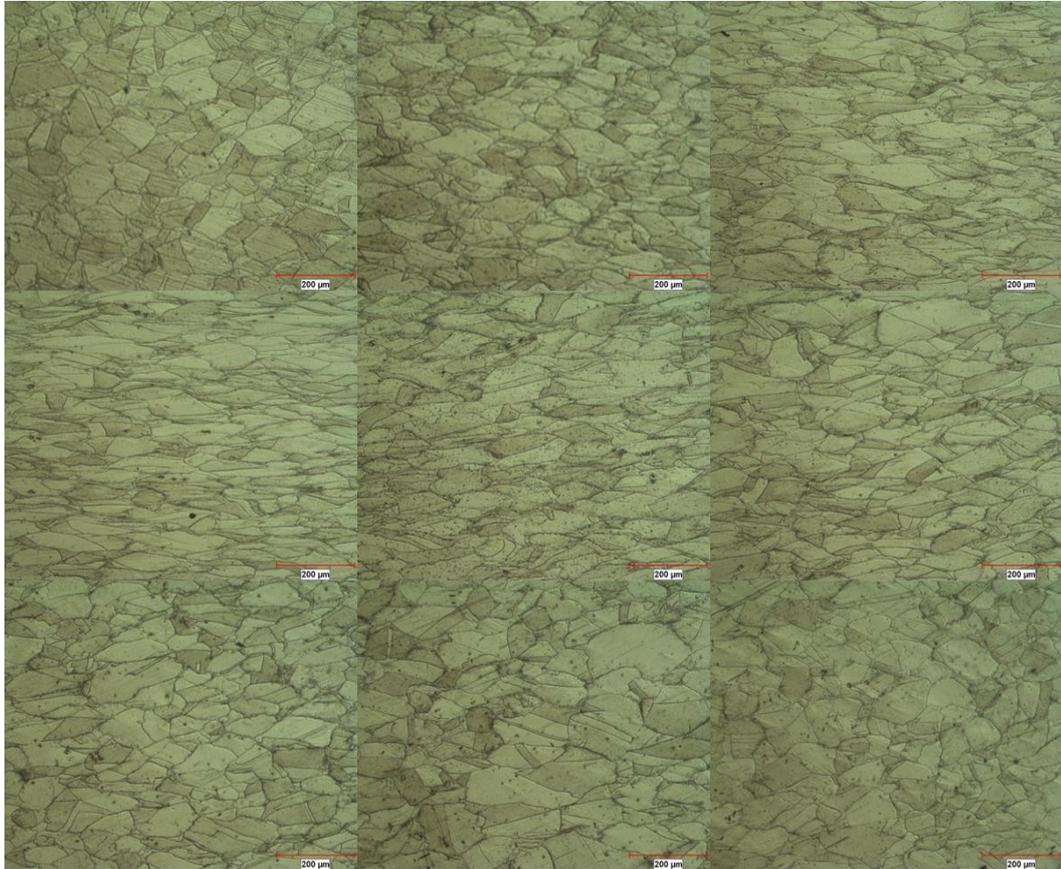
Los resultados de la observación microscópica se muestran en las Figuras A.2 y A.3.

Figura A.2. a) La sección muestra la región donde las micrografías fueron tomadas, de izquierda a derecha y a lo largo de la parte central de la sección. Las micrografías están ordenadas de izquierda a derecha siguiendo la dirección de la línea. Micrografías de las secciones b) A y c) E de la cuña 3 y secciones d) A y e) E de la cuña 5; éstas secciones no cuentan con tratamiento térmico.

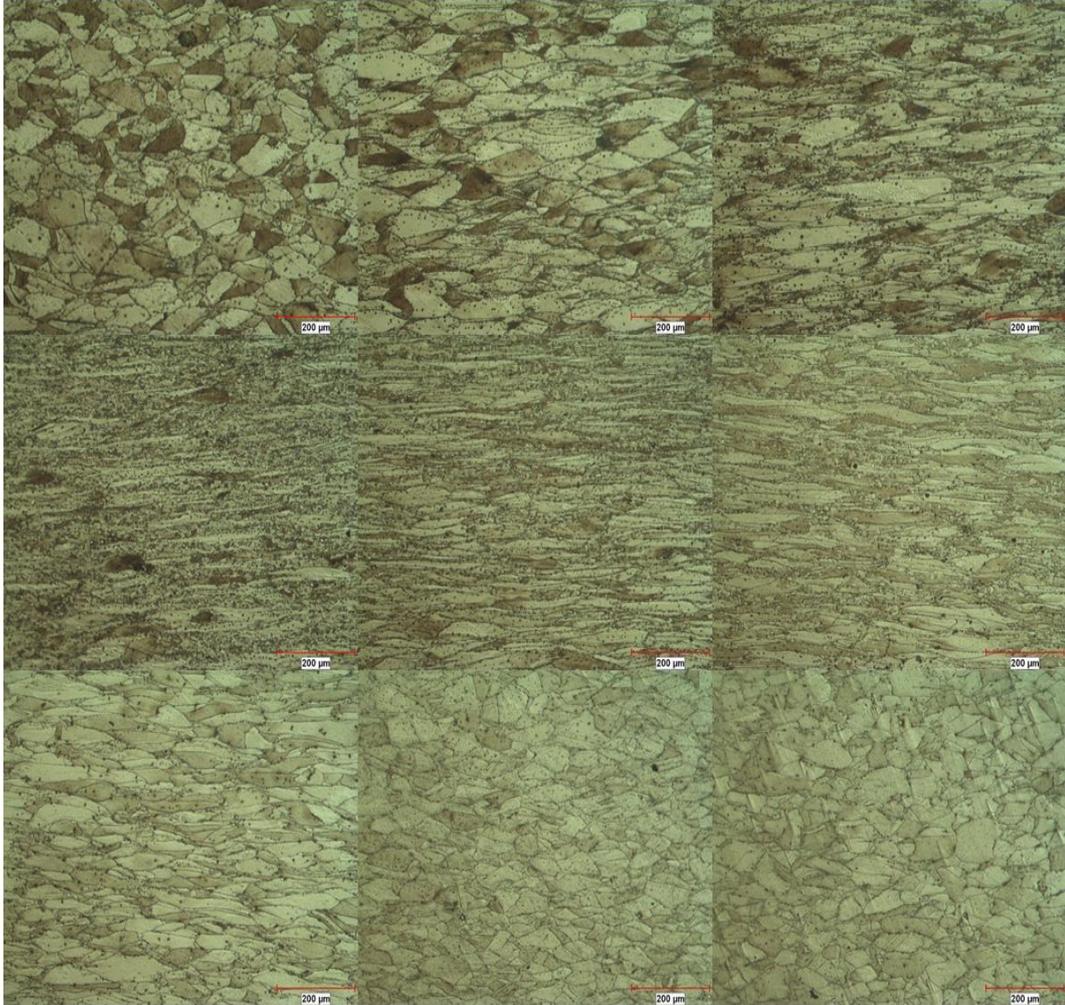


a)

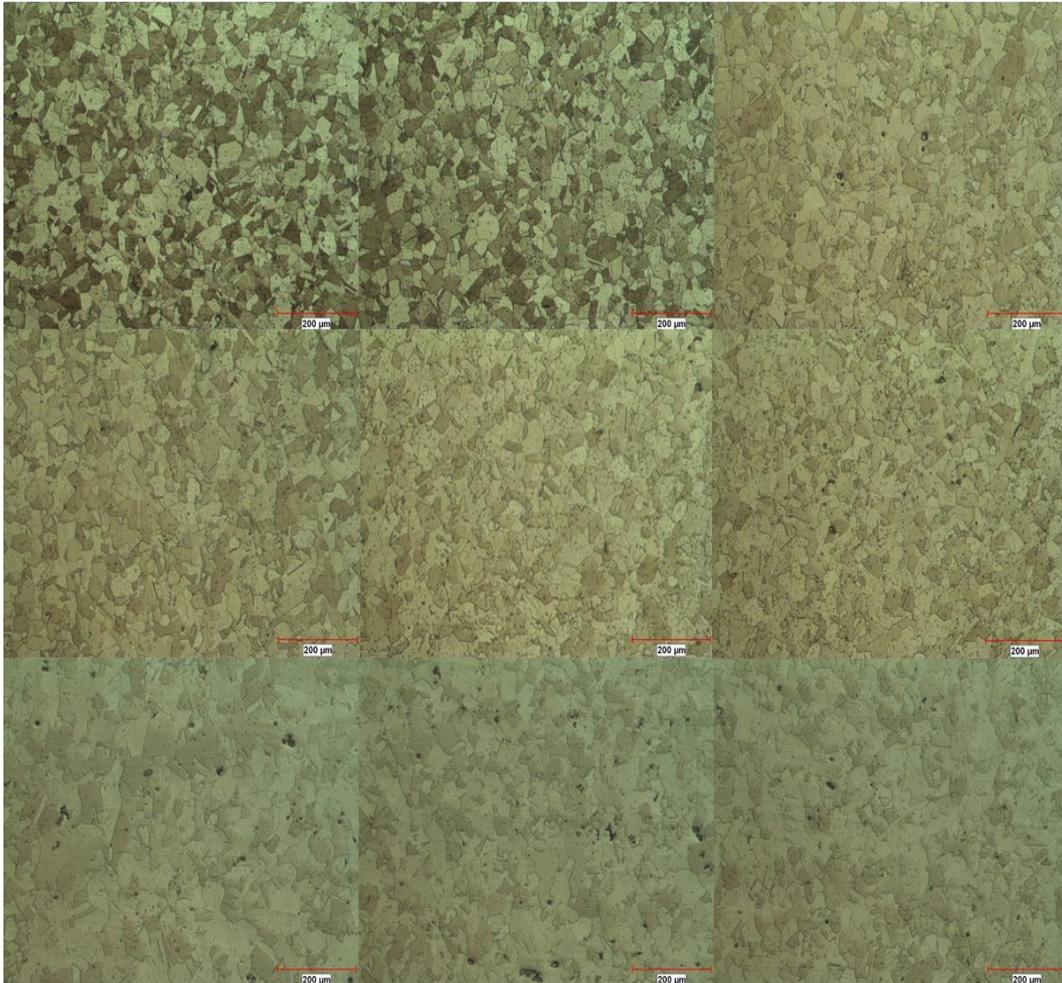
a) Sección A, cuña 3, temperatura de deformación de forjado 900°C.



b) Sección E, cuña 3, temperatura de deformación de forjado 900°C.



a) Sección A, cuña 5, temperatura de deformación de forjado 1060°C.



b) Sección E, cuña 5, temperatura de deformación de forjado 1060°C.

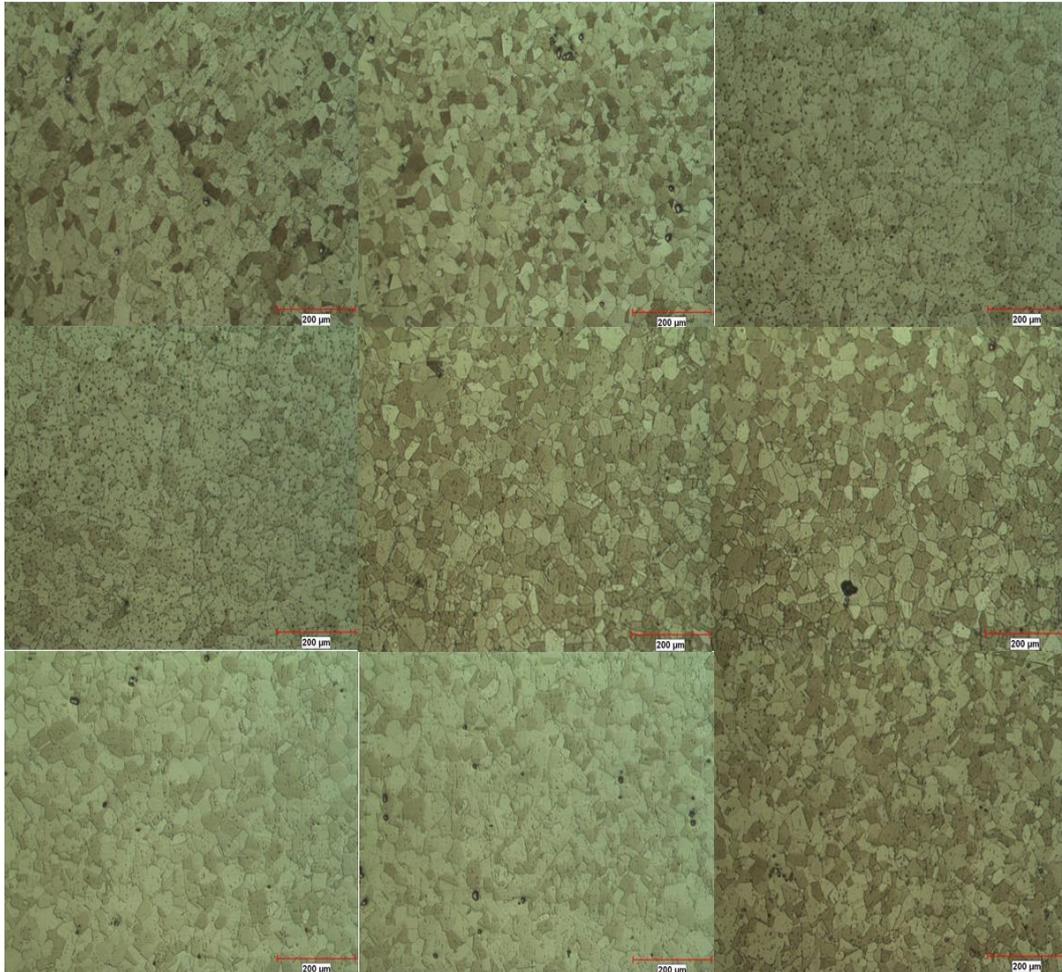
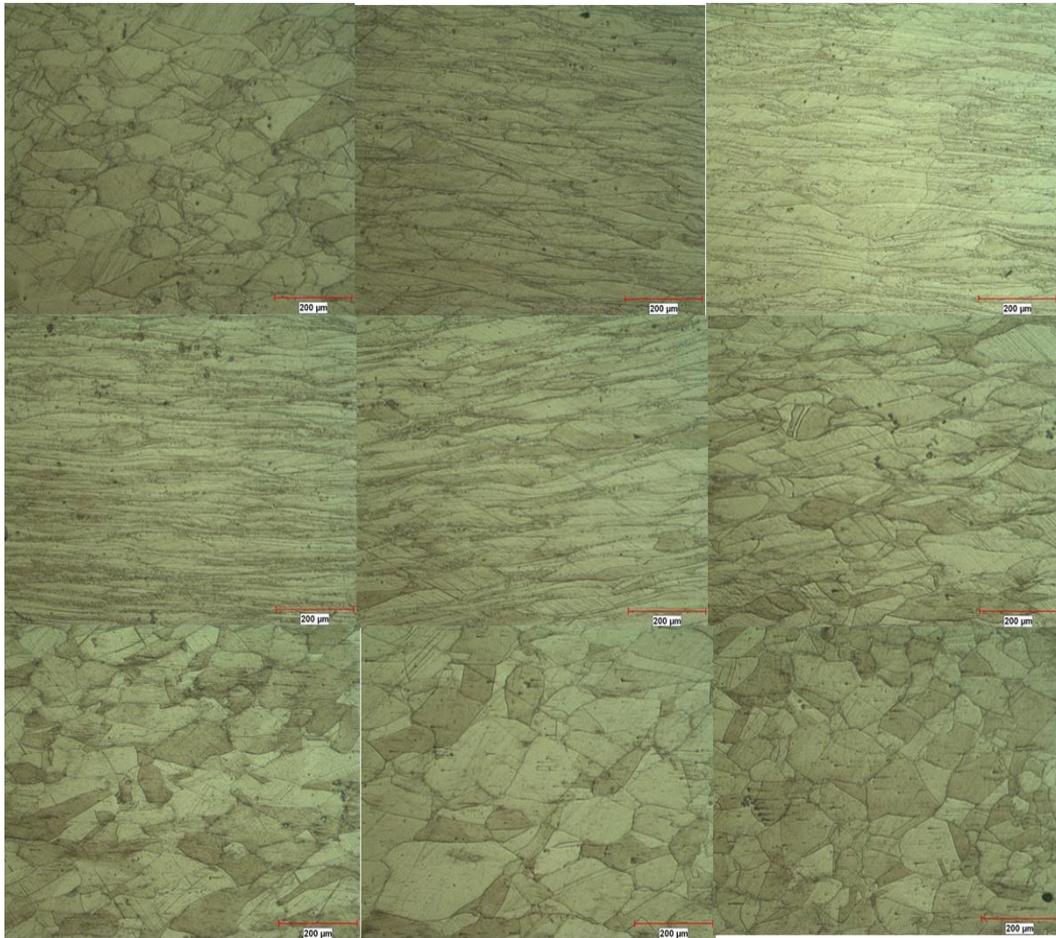
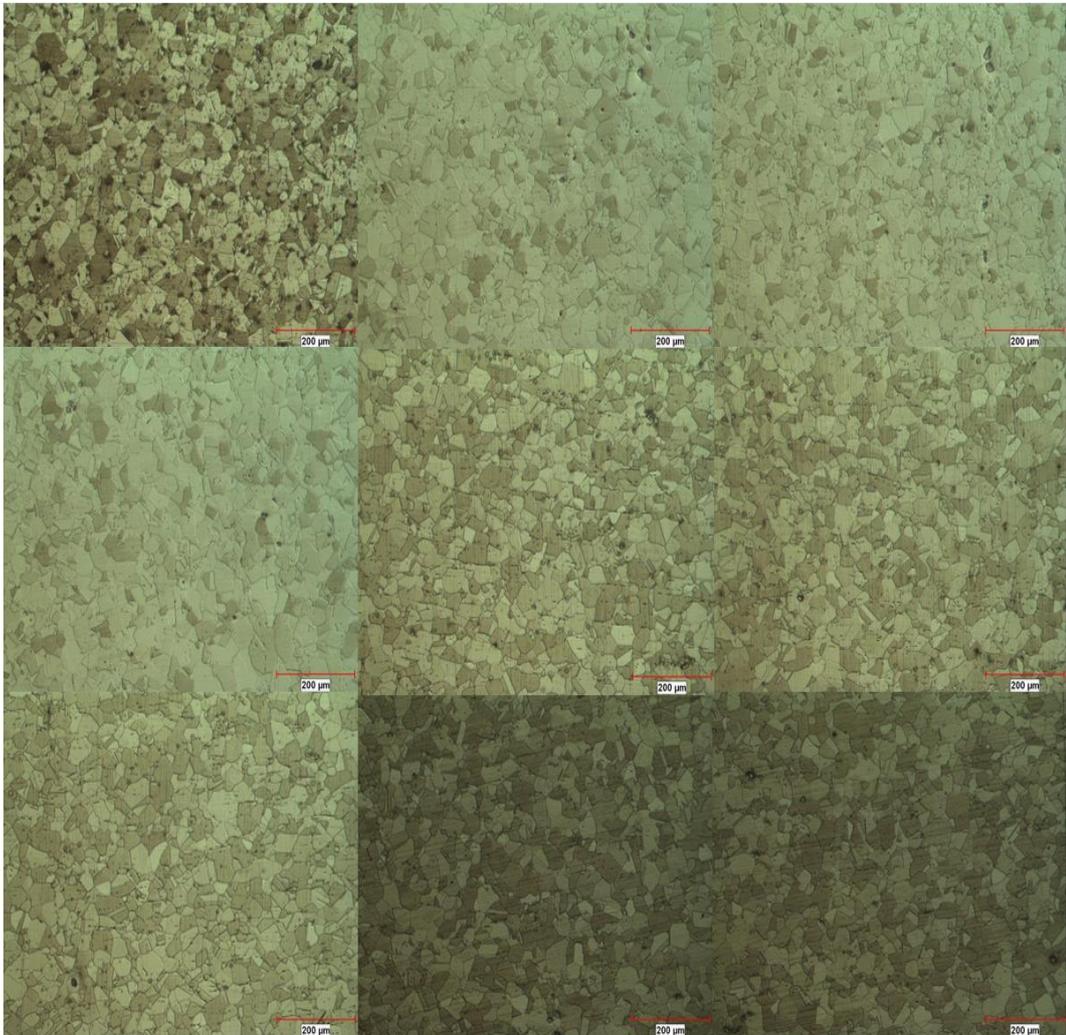


Figura A.3. Comparación de micrografías a magnificaciones de 100x correspondientes a las secciones C sin tratamiento térmico y D con tratamiento (Tabla 6.6), de cada cuña; las imágenes fueron tomadas en la orilla y a lo largo del centro de cada una de las secciones mencionadas; a), c) cuña 3, b), d) cuña 5.

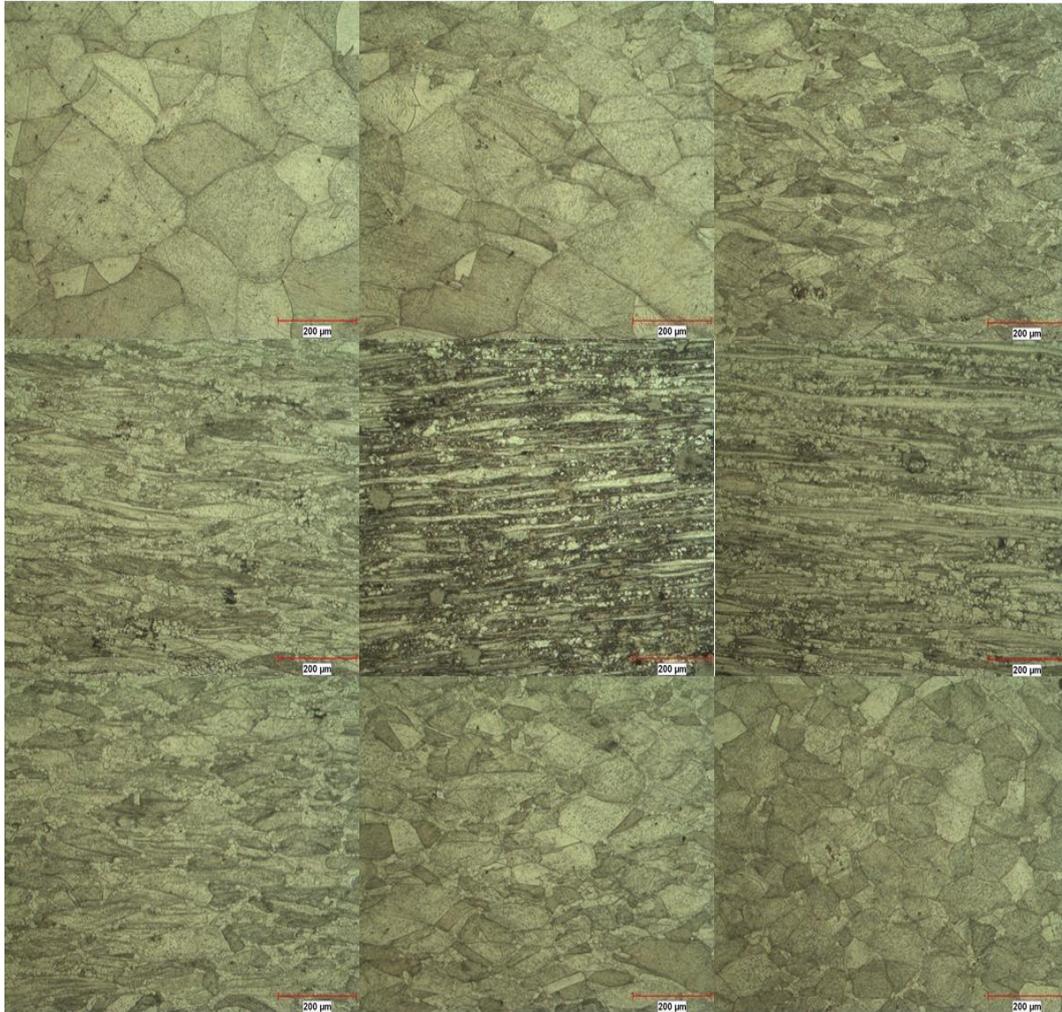
a) Sección C, cuña 3, temperatura de deformación de forjado 900°C, sin tratamiento térmico.



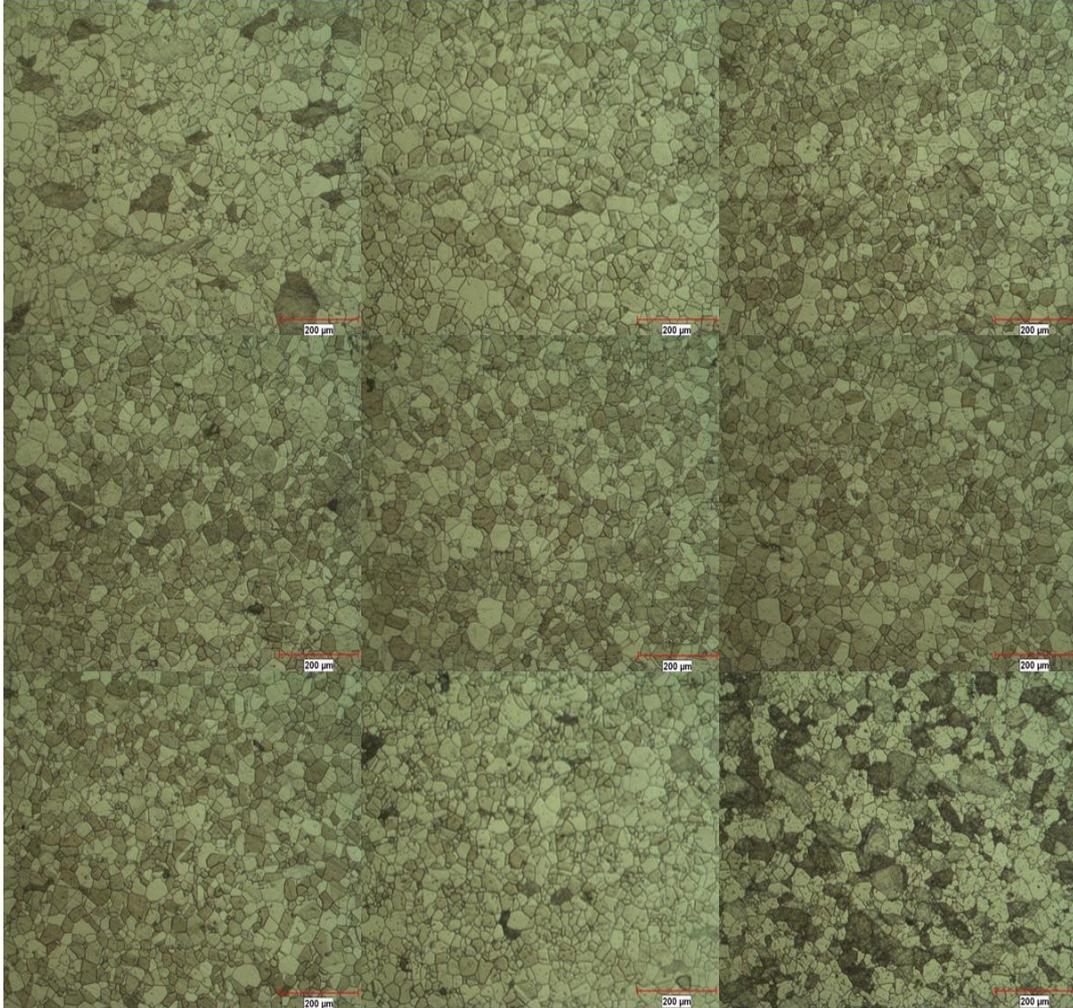
b) Sección C, cuña 5, temperatura de deformación de forjado 1060°C, sin tratamiento térmico.



c) Sección D, cuña 3, temperatura de deformación de forjado 900°C, con tratamiento térmico (Tabla 6.6).



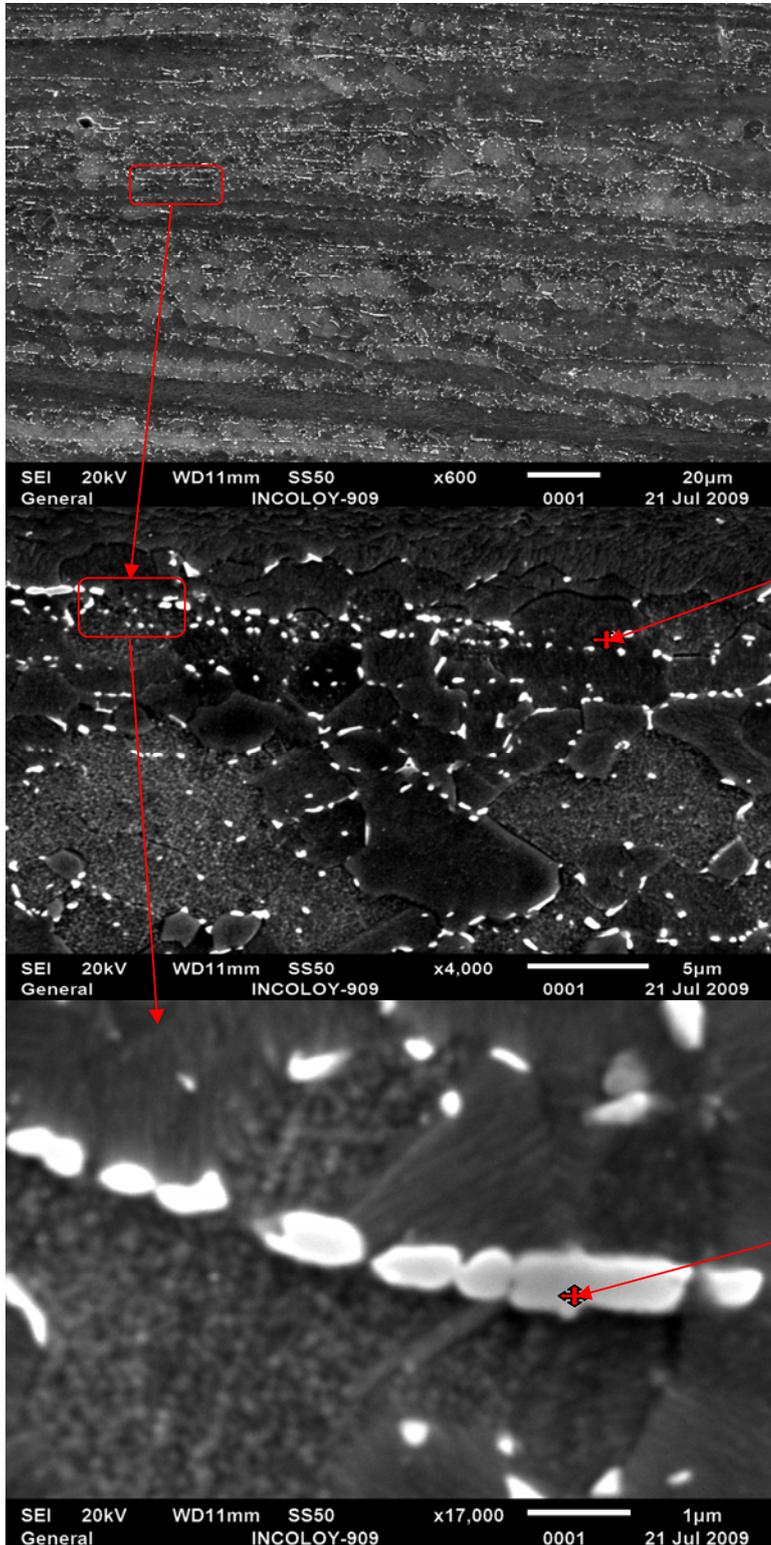
d) Sección D, cuña 5, temperatura de deformación de forjado 1060°C, con tratamiento térmico (Tabla 6.6).



A.1.2.2 Microscopía electrónica de barrido (MEB)

De las Figuras A.4 a la A.7 se muestran las imágenes resultantes tomadas en el centro de las secciones D y C, con y sin tratamiento térmico respectivamente, Tabla 6.6, de cada cuña. Las Tablas corresponden a la composición química en peso de las áreas señaladas. Se indica el orden descendente de los porcentajes en peso de los elementos. El corte de las muestras se esquematiza en la Figura 6.6.

Figura A.4. a), b) y c) Sección C a diferentes aumentos, cuña 3, temperatura de forjado 900°C, sin tratamiento térmico.



a)

Tabla A.1. Porcentaje en peso sobre la matriz.

Elemento	%peso
SiK	00.80
NbL	04.82
TiK	01.64
FeK	41.93
CoK	14.01
NiK	36.80

Fe > Ni > Co > Nb
> Ti > Si

b)

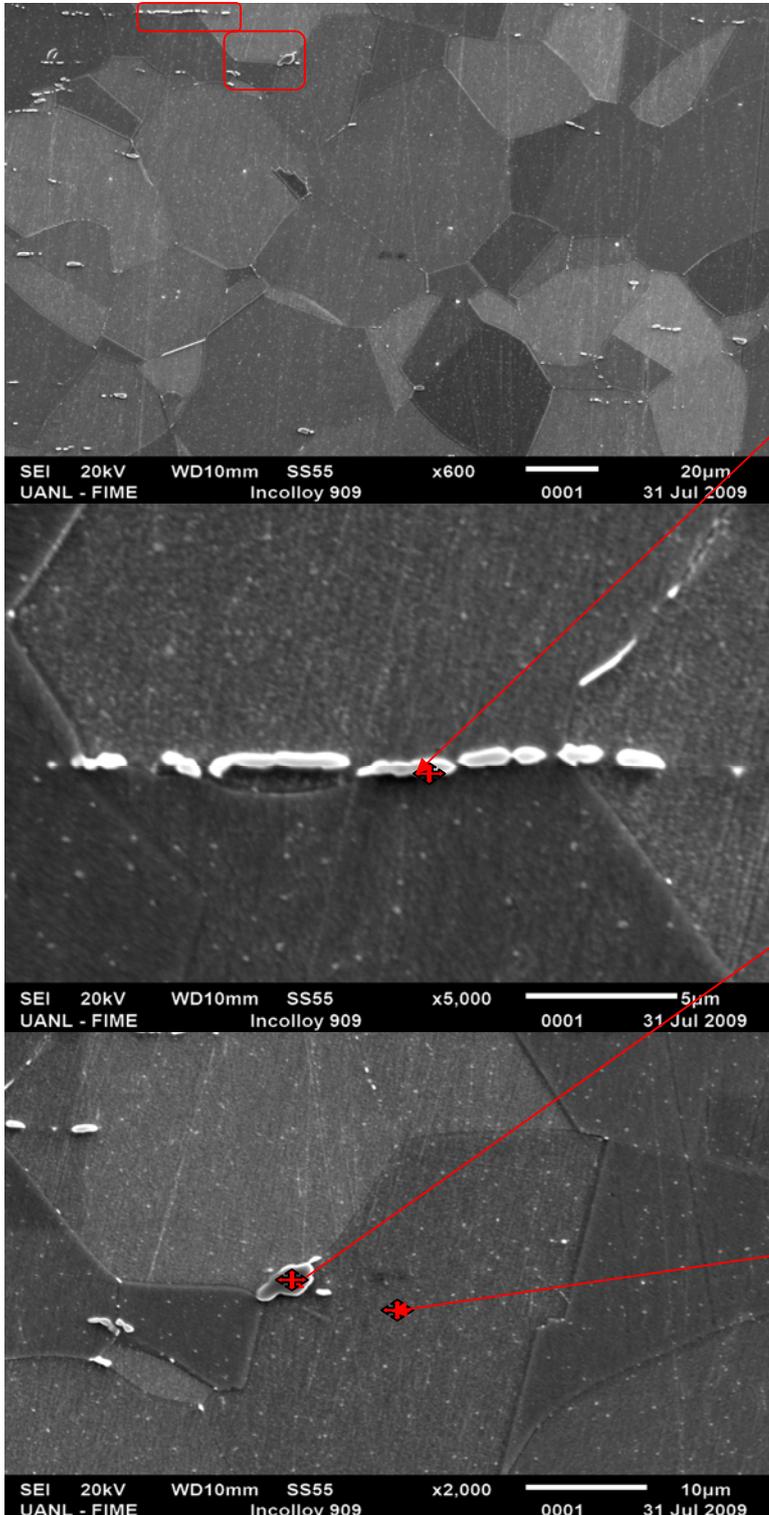
Tabla A.2 Porcentaje en peso sobre un precipitado.

Elemento	%peso
SiK	02.88
NbL	26.73
TiK	01.66
FeK	28.33
CoK	13.87
NiK	26.53

Fe > Nb > Ni > Co > Si
> Ti

c)

Figura A.5. a), b) y c) Sección C a diferentes aumentos, cuña 5, temperatura de forjado 1060°C, sin tratamiento térmico.



a)

Tabla A.3 Porcentaje en peso sobre precipitado.

Elemento	%peso
SiK	02.38
NbL	24.46
TiK	01.58
FeK	29.55
CoK	14.63
NiK	27.41

Fe > Ni > Nb > Co > Si > Ti

b)

Tabla A.4 Porcentaje en peso sobre precipitado.

Elemento	%peso
SiK	02.79
NbL	27.64
TiK	01.80
FeK	27.99
CoK	14.13
NiK	25.65

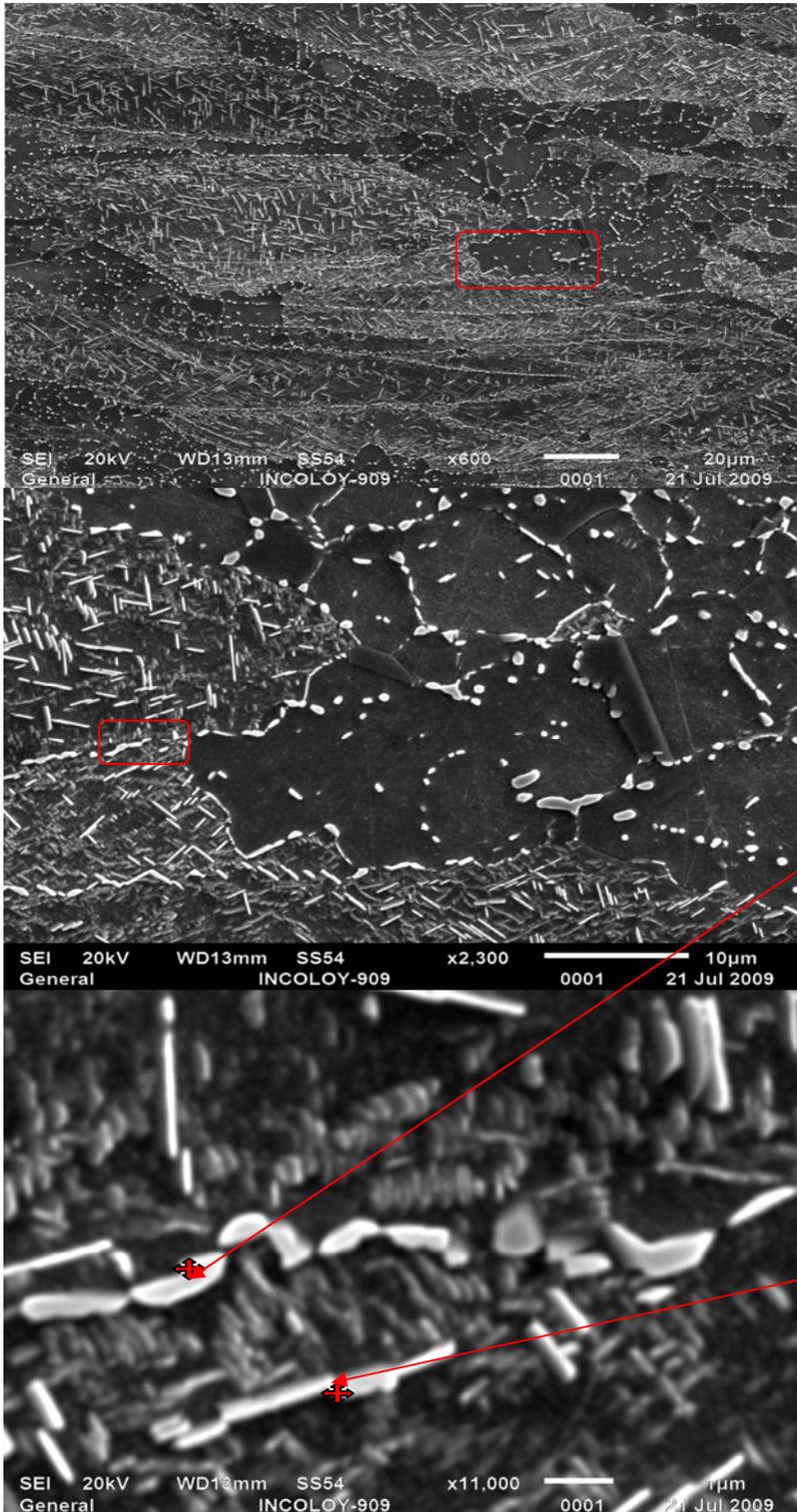
Fe > Nb > Ni > Co > Si > Ti

Tabla A.5 Porcentaje en peso sobre la matriz.

Elemento	%peso
SiK	00.74
NbL	04.79
TiK	01.74
FeK	40.76
CoK	14.51
NiK	37.45

c) Fe > Ni > Co > Nb > Ti > Si

Figura A.6. a), b) y c) Sección D a diferentes aumentos, cuña 3, temperatura de forjado 900°C, con tratamiento térmico.



a)

b)

Tabla A.6. Porcentaje en peso sobre precipitado.

Elemento	%peso
SiK	01.87
NbL	14.44
TiK	01.67
FeK	30.41
CoK	13.72
NiK	37.89

Ni > Fe > Nb > Co > Si
> Ti

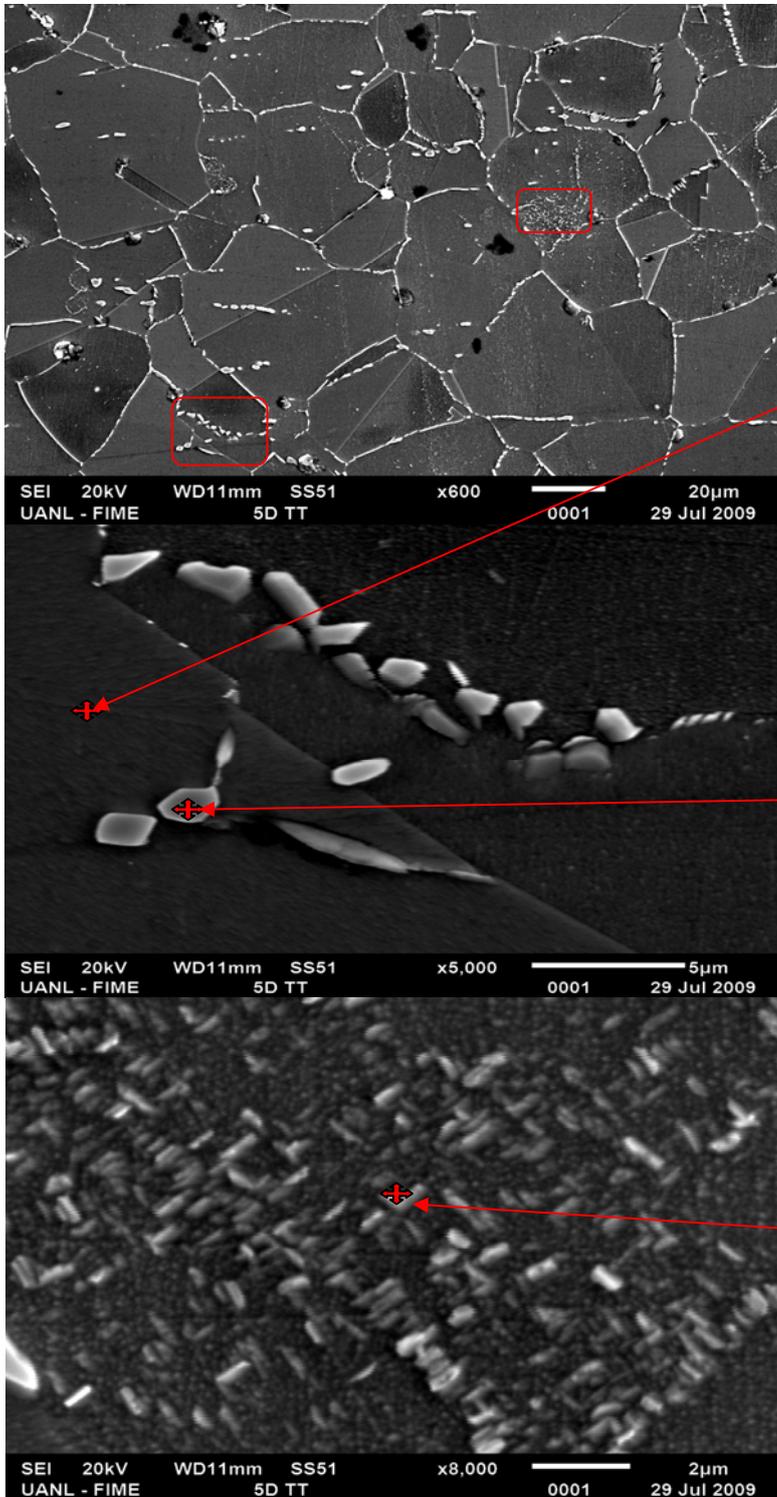
c)

Tabla A.7. Porcentaje en peso sobre precipitado.

Elemento	%peso
SiK	01.29
NbL	09.66
TiK	01.71
FeK	36.00
CoK	13.86
NiK	37.49

Ni > Fe > Co > Nb > Ti > Si

Figura A.7. Sección D, cuña 5, temperatura de forjado 1060°C, con tratamiento térmico.



a)

Tabla A.8 Porcentaje en peso sobre la matriz.

Elemento	%peso
SiK	01.05
NbL	04.41
TiK	01.70
FeK	41.97
CoK	13.74
NiK	37.13

Fe > Ni > Co > Nb
> Ti > Si

Tabla A.9 Porcentaje en peso sobre precipitado.

Elemento	%peso
SiK	02.71
NbL	31.60
TiK	01.58
FeK	25.68
CoK	13.86
NiK	24.57

b)

Nb > Fe > Ni > Co
> Si > Ti

Tabla A.10 Porcentaje en peso sobre precipitado.

Elemento	%peso
SiK	00.67
NbL	05.45
TiK	01.77
FeK	39.96
CoK	14.68
NiK	37.47

c)

Fe > Ni > Co > Nb
> Ti > Si

A.1.2.3 Microscopía de fuerza atómica (MFA)

Las Figuras A.8 y A.9 presentan los resultados con esta técnica.

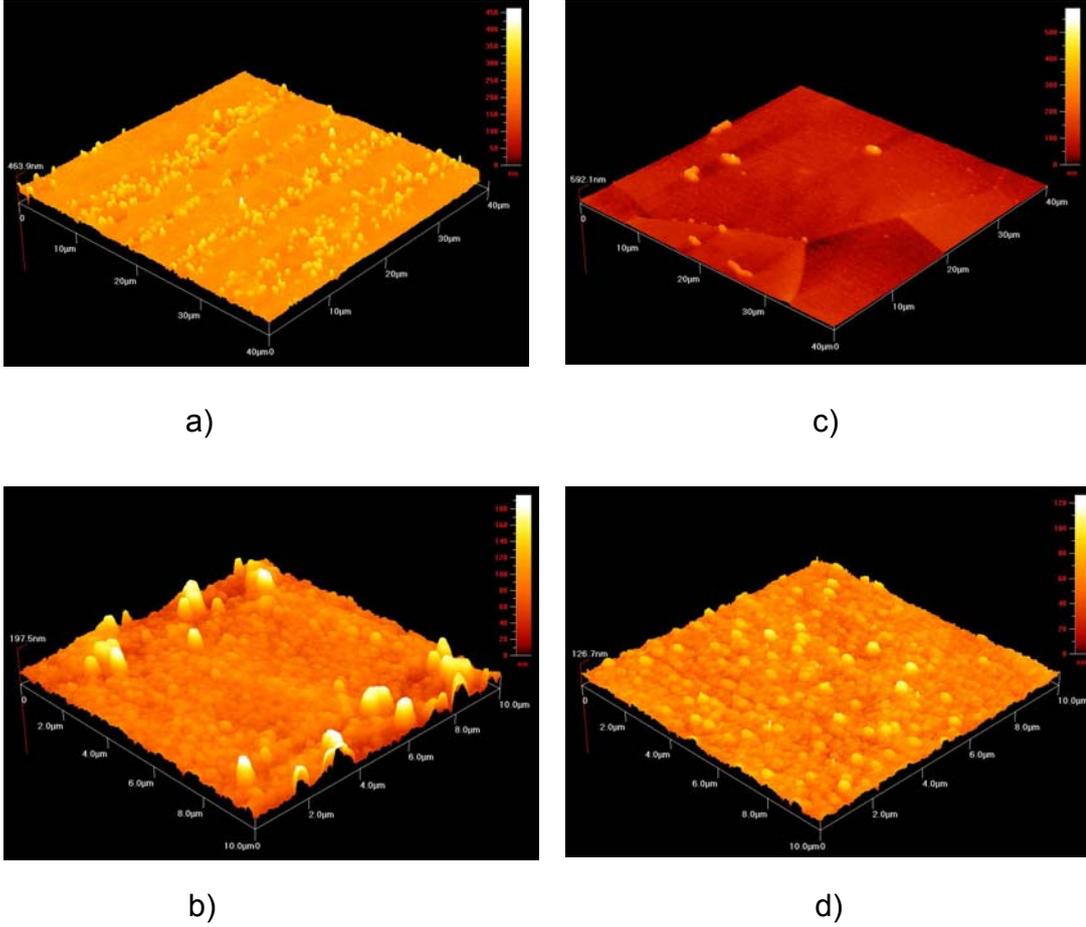
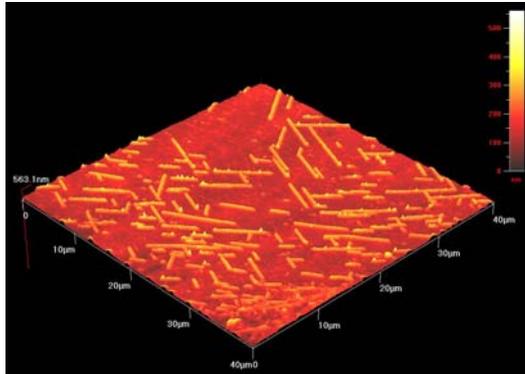
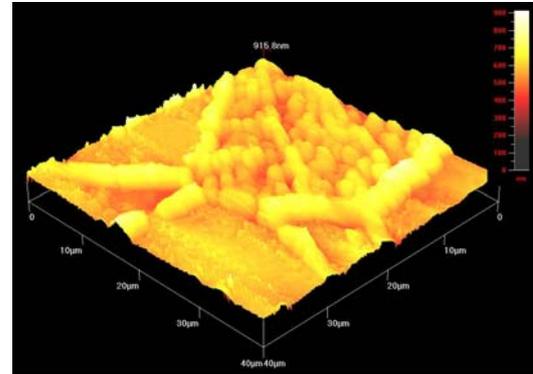


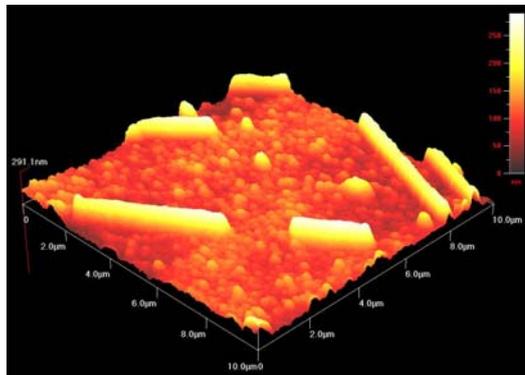
Figura A.8. Imágenes tomadas en el centro de la sección C, a), b) cuña 3; c), d) cuña 5. En áreas de 40, 20 y 10 micrómetros. Sin tratamiento térmico.



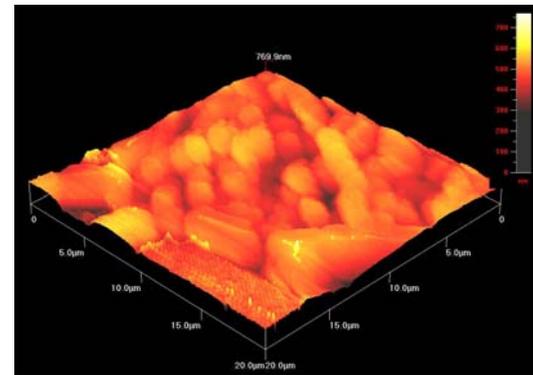
a)



c)



b)



d)

Figura A.9. Imágenes tomadas en el centro de la sección D, a), b) cuña 3; c), d) cuña 5. En áreas de 40, 20 y 10 micrómetros. Con tratamiento térmico propuesto (Tabla 6.6).

A.1.2.4 Microdureza Vickers

Tabla A.11. Valores de microdureza Vickers de las muestras de la cuña 3 y 5. Sección D y C con y sin tratamiento térmico. Indentaciones en fronteras de grano.

Sección 3C	Medición 1	Medición 2	Medición 3	Medición 4	Medición 5
Superior	250	264	227	229	233
Centro	304	287	278	289	296
Inferior	274	263	256	264	280
Promedio	266 HV*				
Sección 3D	Medición 1	Medición 2	Medición 3	Medición 4	Medición 5
Superior	407	380	384	392	381
Centro	397	421	412	399	402
Inferior	412	388	375	406	413
Promedio	398 HV*				
Sección 5C	Medición 1	Medición 2	Medición 3	Medición 4	Medición 5
Superior	209	209	220	212	216
Centro	227	215	206	218	224
Inferior	184	226	230	217	216
Promedio	215 HV*				
Sección 5D	Medición 1	Medición 2	Medición 3	Medición 4	Medición 5
Superior	413	429	436	416	401
Centro	412	398	390	409	388
Inferior	403	437	420	406	421
Promedio	412HV*				

*HV: Microhardness Vickers, microdureza Vickers

Tabla A.12. Valores de microdureza Vickers de las muestras de la cuña 3 y 5. Sección D y C con y sin tratamiento térmico. Indentaciones dentro de grano.

Sección 3C	Medición 1	Medición 2	Medición 3	Medición 4	Medición 5
Superior	265	297	341	306	290
Centro	282	278	326	313	296
Inferior	285	300	313	286	298
Promedio	298 HV*				
Sección 3D	Medición 1	Medición 2	Medición 3	Medición 4	Medición 5
Superior	419	429	414	417	436
Centro	448	434	432	440	443
Inferior	470	451	455	485	462
Promedio	442 HV*				
Sección 5C	Medición 1	Medición 2	Medición 3	Medición 4	Medición 5
Superior	98.3	96.3	97	99.3	95.8
Centro	96.6	96.3	96.1	95	97.6
Inferior	96.8	98.8	95.5	97.8	97.9
Promedio	97 HV*				
Sección 5D	Medición 1	Medición 2	Medición 3	Medición 4	Medición 5
Superior	484	459	499	483	485
Centro	494	515	494	483	489
Inferior	497	480	493	501	494
Promedio	490 HV*				

*HV: Microhardness Vickers, microdureza Vickers

A.1.2.5 Tamaño de grano

Tabla A.13. Muestra los valores de tamaño de grano de acuerdo a la norma ASTM* E 112**, para la secciones C y D para la cuña 3 y 5. La sección C no cuenta con tratamiento térmico mientras que la sección D sí.

Sección 3C	Medición 1	Medición 2	Medición 3	Medición 4	Medición 5
Superior	4.5	4.5	4	4.5	4
Inferior	5	5	5	4	4
Sección 3D	Medición 1	Medición 2	Medición 3	Medición 4	Medición 5
Superior	4	4	4	4	3.5
Inferior	5	5	4.5	4.5	4.5
Sección 5C	Medición 1	Medición 2	Medición 3	Medición 4	Medición 5
Superior	6	5	5.5	6	6.5
Centro	6	6	6	6.5	7
Inferior	5	6	5	6	6.5
Sección 5D	Medición 1	Medición 2	Medición 3	Medición 4	Medición 5
Superior	6	6	7	7.5	7.5
Centro	7	7.5	7	7.5	7
Inferior	6	5.5	6.5	6.5	7

*ASTM: American Society for Testing and Materials

**ASTM E 112: Standard Test Methods for Determining Average Grain Size

APÉNDICE B

Valores de tamaño de grano medidos utilizando el método de intersección; valores de esfuerzos máximos de compresión obtenidos del ensayo de compresión; curva esfuerzo – deformación de la sección B.

SECCION F		SECCION D	
CUÑA 3	Tamaño de grano (μm)	CUÑA 3	Tamaño de grano (μm)
1TT	13.9830361	1TT	33.76261201
2TT	11.26444618	2TT	38.48437059
3TT	12.68314956	3TT	17.65038497
4TT	34.77339055	4TT	30.18429487
CUÑA 5	Tamaño de grano (μm)	CUÑA 5	Tamaño de grano (μm)
1TT	30.80384808	1TT	31.48855507
2TT	35.56210189	2TT	32.38434005
3TT	31.92909462	3TT	31.39301454
4TT	32.25609871	4TT	30.59228752

SECCION F	Esfuerzo Máximo de Compresión (MPa)	Número de Tratamiento Térmico	SECCION D	Esfuerzo Máximo de Compresión (MPa)	Número de Tratamiento Térmico
CUÑA 3			CUÑA 3		
C32F	1067.38	1TT	C34D	1130.38	1TT
C34F	1020.67	2TT	C32D	1075.8	2TT
C33F	1073.21	3TT	C35D	1189.52	3TT
C35F	1097.82	4TT	C33D	1088.96	4TT
CUÑA 5			CUÑA 5		
C55F	1037.42	1TT	C54D	1065.12	1TT
C52F	1080.18	2TT	C53D	1029.49	2TT
C54F	965.18	3TT	C52D	1093.35	3TT

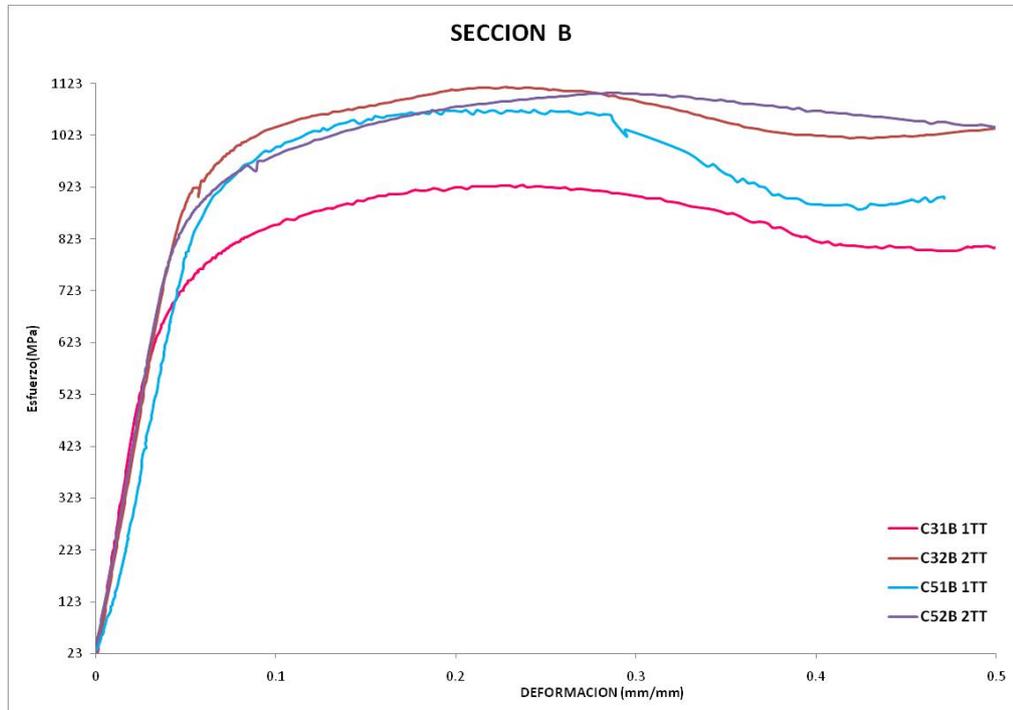
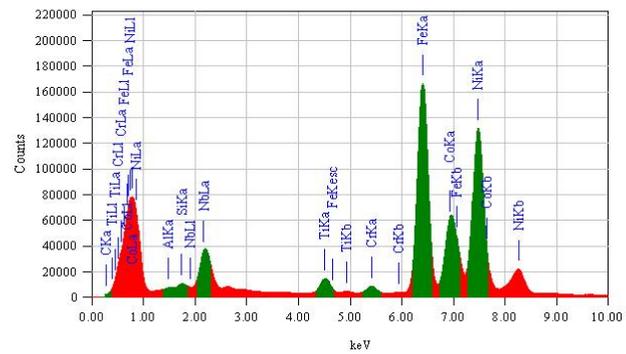
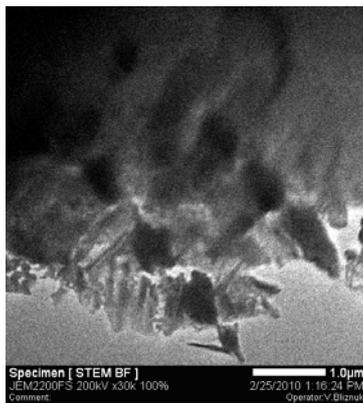
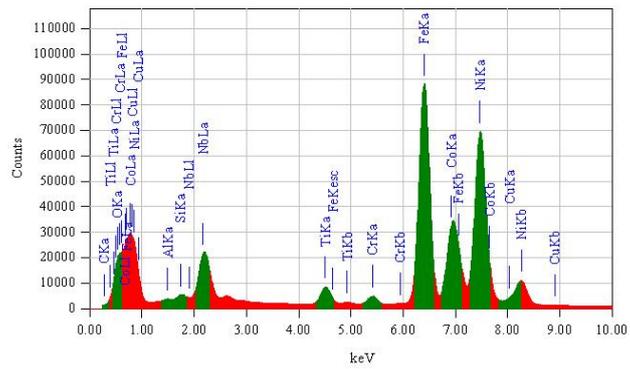
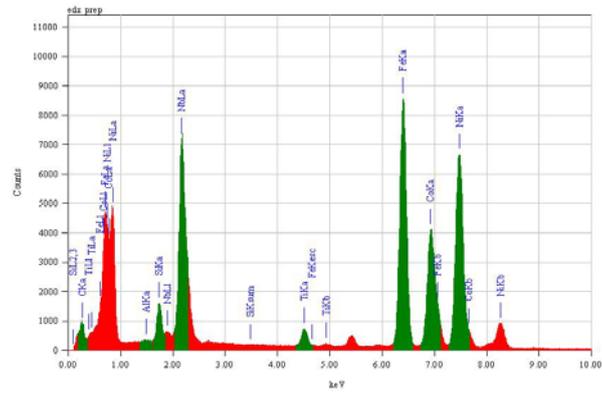
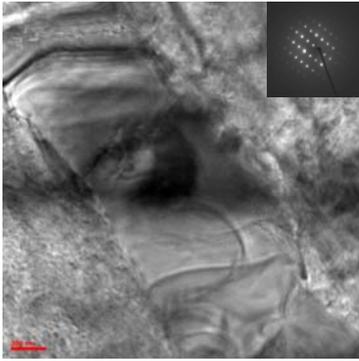


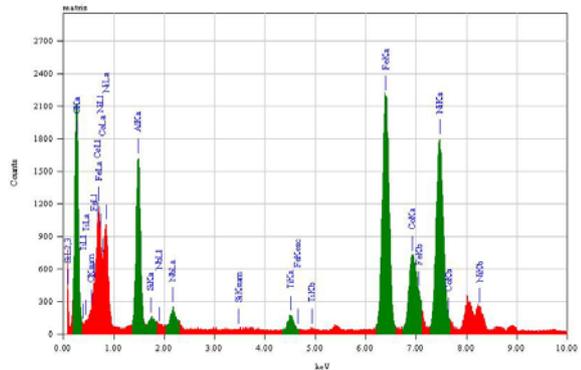
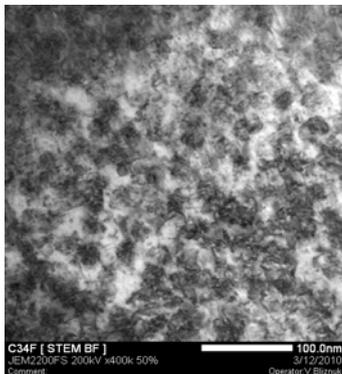
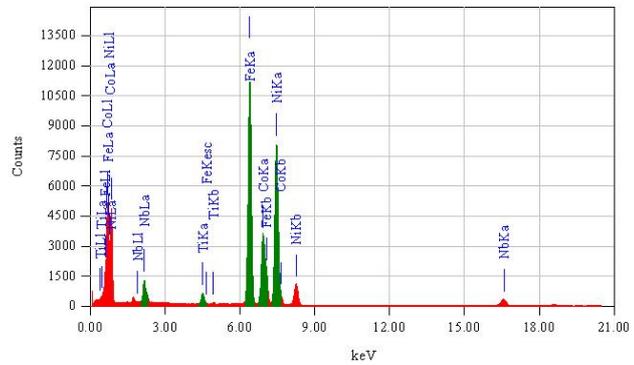
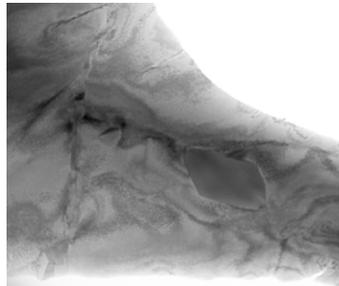
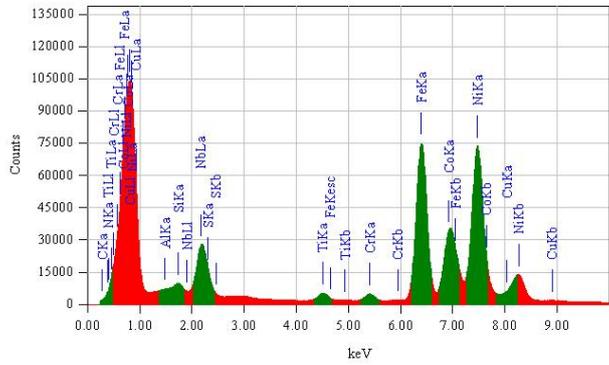
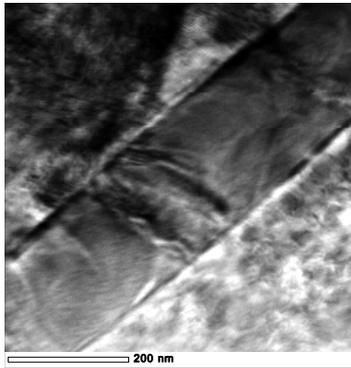
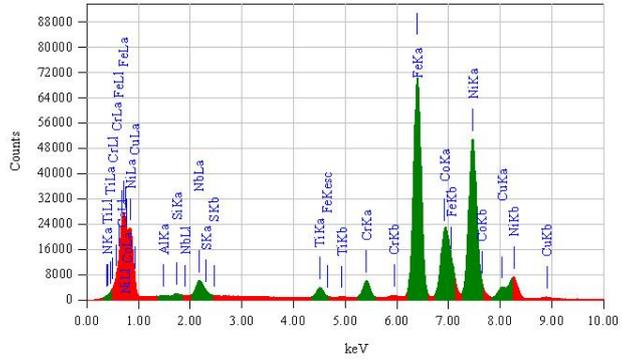
Figura B.1 Curvas esfuerzo – deformación verdadera de compresión para cada muestra de la sección D de las cuña 3 y 5, (tabla 6.11). La sección B corresponde a baja deformación de forjado. Cada muestra tiene la influencia de un tratamiento térmico TT.

APÉNDICE C Espectros de análisis químicos de los precipitados

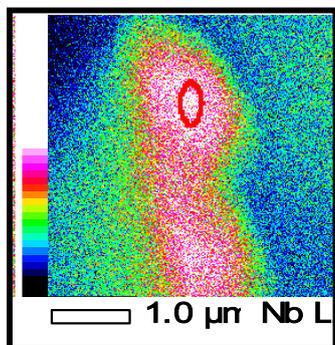
Precipitados de la muestra C34F de la cuña 3



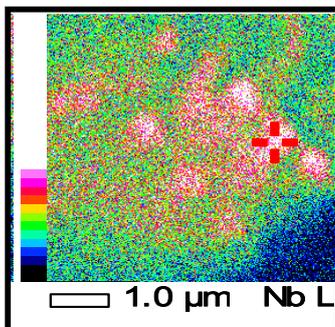
Precipitados de la muestra C53B de la cuña 5 y espectro de la matriz



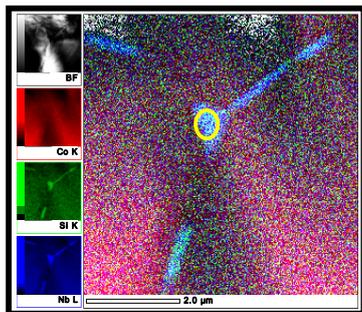
APÉNDICE D Análisis químicos de los precipitados y de la matriz



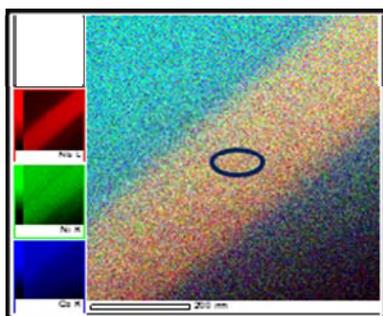
Element	(keV)	Mass%	Counts	Error%	Atom%
C K	0.277	0.44	93.11	0.72	2.19
O K	0.525	0.00	-88.98	1.31	0.00
Al K	1.486	0.24	206.18	1.58	0.52
Si K	1.739	0.20	185.50	0.37	0.44
Ti K	4.508	1.10	755.22	0.44	1.37
Cr K	5.411	1.12	714.08	0.01	1.29
Fe K (Ref.)	6.398	34.46	19741.05	0.04	35.95
Co K	6.924	15.77	8308.08	0.02	15.02
Ni K	7.471	29.69	15110.19	0.07	30.28
Nb L	2.166	16.98	4069.42	0.00	10.94
Total		100.00			100.00



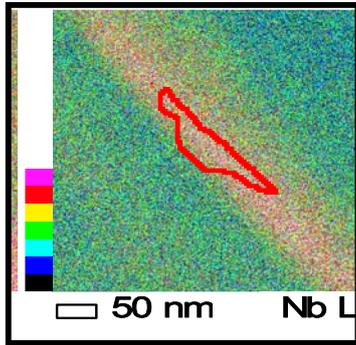
Element	(keV)	Mass%	Counts	Error%	Atom%
C K	0.277	0.29	1.07	1.81	1.36
Si K	1.739	1.85	29.56	0.29	3.75
Ti K	4.508	0.08	1.00	7.97	0.10
Cr K	5.411	0.21	2.34	3.86	0.23
Fe K	6.398	31.17	313.76	0.03	31.70
Co K	6.924	17.74	184.22	0.05	17.09
Ni K (Ref.)	7.471	44.78	400.43	0.02	43.31
Cu K	8.040	0.33	2.64	3.79	0.30
Nb L	2.166	3.55	14.34	0.58	2.17
Total		100.00			100.00



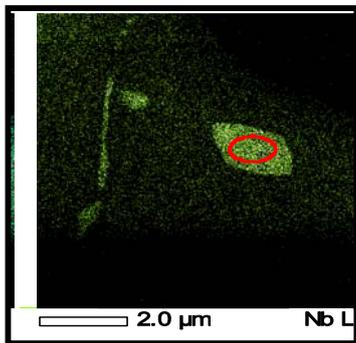
Element	(keV)	Mass%	Counts	Error%	Atom%
N K					
Al K					
Si K	1.739	0.62	69.89	0.22	1.40
Ti K	4.508	0.68	58.13	0.25	0.90
Cr K	5.411	3.07	242.17	0.07	3.74
Fe K	6.398	17.88	1267.79	0.01	20.27
Co K	6.924	13.33	869.01	0.02	14.31
Ni K (Ref.)	7.471	37.08	2335.34	0.01	39.97
Cu K	8.040	2.47	137.44	0.13	2.46
Nb L	2.166	24.86	737.46	0.02	16.94
Total		100.00			100.00



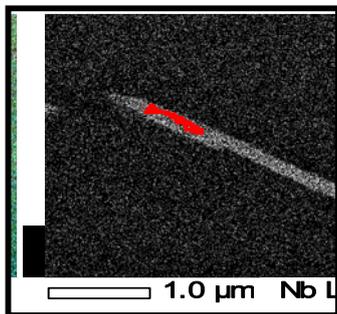
Element	(keV)	Mass%	Counts	Error%	Atom%
Al K	1.486	0.03	29.10	0.27	0.08
Si K	1.739	0.66	600.64	0.54	1.44
Ti K	4.508	0.85	589.19	0.52	1.10
Cr K	5.411	1.21	770.31	0.45	1.43
Fe K	6.398	25.71	14780.72	0.02	28.31
Co K	6.924	14.51	7672.91	0.04	15.14
Ni K (Ref.)	7.471	38.24	19536.12	0.02	40.06
Nb L	2.166	18.79	4521.24	0.07	12.44
Total		100.00			100.00



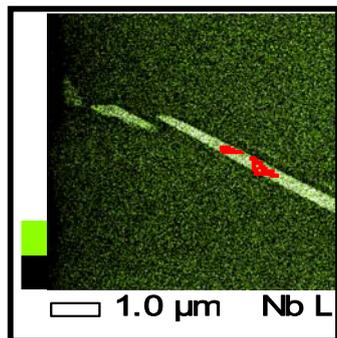
Element	(keV)	Mass%	Counts	Error%	Atom%
C K	0.277	0.98	757.45	0.33	4.75
Al K	1.486	0.06	187.39	5.37	0.13
Si K	1.739	0.42	1388.31	0.79	0.87
Ti K	4.508	1.46	3639.95	0.28	1.77
Cr K	5.411	1.02	2350.19	0.50	1.13
Fe K	6.398	30.50	63393.42	0.02	31.62
Co K	6.924	13.99	26754.91	0.04	13.75
Ni K (Ref.)	7.471	38.14	70432.85	0.02	37.62
Nb L	2.166	13.43	11604.68	0.10	8.37
Total		100.00			100.00



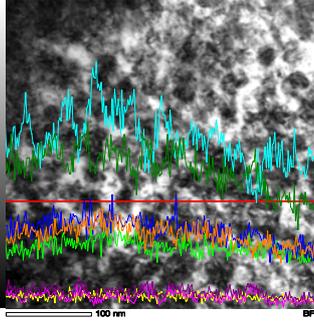
Element	(keV)	Mass%	Counts	Error%	Atom%
Ti K	4.508	0.92	122.74	0.15	1.26
Fe K (Ref.)	6.398	26.89	2985.93	0.01	31.48
Co K	6.924	15.38	1570.81	0.01	17.06
Ni K	7.471	25.00	2466.06	0.01	27.83
Nb L	2.166	31.80	1477.35	0.01	22.37
Total		100.00			100.00



Element	(keV)	Mass%	Counts	Error%	Atom%
C K	0.277	0.01	0.17	15.32	0.04
Si K	1.739	0.89	86.24	0.13	1.93
Ti K	4.508	1.12	81.48	0.13	1.42
Fe K	6.398	24.03	1460.97	0.01	26.11
Co K	6.924	16.01	895.24	0.01	16.48
Ni K (Ref.)	7.471	42.56	2298.91	0.01	43.99
Nb L	2.166	15.37	391.01	0.03	10.04
Total		100.00			100.00



Element	(keV)	Mass%	Counts	Error%	Atom%
Si K	1.739	0.84	224.48	0.10	1.86
Ti K	4.508	1.20	240.92	0.01	1.55
Fe K	6.398	24.08	4047.62	0.01	26.76
Co K	6.924	13.56	2097.08	0.01	14.29
Ni K (Ref.)	7.471	39.14	5846.12	0.02	41.39
Nb L	2.166	21.18	1489.84	0.00	14.15
Total		100.00			100.00



Element	(keV)	Mass%	Counts	Error%	Atom%
C K	0.277	33.32	16873.23	0.01	68.36
Al K	1.486	6.97	14542.70	0.03	6.37
Si K*	1.739	0.18	396.66	1.09	0.16
Ti K	4.508	1.08	1777.64	0.23	0.56
Fe K (Ref.)	6.398	24.31	33253.05	0.01	10.72
Co K	6.924	8.40	10570.79	0.04	3.51
Ni K	7.471	22.66	27547.70	0.02	9.51
Nb L	2.166	3.07	1755.95	0.25	0.81
Total		100.00			100.00