

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA

DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSTGRADO



DETERMINACIÓN DE LAS PROPIEDADES DE UNA ALEACIÓN

INCOLOY 909 PARA APLICACIÓN AEROSPAcial A

DIFERENTES CONDICIONES DE DEFORMACIÓN EN

CALIENTE

POR:

ALEJANDRO VLADIMIR LARA MENDOZA

TESIS EN OPCION AL GRADO DE MAESTRO EN CIENCIAS DE

LA INGENIERÍA MECÁNICA CON ESPECIALIDAD EN

MATERIALES

SAN NICOLÁS DE LOS GARZA. N.L., SEPTIEMBRE DEL 2009

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN
FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA
DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSTGRADO



DETERMINACIÓN DE LAS PROPIEDADES DE UNA ALEACIÓN
INCOLOY 909 PARA APLICACIÓN AEROESPACIAL A
DIFERENTES CONDICIONES DE DEFORMACIÓN EN
CALIENTE

POR:

ALEJANDRO VLADIMIR LARA MENDOZA

TESIS EN OPCIÓN AL GRADO DE MAESTRO EN CIENCIAS DE
LA INGENIERÍA MECÁNICA CON ESPECIALIDAD EN
MATERIALES

SAN NICOLÁS DE LOS GARZA. N.L., SEPTIEMBRE DEL 2009

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN
FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA
DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSTGRADO

Los miembros del comité de tesis recomendamos que la tesis “**Determinación de las propiedades de una aleación Incoloy 909 para aplicación aeroespacial a diferentes condiciones de deformación en caliente**” realizada por el alumno ALEJANDRO VLADIMIR LARA MENDOZA, matrícula 1161648, 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. Maribel de la Garza Garza

Coasesor
Dra. Martha Patricia Guerrero Mata

Coasesor
Dr. José María Cabrera Marrero

Vo.Bo.
Dr. Moisés Hinojosa Rivera
División de Estudios de Postgrado

San Nicolás de los Garza, Nuevo León, Septiembre del 2009

DEDICADA A:

MIS PADRES QUIENES SIEMPRE ME HAN APOYADO, ME HAN DADO SU
CARIÑO Y HAN CREIDO EN MI

AGRADECIMIENTO

A la Universidad Autónoma de Nuevo León, a la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica y al Postgrado en Ingeniería de Materiales agradezco la oportunidad brindada de pertenecer a su programa y a la excelente formación académica recibida.

Al CONACYT por el apoyo económico otorgado para realizar este proyecto.

A la empresa FRISA AEROSPACE por permitirme trabajar en conjunto y por el material donado para esta investigación.

A la Universitat Politècnica de Catalunya por permitirme utilizar sus instalaciones para realizar parte de mi investigación.

A la Dra. Maribel de la Garza Garza por ser una excelente asesora, aconsejarme y apoyarme en todo momento, por su paciencia y por ser una excelente persona.

A la Dra. Martha Patricia Guerrero Mata por brindarme la oportunidad de trabajar con ella, por aconsejarme y ayudarme durante este proyecto y por su amistad.

Al Dr. José María Cabrera Marrero por el excelente trato que recibí en Barcelona, por confiar en mí y permitir trabajar con él y por su valiosa participación en esta investigación.

Al Dr. Víctor Páramo por apoyarme en todo momento y por su valiosa participación en este proyecto.

A todos los doctores y compañeros del postgrado a quienes les he aprendido mucho y he compartido una excelente amistad.

A toda mi familia especialmente por todo el cariño, comprensión y apoyo que me han dado.

A mi novia porque siempre estuvo a mi lado apoyándome incondicionalmente y por demostrarme su cariño.

A mis mejores amigos que siempre han creído en mí y que fueron un gran apoyo en los momentos difíciles.

A mis amigos de la Universitat Politècnica de Catalunya por ser excelentes personas, por la amistad y todo el apoyo que me brindaron durante mi estancia en Barcelona.

A todos mis amigos que conocí en Barcelona por todo su cariño y apoyo y por hacer que mi estancia fuera una grata experiencia.

CONTENIDO

| | |
|--|----|
| DEDICATORIA | i |
| AGRADECIMIENTO | ii |
| RESUMEN | 1 |
| 1 INTRODUCCIÓN | 3 |
| OBJETIVO | 4 |
| HIPÓTESIS | 4 |
| 2 REVISIÓN DE BIBLIOGRAFÍA | 5 |
| 2.1 Superalcaciones | 5 |
| 2.2 Aleaciones Ni-Fe..... | 7 |
| 2.2.1 Historia | 7 |
| 2.2.2 Clasificación de las superaleaciones..... | 9 |
| 2.2.3 Fases presentes..... | 10 |
| 2.2.4 Incoloy 909..... | 16 |
| 2.3 Forja y conformado | 18 |
| 2.3.1 Introducción..... | 18 |
| 2.3.2 Clasificación de los procesos de trabajado mecánico..... | 18 |
| 2.3.3 Rolado de anillos..... | 19 |
| 2.4 Comportamiento mecánico | 21 |
| 2.4.1 Deformación en caliente..... | 21 |
| 2.4.2 Endurecimiento por deformación..... | 26 |
| 2.4.3 Recuperación dinámica..... | 26 |
| 2.4.4 Recristalización dinámica | 27 |
| 2.5 Tratamientos térmicos | 28 |

| | | |
|-------|---|-----|
| 2.6 | Crecimiento anormal de grano..... | 30 |
| 3 | EXPERIMENTACIÓN | 32 |
| 3.1 | Material | 32 |
| 3.2 | Diseño de experimentación..... | 35 |
| 3.2.1 | Ensayos de compresión en caliente..... | 35 |
| 3.2.2 | Tratamientos térmicos..... | 38 |
| 3.3 | Caracterización | 44 |
| 3.3.1 | Preparación de muestras | 44 |
| 3.3.2 | Ataque químico | 47 |
| 3.3.3 | Microscopía electrónica de barrido..... | 50 |
| 3.3.4 | Microdureza..... | 53 |
| 4 | RESULTADOS Y DISCUSIONES..... | 55 |
| 4.1 | Ensayos de compresión en caliente | 55 |
| 4.2 | Caracterización microestructural..... | 61 |
| 4.2.1 | Análisis microestructural en muestras deformadas a 0.8 | 62 |
| 4.2.2 | Análisis microestructural en muestras deformadas a 0.33 | 73 |
| 4.3 | Análisis de ensayos de microdureza..... | 86 |
| 4.3.1 | Ensayos de microdureza en muestras deformadas a 0.8..... | 86 |
| 4.3.2 | Ensayos de microdureza en muestras deformadas a 0.33..... | 88 |
| 5 | CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES..... | 91 |
| 5.1 | Conclusiones | 91 |
| 5.2 | Recomendaciones | 93 |
| | REFERENCIAS | 94 |
| | ANEXO I | 99 |
| | ANEXO II | 129 |

LISTA DE FIGURAS133
LISTA DE TABLAS142

RESUMEN

El entendimiento del comportamiento termo-mecánico de los materiales utilizados para la fabricación de anillos mediante forja y rolado en caliente en la industria de generación de energía y aeroespacial es de vital importancia para la optimización y control de sus procesos de fabricación. La presente investigación tuvo como objetivo principal la determinación de la microestructura y las propiedades mecánicas de una superaleación Incoloy 909 a través de ensayos de compresión en caliente a distintos parámetros de procesamiento. Mediante una caracterización efectiva se logró entender el comportamiento del material cuando es procesado en caliente, obteniendo parámetros y condiciones óptimas de procesamiento.

Se realizaron ensayos de compresión en caliente a diferentes condiciones de procesamiento, variando el porcentaje de deformación (0.33 y 0.8), velocidad de deformación (10^{-1} , 10^{-2} y 10^{-3} s $^{-1}$) y temperatura de deformación (900, 1060 y 1100°C). Se determinó la curva de esfuerzo-deformación para cada una de las condiciones ensayadas. Se encontró que en la condición a 900°C y para las tres velocidades de deformación, el esfuerzo requerido para deformar el material es de 2.5 a 3 veces mayor que los ensayos realizados a 1060 y 1100°C.

Posteriormente, las probetas se cortaron de manera transversal por la mitad, para realizar los tratamientos térmicos correspondientes a cada muestra. Se dejó una muestra sin tratar térmicamente para cada una de las condiciones de deformación para fines de comparación microestructural y de dureza. Se analizaron las muestras mediante microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido. A partir de la microscopía óptica, se determinó la morfología y el tamaño de grano siguiendo la norma ASTM E 112-96. Factores como la

temperatura de deformación, la velocidad de deformación y tiempo de solubilizado son fundamentales para el crecimiento en el tamaño de grano. La morfología de los precipitados y su composición química se determinó utilizando microscopía electrónica de barrido y espectroscopía por dispersión de energía de rayos X, respectivamente. Se encontró la fase épsilon (ϵ) en varias muestras tratadas térmicamente.

Finalmente se realizaron ensayos de microdureza Vickers para cada una de las muestras analizadas, obteniendo como resultado valores de dureza muy superiores en las muestras tratadas térmicamente comparadas con las muestras en condiciones de deformación.

1 INTRODUCCIÓN

El desarrollo tecnológico sostenible en el mundo actual demanda, cada vez más, la puesta en marcha de nuevas tecnologías, a fin de crear en la sociedad una mejor calidad de vida. Para ello las industrias realizan un sinnúmero de investigaciones, con el fin de mejorar e innovar sus procesos de producción y así obtener productos de mejor calidad y de costo más económicos.

La industria de generación de energía y aeroespacial demanda una alta calidad en la fabricación de sus productos, tales como los anillos para turbinas, por lo que es de suma importancia tener un control sobre las propiedades termomecánicas de dichos productos.

La elaboración de anillos mediante forja y rolado en caliente, ya sea para la industria de generación de energía o aeroespacial, últimamente ha requerido atención especial ya que muchas mermas económicas se deben a las fallas mecánicas del producto final y/o al desperdicio de la materia prima durante el procesamiento del producto. Por ello la investigación actual se enfoca en el control de las propiedades mecánicas durante el procesamiento a fin de mitigar este problema.

Las superaleaciones son aleaciones que mantienen excelentes propiedades mecánicas a temperaturas de trabajo altas, por lo que su uso es muy común en la industria aeronáutica y de generación de energía. Investigadores han enfocado sus estudios en conocer el comportamiento de estas aleaciones para tener un mejor entendimiento de las mismas.

La aleación Incoloy 909 es una superaleación base Ni-Fe-Co la cual es endurecida por precipitación y una de sus principales características es que

tiene un coeficiente de expansión térmica muy bajo, comparado con otras superaleaciones de composición similar. Esta aleación ha sido poco estudiada, por lo que el conocer el comportamiento de ésta a diferentes condiciones de trabajo es de suma importancia y valor.

La presente investigación está enfocada en determinar las propiedades de la aleación Incoloy 909 trabajada en caliente para distintos parámetros de procesamiento, con el fin de obtener una optimización en sus propiedades y poder aplicar estas mejoras en los procesos industriales.

OBJETIVO

Determinación de las diferentes fases y precipitados presentes en la aleación Incoloy 909 para distintos parámetros de procesamiento a través de ensayos de laboratorio.

HIPÓTESIS

Mediante diferentes condiciones de deformación y temperatura se puede controlar la distribución uniforme de precipitados mejorando las propiedades mecánicas de la aleación Incoloy 909 utilizada en turbinas para generación de energía y en la industria aeronáutica.

2 REVISIÓN DE BIBLIOGRAFÍA

2.1 Superaleaciones

Hoy en día el estudio de las superaleaciones es de gran interés para la industria aeronáutica y de generación de energía. Las superaleaciones son materiales que a alta temperatura, cerca del punto de fusión, muestran una excelente resistencia a la degradación mecánica y química [1].

A lo largo de la historia, diferentes eventos a nivel mundial han marcado el rumbo científico y tecnológico de la ingeniería en materiales. La búsqueda de materiales con mejores propiedades para cubrir las necesidades de dichos eventos, marcaron el inicio del desarrollo de las superaleaciones, Figura 2-1. Fue hasta los años 40, debido a la Segunda Guerra Mundial, cuando las superaleaciones tuvieron un gran impacto, Figura 2-2. Aunque al inicio estos materiales fueron desarrollados para aplicaciones militares y aeroespaciales, a partir de esta época, el uso de las superaleaciones se amplió a diferentes campos de la industria, dando un gran crecimiento a la invención de nuevas aleaciones de níquel [2].

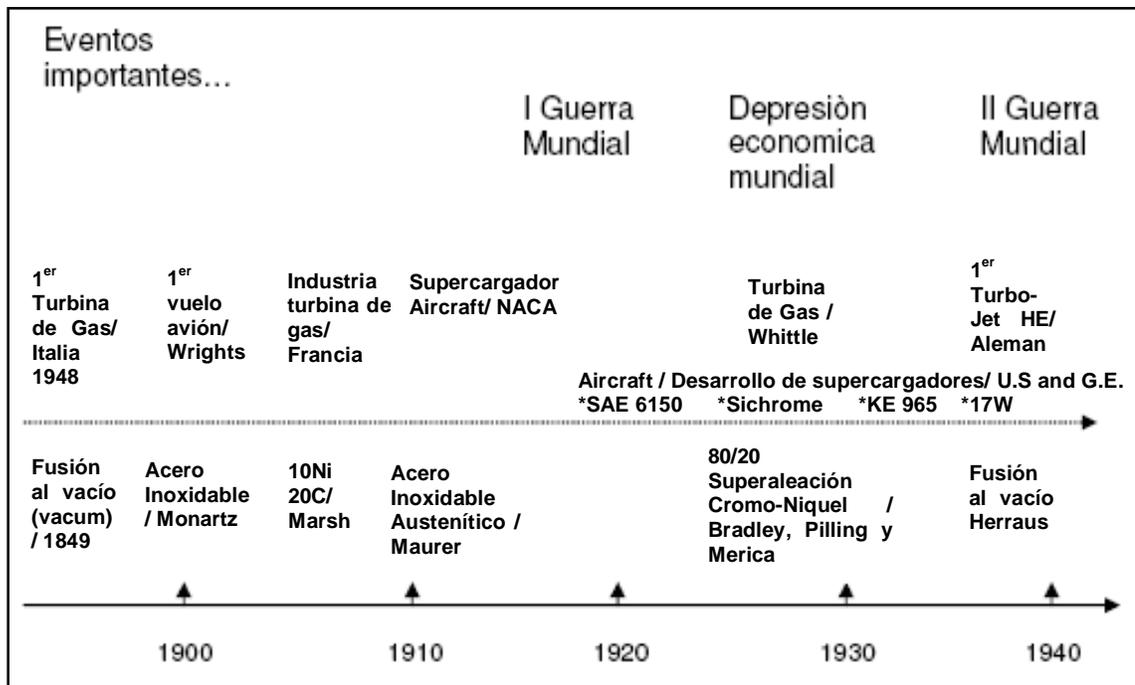


Figura 2-1. Datos históricos cronológicos de las invenciones y las primeras aplicaciones de las superaleaciones, Parte1 [3].

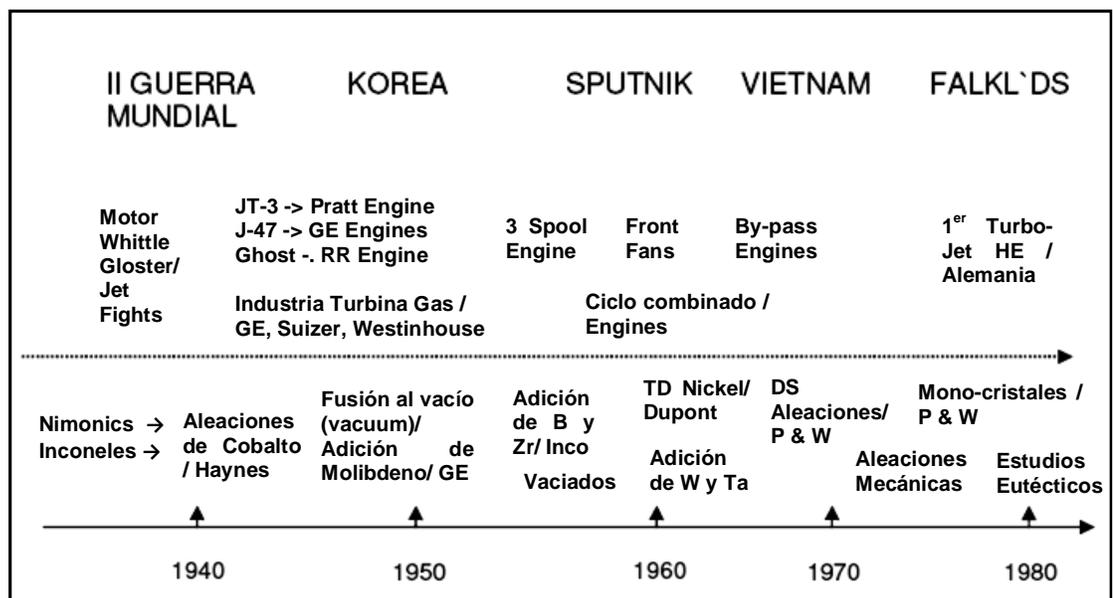


Figura 2-2. Datos históricos cronológicos de las invenciones y las primeras aplicaciones de las superaleaciones, Parte 2 [3].

Las superaleaciones se dividen en tres clases: superaleaciones base níquel, superaleaciones base cobalto y superaleaciones base níquel-hierro.

2.2 Aleaciones Ni-Fe

Las aleaciones endurecidas por precipitación contienen cantidades substanciales de níquel y hierro que forman distintas clases de superaleaciones. Las superaleaciones base níquel-hierro contienen una matriz austenítica gamma (CCC, cúbica centrada en las caras) endurecida por la precipitación de intermetálicos o carburos. Esta clase de superaleaciones generalmente se caracterizan por tener una composición de aproximadamente 25-60% de níquel con adiciones de hierro en un rango de 15 a 60%.

2.2.1 Historia

El desarrollo de las superaleaciones base Ni-Fe puede adjudicarse a los aceros inoxidable austeníticos. Inicialmente se encontró que las aleaciones hierro-níquel-cromo, con una estructura cúbica centrada en las caras, exhibieron un endurecimiento por envejecimiento debido a pequeñas adiciones (menos del 2% en masa) de titanio. Estas aleaciones tenían alta resistencia mecánica y mantenían sus propiedades a temperaturas notablemente altas.

Las primeras aleaciones de este tipo fueron las aleaciones German, Tinidur, G18B, 19-DL y A-286. Estas aleaciones se caracterizaban por tener un alto contenido de hierro, un bajo contenido de níquel y una pequeña fracción volumétrica de endurecimiento por precipitación.

El desarrollo de la fundición por inducción al vacío, VIM (por sus siglas en ingles, Vacuum Induction Melted), permitió mayor retención de elementos reactivos como el titanio y aluminio. La evolución de estas aleaciones tenía una

tendencia a tener un mayor contenido de níquel, menor contenido de hierro, un incremento de los elementos endurecidos por solución sólida y mayores niveles de titanio y aluminio para proporcionar una mayor fracción volumétrica de endurecimiento por precipitación.

La identificación del niobio como un elemento de endurecimiento por precipitación ha permitido el descubrimiento de aleaciones como Inconel 718 y 706, que tienen propiedades mecánicas que exceden a sus predecesoras. Aleaciones como la Incoloy 903 y 909 tienen buenas propiedades mecánicas a elevadas temperaturas y un bajo coeficiente de expansión térmica, Figura 2-3.

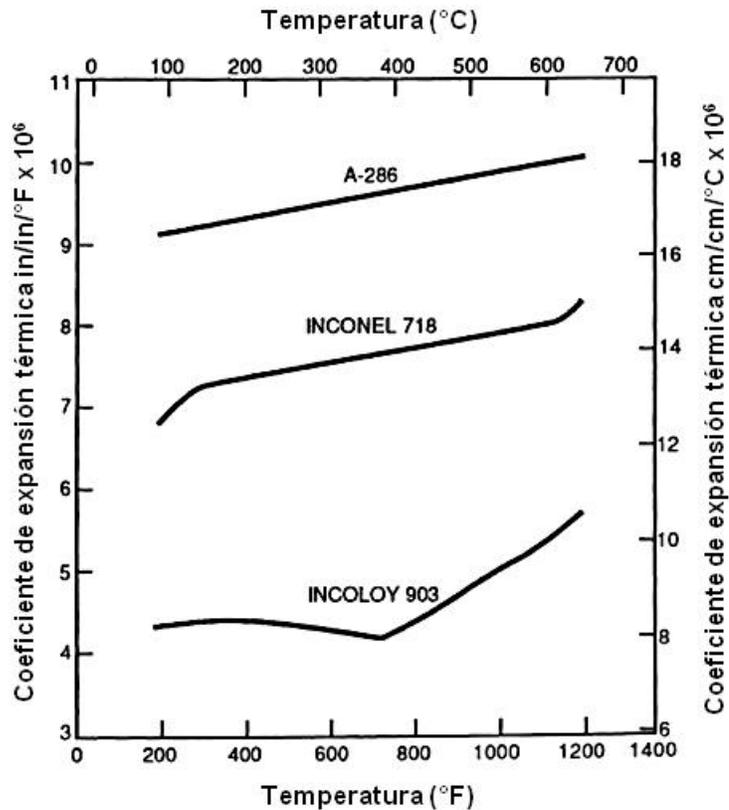


Figura 2-3. Coeficiente de expansión térmica del Inconel 718 y A-286 comparado con el del incoloy 903. Modificada [1].

2.2.2 Clasificación de las superaleaciones

Las aleaciones base níquel-hierro obtienen sus propiedades, a alta temperatura, de una combinación de sus aleantes y efectos de endurecimiento que incluyen endurecimiento por solución sólida, por precipitación y por frontera de grano. Estas aleaciones tienen varias características en común con respecto a su composición química: una matriz austenítica de níquel y hierro, adiciones de aleantes que endurecen la austenita por solución sólida, la adición de aleantes para formar precipitados endurecedores (intermetálicos, carburos, boruros, etc.) y la adición de aleantes que endurecen o de lo contrario modifiquen la frontera de grano.

Las aleaciones níquel-hierro pueden ser agrupadas en cuatro clases distinguidas por composición y mecanismos de endurecimiento. El primer grupo incluye aquellas aleaciones endurecidas por gamma prima (γ'), la cual se describe en el punto 2.2.3.2, con una estructura CCC. Este grupo puede subdividirse en dos grupos. El subgrupo rico en hierro, el cual incluye las aleaciones Tinidur, V-57 y A-286, contienen bajos niveles de níquel (25-35% en masa) y dependen predominantemente de adiciones de titanio (menos de 2% en masa) para el endurecimiento por precipitación. Estas aleaciones exhiben buenas propiedades mecánicas hasta aproximadamente 650°C. El subgrupo rico en níquel (más de 40% en masa) se caracteriza por altos niveles de endurecimiento por solución sólida y altas fracciones volumétricas de precipitados endurecidos. Las aleaciones de este subgrupo incluyen la 901 e Inconel X-750.

El segundo grupo, el cual incluye las aleaciones 718 y 706, es el grupo rico en níquel y endurecido predominantemente por gamma segunda (γ''), la cual se describe en el punto 2.2.3.3, con una estructura tetragonal centrada en el cuerpo. Este grupo de aleaciones ofrece buenas propiedades desde temperaturas criogénicas hasta 650°C.

El tercer grupo es el grupo de aleaciones ricas en hierro y níquel, con adiciones de cobalto. Estas aleaciones endurecidas por gamma prima (γ'), combinan propiedades de alta resistencia y bajo coeficiente de expansión térmico. Incoloy 903 y 909 son las aleaciones predominantes de este grupo, las cuales obtienen su característica de baja expansión debido a la eliminación de estabilizadores de ferrita como el cromo y el molibdeno. Estas aleaciones ofrecen excelentes características de resistencia alrededor de los 650°C. Sin embargo, la ausencia de cromo reduce significativamente la resistencia a la corrosión de los materiales.

El cuarto grupo de aleaciones es el endurecido por precipitados de carburos, nitruros y/o carbonitruros e incluye las aleaciones 16-25-6, HMN, y las series CRMD. Estas aleaciones son utilizadas aproximadamente a 815°C. Este grupo también incluye aleaciones sin o con poco endurecimiento por precipitación, como lo son la Hastelloy X y N 155. Estas aleaciones son utilizadas en aplicaciones con bajo esfuerzo aproximadamente a 1093°C, donde la resistencia a la corrosión es el factor más importante [1].

2.2.3 Fases presentes

Las superaleaciones base níquel contienen una matriz austenítica [cúbica centrada en las caras (CCC)] que contiene elementos endurecedores por solución sólida. Además estas aleaciones son endurecidas por fases ordenadas y precipitados en las fronteras de grano.

Las fases presentes en las aleaciones base níquel y níquel-hierro son las siguientes [1, 4]:

- *Matriz gama (γ)*
- *Gama prima (γ')*
- *Gama segunda (γ'')*

- *Épsilon (ϵ)*
- *Eta (η)*
- *Delta (δ)*
- *Carburos*
- *Tipo TCP*

Matriz austenítica (γ)

La matriz austenítica tiene una estructura cubica centrada en las caras (CCC); contiene un alto porcentaje de elementos de solución sólida como el cobalto, cromo, molibdeno y tungsteno. La matriz austenítica de las aleaciones níquel-hierro tiene una composición de níquel menor de 35% (en peso), para aleaciones con baja concentración de níquel, y más de 40% para las aleaciones ricas en níquel. La relación hierro-níquel es de gran importancia ya que define el costo y los rangos de temperatura de trabajo de la aleación. El que una aleación contenga elementos estabilizadores de ferrita, como el cromo y el molibdeno, y un bajo contenido de carbono (menos de 0.10%) hace que se requiera un mínimo de 25% de níquel para mantener la matriz austenítica. La adición de cobalto y otros elementos estabilizadores de austenita puede disminuir la cantidad de níquel necesaria.

La matriz rica en hierro pierde la estabilidad de las matrices ricas en níquel, la resistencia a la oxidación y a la corrosión también se ve afectada cuando aumenta la relación de hierro con respecto al níquel. Por otra parte, altos contenidos de hierro da como resultado menor costo y mayor facilidad para forjar.

Gama prima (γ')

La fase γ' , precipitados tipo A_3B de estructura CCC, está compuesta por elementos relativamente electronegativos como el níquel, cobalto o hierro, que componen al elemento A; y elementos más electropositivos como el aluminio, titanio, tántalo o niobio que componen al elemento B.

A diferencia de la Fase γ , que presenta una estructura CC con una distribución aleatoria de los diferentes átomos que la componen, Figura 2-4 (a); la fase γ' , tiene una estructura ordenada ($L1_2$) donde los átomos de níquel, A, están localizados en el centro de las caras y los átomos de aluminio, B, en las aristas, Figura 2-4 (b) [1, 5, 6].

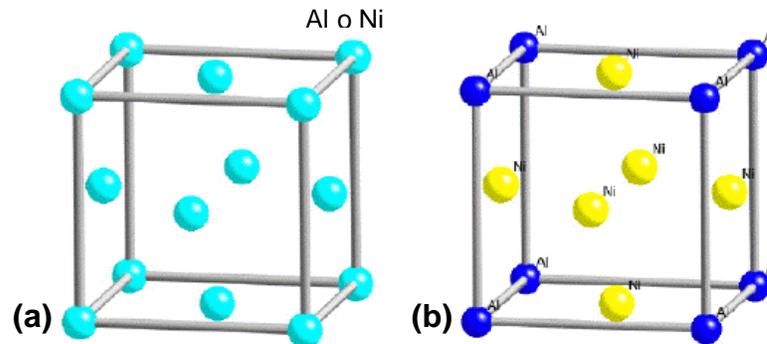


Figura 2-4. (a) Estructura cristalina de la fase γ . (b) Estructura cristalina de la fase γ' [6].

Gama prima (γ') es una fase intermetálica única, que contribuye notablemente en el endurecimiento por interacción de dislocaciones. La morfología depende de la temperatura y tiempo de envejecido. A temperaturas altas se presenta en forma cúbica en lugar de esferoidal, como se presenta a bajas temperaturas [6-14].

Gama segunda (γ'')

La precipitación de la fase γ'' (precipitados tipo A_3B) presenta una estructura ordenada, DO_{22} , tetragonal centrada en el cuerpo [1, 4, 6, 13], Figura 2-5. Esta fase predomina en las aleaciones níquel-hierro y se debe a adiciones de niobio. Debido a la alta solubilidad del niobio en Ni_3Al , se debe mantener bajo el contenido de aluminio para favorecer la precipitación de la fase γ'' .

El Inconel 718 es una de las aleaciones más comunes que endurecen con esta fase. Las propiedades mecánicas de esta aleación dependen de la precipitación y morfología de esta fase [15-17]. Se ha encontrado esta fase, γ'' , en la frontera de grano [18, 19].

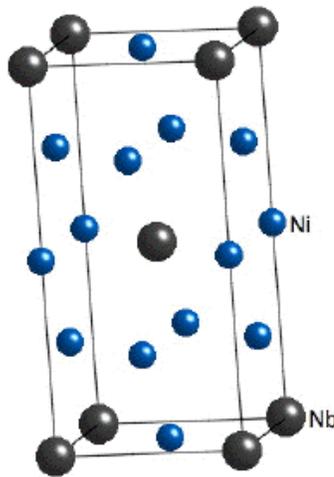


Figura 2-5. Estructura cristalina de la fase γ'' [6].

Épsilon (ϵ)

La fase ϵ tiene una estructura HP ordenada del tipo DO_{19} y presenta una morfología del tipo Widmanstätten. Son precipitados del tipo A_3B , está compuesta por elementos como el níquel, cobalto o hierro, que componen al

elemento A; y elementos como el aluminio, titanio, tántalo o niobio que componen al elemento B.

Eta (η)

Las superaleaciones Ni-Fe endurecidas por γ' son susceptibles a la formación de la fase η (precipitados tipo A_3B), está compuesta por elementos como el níquel, cobalto o hierro, que componen al elemento A; y elementos como el aluminio, titanio, tántalo o niobio que componen al elemento B. La fase η tiene una estructura HC del tipo DO_{24} [20]. Esta fase se puede formar durante el forjado y el tratamiento térmico o durante un largo tiempo de servicio. Esta fase se puede presentar en forma laminar debido a la transformación de $\gamma'-\eta$, algunas veces en forma Widmanstätten, y de forma celular en la frontera de grano. Un proceso de sobre envejecido causa la transformación $\gamma'-\eta$ en aleaciones Ni-Fe [9, 21, 22]. La temperatura de formación de la fase η está en función al contenido de titanio y de los elementos que componen a la aleación.

Delta (δ)

Las aleaciones endurecidas por γ'' son susceptibles a la formación de la fase δ , precipitados tipo Ni_3Nb con estructura ortorrómbica. Estudios muestran que esta fase está presente en el Inconel 718. Se encuentra con diferentes morfologías, laminar y globular, las cuales dependen de la temperatura [1, 23, 24]. Una distribución uniforme de la fase δ ayuda al control y refinamiento del tamaño de grano, dando como resultado una optimización en las propiedades de tensión y esfuerzos de ruptura dúctiles. Por otra parte, la formación de grandes cantidades de δ durante largos tiempos de servicio de la aleación permite la disminución en propiedades. Esta pérdida en propiedades se relaciona con la pérdida de Nb en la matriz γ'' , el engrosamiento de ésta y la formación de la fase δ .

Carburos

El carbono, 0.05-0.2% en peso, combinado con elementos como el titanio, tántalo, niobio y hafnio forma carburos MC. Durante el tratamiento térmico y uso de estas aleaciones, estos carburos se descomponen y generan carburos como $M_{23}C_6$ y M_6C , que tienden a formarse en las fronteras de grano [7, 17, 25].

En las aleaciones Ni-Fe los carburos del tipo MC precipitan en la frontera de grano. Estos carburos mejoran el tiempo de vida de ruptura y la ductilidad de la aleación, cuando se presentan en forma globular, aunque se debe de evitar las películas de estos carburos ya, que pueden causar endurecimiento. Los carburos M_6C se encuentran en aleaciones con el contenido de molibdeno necesario para formarlos. Estos carburos se han encontrado en el Inconel 718. Los carburos $M_{23}C_6$ (M es en su mayoría cromo), en la aleación A-286, se presentan en forma celular causan sensibilidad a los esfuerzos de ruptura.

TCP

Por sus siglas en ingles, Topologically Close Packed (TCP) son fases de tipo A_2B que se forman durante el tratamiento térmico o más comúnmente durante el uso de las aleaciones. Bajo ciertas condiciones, se forman fases de tipo laminar como σ , μ , y Laves. La formación de estas fases da como resultado una degradación en las propiedades mecánicas. El incremento de niobio, titanio y silicio en aleaciones Ni-Fe promueve la formación de la fase Laves, mientras que el aumento en boro y circonio minimiza la formación de Laves y μ . La fase σ se puede evitar con un control en el contenido de cromo y molibdeno. La fase G es una fase cúbica compleja compuesta de níquel, titanio y silicio que reduce el tiempo de vida por esfuerzos de ruptura en la aleación A-286 [1].

2.2.4 Incoloy 909

La superaleación Incoloy 909 base Fe-Ni-Co, tiene baja expansión térmica a altas temperaturas, se endurece por precipitación de la fase γ' y tiene aplicación en la industria aeronáutica y de generación de energía. Esta aleación tiene mejor combinación de resistencia a la tensión en corto tiempo y resistencia a la ruptura a alta temperatura que sus predecesores, Incoloy 903 y 907. Esta mejora se debe a la adición de alrededor de 0.4 % de Si. Además en esta aleación casi todo el Al fue sustituido por Nb y Ti, por lo que los precipitados que endurecen esta aleación son de Nb y Ti. La Tabla 2-1 muestra la composición química típica del Incoloy 909.

Tabla 2-1. Composición nominal, % en peso, del Incoloy 909. Modificada [26].

| | | | | | | | |
|----------|------|------|------|------|------|-------|-----|
| Elemento | Ni | Cr | Co | Mo | W | Nb | Al |
| % | 38.0 | ... | 13.0 | ... | ... | 4.70 | ... |
| Elemento | Ti | Fe | Mn | Si | C | B | |
| % | 1.50 | 42.0 | ... | 0.40 | 0.01 | 0.001 | |

El que esta aleación tenga en su composición Si y no contenga Cr hace que se incremente la resistencia a la oxidación en la frontera de grano acelerada por esfuerzos (SAGBO, por sus siglas en ingles, stress accelerated grain boundary oxidation), una densidad alrededor del 6 % menor y un coeficiente de expansión térmica alrededor del 40 % menor que el Inconel 718 [10, 11, 27]. El Incoloy 909 tiene una combinación interesante de un bajo coeficiente de expansión térmica casi constante, con un modulo de elasticidad constante y una alta resistencia, en un amplio rango de temperaturas [28].

El mecanismo de SAGBO toma lugar mediante la ruptura de capas de óxido formadas en la frontera de grano. Este mecanismo se basa en el hecho de que evaluaciones microestructurales de especímenes que han fallado mediante este proceso revelan la presencia de una continua o casi continua capa de óxido a lo

largo de las fronteras de grano [29]. La adición de elementos endurecedores de la frontera de grano como el boro y el circonio ayudan a evitar este fenómeno [30].

Kusabiraki y col. determinaron, para el Incoloy 909, la relación entre la dureza a temperatura ambiente y el tiempo de envejecido a diferentes temperaturas. Además, investigaron el comportamiento de la oxidación a alta temperatura, observaron morfologías, composiciones y grado de crecimiento de las capas de óxido formadas durante la oxidación [11, 27, 31].

En diferentes estudios se ha determinado el comportamiento de precipitación de las distintas fases del incoloy 909 [21, 32, 33]. Esta aleación se endurece por precipitación de la fase γ' $[(\text{Ni}, \text{Co}, \text{Fe})_3(\text{Ti}, \text{Nb})]$, estructura CC del tipo $L1_2$. Heck y col. reportaron la presencia de la fase ϵ , la cual presenta una morfología laminar y tiene una estructura HC del tipo DO_{19} [32]. Pero Chen y col. determinaron que esta fase tiene una estructura ortorrómbica [33, 34]. Posteriormente, Kusabiraki y col. en sus estudios, al igual que Heck, reportaron que la fase ϵ tiene una estructura HP ordenada del tipo DO_{19} y presenta una morfología del tipo Widmanstätten [10, 21]. Además reportaron la precipitación de la fase η , la cual se presenta con morfología celular siendo la fase más estable en esta aleación. Definieron la secuencia de precipitación: solución sólida $\rightarrow \gamma' \rightarrow$ fase ϵ , Widmanstätten \rightarrow fase η , morfología celular. Un exceso en la precipitación de la fase ϵ hace que la aleación fragilice y deteriore sus propiedades [21].

2.3 Forja y conformado

2.3.1 Introducción

El trabajado mecánico consiste en un proceso de deformación en el cual un metal (tocho o lingote) se deforma mediante herramientas y dados. El diseño y control de dichos procesos depende de las características del material a trabajar, las condiciones de la interfase del material y la herramienta, los mecanismos de deformación plástica, el equipo utilizado y los requerimientos del producto terminado. Estos factores influyen en la selección de la geometría de la herramienta y el material así como las condiciones del proceso (por ejemplo, la lubricación y la temperatura de la pieza y del dado).

2.3.2 Clasificación de los procesos de trabajado mecánico

En el trabajado mecánico, el metal en condiciones iniciales (por ejemplo, un tocho o una hoja) es plásticamente deformado entre herramientas (o dados) para obtener la configuración final deseada. Los procesos de conformado son usualmente clasificados de acuerdo a dos amplias categorías:

- Operaciones de conformado masivas
- Operaciones de conformado de hojas

En los dos tipos de procesos, las superficies del metal deformado y las herramientas están en contacto, la fricción entre ellos debe tener una mayor influencia en el flujo del material. En el conformado masivo el material de entrada debe ser en forma de tocho, varilla o lingote y la relación superficie-volumen en la parte del conformado incrementa considerablemente bajo la acción de grandes cargas de compresión. En el conformado de hojas, por otro lado, la pieza es plásticamente deformada por cargas de tensión en forma

tridimensional, a menudo sin cambios significantes en el espesor de la hoja o característica de la superficie.

Los procesos que entran dentro de la categoría del conformado masivo tienen las siguientes características:

- El material deformado, o pieza de trabajo, sufre una gran deformación plástica (permanente), resultando en un cambio apreciable en la forma o sección transversal.
- La parte de la pieza de trabajo que sufre deformación plástica es generalmente más grande que la parte que sufre deformación elástica; por lo tanto, la recuperación elástica después de la deformación es insignificante.

Las características del proceso de conformado de hojas son las siguientes:

- La pieza de trabajo es una hoja o una parte fabricada de una hoja.
- La deformación usualmente provoca cambios significativos en la forma, pero no en la sección transversal de la hoja.

2.3.3 Rolado de anillos

Es un proceso de conformado muy versátil para manufacturar forjas anulares sin costuras con dimensiones precisas y flujo de grano circunferencial. El rolado de anillos usualmente requiere menos material de entrada que otros métodos de forja alternativos y puede producirse en cualquier cantidad [35].

En el rolado de anillos, la pieza debe ser preformada, en una prensa o en un martillo de forja, para que sea puesta sobre un mandril de diámetro ligeramente menor al del agujero de la pieza. Los principales componentes del rolado de anillos son ilustradas en la Figura 2-6.

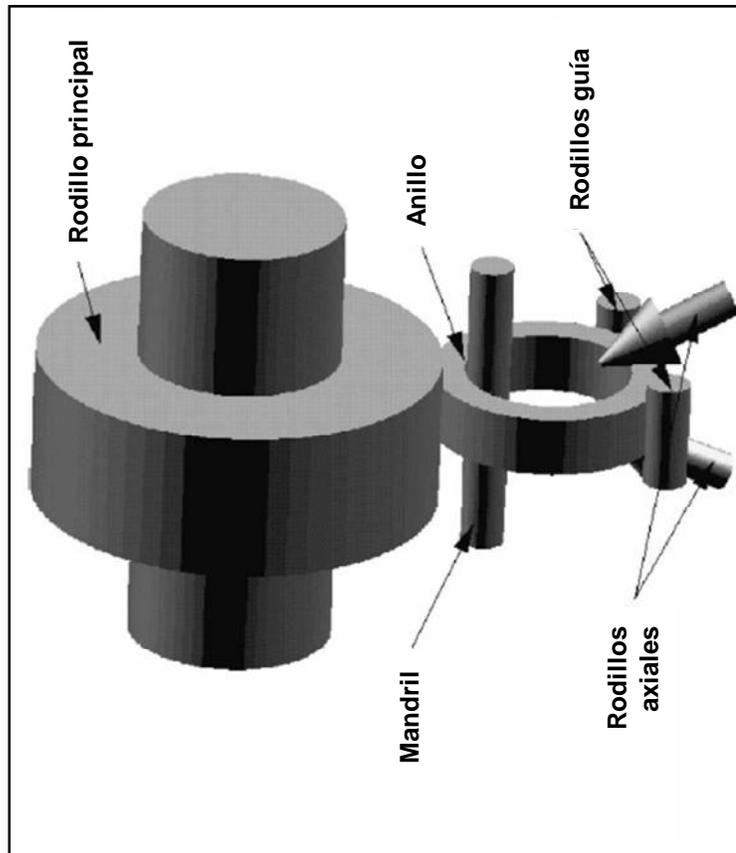


Figura 2-6. Configuración de la pieza de trabajo y los rodillos de un sistema típico de rolado de anillos. Modificada [36].

Un rolado de anillos típico está conformado de tres juegos de rodillos cada uno con funciones específicas. El primer juego corresponde al de rodillos radiales, los cuales incluye al rodillo principal y el mandril, estos son los que reducen el espesor radial del anillo. El segundo es un conjunto de rodillos axiales los cuales restringen el crecimiento axial y controlan la altura del anillo. Finalmente, los rodillos guías que son los que mantienen la forma circular del anillo y proporcionan soporte durante la operación de rolado [36].

El rolado de anillos en caliente es un proceso avanzado utilizado típicamente para la fabricación de partes con geometrías complejas, anillos de grandes dimensiones y anillos que pasarán por procesos posteriores. Posee características como deformación en tres dimensiones, linealidad baja,

conformado progresivo continuo y asimetría. Además, existen notables cambios de calor entre el anillo y sus alrededores, mientras tanto, el trabajo plástico como la fricción convertida en energía calorífica, hace que el anillo cambie continuamente de temperatura y que no sea uniforme. El cambio en la temperatura hace que tenga un efecto notable en el comportamiento de la deformación, microestructura y propiedades mecánicas del anillo [37, 38].

Los anillos producidos no tienen costuras y sus aplicaciones incluyen guías de cojinetes antifricción, anillos de rotación, rodamientos de ruedas de ferrocarril, anillos de conmutadores, anillos de rotación y sin rotación para máquinas de jet y otras aplicaciones aeroespaciales, componentes de reactores nucleares, rines, etc [35].

2.4 Comportamiento mecánico

2.4.1 Deformación en caliente

La aleación Incoloy 909 es un material que por su alta resistencia mecánica en frío requiere de un proceso de conformado en caliente. La deformación plástica en caliente consiste en llevar al metal a una elevada temperatura y deformarlo aplicando esfuerzos menores a los necesarios en deformaciones en frío. Este proceso implica un cambio en la microestructura y en el tamaño de grano del material, Figura 2-7 [39]. Parámetros como el tamaño de grano, textura cristalográfica y la frontera de grano son importantes debido a que estos afectan las propiedades mecánicas y físicas de los materiales [40].

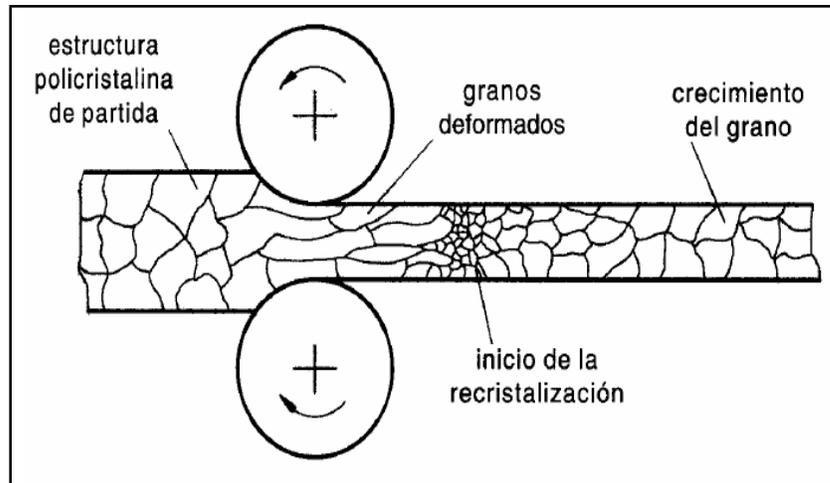


Figura 2-7. Influencia de la laminación en caliente sobre la estructura cristalina [39].

Durante el conformado en caliente los procesos que controlan el tamaño de grano resultante son los de recristalización estática y dinámica, que a su vez dependen de la microestructura de partida del material y su composición química y de las condiciones de deformación (temperatura, velocidad de deformación y el grado de deformación solicitado).

Para poder representar la deformación plástica en un proceso industrial, donde la recristalización dinámica tiene lugar, se utilizan los ensayos mecánicos de laboratorio, como compresión, tracción y torsión. Estos ensayos simulan procesos realizados en la industria y facilitan el entendimiento de los fenómenos que se llevan a cabo durante la recristalización dinámica.

Los ensayos de compresión uniaxial en caliente, son ensayos mecánicos de laboratorio cuyo objetivo es simular procesos industriales como forja, laminación, extrusión, etc. A partir de estos, se obtienen curvas de fluencia que son una representación gráfica del esfuerzo real en función de la deformación real y que reflejan el comportamiento de un material conformado en caliente.

Estas curvas se dividen en tres etapas: etapa de endurecimiento y recuperación (restauración) dinámica, etapa de transición, donde se observa una caída de

tensión debida a la recristalización dinámica, y etapa de saturación o del estado estable, Figura 2-8. La caída de tensión observada durante la etapa de transición puede ser de forma continua, y en este caso se habla de una recristalización dinámica de pico simple, o en forma de oscilación, llamada recristalización dinámica de pico múltiple. Ambos dependen de las condiciones de deformación y las propiedades intrínsecas del material.

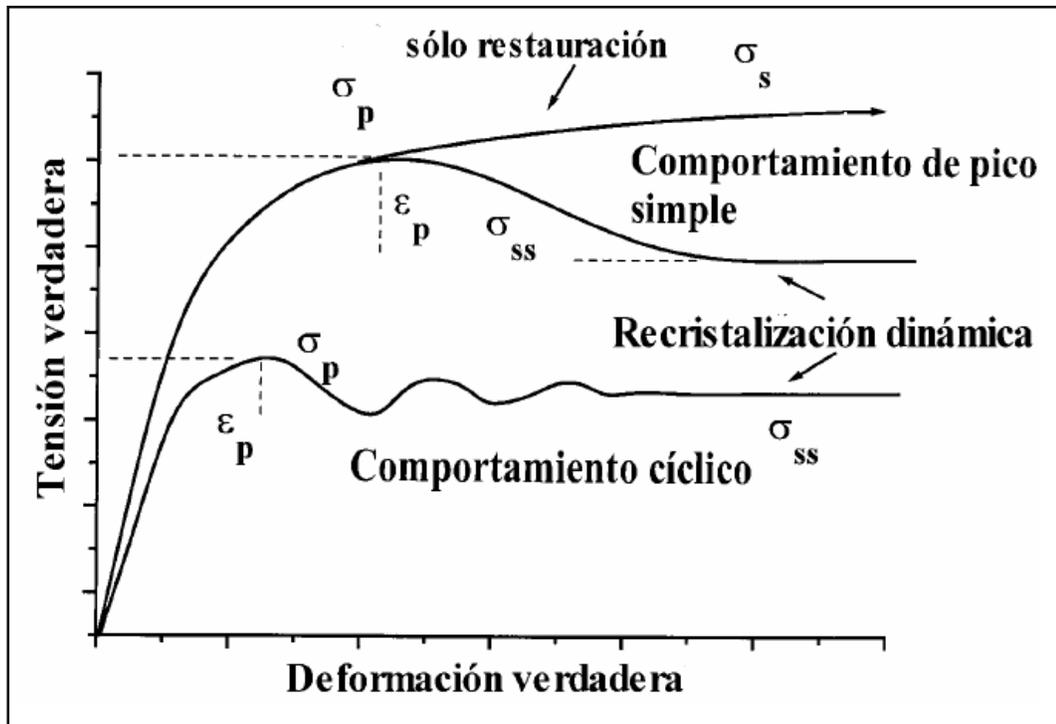


Figura 2-8. Representación esquemática de la recristalización dinámica discontinua en diferentes condiciones de deformación cristalina [39].

El incremento en la temperatura se ve reflejado en la disminución de la cantidad de esfuerzo, aumento en la ductilidad y el aumento en la dependencia de la velocidad de deformación. En el trabajado en caliente, a temperatura y velocidad de deformación constante, la recuperación dinámica da lugar a un endurecimiento monótonico en el estado estacionario en el que la densidad de dislocaciones se mantiene constante. El aluminio (estructura CC y alta energía de falla de apilamiento) es un ejemplo, Figura 2-9 [41].

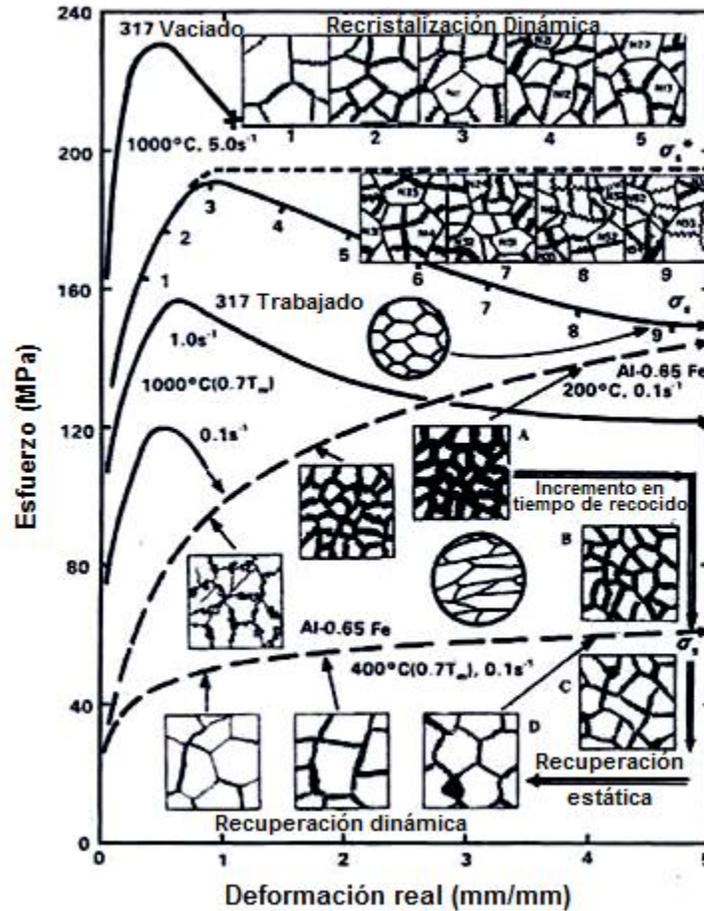


Figura 2-9. Curvas de esfuerzo-deformación para Al-0.65Fe y el acero inoxidable 317 a $0.7 T_m$ (temperatura de fusión). Modificada [41].

En algunos materiales no se observa la caída de tensión y la curva está compuesta solamente por dos etapas sin presentar transición. Se dice entonces que el material solo presenta restauración dinámica. Esto se debe entre otras causas, a la energía de falla de apilamiento (E.F.A) que es un parámetro intrínseco del material y que se puede definir como la permeabilidad de un material al movimiento de dislocaciones en su red cristalina y al mismo tiempo su capacidad para generarlas. Así los materiales se clasifican en dos categorías: materiales de alta E.F.A ($> 90 \text{ mJ/m}^2$) y de baja E.F.A ($< 10 \text{ mJ/m}^2$).

En el caso de la primera categoría con alta E.F.A, la restauración dinámica es muy eficaz, ya que la movilidad de las dislocaciones es muy alta. Las paredes de dislocaciones formadas en los primeros instantes de la etapa de endurecimiento, se convierten en suborden de granos, y rápidamente, conforme la deformación progresa, en límites de granos. El tipo de recuperación dinámica que ocurre en esta categoría de materiales durante el conformado en caliente, es la denominada recristalización dinámica continua. El término “dinámica” hace referencia a que la recristalización empieza y termina con el proceso de conformado todavía en marcha, al contrario del caso estático donde la recristalización ocurre durante el recocido después de pasar por un proceso (o varios) de conformado en frío. El término “continuo” se refiere a que el proceso de formación de nuevos granos se consigue de forma continua y progresiva con la deformación.

Los aceros inoxidables austeníticos, el níquel, el cobre y sus aleaciones, los aceros al carbono en estado austenítico, son materiales de baja y moderada energía de falla de apilamiento (EFA) y por lo tanto sus dislocaciones están fuertemente disociadas y en consecuencia el proceso de recuperación es poco eficaz. El conformado en caliente de estos materiales se caracteriza por la recristalización dinámica discontinua, de pico simple (bajas temperaturas y/o altas velocidades de deformación) o cíclica (altas temperaturas y/o bajas velocidades de deformación). A nivel estructural esto conduce a un refinamiento de grano en el primer caso y a un crecimiento en el segundo. El término “discontinuo” hace referencia al proceso de nucleación y crecimiento de nuevos granos libres de dislocaciones. Se trata de un proceso de ablandamiento compuesto que implica diferentes mecanismos elementales: endurecimiento, recuperación dinámica, nucleación y crecimiento. El equilibrio entre los procesos de endurecimiento y ablandamiento conduce a un estado de fluencia estable [39, 41].

2.4.2 Endurecimiento por deformación

La etapa de endurecimiento por deformación se caracteriza por una multiplicación de dislocaciones (hasta un millón de veces) como consecuencia del acomodo de la red cristalina con la deformación plástica aplicada. Estas mismas dislocaciones se mueven en la red cristalina de dos formas dependiendo de la temperatura y los otros tipos de obstáculos que encuentran en su recorrido: por deslizamiento o por escalada. En valores bajos e intermedios de temperatura el proceso de deformación está controlado por el deslizamiento. Mientras en el caso contrario (altas temperaturas) lo que domina es la escalada de dislocaciones y en consecuencia el proceso de deformación está controlado por difusión.

A medida que se deforma el material aumenta la resistencia de éste a la deformación, fenómeno conocido endurecimiento por deformación. El endurecimiento de un material, se pone de manifiesto tanto mecánico como microestructuralmente. Desde el punto de vista mecánico ocurre un aumento en la resistencia del metal durante la deformación irreversible cuando la tensión aplicada supera su límite elástico y tiene como consecuencia el aumento de la dureza. A nivel microestructural se manifiesta un aumento en la densidad de dislocaciones, activando las fuentes que generan dislocaciones y la formación de celdas de subgranos [39].

2.4.3 Recuperación dinámica

La recuperación dinámica implica la aniquilación de dislocaciones y el rearrreglo en fronteras de subgranos de baja energía [41]. La restauración de dislocaciones no es un solo proceso microestructural sino una serie de micromecanismos, Figura 2-10.

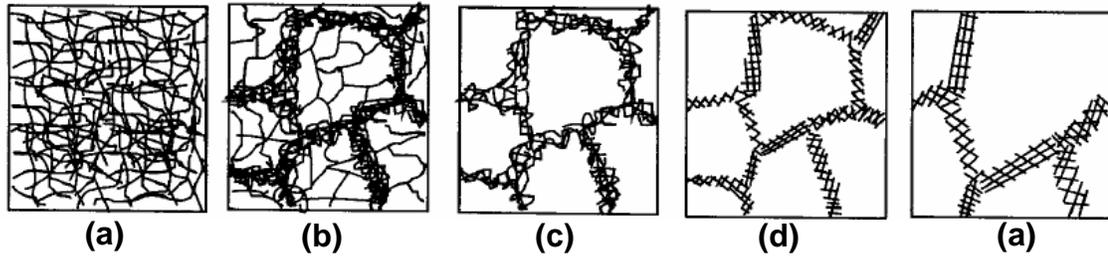


Figura 2-10. Diferentes etapas de la recuperación dinámica para un material deformado. (a) generación de dislocaciones, (b) formación de celdas, (c) aniquilación de dislocaciones dentro de las celdas, (d) formación de subgranos (e) crecimiento [42].

2.4.4 Recristalización dinámica

La recuperación dinámica se puede seguir por una recristalización dinámica si la temperatura y la velocidad de deformación son suficientes. Durante la recristalización dinámica, los núcleos al principio crecen rápidamente pero en el siguiente estado de deformación la densidad de dislocaciones aumenta dentro de los granos crecientes, de modo que la fuerza de migración en la frontera se reduce progresivamente. Los nuevos granos alcanzan un tamaño limitado y dejan de crecer comenzando un nuevo ciclo de nucleación [43]. En una recristalización dinámica clásica el tamaño de grano es más pequeño al incrementar la velocidad de deformación y disminuir la temperatura y es independiente del esfuerzo durante el estado estacionario [41].

La recristalización dinámica asegura su continuidad hasta el estado de saturación dado que los primeros núcleos formados son susceptibles de endurecer dando lugar a nuevos núcleos, permitiendo el comienzo de otra ola de recristalización. Es claro que la recristalización dinámica está compuesta de dos procesos fundamentales: nucleación y crecimiento. Esta empieza antes de alcanzar la deformación correspondiente al esfuerzo máximo, llamada deformación de pico (ϵ_p), a un valor de deformación crítica (ϵ_c), en la que aparecen los primeros núcleos [39].

La recristalización dinámica es una herramienta muy importante para el control de la evolución microestructural y propiedades mecánicas durante el proceso industrial [44].

2.5 Tratamientos térmicos

Un adecuado tratamiento térmico o proceso térmico resulta muy efectivo para alterar las propiedades mecánicas. El endurecimiento por precipitación se consigue por medio de dos tratamientos térmicos diferentes: tratamiento térmico de disolución (solubilizado) y tratamiento térmico de precipitación (envejecido).

Tratamiento térmico de disolución: es el tratamiento térmico en el que los átomos de soluto se disuelven para formar una solución sólida monofásica. Al considerar la aleación de composición C_0 , Figura 2-11, el tratamiento consiste en calentar la aleación a una temperatura dentro del campo de fase αT_0 , por ejemplo, y esperar que toda la fase β presente se disuelva completamente. En este punto, la aleación consiste sólo en la fase de composición C_0 . A continuación se enfría rápidamente o se temple a la temperatura T_1 de modo que se dificulte la difusión a fin de prevenir la formación de fase β . Para muchas aleaciones, T_1 es la temperatura ambiente. Así, a T_1 existe una situación de no equilibrio en la cual la fase α aparece como disolución sólida sobresaturada con átomos B; en la mayoría de las aleaciones las velocidades de difusión a T_1 son extremadamente lentas, de modo que la monofase α permanece a esta temperatura durante períodos relativamente largos.

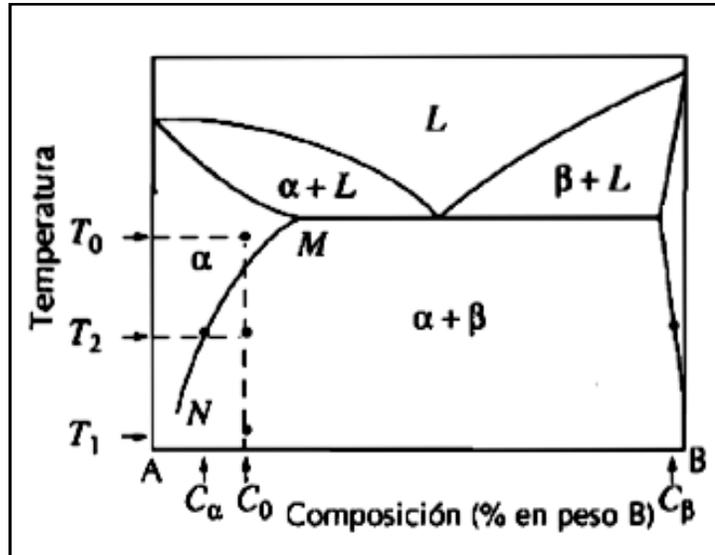


Figura 2-11. Hipotético diagrama de fases de una aleación endurecible por precipitación de composición C_0 [45].

Tratamiento térmico de precipitación: consiste en calentar la disolución sólida sobresaturada α a una temperatura intermedia T_2 (Figura 2-11) dentro de la región bifásica, temperatura a la cual la velocidad de difusión es considerable. La fase precipitada β comienza a formarse como partículas finamente dispersas de composición C_β . Después de permanecer el tiempo adecuado a la temperatura T_2 , la aleación se enfría a temperatura ambiente a una velocidad que generalmente no tiene importancia. En la Figura 2-12 se representa la temperatura frente al tiempo en los tratamientos térmicos de disolución y de precipitación. El carácter de las partículas β y, por consiguiente, la resistencia y la dureza de la aleación dependen de la temperatura de precipitación T_2 y del tiempo de envejecimiento a esta temperatura [45].

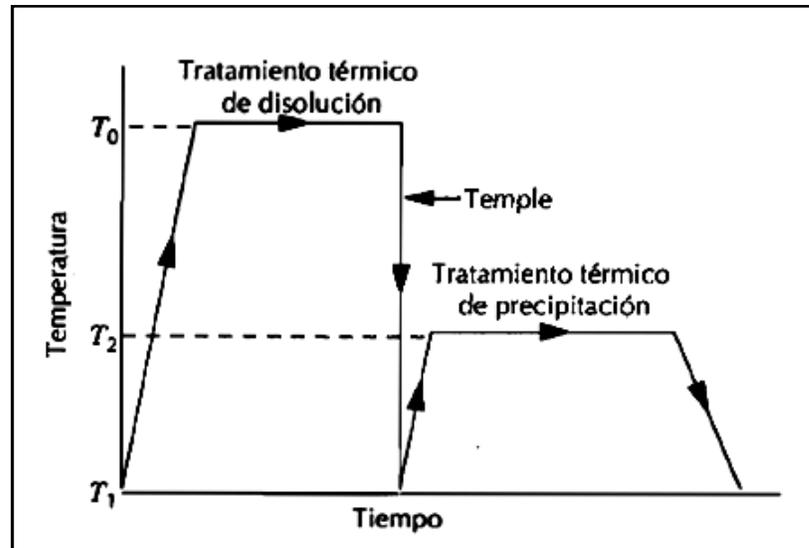


Figura 2-12. Gráfica de la temperatura frente al tiempo de los tratamientos térmicos de disolución y precipitación para el endurecimiento por precipitación [45].

2.6 Crecimiento anormal de grano

El crecimiento anormal de grano (también llamado como el crecimiento exagerado de grano) es un tipo de engrosamiento de microestructura que algunos (o pocos) granos grandes crecen inusualmente rápido en una matriz de grano fino con una velocidad de crecimiento muy lenta. También ha sido denominado crecimiento exagerado de grano, engrosamiento de grano, o recristalización secundaria.

En cuanto a la microestructura, la distribución del tamaño de grano es bimodal, a diferencia de las condiciones de un crecimiento normal de grano con una distribución unimodal. Por otra parte, ha sido bien conocido que el crecimiento anormal de grano puede ser inducido por anisotropía en la energía o en la movilidad de los límites de grano (ángulo grande). Si el crecimiento anormal es inducido por una anisotropía en la energía superficial, la velocidad de crecimiento de los granos anormales disminuirá cuando la energía de los límites de grano aumente. Esto es así porque el crecimiento normal de lo granos de la

matriz se obtienen más rápido con una mayor energía de límite de grano, mientras que el crecimiento anormal ocurre a la misma velocidad.

Durante el crecimiento anormal de grano, que es un proceso discontinuo, unos pocos granos en la microestructura crecen, consumen la matriz de pequeños granos y se desarrolla una distribución de grano bimodal. Sin embargo, eventualmente estos granos grandes chocan y el crecimiento normal de grano puede entonces reanudar. En la realidad, sin embargo, se encuentran disponibles una serie de ejemplos de crecimiento anormal y pueden ser clasificados en tres tipos:

- Materiales que contienen precipitados de segunda fase o impurezas en altas concentraciones.
- Los materiales con una elevada anisotropía en la energía interfacial, por ejemplo, energía interfacial de sólido/líquido o la energía de límite de grano en general (bulk) y la energía superficial en películas delgadas.
- Los materiales con alto desequilibrio químico.

Para cualquier caso, el crecimiento anormal de grano es el resultado de la migración de interfaces a velocidades locales muy altas. El entendimiento básico del crecimiento anormal de grano apenas está en sus comienzos.

Actualmente se reconocen tres factores principales que pueden resultar en crecimiento anormal de grano:

- La presencia de distribuciones especiales de partículas de fases secundarias que actúan como inhibidores del crecimiento normal en la mayoría de los granos del material, excepto en algunos granos especiales.
- La existencia de granos con orientaciones de crecimiento preferenciales.
- La anisotropía de la energía de límites de grano en materiales con espesores particularmente delgados.

3 EXPERIMENTACIÓN

La experimentación del presente trabajo se realizó en base a las condiciones de producción de la industria aeronáutica y de generación de energía, las cuales requieren de una alta calidad y un estricto control en las propiedades de los materiales que utilizan. El material bajo estudio es una aleación incoloy 909, el cual se caracterizó antes del termo procesamiento y se le realizaron ensayos de compresión en caliente a diferentes condiciones. Posteriormente, se aplicaron diferentes tratamientos térmicos para finalmente caracterizar el material y poder observar las diferencias en la microestructura, presencia de fases y precipitados y propiedades mecánicas.

Cabe mencionar, que parte del desarrollo de la experimentación se llevó a cabo en las instalaciones de la Universitat Politècnica de Catalunya (Barcelona, España) en el departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica.

3.1 Material

Para el presente estudio se utilizó una barra cilíndrica del material incoloy 909. El material fue fundido por inducción al vacío, VIM (por sus siglas en inglés, Vacuum Induction Melted) y vuelto a fundir por arco al vacío, VAM (por sus siglas en inglés, Vacuum Arc Melted). La composición del material fue proporcionada por el proveedor (Special Metals) y adicionalmente determinada por medio de un analizador de fluorescencia de rayos X, FRX (α -2000, Innov-X System), Tabla 3-1.

Tabla 3-1. Composición química del incoloy 909 (% en peso).

| | | | | | | | | | |
|-----------|----------|-------|-------|---------|--------|--------|--------|-------|------|
| Proveedor | Elemento | C | Si | Mn | P | Si | Al | B | Co |
| | % | 0.007 | 0.410 | 0.070 | <0.005 | <0.001 | 0.040 | 0.001 | 13.0 |
| | Elemento | Cr | Cu | Fe | Nb | Ni | Ta | Ti | |
| | % | 0.120 | 0.010 | Balance | 4.83 | 38.0 | <0.010 | 1.62 | |
| FRX | Elemento | Fe | Ni | Co | Nb | Ti | | | |
| | % | 44.29 | 36.69 | 12.42 | 4.98 | 1.62 | | | |

Las probetas de incoloy 909 fueron maquinadas de una barra cilíndrica de 229 mm (9 in) de altura por 248 mm (9 ¾ in) de diámetro. Las dimensiones de las probetas tenían una relación de altura y diámetro de 1.5. Cada probeta tenía dimensiones aproximadas en altura de 11.4 mm y en diámetro de 7.6 mm, Figura 3-1 (a).

Para la discretización de las probetas se determinó el tamaño de grano desde el centro hasta el exterior de la barra, para de esta manera poder dividir la barra en diferentes zonas en base al tamaño y distribución de los granos. La barra fue identificada en tres zonas: A, parte exterior de la barra; B, parte intermedia de la barra y C, centro de la barra, Figura 3-1 (b).

El tamaño de grano se determinó mediante una réplica. Primero se pulió la superficie donde se realizaría el análisis y posteriormente se vertió una resina polimérica (DK-2750 Ballerup, Struers), de esta manera la microestructura se quedaba grabada en la superficie de la resina la cual se llevó al microscopio óptico para ser observada.

Debido a la poca variación en el tamaño de grano presente en las diferentes zonas, las probetas utilizadas en este estudio se escogieron de manera aleatoria.

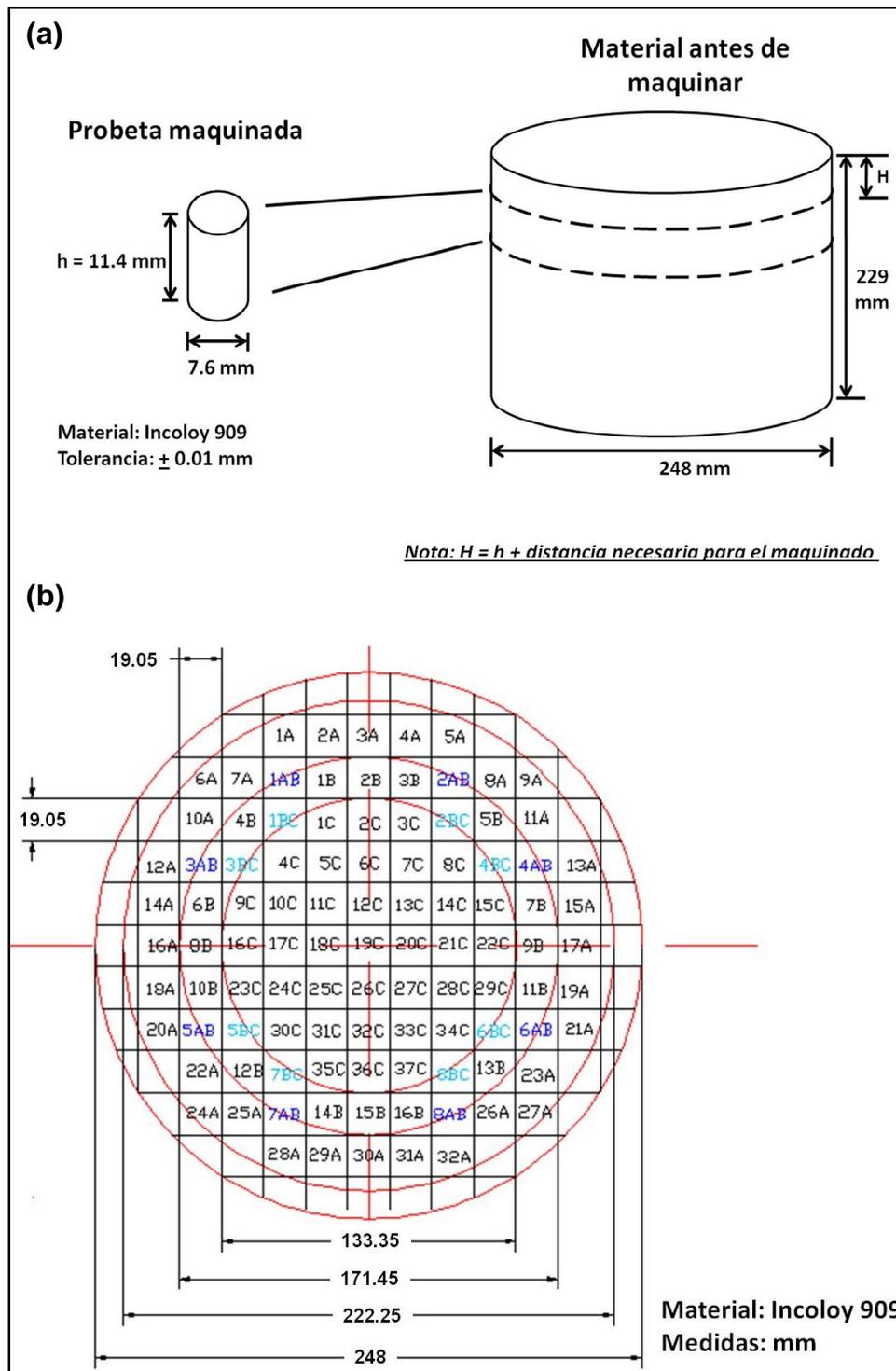


Figura 3-1. (a) Dimensiones de las probetas utilizadas y del material antes de maquinar.
(b) Identificación de zonas y discretización de las probetas.

3.2 Diseño de experimentación

3.2.1 Ensayos de compresión en caliente

Como se mencionó en el Capítulo 2, los ensayos de compresión uniaxial en caliente son ensayos mecánicos de laboratorio cuyo objetivo es simular condiciones de procesos de compresión directa o indirecta, como forja, laminación, extrusión, etc.

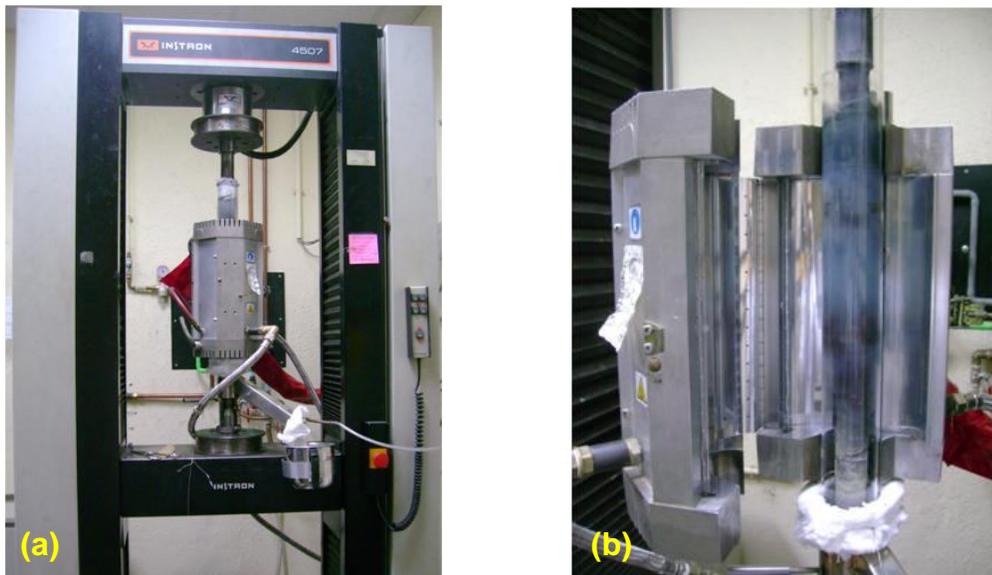


Figura 3-2. (a) Instron 4507 con herramientas para ensayos de compresión. (b) Horno de radiación ChamberIR modelo E4. *Universitat Politècnica de Catalunya.*

En el presente trabajo se deformaron probetas a 0.33 y 0.8 utilizando una Instron 4507 de 10 toneladas de capacidad, Figura 3-2 (a). Se ensayaron probetas a 3 niveles de velocidades de deformación constantes a 0.1, 0.01 y 0.001, así como 3 niveles de temperatura a 900, 1060 y 1100°C según se muestra en la Tabla 3-2. Para alcanzar las temperaturas de deformación la Instron tenía adaptado un horno de radiación (ChamberIR modelo E4, PCS Research INC.) que constaba de 4 lámparas de 2000 watts cada una, Figura 3-2 (b). La atmosfera se controló mediante un sistema que se le hacía pasar gas inerte, argón, para evitar el daño de las herramientas de la máquina que

eran de una aleación base molibdeno (TZM). Esto debido a que la aleación a altas temperaturas se sublimaba. El sistema se aisló por medio de un tubo de cuarzo.

Tabla 3-2. Ensayos de compresión a diferentes condiciones.

| Temperatura de deformación (°C) | Deformación verdadera (%) | Velocidad de deformación (s ⁻¹) | Cantidad de ensayos |
|---------------------------------|---------------------------|---|---------------------|
| 1100 | 33 | 10 ⁻¹ | 3 |
| | | 10 ⁻² | 3 |
| | | 10 ⁻³ | 1 |
| | 80 | 10 ⁻¹ | 3 |
| | | 10 ⁻² | 3 |
| | | 10 ⁻³ | 1 |
| 1060 | 33 | 10 ⁻¹ | 3 |
| | | 10 ⁻² | 3 |
| | | 10 ⁻³ | 1 |
| | 80 | 10 ⁻¹ | 3 |
| | | 10 ⁻² | 3 |
| | | 10 ⁻³ | 1 |
| 900 | 33 | 10 ⁻¹ | 3 |
| | | 10 ⁻² | 3 |
| | | 10 ⁻³ | 1 |
| | 80 | 10 ⁻¹ | 3 |
| | | 10 ⁻² | 3 |
| | | 10 ⁻³ | 1 |

La probeta a ensayar se colocó en la base de la mordaza inferior y a cada probeta se le colocó una pequeña y delgada lámina de tántalo en las caras que hacían contacto con las herramientas, con la finalidad de evitar que la probeta se quedara pegada en la base de cualquiera de las dos mordazas. Además, se le impregnaba de nitruro de boro diluido en alcohol etílico, como lubricante.

En la base de la mordaza inferior se colocó un termopar, tipo K (temperatura máxima 1370°C), el cual estaba a una distancia mínima de la probeta. De esta manera se registró la temperatura durante todo el ensayo de compresión, Figura 3-3 (a). Se contaba con un controlador que permitía introducir como datos de entrada la rampa de calentamiento (10, 12 y 15 minutos para los ensayos a 900, 1060 y 1100°C, respectivamente), y la temperatura de trabajo, la variación de estos parámetros dependía de cada ensayo a realizar, Figura 3-3 (b).

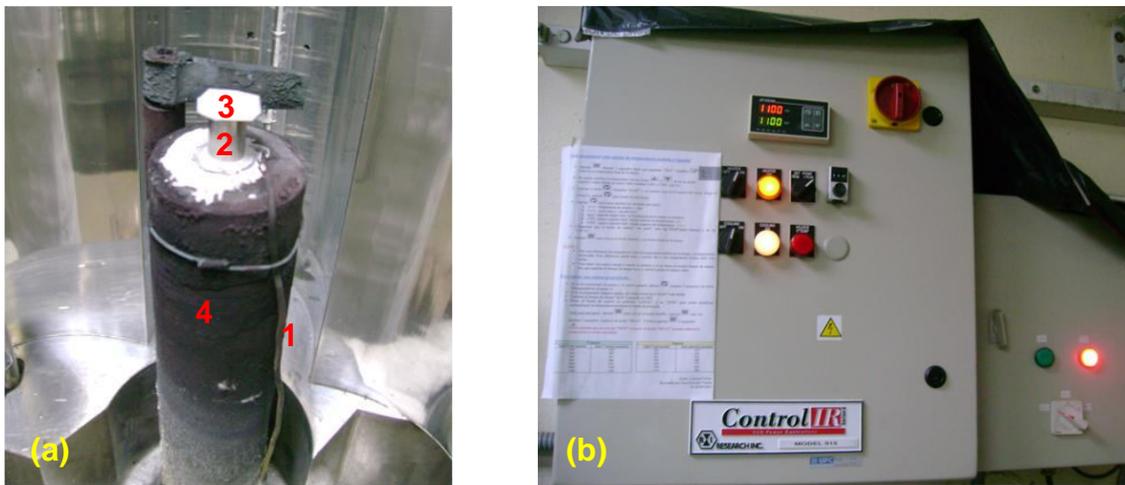


Figura 3-3. (a) Termopar tipo K, 1; probeta a deformar, 2; lámina de tántalo con recubrimiento de nitruro de boro, 3; mordaza de TZM, 4. (b) Controlador del horno de radiación utilizado en los ensayos de compresión.

Las probetas se llevaron a las temperaturas de deformación previamente establecidas, se mantenía la temperatura durante 5 minutos y posteriormente se realizaba la deformación, Figura 3-4. El tipo de enfriamiento de las probetas ensayadas era lento debido a que las probetas se dejaron dentro del horno durante el enfriamiento.

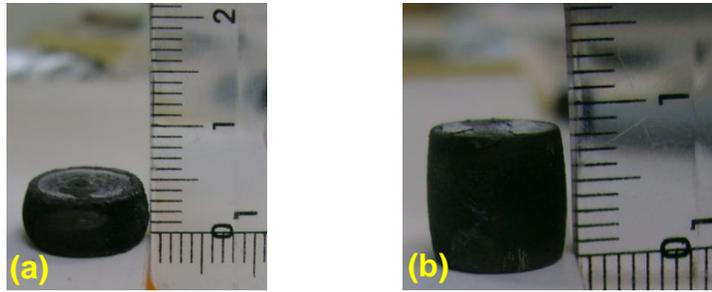


Figura 3-4. (a) Probeta con 80% de deformación verdadera. (b) Probeta con 33% de deformación verdadera.

3.2.2 Tratamientos térmicos

En esta investigación se aplicaron tratamientos térmicos para lograr la recristalización y formación de nuevas fases precipitadas. Un tratamiento térmico consta de un calentamiento y un enfriamiento controlado. La temperatura depende del tipo de tratamiento que se le desea aplicar al material, por ejemplo, para un solubilizado la temperatura debe ser por encima de la temperatura de la disolución de las partículas, para un envejecido por debajo de la misma.

3.2.2.1 Preparación de las muestras

Al terminar con los ensayos de compresión las probetas se cortaron por la mitad, en dirección radial, con el fin de obtener la cantidad de muestras necesarias para el estudio de este trabajo, Figura 3-5. Se obtuvieron 72 muestras ($\frac{1}{2}$ de probeta) de las cuales 60 fueron caracterizadas y analizadas, 12 en condiciones de deformación y 42 con tratamiento térmico. Las muestras restantes serán analizadas en otro trabajo. Las probetas se seccionaron con una cortadora de disco de diamante (Accutom-50, Struers), Figura 3-6. Los parámetros utilizados para la realización de los cortes son los siguientes: disco de corte 452CA, giro 2700 rpm, avance 0.020 mm/s, fuerza media, sin rotación y con agua.

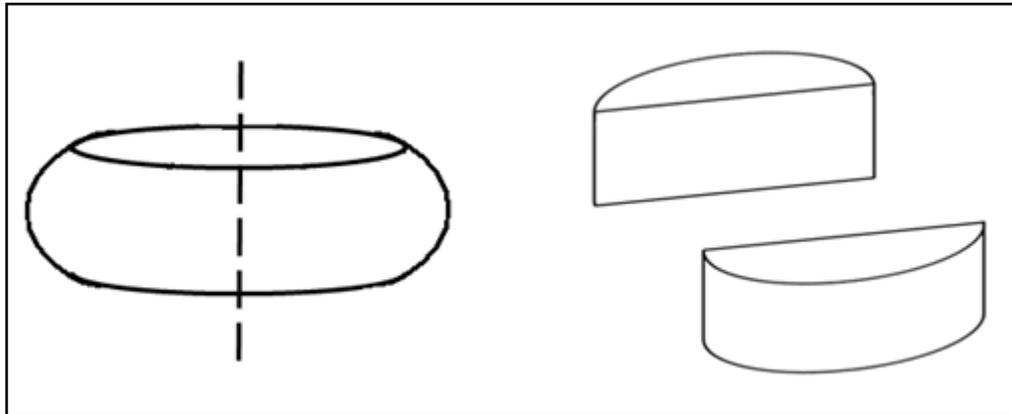


Figura 3-5. Corte radial de la probeta ensayada.



Figura 3-6. Cortadora (Accutom 50, Stuers) utilizada para los cortes de las probetas.
Universitat Politècnica de Catalunya.

3.2.2.2 Solubilizado

Se realizaron cuatro diferentes solubilizados donde se variaron los parámetros de tiempo y temperatura. Se obtuvo cuatro muestras con diferentes tratamientos térmicos, además de una muestra sin tratar térmicamente, para una misma condición de deformación (misma velocidad de deformación, temperatura de

deformación y porcentaje de deformación verdadera). La Tabla 3-3 muestra los diferentes solubilizados.

Tabla 3-3. Solubilizados realizados para la experimentación.

| Temperatura (°C) | Tiempo (h) | Enfriamiento |
|------------------|------------|--------------|
| 960 | 1 | AC |
| 1000 | 2 | AC |
| 960 | 1 | AC |
| 1000 | 2 | AC |

Para el tratamiento térmico las muestras se introdujeron en el horno en una base de refractario, la cual permitía que las probetas estuvieran separadas y así evitar que se confundieran. Primero se realizaron los solubilizados a 1000°C, se introdujeron al horno las probetas correspondientes al solubilizado de 1 y 2 horas. Se realizó el solubilizado y al cabo de una hora el horno se abrió para sacar las primeras muestras, Figura 3-7 (a), que correspondían al solubilizado de una hora, se cerró el horno rápidamente para evitar una caída fuerte en la temperatura. En el horno se quedaron el resto de las muestras y estas se sacaron una hora después para así completar las dos horas de solubilizado, Figura 3-7 (b). Se realizó el mismo procedimiento para los solubilizados de 1 y 2 horas a 960°C.

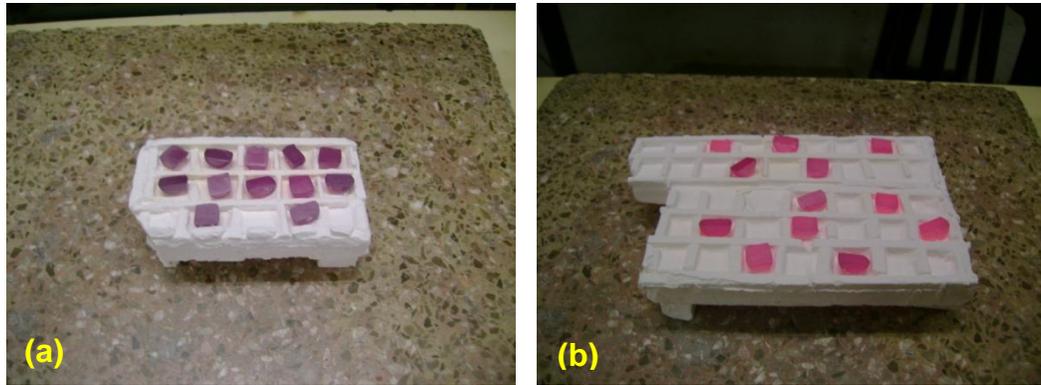


Figura 3-7. (a) Muestras solubilizadas a 1000 °C durante 1 hora. (b) Muestras solubilizadas a 1000 °C durante 2 horas.

3.2.2.3 *Envejecido*

Después de llevar a cabo el solubilizado a todas las muestras, se aplicó el tratamiento de envejecido, el cuál se llevo acabo de la siguiente manera: se calentaron las muestras a 720°C y se sostuvo esta temperatura durante ocho horas. Posteriormente, se disminuyó la temperatura hasta alcanzar 620°C (la velocidad de enfriamiento fue de 50°C por hora, el enfriamiento fue en el horno) y se mantuvo durante ocho horas. Finalmente, las muestras se sacaron del horno para que tuvieran un enfriamiento al aire (AC), Figura 3-8.



Figura 3-8. Muestras después de recibir un envejecido, enfriadas al aire.

Las condiciones de las muestras ensayadas y tratadas térmicamente, así como la nomenclatura de cada una de ellas, se presentan en la Tabla 3-4.

Tabla 3-4. Condiciones y nomenclatura de las muestras ensayadas y tratadas térmicamente.

| Temperatura de deformación (°C) | Ensayo de compresión (deformación verdadera) | Sistema de enfriamiento | Velocidad de deformación (s ⁻¹) | Tratamiento térmico (Envejecido: 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC) | Nomenclatura |
|---------------------------------|--|-------------------------|---|---|--------------|
| 1100 | 0.33 | SC | 10 ⁻¹ | Solubilizado 960 °C/2h/AC + Envejecido | v13 |
| | | | | Solubilizado 1000 °C/2h/AC + Envejecido | t13 |
| | | | | Solubilizado 960 °C/1h/AC + Envejecido | v1 |
| | | | | Solubilizado 1000 °C/1h/AC + Envejecido | t1 |
| | | | | Sin tratamiento térmico | S3-33 |
| | | | 10 ⁻² | Solubilizado 960 °C/2h/AC + Envejecido | v15 |
| | | | | Solubilizado 1000 °C/2h/AC + Envejecido | t15 |
| | | | | Solubilizado 960 °C/1h/AC + Envejecido | v3 |
| | | | | Solubilizado 1000 °C/1h/AC + Envejecido | t3 |
| | | | | Sin tratamiento térmico | S4-33 |
| | 0.8 | SC | 10 ⁻¹ | Solubilizado 960 °C/2h/AC + Envejecido | v14 |
| | | | | Solubilizado 1000 °C/2h/AC + Envejecido | t14 |
| | | | | Solubilizado 960 °C/1h/AC + Envejecido | v2 |
| | | | | Solubilizado 1000 °C/1h/AC + Envejecido | t2 |
| Sin tratamiento térmico | | | | S3-80 | |
| 10 ⁻² | | | Solubilizado 960 °C/2h/AC + Envejecido | v16 | |
| | | | Solubilizado 1000 °C/2h/AC + Envejecido | t16 | |
| | | | Solubilizado 960 °C/1h/AC + Envejecido | v4 | |
| | | | Solubilizado 1000 °C/1h/AC + Envejecido | t4 | |
| | | | Sin tratamiento térmico | S4-80 | |
| 1060 | 0.33 | SC | 10 ⁻¹ | Solubilizado 960 °C/2h/AC + Envejecido | v17 |
| | | | | Solubilizado 1000 °C/2h/AC + Envejecido | t17 |
| | | | | Solubilizado 960 °C/1h/AC + Envejecido | v5 |
| | | | | Solubilizado 1000 °C/1h/AC + Envejecido | t5 |
| | | | | Sin tratamiento térmico | S1-33 |
| | | | 10 ⁻² | Solubilizado 960 °C/2h/AC + Envejecido | v19 |
| | | | | Solubilizado 1000 °C/2h/AC + Envejecido | t19 |
| | | | | Solubilizado 960 °C/1h/AC + Envejecido | v7 |
| | | | | Solubilizado 1000 °C/1h/AC + Envejecido | t7 |
| | | | | Sin tratamiento térmico | S2-33 |

| | | | | | |
|------------------|------|----|---|---|-------|
| | 0.8 | SC | 10 ⁻¹ | Solubilizado 960 °C/2h/AC + Envejecido | v18 |
| | | | | Solubilizado 1000 °C/2h/AC + Envejecido | t18 |
| | | | | Solubilizado 960 °C/1h/AC + Envejecido | v6 |
| | | | | Solubilizado 1000 °C/1h/AC + Envejecido | t6 |
| | | | | Sin tratamiento térmico | S1-80 |
| | | | 10 ⁻² | Solubilizado 960 °C/2h/AC + Envejecido | v20 |
| | | | | Solubilizado 1000 °C/2h/AC + Envejecido | t20 |
| | | | | Solubilizado 960 °C/1h/AC + Envejecido | v8 |
| | | | | Solubilizado 1000 °C/1h/AC + Envejecido | t8 |
| | | | | Sin tratamiento térmico | S2-80 |
| 900 | 0.33 | SC | 10 ⁻¹ | Solubilizado 960 °C/2h/AC + Envejecido | v21 |
| | | | | Solubilizado 1000 °C/2h/AC + Envejecido | t21 |
| | | | | Solubilizado 960 °C/1h/AC + Envejecido | v9 |
| | | | | Solubilizado 1000 °C/1h/AC + Envejecido | t9 |
| | | | | Sin tratamiento térmico | S6-33 |
| | | | 10 ⁻² | Solubilizado 960 °C/2h/AC + Envejecido | v23 |
| | | | | Solubilizado 1000 °C/2h/AC + Envejecido | t23 |
| | | | | Solubilizado 960 °C/1h/AC + Envejecido | v11 |
| | | | | Solubilizado 1000 °C/1h/AC + Envejecido | t11 |
| | | | | Sin tratamiento térmico | S5-33 |
| | 0.8 | SC | 10 ⁻¹ | Solubilizado 960 °C/2h/AC + Envejecido | v22 |
| | | | | Solubilizado 1000 °C/2h/AC + Envejecido | t22 |
| | | | | Solubilizado 960 °C/1h/AC + Envejecido | v10 |
| | | | | Solubilizado 1000 °C/1h/AC + Envejecido | t10 |
| | | | | Sin tratamiento térmico | S6-80 |
| 10 ⁻² | | | Solubilizado 960 °C/2h/AC + Envejecido | v24 | |
| | | | Solubilizado 1000 °C/2h/AC + Envejecido | t24 | |
| | | | Solubilizado 960 °C/1h/AC + Envejecido | v12 | |
| | | | Solubilizado 1000 °C/1h/AC + Envejecido | t12 | |
| | | | Sin tratamiento térmico | S5-80 | |

Todos los tratamientos térmicos se realizaron en un horno tipo mufla (CRN 48, Hobersal) con una capacidad de temperatura máxima de 1450 °C. Para la validación de la temperatura se colocó un termopar externo en el centro del horno, donde estaban las muestras, Figura 3-9.



Figura 3-9. Horno tipo mufla. Termopar externo tipo K colocado en la parte central del interior del horno (inferior derecha). *Universitat Politècnica de Catalunya.*

3.3 Caracterización

Para el análisis y entendimiento de los efectos microestructurales, cambios de propiedades y formación de fases y precipitados en la aleación incoloy 909, causados por las deformaciones a diferentes condiciones y por los tratamientos térmicos, se utilizaron las siguientes técnicas de caracterización: microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido y ensayos de micro-dureza.

Las muestras fueron caracterizadas antes y después de ser deformadas, sin tratamiento térmico, y después de ser tratadas térmicamente con el fin de observar y analizar el efecto del tratamiento térmico sobre el material.

3.3.1 Preparación de muestras

Para analizar las muestras por microscopía óptica se montaron las piezas en baquelita negra. Se colocaron en la montadora (LaboPress-3, Struers), Figura 3-10 (a), y se agregó 30 gramos de baquelita negra. Se calentó hasta 180°C y

se mantuvo la temperatura durante 6 minutos comprimiendo a 35 kN, el tiempo de enfriamiento fue de 2 min. En la Figura 3-10 (b) se puede ver como quedan las muestras una vez montadas.

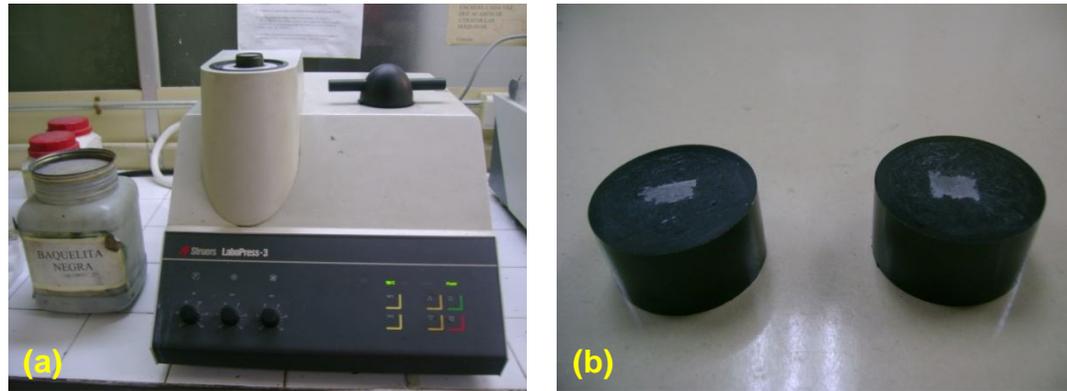


Figura 3-10. Montadora LaboPress-3, Struers. (a). Muestras montadas (b). *Universitat Politècnica de Catalunya.*

Las muestras se marcaron en la base y en la cara lateral para su identificación durante la caracterización, esto era determinante ya que cada muestra era única.

Después de montar las muestras se pasó a realizar el desbaste y pulido. Para las muestras sin tratamiento térmico, el desbaste fue llevado a cabo en una pulidora (LaboPol-1, Struers) utilizando lijas de carburo de silicio con número: 80, 120, 240, 400, 600, 800 y 1200. Para el pulido se utilizaron paños de microcloth con suspensiones de diamante de 9, 6, 3 y 1 micra además de sílica coloidal de 0.04 micras de abrasión.

El resto de las muestras fueron desbastadas y pulidas en una pulidora automática (RotoPol-11, Struers), Figura 3-11, con el fin de eficientizar el tiempo. La Tabla 3-5 muestra los parámetros utilizados para el desbaste y pulido de las muestras.

Todas las muestras fueron pulidas y posteriormente se realizó ataque químico a cada una de ellas.



Figura 3-11. Pulidora automática (RotoPol-11, Struers). *Universitat Politècnica de Catalunya.*

Tabla 3-5. Parámetros utilizados para el desbaste y pulido.

| Parámetros | Paso 1 | Paso 2 | Paso 3 | Paso 4 | Paso 5 |
|------------------|---------------------------------|-----------------------------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------------------------|
| Pulido | Lija de carburo de silicio # 80 | Lija de carburo de silicio # 1200 | Suspensión de diamante de 6 micras | Suspensión de diamante de 1 micras | Silica coloidal de 0.04 micras |
| Rotación (rpm) | 300 | 150 | 150 | 150 | 150 |
| Tiempo (minutos) | 1 | 5 | 5 | 5 | 10 |
| Fuerza (N) | 50 | 30 | 30 | 30 | 20 |
| Agua | Si | Si | No | No | Si |

3.3.2 Ataque químico

Una vez que todas las muestras ya estaban pulidas, el siguiente paso fue realizarles un ataque químico. El reactivo utilizado fue el Kalling's 2, el cual tenía como composición 5 ml de metanol (CH_3OH), 10 ml de ácido clorhídrico (HCl) y 5 gr de cloruro cúprico (CuCl_2).

El procedimiento para realizar el ataque químico fue el siguiente:

1. Preparación del reactivo
 - a. Se vertió en un vaso de precipitados 5 gramos de cloruro cúprico.
 - b. En el recipiente donde se tenía los 5 gramos de cloruro cúprico se vertieron 5 mililitros de metanol y se agitó un poco para lograr que el cloruro cúprico se disolviera en el metanol.
 - c. Después de tener el cloruro cúprico disuelto en el metanol se vertió el ácido clorhídrico y se volvió a agitar el reactivo para que quedara completamente homogenizado. Finalmente se obtiene el reactivo necesario para el ataque químico.
2. La muestra se sumergió en el reactivo preparado durante un tiempo aproximado de 20 segundos, Figura 3-12.

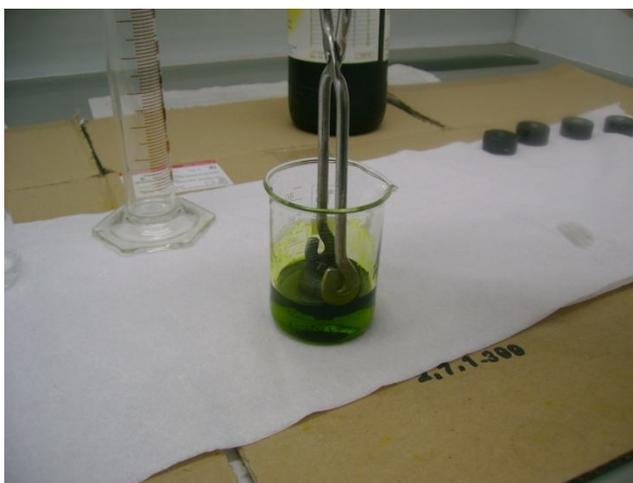


Figura 3-12. Muestra sumergida en el reactivo (Kalling's 2) durante 20 segundos.

3. Finalmente, se limpió la muestra con agua destilada y se secó con aire a presión. Se realizó lo mismo para cada una de las muestras. Cada cuatro muestras atacadas se preparaba un reactivo nuevo.

3.3.2.1 Microscopía óptica

Para poder determinar el tamaño y forma de grano de las muestras y la presencia de precipitados y otras fases presentes, fue necesario utilizar la técnica de microscopía óptica.

Por definición la microscopía trata de la visualización de las cosas muy pequeñas a través de un microscopio óptico que se sirve de la luz visible para crear una imagen con mayores aumentos. Generalmente está compuesto por dos sistemas de lentes, el objetivo y el ocular, montados en extremos opuestos de un tubo cerrado. El objetivo está compuesto de varias lentes que crean una imagen real aumentada del objeto examinado las cuales pueden conseguir aumentos por encima de las 2,000 veces con un poder resolutivo de $0.2 \mu\text{m}$, unas mil veces la del ojo humano. Las lentes de los microscopios están dispuestas de forma que el objetivo se encuentre en el punto focal del ocular. Cuando se mira a través del ocular se ve una imagen virtual aumentada de la imagen real. El aumento total del microscopio depende de las longitudes focales de los dos sistemas de lentes.

Para fines de este proyecto, se utilizó la técnica de campo claro. La luz pasa directamente y se aprecian detalles que estén naturalmente coloreados.

Para el análisis microestructural se utilizó el microscopio óptico (GX51, Olympus) y se obtuvieron imágenes a 50, 100, 200, 500 y 1000x, Figura 3-13.



Figura 3-13. Microscopio Óptico (GX51, Olympus), *Universitat Politècnica de Catalunya*.

Con las imágenes fue posible determinar el tamaño y forma de grano de las muestras, observar la presencia de algunos de los precipitados presentes y la formación de maclas en algunas de las muestras. El software analizador utilizado para determinar el tamaño de grano fue el Omnimet Enterprise, Buehler. Este software toma la distribución de los granos estudiados, después el programa calcula el área individual de cada grano, de ésta área el programa determina el diámetro de un círculo, el área del cual es igual al área del grano en cuestión, y finalmente se determina el diámetro medio de la muestra haciendo el promedio de todos los diámetros. También se obtiene el diámetro circular mínimo, máximo y la mediana de la muestra.

Para determinar el tamaño de grano tanto del material antes de ser deformado, como para las muestras deformadas sin tratamiento térmico se utilizó una plantilla de comparación acorde a la norma E 112-96 [46].

Las imágenes fueron comparadas para determinar las características entre las muestras debido a sus condiciones de deformación y sus tratamientos térmicos. Este análisis fue fundamental ya que determinó las muestras que se analizaron por microscopía electrónica de barrido.

3.3.3 Microscopía electrónica de barrido

Para las fases precipitadas se utilizó la microscopía electrónica de barrido (MEB). El MEB consiste principalmente en enviar un haz de electrones sobre la muestra y mediante un detector apropiado registrar el resultado de esta interacción. A medida que el haz de electrones barre la muestra, se presenta toda la imagen de la misma en la pantalla. Las imágenes que se obtienen en el microscopio electrónico de barrido corresponden a electrones secundarios o electrones retrodispersados emitidos tras la interacción con la muestra de un haz incidente de entre 5 y 30 keV.

Para este estudio se utilizaron las técnicas de electrones retrodispersados (ER), electrones secundarios (ES) y espectroscopia por dispersión de energía de rayos X (EDX).

Electrones Secundarios: son electrones de baja energía (decenas de eV) que resultan de la emisión por parte de los átomos constituyentes de la muestra (los más cercanos a la superficie) debido a la colisión con el haz incidente. Con la técnica de electrones secundarios se obtiene una imagen de la muestra con apariencia tridimensional.

Electrones retrodispersados: son electrones del haz incidente que han interactuado (colisionado) con los átomos de la muestra y han sido reflejados. La intensidad de ambas emisiones varía en función del ángulo que forma el haz incidente con la superficie del material, es decir depende de la topografía de la muestra. La intensidad de emisión de los electrones retrodispersados depende del número atómico medio de los átomos de la muestra, así los átomos más pesados producen mayor cantidad de electrones retrodispersados. Una imagen originada por los electrones retrodispersados revela diferencias en la composición química por diferencias de contraste.

EDX: Cuando la luz de los electrones interacciona con la superficie, estos excitan los electrones de la superficie que saltan a estados energéticos superiores. Estos al relajarse, emiten una radiación electromagnética que es propia de cada elemento. Cuando se representa la intensidad de esta radiación electromagnética frente a su energía se obtiene un espectro de rayos X, constituido por una serie de picos, designados como líneas, de intensidad variable. Cada pico del espectro representa la energía de transición para cada átomo determinado. Es posible cuantificar estos átomos de una manera aproximada.

Las muestras deben estar exentas de líquidos y además ser conductoras. Por lo cual se secan antes de introducirlas en el microscopio, de otro modo la baja presión en el mismo causaría que el agua (y otros líquidos volátiles) se evapore saliendo violentamente del espécimen y alterando la estructura del mismo. Cuando la muestra no es conductora, se carga durante la irradiación por una acumulación de carga que desvía el haz electrónico y como consecuencia de ello aparecen distorsiones en la imagen, por lo tanto, es necesario recubrir la muestra con una película conductora de espesor comprendido entre 10 y 25 nm, utilizando las técnicas de evaporación térmica (para recubrimiento con carbón) y recubrimiento por sputtering (para recubrimiento con oro).

Para fines de este proyecto, solo algunas de las muestras fueron analizadas por MEB. Se analizaron muestras a diferentes condiciones, estas fueron seleccionadas en base a lo observado en el análisis previo, por microscopía óptica. La Tabla 3-6 presenta las muestras que se analizaron por MEB.

Tabla 3-6. Muestras analizadas por MEB.

| Deformación (%) | Temperatura de deformación (°C) | Velocidad de deformación (s ⁻¹) | Tratamiento térmico | Muestra | Técnica utilizada | | |
|-----------------|---------------------------------|---|---------------------|---------|-------------------|----|-----|
| | | | | | ER | ES | EDX |
| 33 | 1100 | 10 ⁻² | TT3 | v15 | ✓ | ✓ | |
| | 1100 | 10 ⁻² | TT4 | t15 | ✓ | ✓ | |
| | 1100 | 10 ⁻² | TT1 | v3 | ✓ | ✓ | |
| | 1100 | 10 ⁻² | TT2 | t3 | ✓ | ✓ | |
| | 1060 | 10 ⁻² | TT3 | v19 | ✓ | ✓ | |
| | 1060 | 10 ⁻² | TT4 | t19 | ✓ | ✓ | |
| | 1060 | 10 ⁻² | TT1 | v7 | ✓ | ✓ | |
| | 1060 | 10 ⁻² | TT2 | t7 | ✓ | ✓ | |
| | 900 | 10 ⁻² | TT3 | v23 | ✓ | ✓ | |
| | 900 | 10 ⁻² | TT4 | t23 | ✓ | ✓ | ✓ |
| | 900 | 10 ⁻² | TT1 | v11 | ✓ | ✓ | |
| 80 | 900 | 10 ⁻² | TT2 | t11 | ✓ | ✓ | |
| | 1100 | 10 ⁻² | TT3 | v16 | ✓ | ✓ | |
| | 1100 | 10 ⁻² | TT4 | t16 | ✓ | ✓ | |
| | 1060 | 10 ⁻² | TT3 | v20 | ✓ | ✓ | |
| | 1060 | 10 ⁻² | TT4 | t20 | ✓ | ✓ | |
| | 900 | 10 ⁻² | TT3 | v24 | ✓ | ✓ | |
| | 900 | 10 ⁻² | TT4 | t24 | ✓ | ✓ | ✓ |

TT1: Solubilizado 960 °C/1h/AC + Envejecido 720 C/8h/FC + 620 °C/8h/AC

TT2: Solubilizado 1000 °C/1h/AC + Envejecido 720 C/8h/FC + 620 °C/8h/AC

TT3: Solubilizado 960 °C/2h/AC + Envejecido 720 C/8h/FC + 620 °C/8h/AC

TT4: Solubilizado 1000 °C/2h/AC + Envejecido 720 C/8h/FC + 620 °C/8h/AC

Se tomaron imágenes a diferentes aumentos. El haz que tuvo interacción con la muestra era de 20 keV. Para el análisis por MEB el equipo utilizado fue un Jeol modelo JSM-6400. Para el análisis por EDX se utilizó un Oxford modelo 6699, Figura 3-14.



Figura 3-14. SEM (JSM-6400, Jeol), EDX (6699, Oxford). *Universitat Politècnica de Catalunya.*

3.3.4 Microdureza

Para la determinación de las propiedades del material se realizaron ensayos de dureza (Vickers). En este ensayo un penetrador de diamante muy pequeño y de geometría piramidal es forzado en la superficie de la muestra. Las cargas aplicadas están comprendidas entre 1 y 1000 gramos. La marca resultante se observa al microscopio y se mide; esta medida es entonces convertida en un número de dureza. Es necesario que la superficie de la muestra haya sido preparada cuidadosamente (mediante desbaste y pulido) para poder asegurar una huella que pueda ser medida con exactitud. La dureza Vickers se designa HV. Esta técnica se considera como ensayo de microdureza debido a la magnitud de la carga y el tamaño del indentador. Además es muy conveniente para la medida de la dureza de pequeñas regiones seleccionadas en la superficie de la muestra.

Para los ensayos de microdureza Vickers, correspondientes a este proyecto, se realizaron 5 indentaciones por muestra. Al microdurómetro (MVK-H0, Akashi), se le aplicó una carga de 50 gramos por un tiempo de 15 segundos, Figura 3-15.



Figura 3-15. Microdurómetro (MVK-H0, Akashi). Universitat Politècnica de Catalunya

4 RESULTADOS Y DISCUSIONES

En el presente Capítulo se mostrarán los resultados obtenidos de la experimentación descrita en el Capítulo anterior. Los resultados serán divididos en: ensayos de compresión en caliente, caracterización microestructural y ensayos de microdureza.

4.1 Ensayos de compresión en caliente

Se realizaron un total de 42 ensayos de compresión en caliente, en el que se variaron el porcentaje de deformación, la temperatura de deformación y la velocidad de deformación, punto 3.2.1.

En los ensayos de compresión a 900°C con 0.8 de deformación y una velocidad de deformación 10^{-1} s^{-1} , Figura 4-1 a 4-3, se obtuvo un esfuerzo máximo de 368 MPa. Para las mismas condiciones pero a 1060 y 1100°C se obtuvo un esfuerzo máximo de 159 y 139 MPa respectivamente.

En los ensayos de compresión a 900°C con 0.8 de deformación y una velocidad de deformación 10^{-2} s^{-1} , Figura 4-1 a 4-3, se obtuvo un esfuerzo máximo de 277 MPa. Para las mismas condiciones pero a 1060 y 1100°C se obtuvo un esfuerzo máximo de 109 y 84 MPa respectivamente.

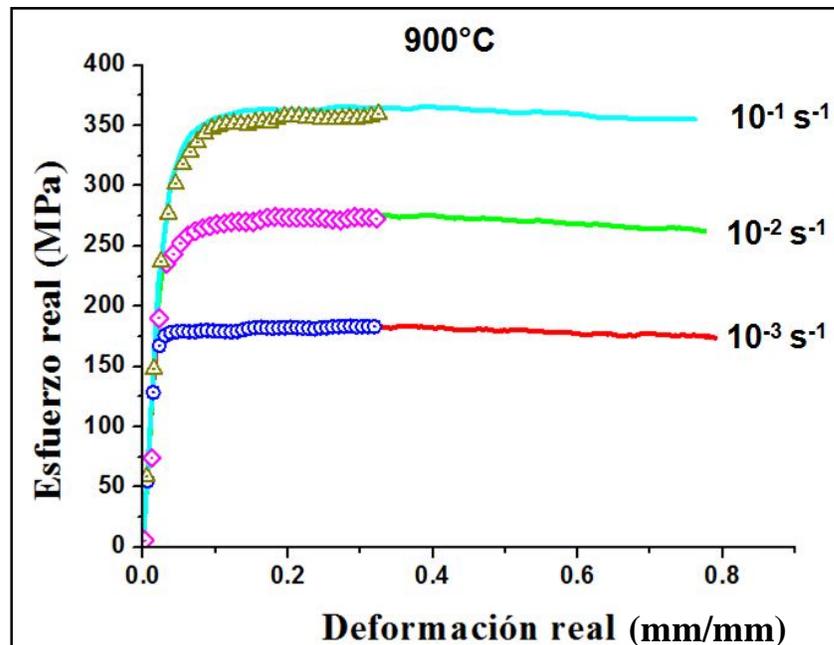


Figura 4-1. Ensayos de compresión en caliente a 900°C a velocidades de deformación de $10^{-1} s^{-1}$, $10^{-2} s^{-1}$ y $10^{-3} s^{-1}$ con deformación de 0.8 (líneas sólidas) y 0.33 (figuras geométricas).

En los ensayos de compresión a 900°C con 0.8 de deformación y una velocidad de deformación $10^{-3} s^{-1}$, Figura 4-1 a 4-3, se obtuvo un esfuerzo máximo de 185 MPa. Para las mismas condiciones pero a 1060 y 1100°C se obtuvo un esfuerzo máximo de 66 y 52 MPa respectivamente.

Para los ensayos realizados a una deformación de 0.33 se obtuvo un comportamiento similar para las condiciones antes mencionadas.

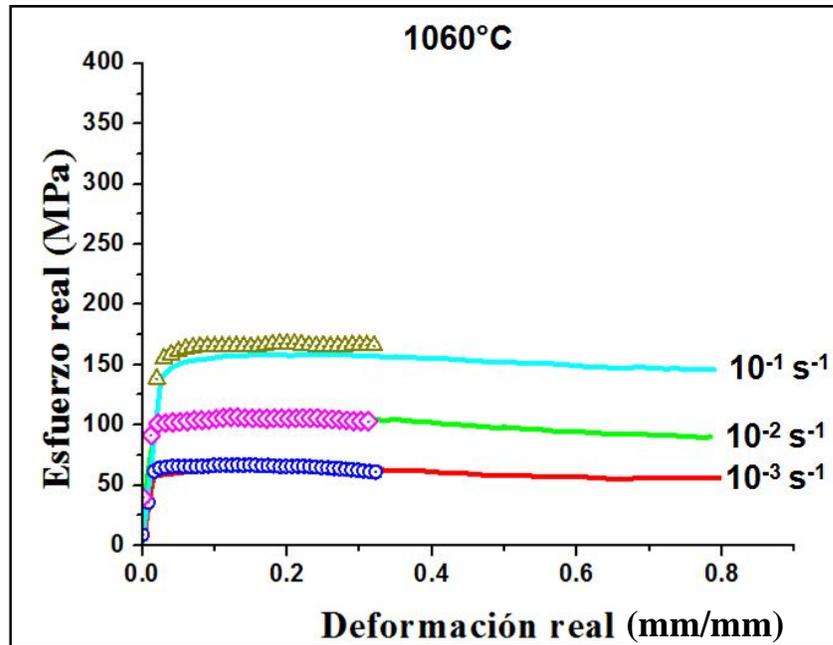


Figura 4-2. Ensayos de compresión en caliente a 1060°C a velocidades de deformación de 10^{-1} s^{-1} , 10^{-2} s^{-1} y 10^{-3} s^{-1} con deformaciones de 0.8 (líneas sólidas) y 0.33 (figuras geométricas).

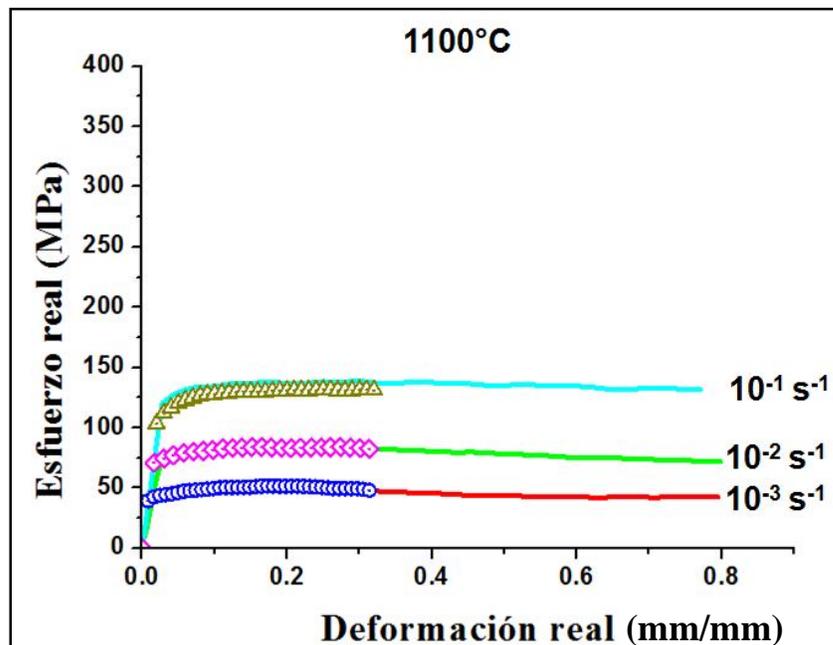


Figura 4-3. Ensayos de compresión en caliente a 1100°C a velocidades de deformación de 10^{-1} s^{-1} , 10^{-2} s^{-1} y 10^{-3} s^{-1} con deformaciones de 0.8 (líneas sólidas) y 0.33 (figuras geométricas).

En los ensayos con 0.8 de deformación a velocidades de deformación de 10^{-1} y 10^{-2} s^{-1} y una temperatura de 900°C se requiere, aproximadamente, 2.5 veces más esfuerzo que en ensayos realizados a las mismas velocidad pero a 1060 y 1100°C , Figura 4-4 y 4.5.

Para condiciones de 0.8 de deformación a una velocidad de 10^{-3} s^{-1} y una temperatura de 900°C se requiere alrededor de 3 veces más esfuerzo que en ensayos realizados a la misma velocidad pero a 1060 y 1100°C , Figura 4-6.

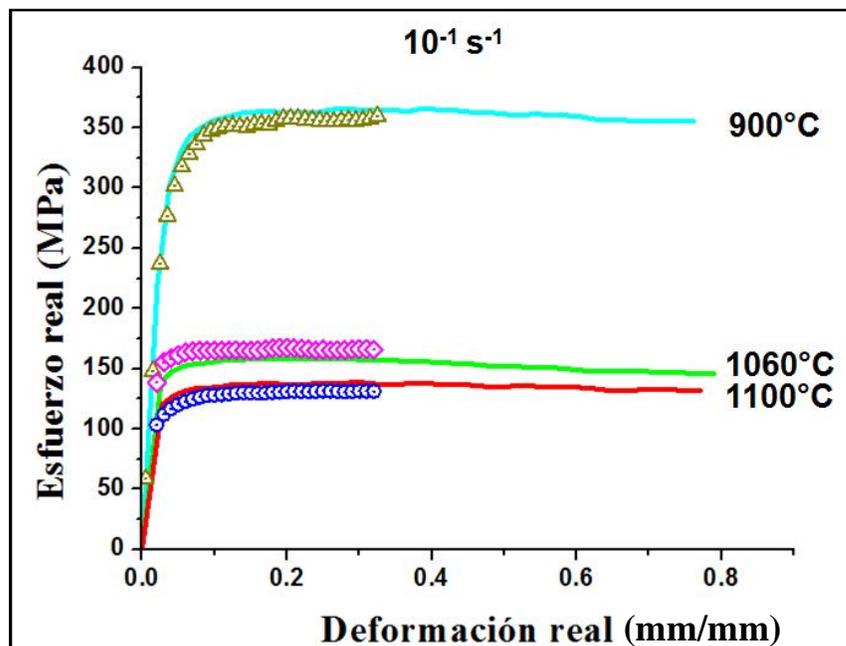


Figura 4-4. Ensayos de compresión en caliente a 900 , 1060 y 1100°C a 10^{-1} s^{-1} con deformaciones de 0.8 (líneas sólidas) y 0.33 (figuras geométricas).

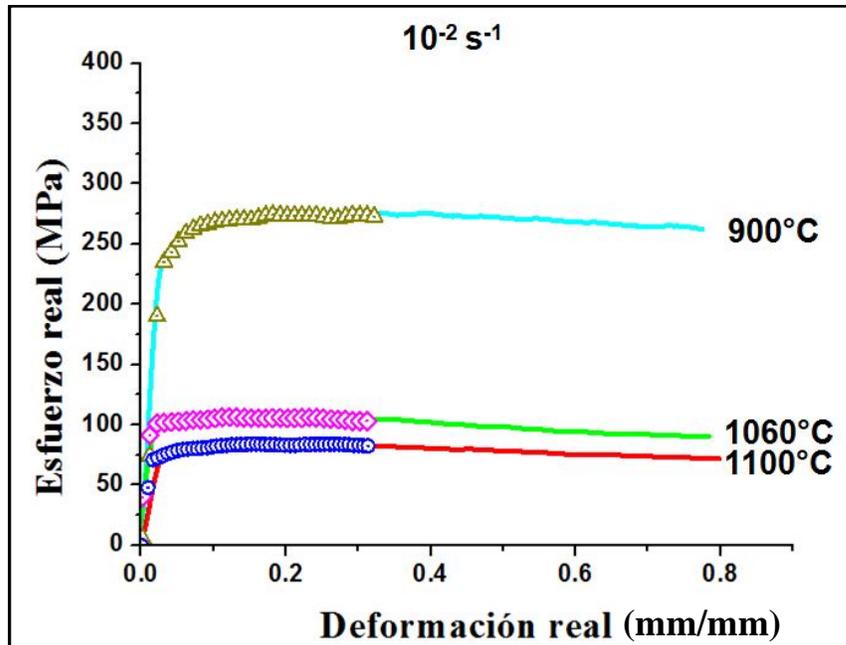


Figura 4-5. Ensayos de compresión en caliente a 900, 1060 y 1100°C a 10^{-2} s^{-1} con deformaciones de 0.8 (líneas sólidas) y 0.33 (figuras geométricas).

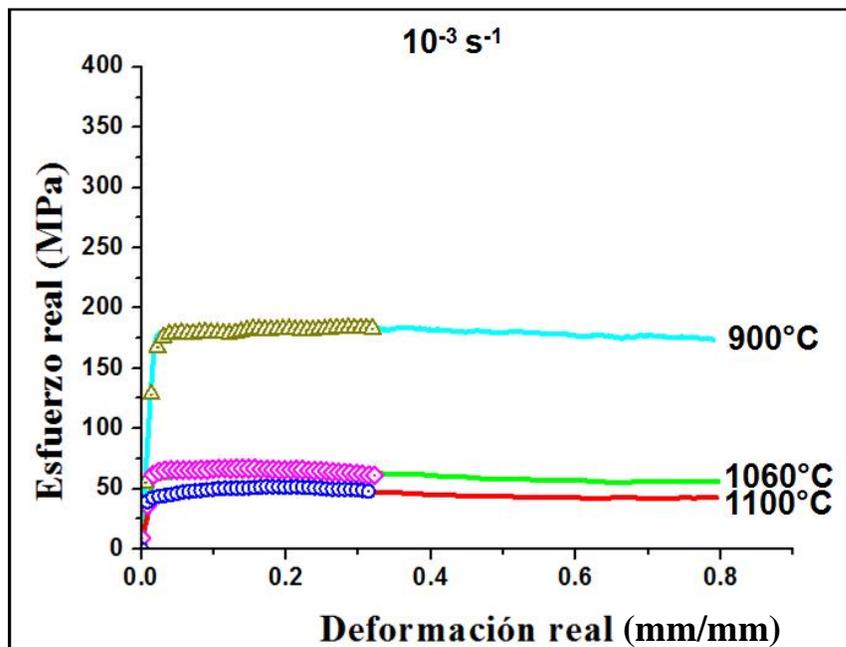


Figura 4-6. Ensayos de compresión en caliente a 900, 1060 y 1100°C a 10^{-3} s^{-1} con deformaciones de 0.8 (líneas sólidas) y 0.33 (figuras geométricas).

Los valores de tensión máxima, así como la sensibilidad a la velocidad de deformación (n), calculado a esfuerzo máximo, se muestran en la Tabla 4-1. Se

observó que la sensibilidad a la velocidad de deformación depende fuertemente de la temperatura, Figura 4-7.

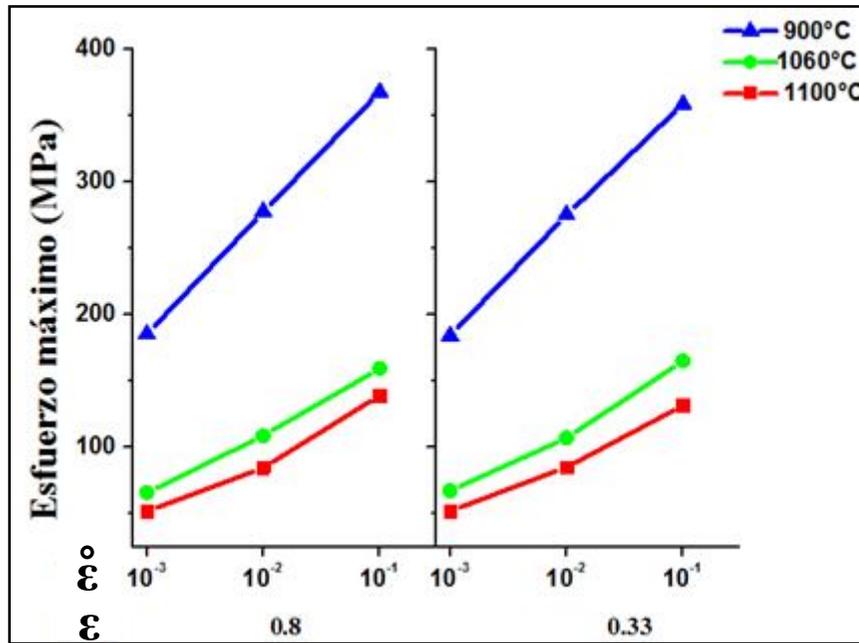


Figura 4-7. Esfuerzo máximo vs deformación real, DR (mm/mm), velocidad de deformación, VD (s⁻¹).

Tabla 4-1. Esfuerzo máximo y sensibilidad a la velocidad de deformación (n) para las distintas condiciones de deformación.

| Velocidad de deformación (s-1) | Temperatura (°C) | Deformación real: 0.8 | | Deformación real: 0.33 | |
|--------------------------------|------------------|-----------------------|-------|------------------------|-------|
| | | Esfuerzo máximo (Mpa) | n | Esfuerzo máximo (Mpa) | n |
| 10 ⁻³ | 1100 | 52 | 0.215 | 52 | 0.202 |
| 10 ⁻² | 1100 | 84 | | 85 | |
| 10 ⁻¹ | 1100 | 139 | | 132 | |
| 10 ⁻³ | 1060 | 66 | 0.192 | 67 | 0.196 |
| 10 ⁻² | 1060 | 109 | | 107 | |
| 10 ⁻¹ | 1060 | 159 | | 165 | |
| 10 ⁻³ | 900 | 185 | 0.149 | 184 | 0.145 |
| 10 ⁻² | 900 | 277 | | 275 | |
| 10 ⁻¹ | 900 | 368 | | 359 | |

Los ensayos de compresión realizados a las diferentes condiciones de temperatura y velocidad de deformación (Figura 4-1 aFigura 4-6) indican que el esfuerzo requerido para realizar la deformación aumenta debido al incremento en la velocidad de deformación y la disminución de la temperatura, además se observó que las curvas de deformación tienen un comportamiento de pico simple esto debido a que el Incoloy 909 tiene baja energía de falla de apilamiento. Este mismo efecto se obtuvo para un Inconel 718 deformado a las mismas condiciones de temperatura y velocidad de deformación [47].

4.2 Caracterización microestructural

Se obtuvo el tamaño de grano del material base, antes de las deformaciones, en tres zonas diferentes de la barra cilíndrica: A (exterior), B (intermedia) y C (centro), ver punto 3.1. El tamaño de grano fue ASTM 4, aprox. $89.8 \mu\text{m}$, (según estándar ASTM E 112-96 [46]) para la zona A y C y ASTM 3.5, aprox. 106.8 , para la zona B, Figura 4-8.

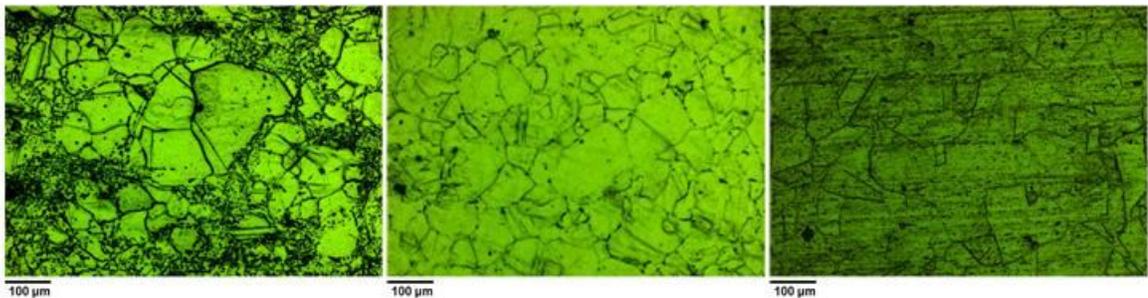


Figura 4-8. Material base. (a) zona A, exterior. (b) zona B, intermedia. (c) zona C, centro.

Se observó la forma y tamaño de grano de las muestras a las cuales se les varió los parámetros de deformación (porcentaje de deformación, velocidad de deformación y temperatura), así como el tratamiento térmico. El tratamiento térmico constó de un solubilizado en el que se varió el tiempo y temperatura y un tratamiento de envejecido, el cual fue el mismo para todas las muestras tratadas térmicamente, punto 3.2.2.2 y 3.2.2.3.

4.2.1 Análisis microestructural en muestras deformadas a 0.8

Las muestras deformadas a 1100°C con una velocidad de deformación de 10^{-1} s^{-1} , presentaron un tamaño de grano de 30 a 36.5 μm (ASTM 7.5-7.0) para los distintos tratamientos de solubilizado. Las muestras deformadas a esta misma temperatura con una velocidad de deformación de 10^{-2} s^{-1} con tratamiento de solubilizado de 1 hora a 960°C para una muestra y 1 hora a 1000°C para otra, mostraron un tamaño de grano de 39.1 y 40.9 μm (ASTM 6.5), respectivamente. A estas mismas condiciones de deformación (1100°C y 10^{-2} s^{-1}), para los tratamientos de solubilizado de 2 horas a 960°C y 2 horas a 1000°C se obtuvo un tamaño de grano de 74.5 y 63.3 μm (ASTM 5), Tabla 4-2.

En las muestras deformadas a 1060°C, a diferentes condiciones se obtuvo una variación en el tamaño de grano entre 25.5 y 41.5 μm (ASTM entre 8 y 6.5 ASTM). Para esta temperatura de deformación, la condición de velocidad de deformación de 10^{-1} s^{-1} con un tratamiento de solubilizado de 1 hora a 1000°C fue la que presentó el tamaño de grano más pequeño, 25.9 μm (ASTM 8). El tamaño de grano más grande, 41.5 μm (ASTM 6.5), se obtuvo en la muestra con una velocidad de deformación de 10^{-2} s^{-1} con un tratamiento de solubilizado de 2 horas a 960°C, Tabla 4-2.

Las muestras deformadas a 900°C a velocidades de deformación de 10^{-1} y 10^{-2} s^{-1} , respectivamente, con tratamiento de solubilizado a 960°C, tanto de 1 como de 2 horas, presentaron una morfología de granos deformados. A esta misma temperatura de deformación a velocidades de deformación de 10^{-1} y 10^{-2} s^{-1} , respectivamente, para los tratamientos de solubilizado de 1 hora a 1000°C y 2 horas a 1000°C, se obtuvo en las muestras un tamaño de grano entre 15.7 y 19.8 μm (ASTM 9.5-8.5), mostrando una morfología anormal (morfología y tamaño de grano irregular). A esta temperatura de deformación (900°C) se encontró el tamaño de grano más pequeño, Tabla 4-2.

Tabla 4-2. Tamaño de grano y morfología de las muestras con 0.8 de deformación. Todas las muestras tratadas recibieron un envejecido (720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC).

| Condiciones de deformación | | Solubilizado | | Tamaño de grano | | Morfología del grano | |
|----------------------------|------------------------------|-------------------------|------------------|-----------------|--------------|----------------------|-----|
| Temperatura (°C) | Velocidad (s ⁻¹) | Tiempo (h) | Temperatura (°C) | mm | ASTM E112-96 | | |
| 1100 | 10 ⁻¹ | 1 | 960 | 30.4 | 7.5 | E | |
| | | | 1000 | 36.6 | 7.0 | E | |
| | | 2 | 960 | 33.3 | 7.0 | E | |
| | | | 1000 | 33.6 | 7.0 | E | |
| | | Sin tratamiento térmico | | | | 6.5 | E |
| | | 10 ⁻² | 1 | 960 | 39.1 | 6.5 | E |
| | 1000 | | | 40.9 | 6.5 | E | |
| | 2 | | 960 | 74.5 | 5.0 | E | |
| | | | 1000 | 63.3 | 5.0 | E | |
| | Sin tratamiento térmico | | | | 5.0 | E | |
| | 1060 | | 10 ⁻¹ | 1 | 960 | 30.2 | 7.5 |
| | | 1000 | | | 25.9 | 8.0 | E |
| 2 | | 960 | | 40.4 | 6.5 | E | |
| | | 1000 | | 31.3 | 7.5 | E | |
| Sin tratamiento térmico | | | | | 5.5 | E | |
| 10 ⁻² | | 1 | | 960 | 27.1 | 7.5 | E |
| | | | 1000 | 28.3 | 7.5 | E | |
| | | 2 | 960 | 41.5 | 6.5 | E | |
| | | | 1000 | 38.8 | 6.5 | E | |
| | | Sin tratamiento térmico | | | | 5.5 | A |
| | | 900 | 10 ⁻¹ | 1 | 960 | ND | |
| 1000 | | | | | 15.7 | 9.5 | A |
| 2 | 960 | | | ND | | D | |
| | 1000 | | | 17.7 | 9.0 | A | |
| Sin tratamiento térmico | | | | | | 6.5 | A |
| 10 ⁻² | 1 | | | 960 | ND | | D |
| | | | 1000 | 18.3 | 9.0 | A | |
| | 2 | | 960 | ND | | D | |
| | | | 1000 | 19.8 | 8.5 | A | |
| | Sin tratamiento térmico | | | | ND | D | |

ND: No determinado

E: Equiaxial

D: Deformado

A: Anormal

Las muestras deformadas a 1100 y 1060°C, para las distintas condiciones con tratamiento térmico, presentaron granos con morfología equiaxial, Tabla 4-2.

El tamaño de grano aumentó considerablemente en las muestras deformadas a 1100°C a una velocidad de deformación de 10^{-2} s^{-1} al incrementar el tiempo en ambas temperaturas de solubilizado (960° y 1000°C). El tamaño de grano aumentó de alrededor de 40 μm (ASTM 6.5) a un rango entre 74 y 63 μm (ASTM 5), aproximadamente 77%. Para las muestras deformadas a 1060°C, bajo las mismas condiciones anteriormente descritas, se obtuvo el mismo efecto pero el aumento en el tamaño de grano fue en menor proporción, aproximadamente 45%. En este caso el tamaño de grano cambió de alrededor de 28 μm (ASTM 7.5) a aproximadamente 40 μm (ASTM 6.5), Figura 4-9.

Para las muestras deformadas a 1100°C a una velocidad de 10^{-1} s^{-1} , se obtuvo un tamaño de grano similar para los diferentes tratamientos de solubilizado, el tamaño de grano vario de 30 a 36.5 μm (ASTM 7), Figura 4-9.

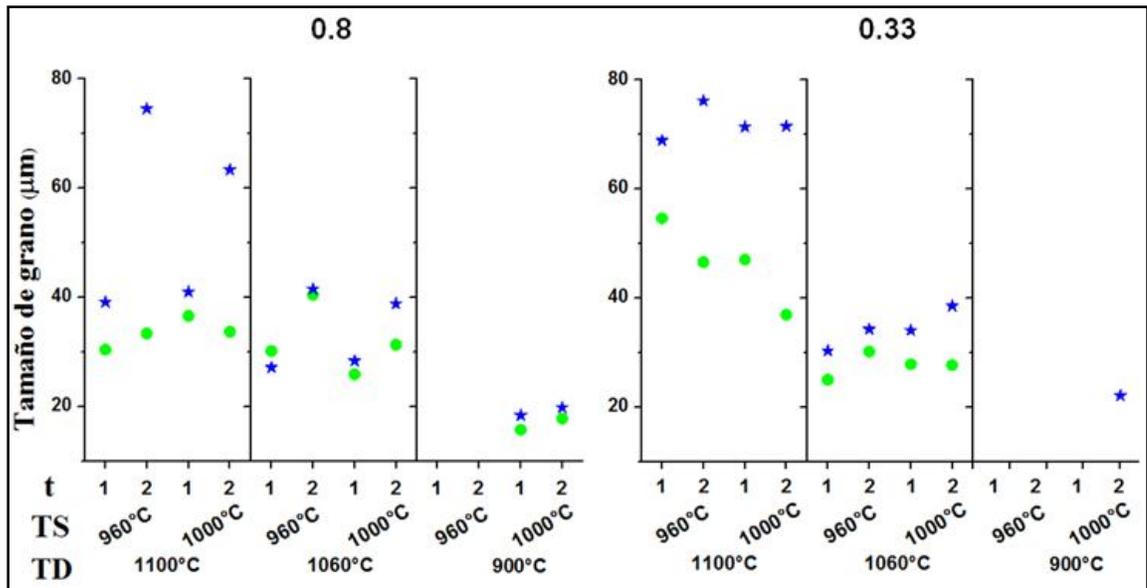


Figura 4-9. Tamaño de grano vs temperatura de deformación, TD; temperatura de solubilizado, TS y tiempo de solubilizado, t. Muestras con deformación de 0.8 y 0.33.

Velocidad de 10^{-2} s^{-1} ★ y de 10^{-1} s^{-1} ●.

A una temperatura de deformación de 900°C y velocidades de 10^{-1} y 10^{-2} s⁻¹, respectivamente, las muestras con tratamientos de solubilizado de 1 hora a 1000°C y 2 horas a 1000°C, mantienen un tamaño de grano similar, de 15.7 a 19.8 μm (ASTM 9.), Figura 4-9.

Se pudo observar el comportamiento de la microestructura a diferentes condiciones de deformación y tratamiento térmico. Todas las muestras deformadas a 1100 y 1060°C (Figura 4-10 y Figura 4-11) exhibieron una morfología de tipo equiaxial. No así para las deformadas a 900°C, las cuales mostraron una morfología de granos deformados y anormales dependiendo de las condiciones de deformación y tratamiento térmico (Figura 4-12).

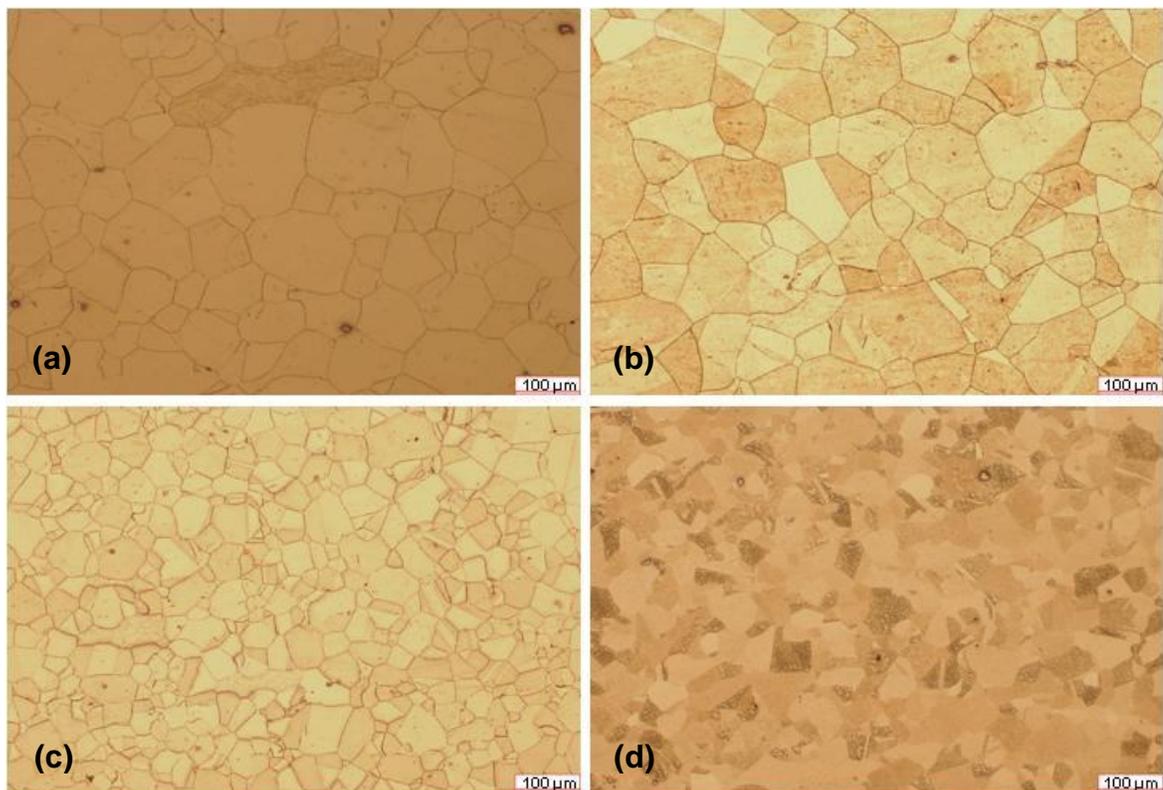


Figura 4-10. Muestras deformadas 0.8 a 1100°C. (a) velocidad de 10^{-2} s⁻¹, solubilizado 2 h a 960°C *. (b) velocidad de 10^{-2} s⁻¹, solubilizado 2 h a 1000°C *. (c) velocidad de 10^{-1} s⁻¹, solubilizado 1 h a 1000°C *. (d) velocidad de 10^{-1} s⁻¹, sin tratamiento térmico. *Envejecido: 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.

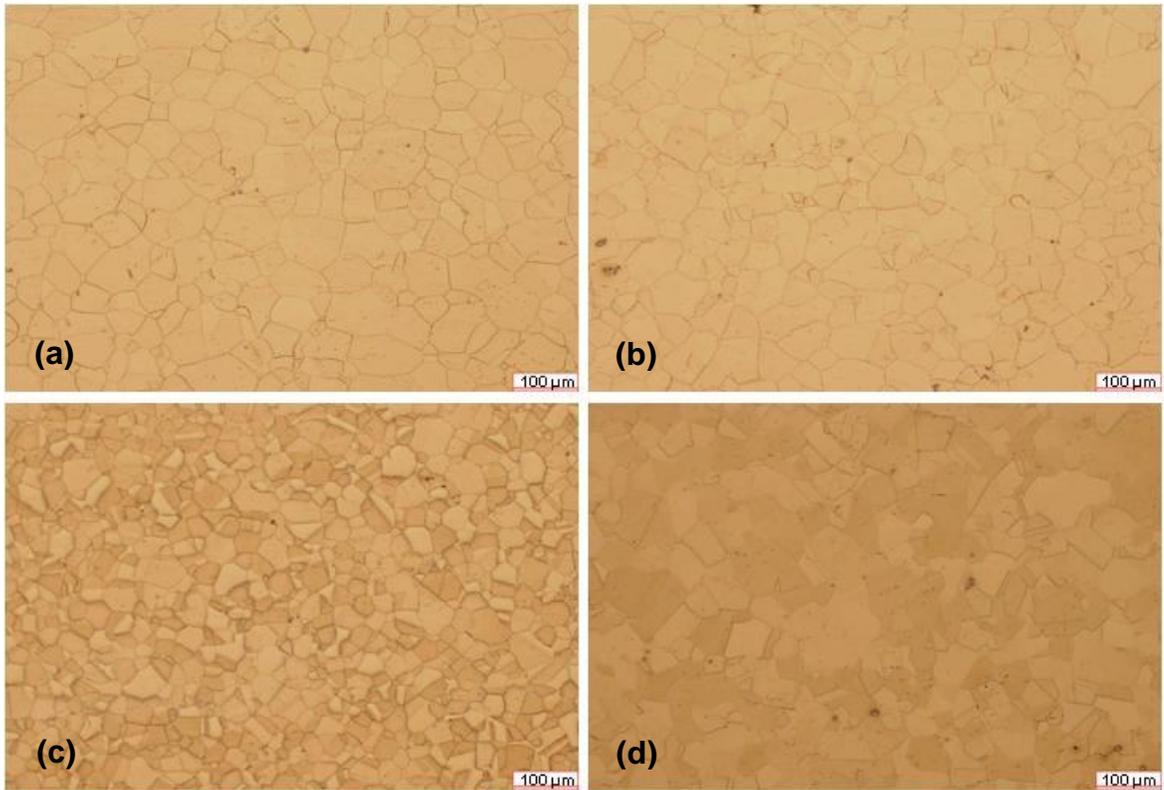


Figura 4-11. Muestras deformadas 0.8 a 1060°C. (a) velocidad de 10^{-2} s^{-1} , solubilizado 2 h a 960°C *. (b) velocidad de 10^{-2} s^{-1} , solubilizado 2 h a 1000°C *. (c) velocidad de 10^{-1} s^{-1} , solubilizado 1 h a 1000°C *. (d) velocidad de 10^{-1} s^{-1} , sin tratamiento térmico. *Envejecido: 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.

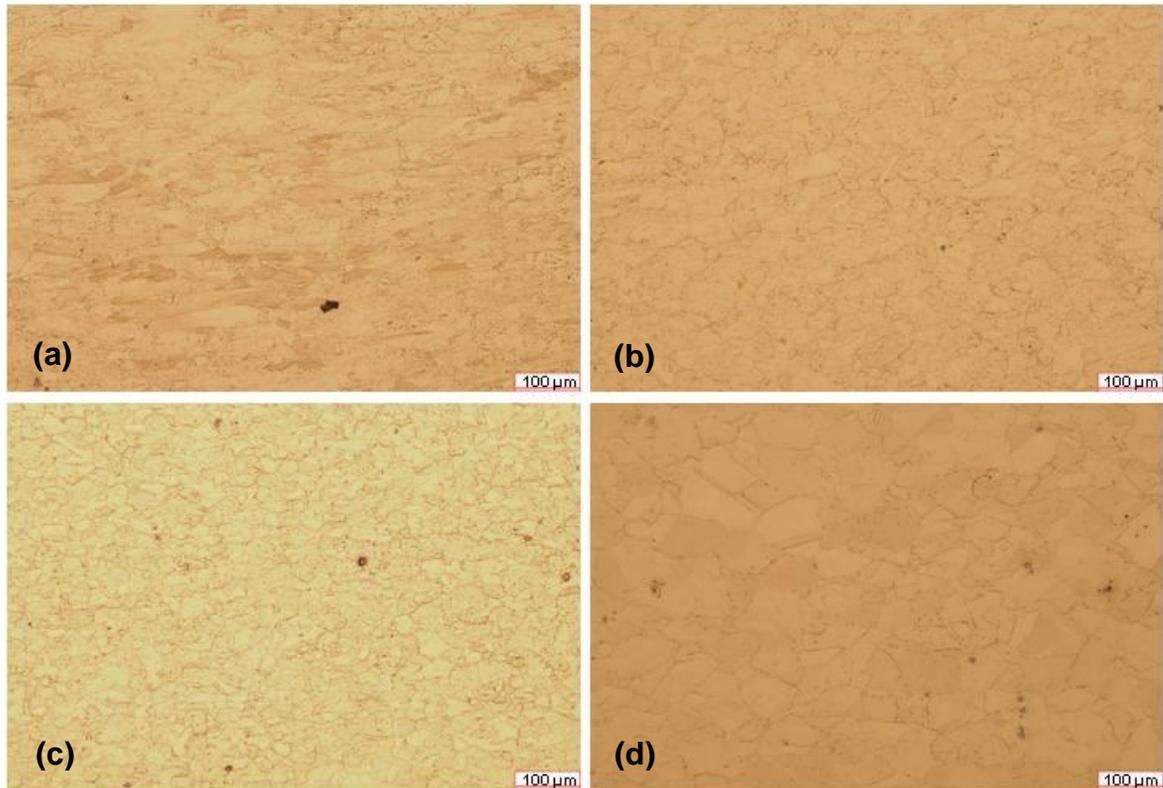


Figura 4-12. Muestras deformadas 0.8 a 900°C. (a) velocidad de 10^{-2} s^{-1} , solubilizado 2 h a 960°C *. (b) velocidad de 10^{-2} s^{-1} , solubilizado 2 h a 1000°C *. (c) velocidad de 10^{-1} s^{-1} , solubilizado 1 h a 1000°C *. (d) velocidad de 10^{-1} s^{-1} , sin tratamiento térmico. *Envejecido: 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.

En las muestras deformadas 0.8, el tamaño de grano disminuyó después de la deformación (temperaturas de deformación 1100, 1060 y 900°C), esto debido a que durante el proceso de recristalización dinámica los límites de grano actúan como sitios preferenciales de nucleación formando nuevos granos y resultando en una microestructura más fina [48]. El tratamiento térmico fue otro factor que ayudó a la disminución del tamaño de grano, se observó que las muestras tratadas obtuvieron un tamaño de grano menor a las que no fueron tratadas, esto pudo ser debido a la formación de precipitados situados en la frontera de grano. Además, se observó que para las muestras tratadas, el aumento en la velocidad de deformación favoreció la disminución del tamaño de grano. La formación de nuevas fases y precipitados se confirmó por los valores de dureza obtenidos en las muestras después del tratamiento térmico.

Se observó mediante MEB, con la técnica de electrones secundarios, la presencia de diferentes precipitados. También se cree que la fase presente es la fase épsilon (ϵ), esto debido a su morfología laminar (tipo Widmanstätten), de acuerdo a los estudios realizados por Kusabiraki [21]. Esto se observó en muestras a diferentes condiciones de deformación y tratamiento térmico. En la Figura 4-13 se observa la presencia de la fase ϵ , precipitados situados en la frontera de grano y precipitados intragranulares (poca presencia) para muestras deformadas a 1100°C a una velocidad de 10^{-2} s^{-1} con tratamiento de solubilizado de 2 horas a 960 y 1000°C, respectivamente. La Figura 4-14 presenta muestras a estas mismas condiciones de deformación y tratamiento térmico pero a una temperatura de deformación de 1060°C.

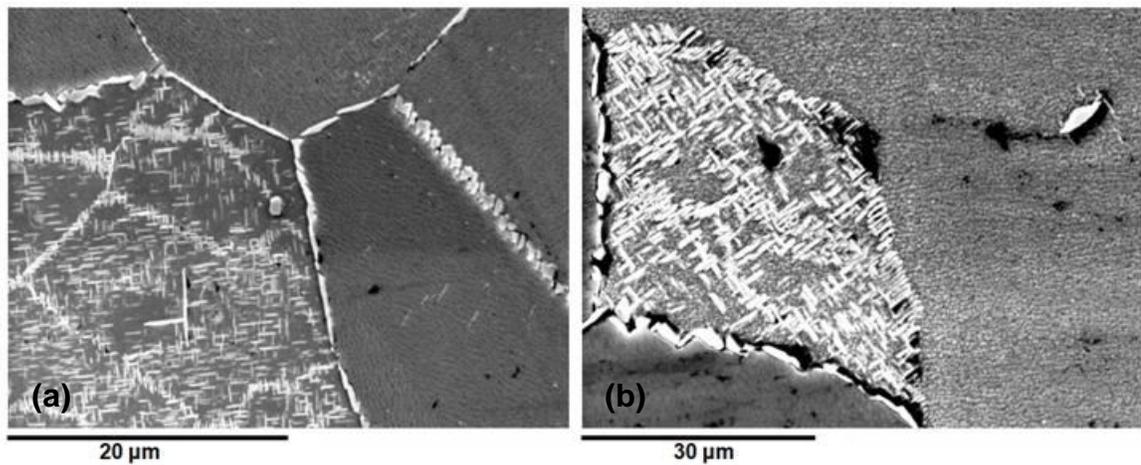


Figura 4-13. Fase ϵ en forma laminar. Muestras deformadas 0.8 a 1100°C y velocidad de 10^{-2} s^{-1} . (a) solubilizado 2 h a 960°C*. (b) solubilizado 2 h a 1000°C*. *Envejecido: 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.

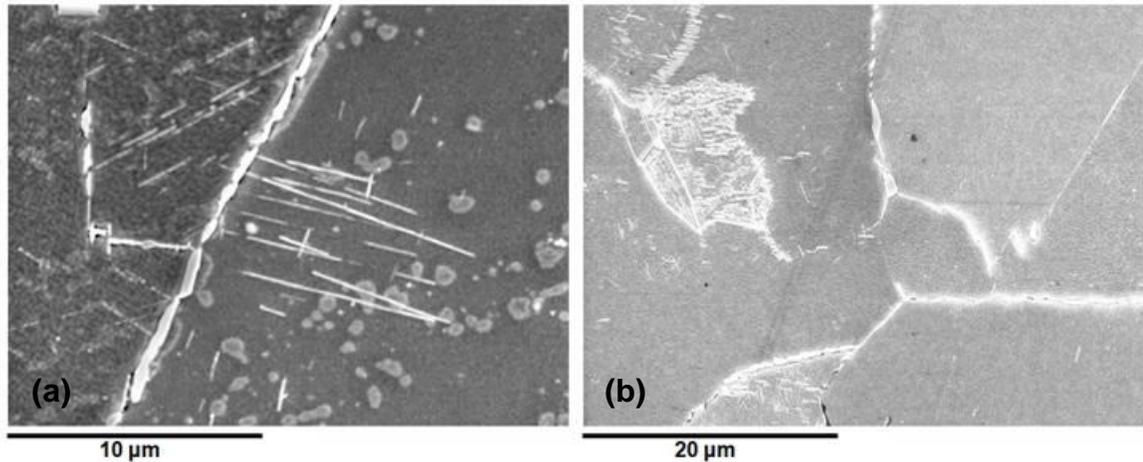


Figura 4-14. Fase ϵ en forma laminar. Muestras deformadas 0.8 a 1060°C y velocidad de 10^{-2} s^{-1} . (a) solubilizado 2 h a 960°C^* . (b) solubilizado 2 h a 1000°C^* . *Envejecido: $720^{\circ}\text{C}/8\text{h}/\text{FC} + 620^{\circ}\text{C}/8\text{h}/\text{AC}$.

La Figura 4-15 presenta las imágenes obtenidas de muestras deformadas a 900°C a una velocidad de 10^{-2} s^{-1} con tratamiento de solubilizado de 2 horas a 960 y 1000°C , respectivamente. En la sección (a) se aprecia una alta concentración de la fase ϵ y de precipitados intragranulares, además de la presencia de precipitados en la frontera de grano. Por otra parte, en la sección (b) se observó muy poca presencia de la fase ϵ , precipitados en la frontera de grano, y una gran cantidad de precipitados intragranulares.

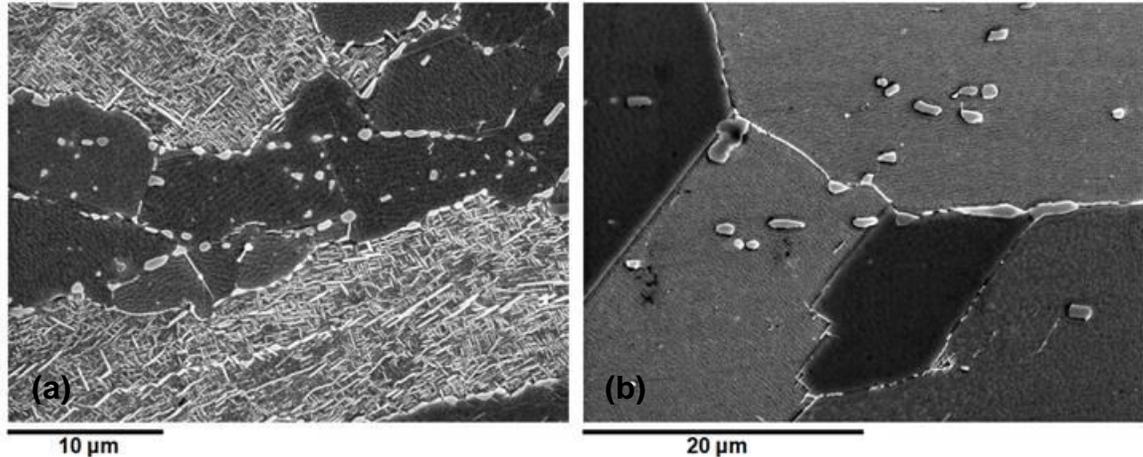


Figura 4-15. Fase ϵ en forma laminar. Muestras deformadas 0.8 a 900°C y velocidad de 10^{-2} s^{-1} . (a) solubilizado 2 h a 960°C*. (b) solubilizado 2 h a 1000°C*. *Envejecido: 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.

Para las muestras deformadas 0.8 se observó la presencia de la fase ϵ en las tres temperaturas de deformación (900, 1060 y 1100°C) con diferentes tratamientos de solubilizado, Figura 4-13 a 4-15. Esta fase no se presentó en la totalidad de la muestra, dejando zonas libres de fase ϵ , por lo que las propiedades varían dependiendo la zona, debido a que esta fase deteriora las propiedades de la aleación [21].

Se observó la presencia de dos tipos de precipitados, según su composición, mediante MEB con la técnica de electrones retrodispersados. Los precipitados de tonalidad clara (Tipo 1) que se aprecian en la Figura 4-16, 4-17 y 4-18 son precipitados rico en Nb y con un mayor contenido de Si, comparado con la matriz, y se localizan tanto en la frontera de grano como dentro del mismo. Los precipitados de tonalidad gris (Tipo 2) son precipitados de composición similar a la matriz y se localizan en la frontera de grano, Figura 4-16 a 4-18. La fase ϵ se observa en una tonalidad gris, similar a la de los precipitados Tipo 2, y se localiza dentro del grano en forma laminar.

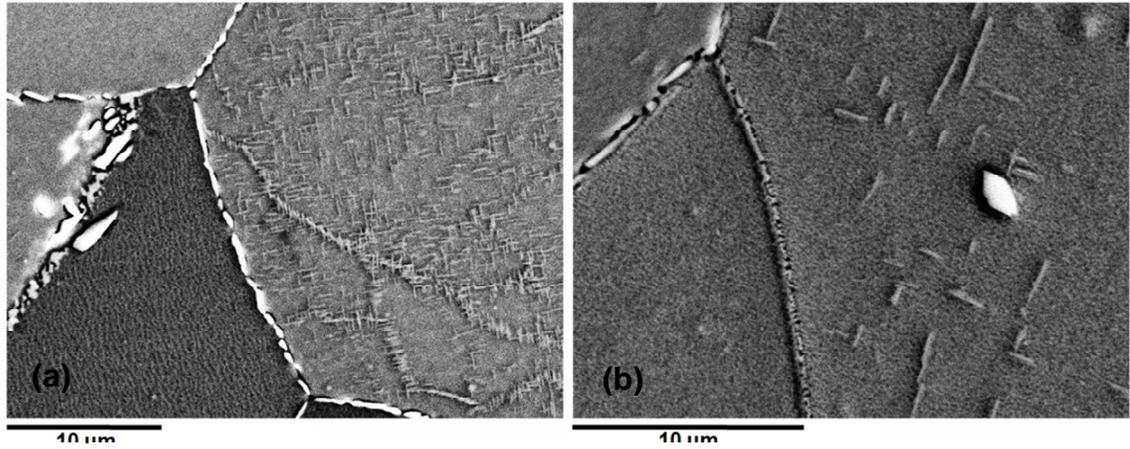


Figura 4-16. Precipitados Tipo 1 (tonalidad clara) y Tipo 2 (tonalidad gris en frontera de grano). Muestras deformadas 0.8 a 1100°C y velocidad de 10^{-2} s^{-1} . (a) solubilizado 2 h a 960°C*. (b) solubilizado 2 h a 1000°C*. *Envejecido: 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.

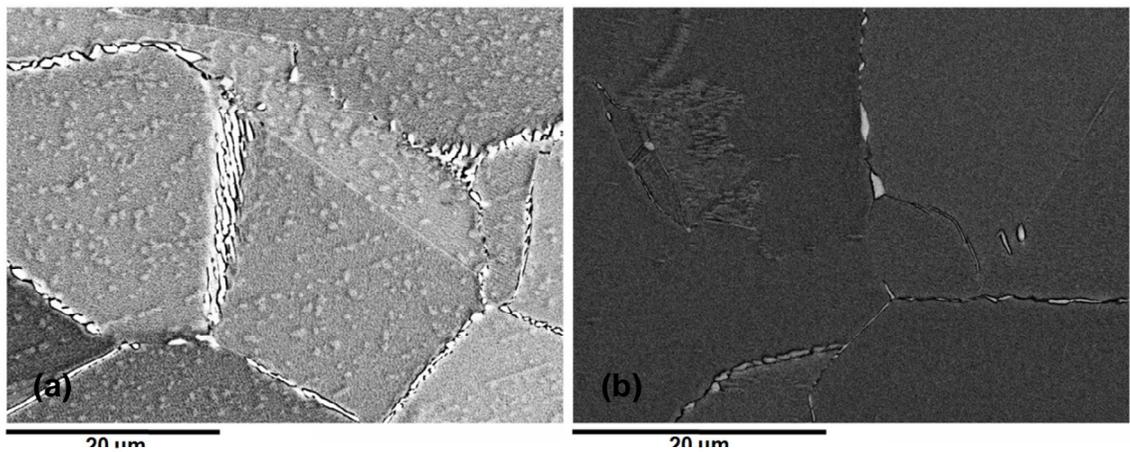


Figura 4-17. Precipitados Tipo 1 (tonalidad clara) y Tipo 2 (tonalidad gris en frontera de grano). Muestras deformadas 0.8 a 1060°C y velocidad de 10^{-2} s^{-1} . (a) solubilizado 2 h a 960°C*. (b) solubilizado 2 h a 1000°C*. *Envejecido: 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.

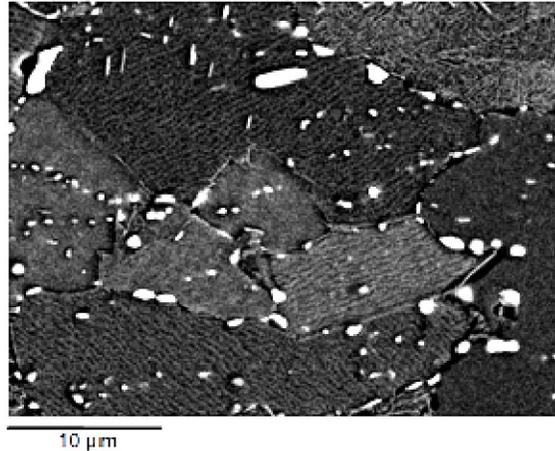


Figura 4-18. Precipitados Tipo 1 (tonalidad clara) y Tipo 2 (tonalidad gris en frontera de grano). Muestra deformadas 0.8 a 900°C y velocidad de 10^{-2} s^{-1} con solubilizado 2 h a 960°C. Envejecido: 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.

La Tabla 4-3 muestra la composición química de los precipitados, Tipo 1 y 2, y de la matriz para una muestra con deformación de 0.8 a 900°C y una velocidad de 10^{-2} s^{-1} con un solubilizado de 2 horas a 1000°C.

Tabla 4-3. Composición química de la matriz y de los precipitados Tipo 1 y 2. Muestra deformada 0.8 a 900°C y velocidad de 10^{-2} s^{-1} con un solubilizado de 2 h a 1000°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.

| | Si | Ti | Fe | Co | Ni | Nb | Total |
|---------------------|------|------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Matriz | 0.73 | 1.62 | 41.82 | 14.11 | 37.39 | 4.32 | 100 |
| Precipitados Tipo 1 | 2.35 | 1.59 | 31.77 | 14.02 | 31.43 | 18.83 | 100 |
| Precipitados Tipo 2 | 0.49 | 1.77 | 40.65 | 14.21 | 38.47 | 4.4 | 100 |
| Max. | 2.35 | 1.77 | 41.82 | 14.21 | 38.47 | 18.83 | |
| Min. | 0.49 | 1.59 | 31.77 | 14.02 | 31.43 | 4.32 | |

4.2.2 Análisis microestructural en muestras deformadas a 0.33

Para las muestras deformadas a 1100°C con una velocidad de deformación de 10^{-1} s^{-1} se obtuvo un tamaño de grano de 36.9 a 54.6 μm (ASTM entre 7 y 5.5) para los distintos tratamientos de solubilizado. Para la misma temperatura de deformación a una velocidad de deformación de 10^{-2} s^{-1} se obtuvo un tamaño de grano de entre 69 y 76 μm (ASTM 5). A esta temperatura de deformación los granos de las muestras a distintas condiciones presentaron una morfología equiaxial, Tabla 4-4.

En las muestras deformadas a 1060°C a una velocidad de deformación de 10^{-1} s^{-1} se obtuvo, para los distintos tratamientos térmicos, tamaño de grano entre 25 y 30 μm (ASTM 8-7.5). A esta misma temperatura de deformación y una velocidad de deformación de 10^{-2} s^{-1} se obtuvo un tamaño de grano de 30 a 38 μm (ASTM 7.5-6.5), para los distintos tratamientos térmicos. A esta temperatura, los granos de las muestras a distintas condiciones presentaron una morfología equiaxial, Tabla 4-4.

A una temperatura de deformación de 900°C con una velocidad de deformación de 10^{-2} s^{-1} y un tratamiento de solubilizado de 2 horas a 1000°C, se obtuvo un tamaño de grano de 22.1 μm (ASTM 8.5). Debido a la morfología del grano, no se pudo determinar el tamaño de grano para el resto de las muestras deformadas a esta temperatura, Tabla 4-4.

Tabla 4-4. Tamaño de grano y morfología de las muestras con 0.33 de deformación. Todas las muestras tratadas recibieron un envejecido (720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC).

| Condiciones de deformación | | Solubilizado | | Tamaño de grano | | Morfología del grano | |
|----------------------------|------------------------------|-------------------------|------------------|-----------------|--------------|----------------------|-----|
| Temperatura (°C) | Velocidad (s ⁻¹) | Tiempo (h) | Temperatura (°C) | mm | ASTM E112-96 | | |
| 1100 | 10 ⁻¹ | 1 | 960 | 54.6 | 5.5 | E | |
| | | | 1000 | 47 | 6.0 | E | |
| | | 2 | 960 | 46.6 | 6.0 | E | |
| | | | 1000 | 36.9 | 7.0 | E | |
| | | Sin tratamiento térmico | | | | 5.5 | E |
| | | 10 ⁻² | 1 | 960 | 68.8 | 5.0 | E |
| | 1000 | | | 71.3 | 5.0 | E | |
| | 2 | | 960 | 76.1 | 5.0 | E | |
| | | | 1000 | 71.4 | 5.0 | E | |
| | Sin tratamiento térmico | | | | 5.0 | E | |
| | 1060 | | 10 ⁻¹ | 1 | 960 | 25.0 | 8.0 |
| | | 1000 | | | 27.8 | 7.5 | E |
| 2 | | 960 | | 30.1 | 7.5 | E | |
| | | 1000 | | 27.6 | 7.5 | E | |
| Sin tratamiento térmico | | | | | 6 | E | |
| 10 ⁻² | | 1 | | 960 | 30.3 | 7.5 | E |
| | | | 1000 | 34.0 | 7.0 | E | |
| | | 2 | 960 | 34.2 | 7.0 | E | |
| | | | 1000 | 38.5 | 6.5 | E | |
| | | Sin tratamiento térmico | | | | 5 | A |
| | | 900 | 10 ⁻¹ | 1 | 960 | ND | |
| 1000 | | | | | ND | | A |
| 2 | 960 | | | ND | | A | |
| | 1000 | | | ND | | A | |
| Sin tratamiento térmico | | | | | | 6 | A |
| 10 ⁻² | 1 | | | 960 | ND | | D |
| | | | 1000 | ND | | A | |
| | 2 | | 960 | ND | | A | |
| | | | 1000 | 22.1 | 8.5 | A | |
| | Sin tratamiento térmico | | | | 5 | A | |

ND: No determinado

E: Equiaxial

D: Deformado

A: Anormal

El tamaño de grano de las muestras deformadas a 1100°C y un tratamiento de solubilizado de 2 h a 1000°C, incrementó notablemente (93%) al disminuir la velocidad de deformación. A esta misma temperatura y una velocidad de 10^{-1} s^{-1} , el incremento en el tiempo y temperatura de solubilizado provocó una disminución en el tamaño de grano, Figura 4-9.

El tamaño de grano se mantuvo en un rango de 25 a 38 μm en las muestras deformadas a 1060°C a diferentes condiciones de solubilizado y velocidad de deformación, Figura 4-9.

Se pudo observar el comportamiento de la microestructura, tamaño de grano y morfología, a diferentes condiciones de deformación y tratamiento térmico. Las Figura 4-19, 4-20 y 4-21, presentan imágenes de muestras deformadas a 1100, 1060 y 900°C, respectivamente.

Las muestras deformadas a 0.33, al igual que las deformadas a 0.8, disminuyeron su tamaño de grano después de la deformación. Las muestras tratadas térmicamente que fueron deformadas a mayor temperatura (1100°C) y menor velocidad de deformación (10^{-2} s^{-1}) presentaron mayor tamaño de grano, esto pudo ser debido a que a esta temperatura de deformación la cantidad de precipitados formados en la frontera de grano fue menor y a que a ésta velocidad de deformación y temperatura, la velocidad de recristalización disminuye permitiendo el crecimiento del grano [41, 48].

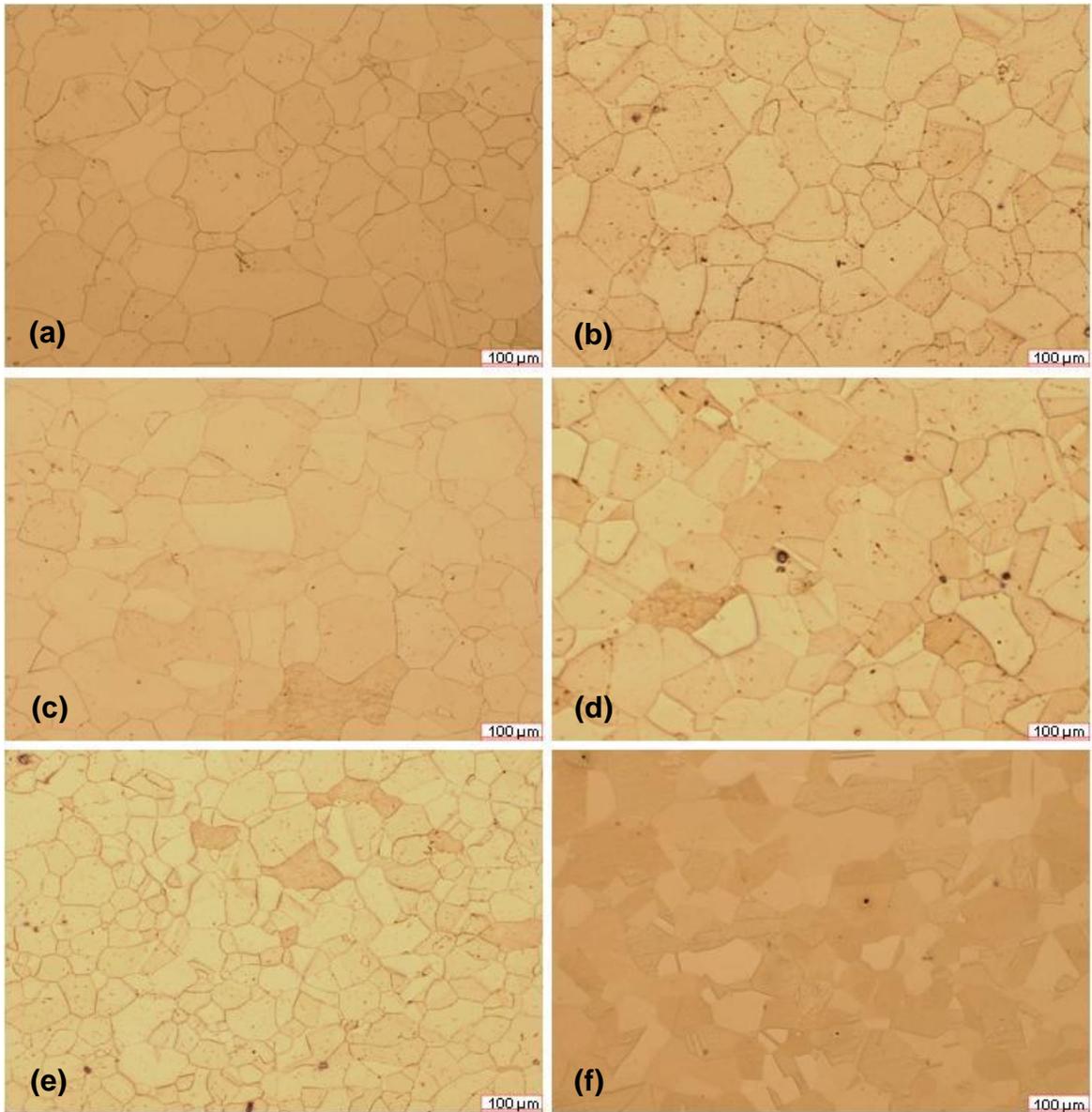


Figura 4-19. Muestras deformadas 0.33 a 1100°C. (a) y (b) velocidad de 10^{-2} s^{-1} , solubilizado 2 h a 960 y 1000°C, respectivamente *. (c) y (d) velocidad de 10^{-2} s^{-1} , solubilizado 1 h a 960 y 1000°C, respectivamente *. (e) velocidad de 10^{-1} s^{-1} , solubilizado 2 h a 1000°C *. (f) velocidad de 10^{-1} s^{-1} , sin tratamiento térmico. *Envejecido: 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.

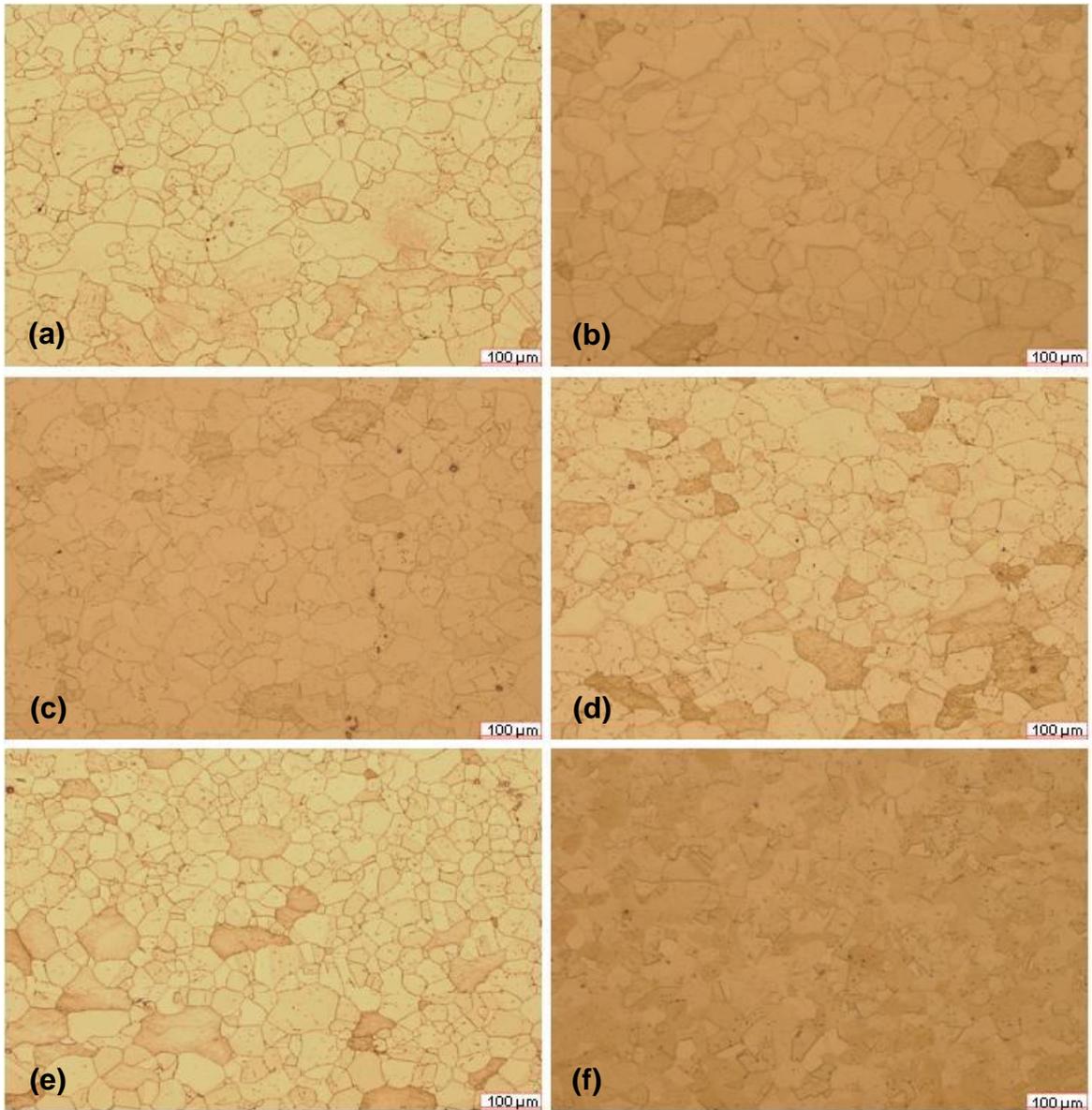


Figura 4-20. Muestras deformadas 0.33 a 1060°C. (a) y (b) velocidad de 10^{-2} s^{-1} , solubilizado 2 h a 960 y 1000°C, respectivamente *. (c) y (d) velocidad de 10^{-2} s^{-1} , solubilizado 1 h a 960 y 1000°C, respectivamente *. (e) velocidad de 10^{-1} s^{-1} , solubilizado 2 h a 1000°C *. (f) velocidad de 10^{-1} s^{-1} , sin tratamiento térmico. *Envejecido: 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.

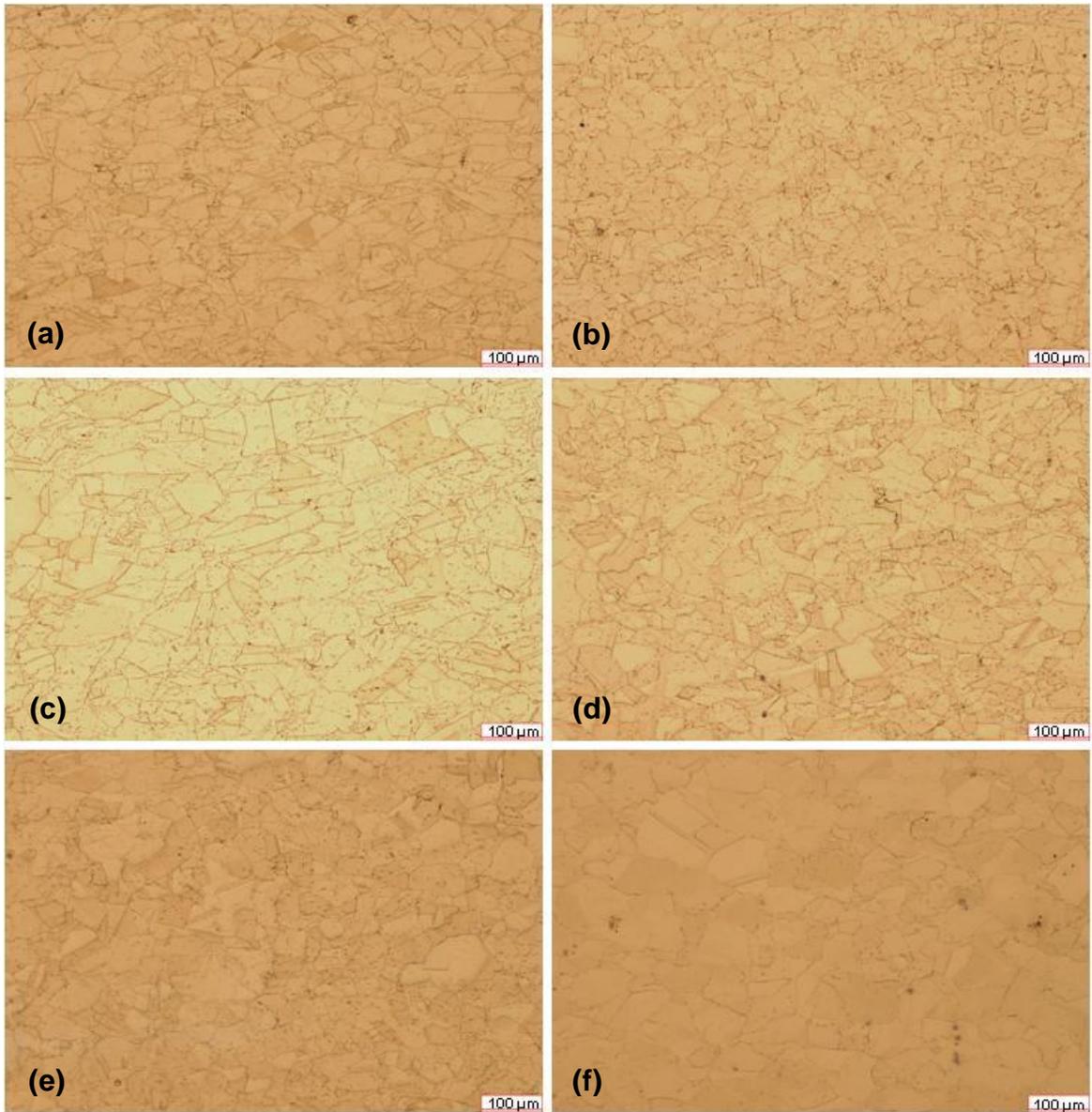


Figura 4-21. Muestras deformadas 0.33 a 900°C. (a) y (b) velocidad de 10^{-2} s^{-1} , solubilizado 2 h a 960 y 1000°C, respectivamente *. (c) y (d) velocidad de 10^{-2} s^{-1} , solubilizado 1 h a 960 y 1000°C, respectivamente *. (e) velocidad de 10^{-1} s^{-1} , solubilizado 2 h a 1000°C *. (f) velocidad de 10^{-1} s^{-1} , sin tratamiento térmico. *Envejecido: 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.

Al igual que las muestras con 0.8 de deformación, se observó mediante MEB, con la técnica de electrones secundarios, la presencia de diferentes precipitados en muestras a diferentes condiciones de deformación y tratamiento térmico.

La Figura 4-22 presenta imágenes de muestras deformadas a 1100°C a una velocidad de 10^{-2} s^{-1} con diferentes tratamientos térmicos. Las muestras de las secciones (a), (c) y (d) contienen una gran cantidad de la fase ϵ , mientras que la muestra de la sección (b) presenta muy poca fase ϵ y está situada en la frontera de grano.

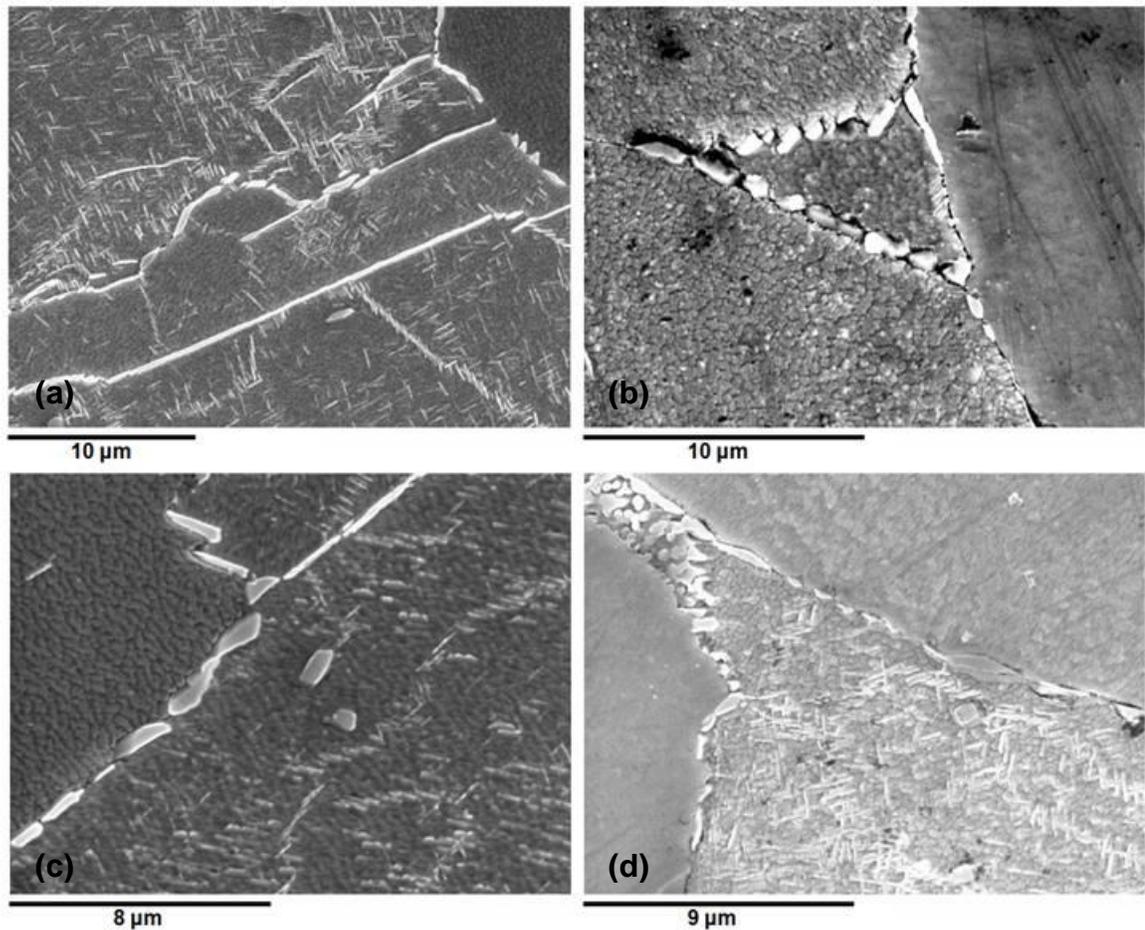


Figura 4-22. Fase ϵ en forma laminar. Muestras deformadas 0.33 a 1100°C y velocidad de 10^{-2} s^{-1} . (a) y (b) solubilizado 2 h a 960 y 1000°C, respectivamente*. (c) y (d) solubilizado 1 h a 960 y 1000°C, respectivamente*. *Envejecido: 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.

La Figura 4-23 ilustra imágenes de muestras deformadas a 1060°C a una velocidad de 10^{-2} s^{-1} con diferentes tratamientos térmicos. Las muestras presentan la fase ϵ en gran cantidad.

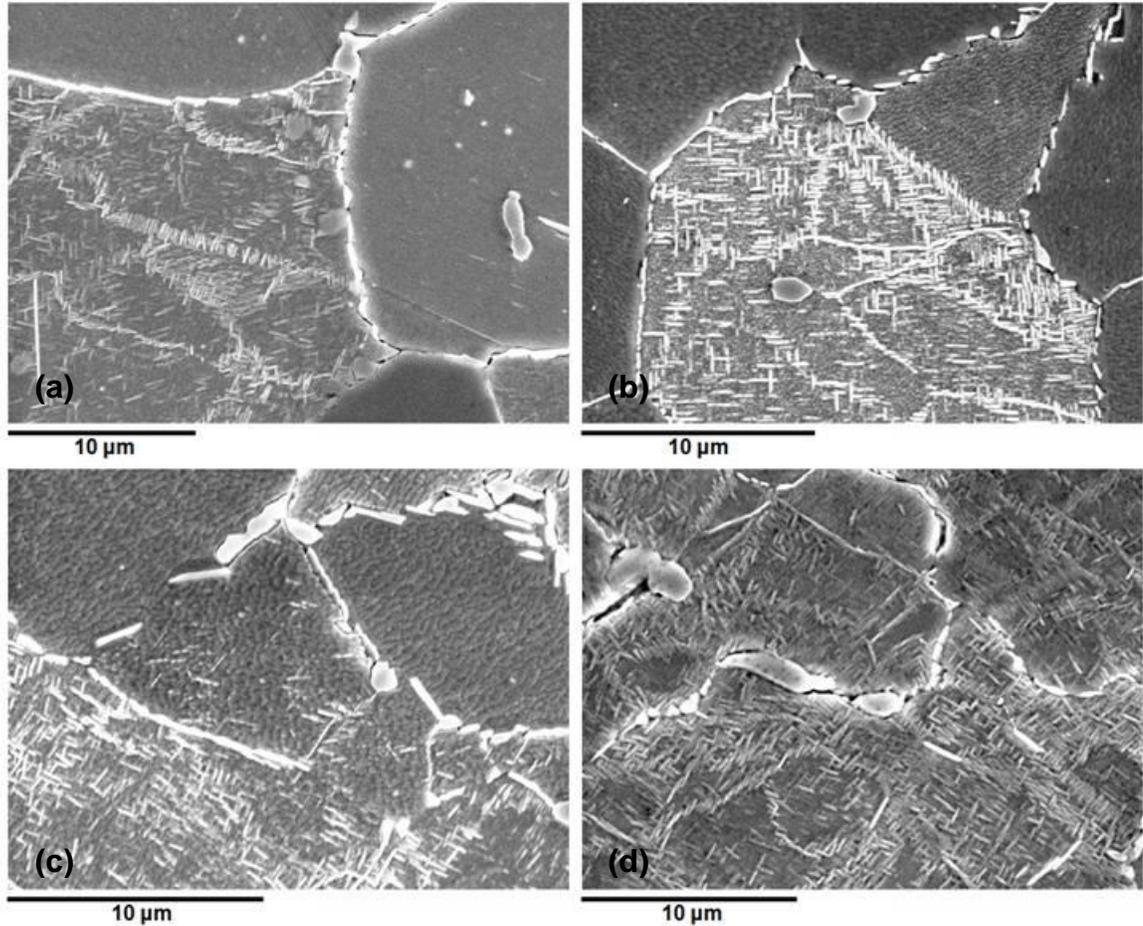


Figura 4-23. Fase ϵ en forma laminar. Muestras deformadas 0.33 a 1060°C y velocidad de 10^{-2} s^{-1} . (a) y (b) solubilizado 2 h a 960 y 1000°C, respectivamente*. (c) y (d) solubilizado 1 h a 960 y 1000°C, respectivamente*. *Envejecido: 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.

La Figura 4-24 presenta imágenes de muestras deformadas a 900°C a una velocidad de 10^{-2} s^{-1} con diferentes tratamientos térmicos. Las muestras de las secciones (a) y (c) contienen una gran cantidad de la fase ϵ , la muestra de la sección (b) presenta muy poca fase ϵ y está situada en la frontera de grano, mientras que en la muestra de la sección (d) no se aprecia.

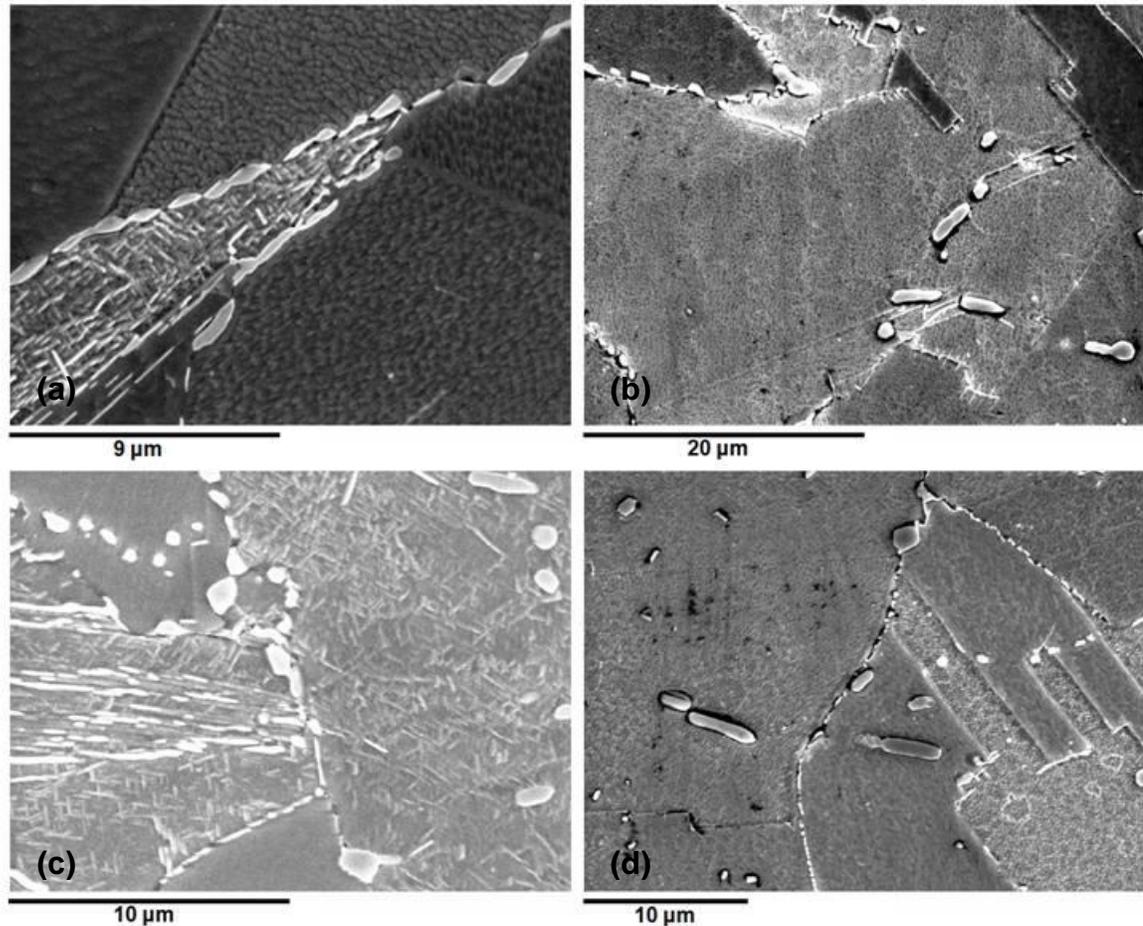


Figura 4-24. Fase ϵ en forma laminar. Muestras deformadas 0.33 a 900°C y velocidad de 10^{-2} s^{-1} . (a) y (b) solubilizado 2 h a 960 y 1000°C, respectivamente*. (c) y (d) solubilizado 1 h a 960 y 1000°C, respectivamente*. (d) no se aprecia la fase ϵ . *Envejecido: 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.

Al igual que las muestras deformadas 0.8, en las muestras con deformación de 0.33 a 900, 1060 y 1100°C se observó la presencia de la fase ϵ en las muestras con diferentes tratamientos de solubilizado, Figura 4-22 a 4-24. Esta fase no se presentó en la totalidad de la muestra, dejando zonas libres de ésta, por lo que las propiedades varían dependiendo la zona, debido a que la fase ϵ deteriora las propiedades mecánicas de la aleación [21].

Tanto en las muestras deformadas a 0.33 y como en las deformadas a 0.8, no se encontró relación entre la velocidad de deformación, temperatura de deformación y el tratamiento térmico con la cantidad de fase ϵ precipitada, por lo

que se recomienda realizar más ensayos de compresión variando estos parámetros para poder encontrar una relación.

No todas las muestras fueron observadas por MEB, de las muestras observadas solo una no presentó la fase ϵ . Esta muestra fue deformada 0.33 a una temperatura de 900°C y velocidad de 10^{-2} s^{-1} con solubilizado de 1 hora a 1000°C. De las muestras que presentaron la fase ϵ , tres de ellas mostraron esta fase solo en la frontera de grano, por lo que la precipitación de la fase ϵ puede ser que inicie en la frontera de grano. Las condiciones de deformación de estas muestras son las siguientes: deformación de 0.8 a 900°C y velocidad de 10^{-2} s^{-1} ; deformación de 0.33 a 1100°C y velocidad de 10^{-2} s^{-1} y deformación de 0.33 a 900°C. Las tres muestras recibieron un solubilizado de 2 horas a 1000°C.

En las muestras con 0.33 de deformación, también se observó la presencia de los precipitados Tipo 1 y 2. Los precipitados de tonalidad clara (Tipo 1) que se aprecian en las Figura 4-25, Figura 4-26 y Figura 4-27 son precipitados rico en Nb y con un mayor contenido de Si, comparado con la matriz, y se localizan tanto en la frontera de grano como dentro del mismo. Los precipitados de tonalidad gris (Tipo 2) son precipitados de composición similar a la matriz y se localizan en la frontera de grano, Figura 4-25, Figura 4-26 y Figura 4-27. La fase ϵ se observa en una tonalidad gris, similar a la de los precipitados Tipo 2, y se localiza dentro del grano en forma laminar.

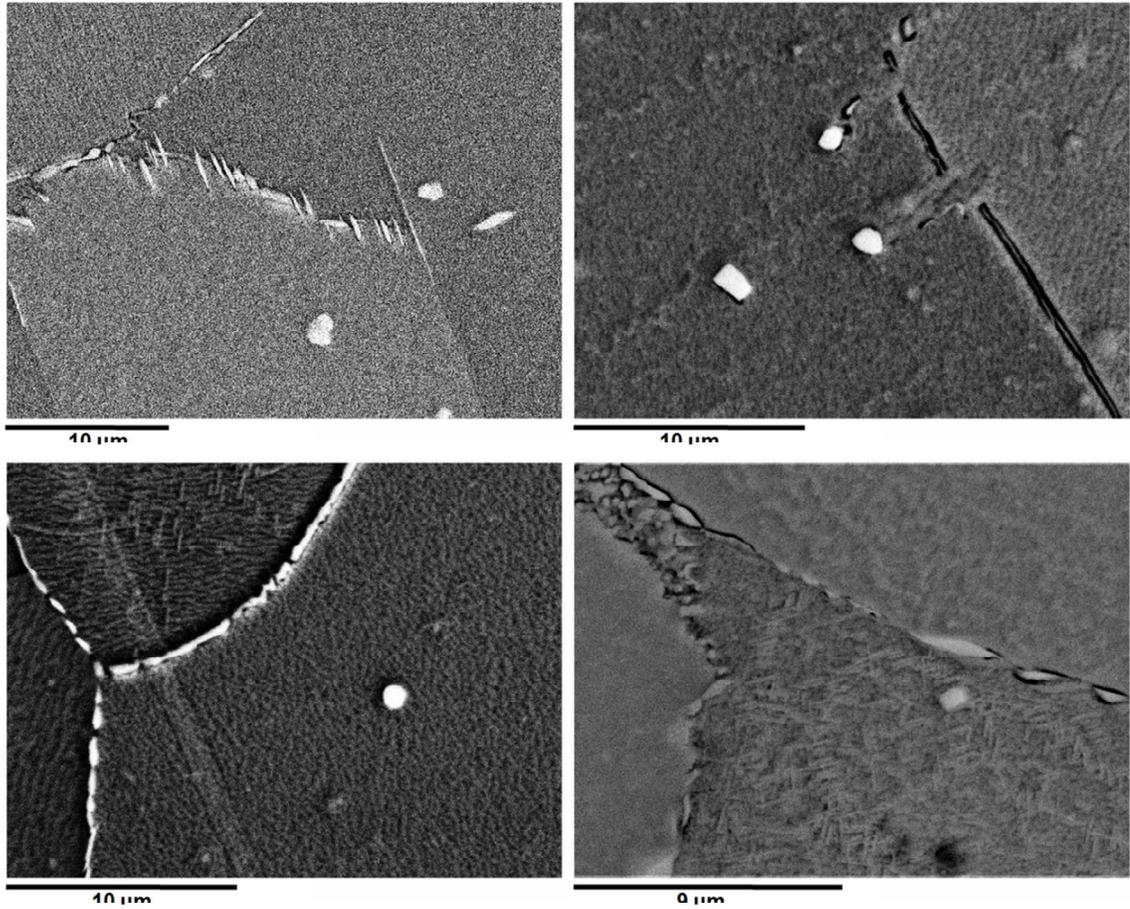


Figura 4-25. Precipitados Tipo 1 (tonalidad clara) y Tipo 2 (tonalidad gris en frontera de grano). Muestras deformadas 0.33 a 1100°C y velocidad de 10^{-2} s^{-1} . (a) y (b) solubilizado 2 h a 960 y 1000°C, respectivamente*. (c) y (d) solubilizado 1 h a 960 y 1000°C, respectivamente*. *Envejecido: 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.

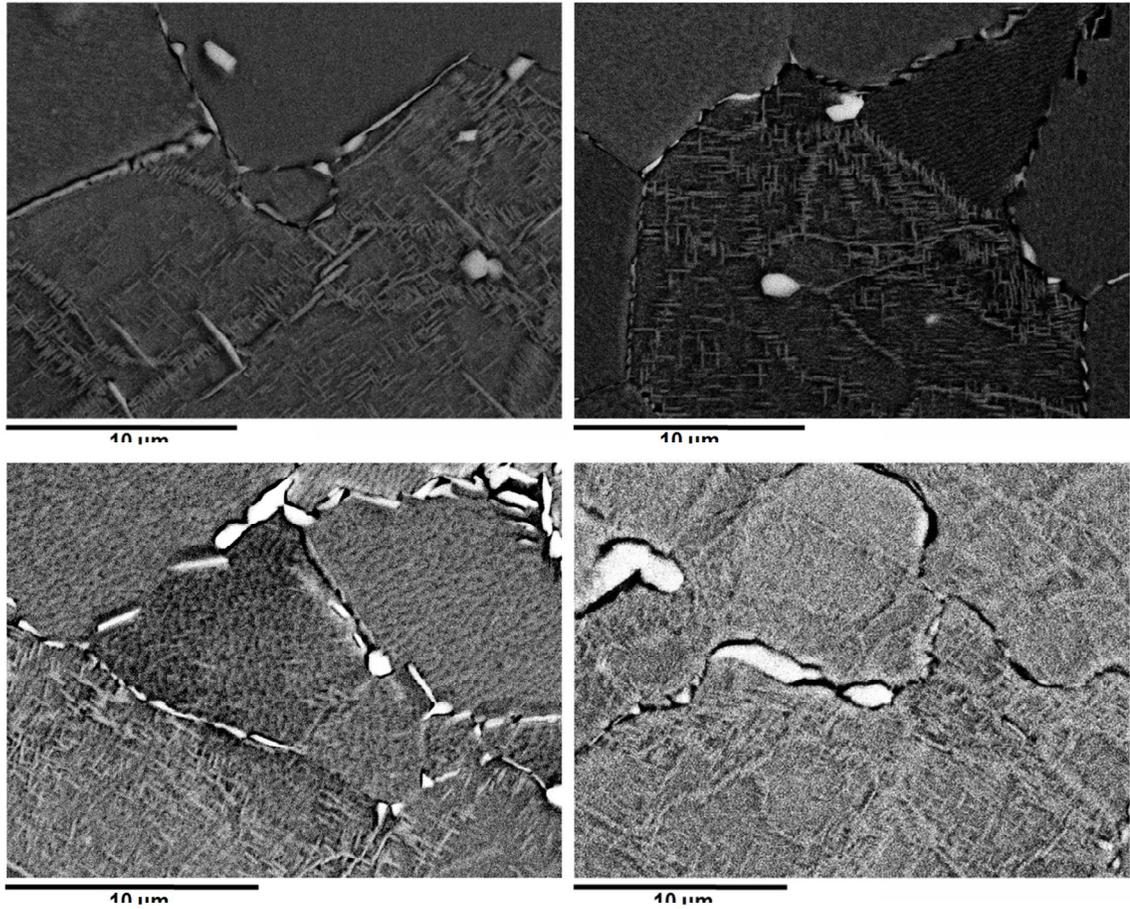


Figura 4-26. Precipitados Tipo 1 (tonalidad clara) y Tipo 2 (tonalidad gris en frontera de grano). Muestras deformadas 0.33 a 1060°C y velocidad de 10^{-2} s^{-1} . (a) y (b) solubilizado 2 h a 960 y 1000°C, respectivamente*. (c) y (d) solubilizado 1 h a 960 y 1000°C, respectivamente*. *Envejecido: 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.

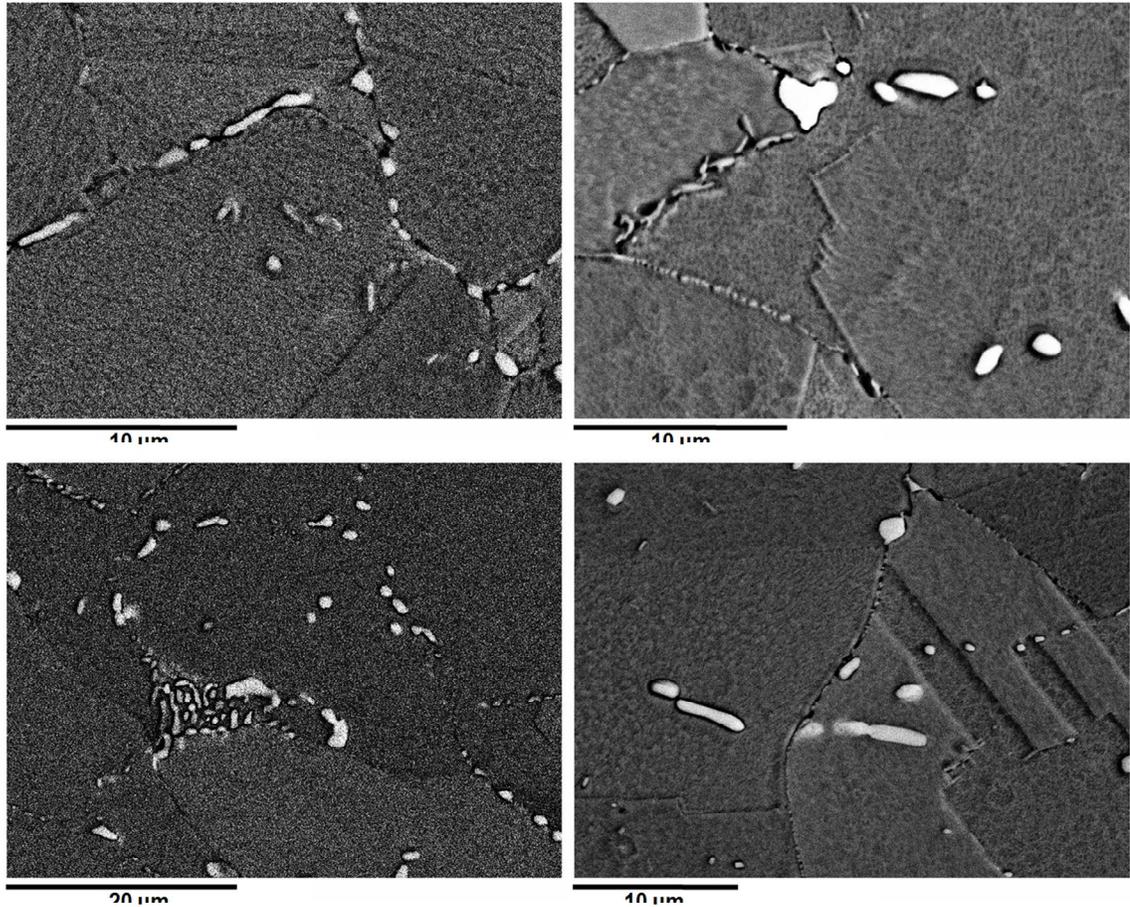


Figura 4-27. Precipitados Tipo 1 (tonalidad clara) y Tipo 2 (tonalidad gris en frontera de grano). Muestras deformadas 0.33 a 900°C y velocidad de 10^{-2} s^{-1} . (a) y (b) solubilizado 2 h a 960 y 1000°C, respectivamente*. (c) y (d) solubilizado 1 h a 960 y 1000°C, respectivamente*. *Envejecido: 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.

La Tabla 4-5 muestra la composición química de los precipitados, Tipo 1 y 2, y de la matriz para una muestra con deformación de 0.33 a 900°C y una velocidad de 10^{-2} s^{-1} con un solubilizado de 2 horas a 1000°C.

Tabla 4-5. Composición química de la matriz y de los precipitados Tipo 1 y 2. Muestra deformada 0.8 a 900°C y velocidad de 10^{-2} s^{-1} con un solubilizado de 2 h a 1000°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.

| | Si | Ti | Fe | Co | Ni | Nb | Total |
|---------------------|------|------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Matriz | 0.59 | 1.62 | 41.83 | 14.28 | 37.39 | 4.3 | 100 |
| Precipitados Tipo 1 | 2.96 | 1.44 | 26.17 | 14.47 | 24.44 | 30.52 | 100 |
| Precipitados Tipo 2 | 1.02 | 1.52 | 40.43 | 13.39 | 37.5 | 6.14 | 100 |
| Max. | 2.96 | 1.62 | 41.83 | 14.47 | 37.5 | 30.52 | |
| Min. | 0.59 | 1.44 | 26.17 | 13.39 | 24.44 | 4.3 | |

Tanto en las muestras con 0.33 y 0.8 de deformación a 900°C, se observó mayor presencia de precipitados intragranulares, esto pudo ser debido a que estos precipitados no alcanzaron a disolverse al ser deformados a más baja temperatura, comparado con las muestras deformadas a 1060 y 1100°C.

4.3 Análisis de ensayos de microdureza

4.3.1 Ensayos de microdureza en muestras deformadas a 0.8

En la Tabla 4-6, se muestran los resultados obtenidos en los ensayos de microdureza de las distintas muestras deformadas a 0.8. Se observó que hay un incremento considerable en la dureza cuando las muestras reciben un tratamiento térmico.

Para las muestras que fueron deformadas a 1100°C, el menor valor de dureza (258 HV) se obtuvo a una velocidad de deformación de 10^{-2} s^{-1} sin tratamiento térmico. La mayor dureza (547 HV) se obtuvo en las muestras deformadas a una velocidad de 10^{-1} s^{-1} y solubilizado de 2 horas a 960 y 1000°C respectivamente, Tabla 4-6.

Las muestras que fueron deformadas a 1060°C obtuvieron mayor dureza (575 y 568 HV) en los solubilizados de 2 horas a 960 y 1000°C, respectivamente, a una velocidad de 10^{-1} s^{-1} . El valor mínimo de dureza (274 HV) se presentó en la muestra deformada a una velocidad de 10^{-1} sin tratamiento térmico, Tabla 4-6.

En las muestras deformadas a 900°C, se obtuvo una mayor dureza (571 HV) a una velocidad de deformación de 10^{-1} y solubilizado de 2 horas a 1000°C. El menor valor de dureza (351 HV) se obtuvo en la muestra deformada a una velocidad de 10^{-1} s^{-1} sin tratamiento térmico, Tabla 4-6.

Tabla 4-6. Dureza de las muestras deformadas a 0.8. Todas las muestras tratadas recibieron un envejecido (720 C/8h/FC + 620 °C/8h/AC).

| Condiciones de deformación | | Dureza (HV) | | | | |
|----------------------------|-------------------------------|-------------|-----|-----|-----|-----|
| Temperatura (°C) | Velocidad (s^{-1}) | STT | TT1 | TT2 | TT3 | TT4 |
| 1100 | 10^{-1} | 287 | 495 | 508 | 547 | 547 |
| | 10^{-2} | 258 | 537 | 540 | 462 | 477 |
| 1060 | 10^{-1} | 274 | 484 | 490 | 575 | 568 |
| | 10^{-2} | 314 | 546 | 535 | 479 | 500 |
| 900 | 10^{-1} | 351 | 528 | 492 | 530 | 571 |
| | 10^{-2} | 363 | 506 | 515 | 453 | 452 |

STT: Sin tratamiento térmico

TT1: Solubilizado 960 °C/1h/AC + Envejecido 720 C/8h/FC + 620 °C/8h/AC

TT2: Solubilizado 1000 °C/1h/AC + Envejecido 720 C/8h/FC + 620 °C/8h/AC

TT3: Solubilizado 960 °C/2h/AC + Envejecido 720 C/8h/FC + 620 °C/8h/AC

TT4: Solubilizado 1000 °C/2h/AC + Envejecido 720 C/8h/FC + 620 °C/8h/AC

El incremento en el tiempo de solubilizado (para ambas temperaturas 960 y 1000°C), disminuyó la dureza de las muestras deformadas a una velocidad de 10^{-2} s^{-1} , esto pudo ser debido a que a ésta velocidad de deformación se generan menos precipitados que al incrementar el tiempo de solubilizado se disuelven. Este efecto se observó para las tres temperaturas de deformación: 900, 1060 y 1100°C. Caso contrario para las muestras deformadas a una velocidad de 10^{-1} s^{-1} , estas aumentaron su dureza con el incremento en el tiempo de solubilizado; a excepción de las muestras deformadas a 900 °C con

solubilizado a 960°C, en este caso la dureza no varió con el tiempo, Figura 4-28.

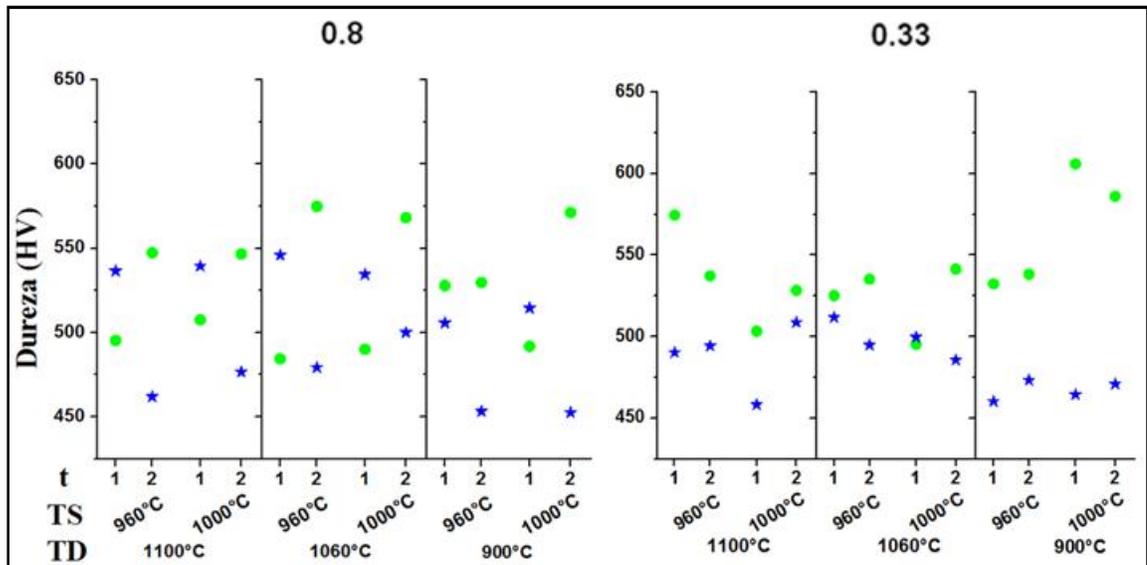


Figura 4-28. Dureza vs temperatura de deformación, TD; temperatura de solubilizado, TS y tiempo de solubilizado, t. Muestras con deformación de 0.8 y 0.33. Velocidad de 10^{-2} s^{-1} ★ y de 10^{-1} s^{-1} ●.

En las muestras deformadas 0.8 se obtuvo un incremento de dureza de 1.5 a 2 veces al aplicarles tratamiento térmico, esto debido a la formación de fases y precipitados que endurecieron la aleación [10, 21, 33], Tabla 4-6. También se observó que para las muestras deformadas a una velocidad de 10^{-1} s^{-1} , se obtuvo mayor dureza que a una velocidad más lenta esto se vio reflejado en el tamaño de grano de las muestras, ya que las deformadas a mayor velocidad obtuvieron un tamaño de grano menor.

4.3.2 Ensayos de microdureza en muestras deformadas a 0.33

Los resultados de los ensayos de microdureza obtenidos para las distintas muestras deformadas a 0.33 se muestran en la Tabla 4-7. De igual manera que para las muestras deformadas a 0.8, se observó un incremento, muy marcado, en la dureza de las muestras después de aplicarles un tratamiento térmico.

Para las muestras que fueron deformadas a 1100°C, el menor valor de dureza (291 HV) se obtuvo a una velocidad de deformación de 10^{-2} s^{-1} sin tratamiento térmico. La mayor dureza (575 HV) se presentó a una velocidad de deformación de 10^{-1} s^{-1} y solubilizado de 1 hora a 960°C, Tabla 4-7.

Las muestras que fueron deformadas a 1060°C obtuvieron mayor dureza (535 y 541 HV) en los solubilizados de 2 horas a 960 y 1000°C, respectivamente, a una velocidad de 10^{-1} s^{-1} . El valor mínimo de dureza (321 HV) se presentó en la muestra deformada a una velocidad de 10^{-1} sin tratamiento térmico, Tabla 4-7.

En las muestras deformadas a 900°C, se obtuvo una mayor dureza (606 HV) a una velocidad de deformación de 10^{-1} y solubilizado de 1 hora a 1000°C. El menor valor de dureza (339 HV) se obtuvo en la muestra deformada a una velocidad de 10^{-2} sin tratamiento térmico, Tabla 4-7.

Tabla 4-7. Dureza de las muestras deformadas a 0.33 Todas las muestras tratadas recibieron un envejecido (720 C/8h/FC + 620 °C/8h/AC)

| Condiciones de deformación | | Dureza (HV) | | | | |
|----------------------------|-------------------------------|-------------|-----|-----|-----|-----|
| Temperatura (°C) | Velocidad (s^{-1}) | STT | TT1 | TT2 | TT3 | TT4 |
| 1100 | 10^{-1} | 291 | 575 | 503 | 537 | 528 |
| | 10^{-2} | 300 | 490 | 458 | 494 | 509 |
| 1060 | 10^{-1} | 309 | 525 | 495 | 535 | 541 |
| | 10^{-2} | 321 | 512 | 500 | 495 | 486 |
| 900 | 10^{-1} | 343 | 532 | 606 | 538 | 586 |
| | 10^{-2} | 339 | 460 | 464 | 473 | 471 |

STT: Sin tratamiento térmico

TT1: Solubilizado 960 °C/1h/AC + Envejecido 720 C/8h/FC + 620 °C/8h/AC

TT2: Solubilizado 1000 °C/1h/AC + Envejecido 720 C/8h/FC + 620 °C/8h/AC

TT3: Solubilizado 960 °C/2h/AC + Envejecido 720 C/8h/FC + 620 °C/8h/AC

TT4: Solubilizado 1000 °C/2h/AC + Envejecido 720 C/8h/FC + 620 °C/8h/AC

En las muestras deformadas a 1100°C a una velocidad de 10^{-1} s^{-1} , se observó un incremento en la dureza al aumentar la temperatura de solubilizado, de 960

a 1000°C. A una velocidad de 10^{-2} s^{-1} , la dureza incrementa al aumentar el tiempo en el solubilizado realizado a 1000°C. Este último efecto se observó en las muestras deformadas a 1060°C a una velocidad de 10^{-1} s^{-1} , Figura 4-28.

Se obtuvo un aumento en la dureza al incrementar la temperatura de solubilizado (de 960 a 1000°C) en las muestras deformadas a 900°C a una velocidad de 10^{-1} s^{-1} . A una velocidad de 10^{-2} s^{-1} se mantuvo un valor de dureza similar para los diferentes tratamientos térmicos, Figura 4-28.

Al igual que en las muestras deformadas 0.8, en las muestras con 0.33 de deformación se obtuvo un incremento de dureza de 1.5 a 2 veces al aplicarles tratamiento térmico, esto debido a la formación de fases y precipitados que endurecieron la aleación [10, 21, 33], Tabla 4-7. También se observó que para las muestras deformadas a una velocidad de 10^{-1} s^{-1} , se obtuvo mayor dureza que a una velocidad más lenta, este comportamiento se observó en todas las muestras tratadas térmicamente y deformadas a diferentes temperaturas (900, 1060 y 1100°C) a excepción de las muestras deformadas a 1100 y 1060°C con un solubilizado de 1 hora a 1000°C. Dichas muestras obtuvieron valores de dureza similares que las que fueron deformadas a una velocidad más lenta. Estos valores de dureza superiores se reflejaron en el tamaño de grano de las muestras, ya que las deformadas a mayor velocidad obtuvieron un tamaño de grano menor.

Por otra parte todas las muestras que fueron tratadas térmicamente, tanto las deformadas a 0.8 como las deformadas a 0.33, obtuvieron valores por encima de los 450 HV, diferente a lo que obtuvo Kusabiraki [11] a condiciones de tratamiento térmico similares. En su estudio el obtuvo valores de dureza por debajo de 400 HV.

5 CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

5.1 Conclusiones

En esta investigación se concluye que el estudio de las propiedades mecánicas y microestructurales de la aleación 909 dieron como resultado una caracterización efectiva que permite entender el comportamiento del material cuando se procesa en caliente, a continuación se detallan los puntos más importantes del presente trabajo:

- En los ensayos de compresión realizados a 900°C, se encontró que se requiere de 2.5 a 3 veces más esfuerzo para deformar el material con respecto a 1060 y 1100°C. También se encontró que para esta misma temperatura (900°C), las muestras sin tratamiento térmico presentan una mayor dureza, que las muestras deformadas a 1060 y 1100°C.
- El aumento en la temperatura de deformación, la disminución de la velocidad de deformación y el incremento en el tiempo de solubilizado facilitan el crecimiento en el tamaño de grano.
- En las muestras deformadas a 0.8 se obtuvo el menor tamaño de grano a una temperatura de deformación de 900°C con solubilizado de 1 hora a 1000°C para una muestra y 2 horas a 1000°C para otra.
- A condiciones de 0.8 de deformación a 1060°C y 10^{-1} s^{-1} de velocidad de deformación con un solubilizado de 1000°C durante 2 horas, se encontró la mejor relación de dureza-tamaño de grano.

- El mayor tamaño de grano en las muestras deformadas a 0.33 se obtuvo a una temperatura de deformación de 1100°C. A esta temperatura y porcentaje de deformación, la disminución de velocidad favorece el crecimiento del grano.
- En las muestras deformadas 0.8 el incremento en el tiempo de solubilizado (para ambas temperaturas 960 y 1000°C), disminuyó la dureza a una velocidad de deformación de 10^{-2} s^{-1} . Caso contrario para las muestras deformadas a una velocidad de 10^{-1} s^{-1} , estas aumentaron su dureza con el incremento en el tiempo de solubilizado.
- En las muestras deformadas 0.33 se obtuvieron mayores valores de dureza para las que fueron deformadas a una velocidad de 10^{-1} s^{-1} , excepto para la muestra deformada a 1060°C con solubilizado de 1 hora a 1000°C, esta obtuvo un valor de dureza similar a la deformada a una velocidad de 10^{-2} s^{-1} .
- En algunas muestras se presentó la fase ϵ , la cual no se encontró de manera homogénea, dejando zonas libres de la misma. Esta fase se encontró en la frontera de grano y en muy poca cantidad en la muestra deformada a 0.33 a una temperatura de 900°C, muestra deformada a 0.8 a una temperatura de 900°C y muestra deformada a 0.33 a una temperatura de 1100°C, las tres a una velocidad de deformación de 10^{-2} s^{-1} con solubilizado de 2 horas a 1000°C.
- En las muestras deformadas a 900°C con tratamiento térmico se presentó mayor cantidad de precipitados intragranulares.

5.2 Recomendaciones

Como trabajo a futuro, se recomienda lo siguiente:

- Realizar más ensayos de compresión en caliente a diferentes velocidades de deformación y tratamientos térmicos para observar el cambio en la microestructura y en las propiedades mecánicas.
- Realizar una caracterización microestructural después del tratamiento de solubilizado para comprobar que las fases y precipitados han sido disueltos antes de realizar el tratamiento de envejecido.
- Mediante una técnica de caracterización, realizar un análisis cuantitativo de las fases y precipitados presentes en el Incoloy 909 para determinar una relación con la variación en las propiedades mecánicas.

REFERENCIAS

- [1] Sims C., Stoloff N., Hagel W., Superalloys II, Wiley-Interscience, 1987.
- [2] Patel S., A century of discoveries Inventors and new nickel alloys, The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society, Vol. 58, No. 9, pp. 18-20, 2006.
- [3] Martínez S., Efectos microestructurales en los procesos de deformado en caliente y tratamiento térmico en la aleación Inconel 909, 2008.
- [4] Reed R., The superalloys fundamentals and applications, Cambridge, 2006.
- [5] Murich G., Belova I., Difusion in nickel-based intermetallic compounds taking the L_{12} structure, Journal of Materials Processing Technology, Vol. 118, No. 1-3, pp. 82-87, 2001.
- [6] Bhadeshia H., <http://www.msm.cam.ac.uk/phase-trans/2003/Superalloys/superalloys.html>, Nickel based superalloys, acceso: Febrero 2008.
- [7] Zhao S., Xie X., Smith G., Patel S., Microstructural stability and mechanical properties of a new nickel-based superalloy, Materials Science and Engineering, Vol. A355, No. 1-2, pp. 96-105, 2003.
- [8] Himuro Y, Tanaka Y., Ohnuma I, Kainuma R., Ishida K., Phase equilibria and γ' - L_{12} phase stability in the Ni-rich portion of Ni-Fe-Si and Ni-Fe-Al systems, Vol. 13, No. 6, pp. 620-630, 2005.
- [9] Ducki K., Hetmanczyk M., Kuc D., Analysis of the precipitation process of the intermetallic phases in a high-temperature Fe-Ni austenitic alloy, Materials Chemistry and Physics, Vol. 81, No. 2-3, pp. 490-492, 2003.
- [10] Guo X., Kusabiraki K. Saji S., Intragranular precipitates in Incoloy alloy 909, Scripta Materialia, Vol. 44, No. 1, pp. 55-60, 2001.

- [11] Kusabiraki K., Amada E., Ooka T., Precipitation and Growth of γ' Phase in an Fe-38-Ni-13Co-4.7Nb Superalloy, *ISIJ International*, Vol. 36, No. 2, pp. 208-214, 1996.
- [12] Yoo Y., Morphological instability of spherical γ' precipitates in a nickel base superalloy, *Scripta Materialia*, Vol. 53, No. 1, pp. 81-85, 2005.
- [13] Kusabiraki K., Hayakawa I., Ikeuchi S., Ooka T., Lattice constants of γ and γ'' phases and γ''/γ' lattice mismatches in a Ni-15Cr-8Fe-6Nb alloy, *ISIJ International*, Vol. 36, No. 3, pp. 310-316, 1996.
- [14] Xia P., Yu J., Sun X., Guan H., Huz Q., Influence of γ' precipitate morphology on the creep property of a directionally solidified nickel-base superalloy, *Materials Science and Engineering*, Vol. A476, No. 1-2, pp. 39-45, 2008.
- [15] Ghosh S., Yadav S., Das G., Study of standard heat treatment on mechanical properties of Inconel 718 using ball indentation technique, *Materials Letters*, Vol. 62, No. 17-18, pp. 2619-2622, 2008.
- [16] Slama C., Abdellaoui M., Structural characterization of the aged Inconel 718, *Journal of the Alloys and Compounds*, Vol. 306, No. 1., pp. 277-284, 2000.
- [17] Li R., Yao M., Liu W., He X., Isolation and determination for δ , γ' and γ phases in Inconel 718 alloy, *Scripta Materialia*, Vol. 46, No. 9, pp. 635-638, 2002.
- [18] Gao M., Wei R., Grain boundary γ'' precipitation and niobium segregation in Inconel 718, *Scripta Metallurgical et Materialia*, Vol. 32, No. 7, pp. 987-990, 1995.
- [19] Ping D., Gu Y. Cui C., Harada H., Grain boundary segregation in a Ni-Fe-based (Alloy 718) superalloy, *Materials Science and Engineering*, Vol. A456, No. 1-2, pp. 99-102, 2007.
- [20] Heo Y., Takeguchi M., Furuya K., Lee H., Transformation of DO24 η -Ni₃Ti phase to face-centered cubic austenite during isothermal aging of an Fe-Ni-Ti alloy, *Acta Materialia*, Vol. 57, No. 4, pp. 1766-1187, 2009.

- [21] 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.
- [22] Li X., Zhanga J., Ronga L., Lia Y., Cellular η phase precipitation and its effect on the tensile properties in an Fe–Ni–Cr alloy., *Materials Science and Engineering*, Vol. A488, No. 1-2, pp. 547-553, 2008.
- [23] Cai D., Zhang W., Nie P., Liu W., Yao M., Dissolution kinetics of δ phase and its influence on the notch sensitivity of Inconel 718, *Materials Characterization*, Vol. 58, No. 3, pp. 220-225, 2007.
- [24] Azadian S., Wei L., Warren R., Delta phase precipitation in Inconel 718, , *Materials Characterization*, Vol. 53, No. 1, pp. 7-16, 2004,
- [25] Gao M., Wei R., Grain boundary niobium carbides in Inconel 718, *Scripta Materialia*, Vol. 37, No. 12, pp. 1843-1849, 1997.
- [26] Stoloff N., *Properties and Selection: Irons, Steels, and High Performance Alloys [Specialty Steels and Heat-Resistant Alloys]*, ASM Handbook, Vol. 1, Edición 9, pp. 1501-1502, 1989.
- [27] 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.
- [28] 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 [Sección: Materials at High Temperature]*, 2005.
- [29] Hayes R., Smith D., Wanner E., Earthman J., *Materials Science and Engineering*, *Materials Science and Engineering*, Vol. A177, No. 1-2, pp. 43-53, 1993.
- [30] Rosler J., Müller S., Protection of Ni-base superalloys against stress accelerated grain boundary oxidation (SAGBO) by grain boundary chemistry modification, *Scripta Materialia*, Vol. 40, No. 2, pp. 257-263, 1999.

- [31] Kusabiraki K., Ikegami J., Nishimoto T., Ooka T., Oxidation behavior of an Fe-38Ni-13Co-4.7Nb-1.5Ti-0.4Si superalloy at high temperature in Ar-H₂O atmospheres, *Oxidation of Metals*, Vol. 47, No. 5-6, pp. 411-426, 1997.
- [32] Heck K., Smith D., Smith J., Wells D., Holderby M., The physical metallurgy of a silicon-containing low expansion superalloy, *The Metallurgical Society EN Superalloys*, pp. 151-160, 1988.
- [33] Chen Z., Brooks J., Loretto M., Precipitation in Incoloy alloy 909, *Materials Science and Technology*, Vol. 9., No. 8, pp. 647-653, 1993.
- [34] Chen Z., Identification of orthorhombic phase in Incoloy alloy 909, *Scripta Metallurgica et Materialia*, Vol. 26, No. 7, pp. 1077-1082, 1992.
- [35] Keeton C., Forming and Forging [Ring Rolling], *ASM Handbook*, Vol. 14, Edición 9, pp. 108-128, 1989.
- [36] Song J., Dowson A., Jacobs M., Brooks J., Beden I., Coupled thermo-mechanical finite-element modelling of hot ring rolling process, *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 121, No. 2, pp. 332-340, 2002.
- [37] Sun Z., Yang H., Ou X., Thermo-mechanical coupled analysis of hot ring rolling process, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, Vol. 18, No. 5, pp. 1216-1222, 2008.
- [38] Wang M., Yang H., Sun Z., Guo L., Ou X., Dynamic explicit FE modeling of hot ring rolling process, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, Vol. 16, No. 6, pp. 1274-1280, 2006.
- [39] Wahabi M., *Caracterización termomecánica de aceros inoxidables austeníticos*, 2002
- [40] Kaneno Y., Tacasugi T., Effects of stacking fault energy and ordering energy on grain boundary character distribution of recrystallized L12-type ordered alloys, *Materials Science and Engineering*, Vol. A393, No. 1-2, pp. 71-79, 2005.
- [41] McQueen H., Dynamic recovery and recrystallization, *Encyclopedia of materials: Science and Technology*, Vol. 3, pp. 2375-2381, 2003.

- [42] Humphreys F., Hatherly, Recrystallization and related annealing phenomena, Pergamon Press Oxford, Edición 2, 2004.
- [43] Cahn R., Haasen P., Physical Metallurgy, North-Holland, Edición 4, Vol. 3, pp. 2400-2500, 1996.
- [44] Najafizadeh A., Jonas J., Predicting the critical stress for initiation of dynamic recrystallization, ISIJ International, Vol. 46, No. 11, pp. 1679-1684, 2006.
- [45] Callister W., Introducción a la Ciencia e Ingeniería de los Materiales, Reverté S.A., pp.349-351, 2007.
- [46] E 112-96, Standard Test Methods for Determining Average Grain Size, ASTM International, 1996.
- [47] Yuan H., Liu W., Effect of the δ phase on the hot deformation behavior, Materials Science and Engineering, Vol. A408, No. 1-2, pp. 281-289, 2005.

ANEXO I

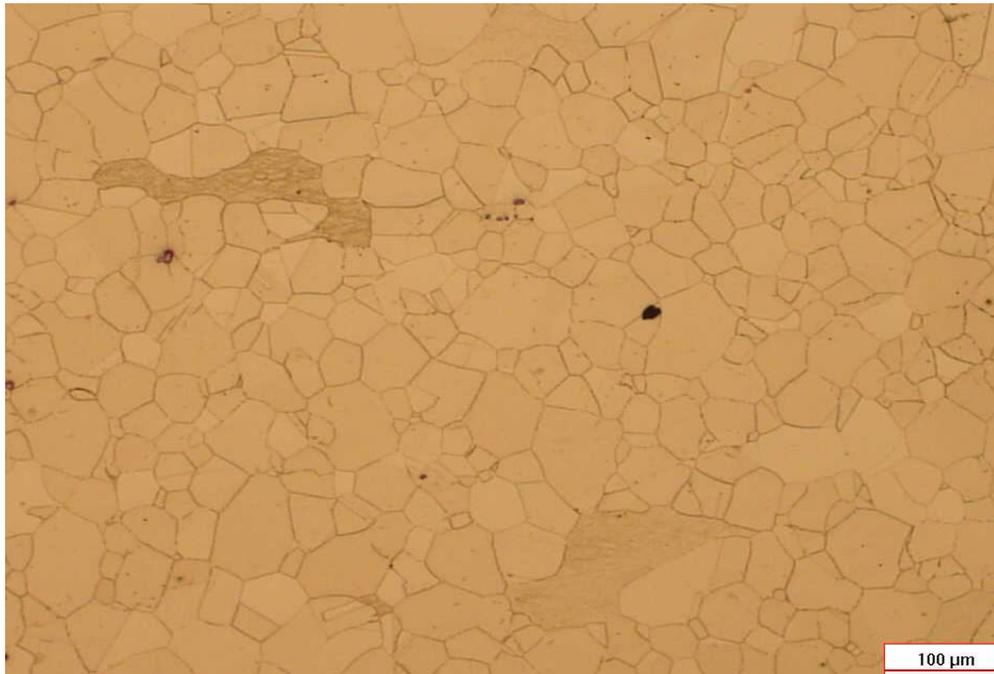


Figura A 1. Muestra deformada 0.8 a 1100°C, velocidad de 10^{-1} s^{-1} con solubilizado 1 h a 960°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.



Figura A 2. Muestra deformada 0.8 a 1100°C, velocidad de 10^{-1} s^{-1} con solubilizado 1 h a 1000°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.

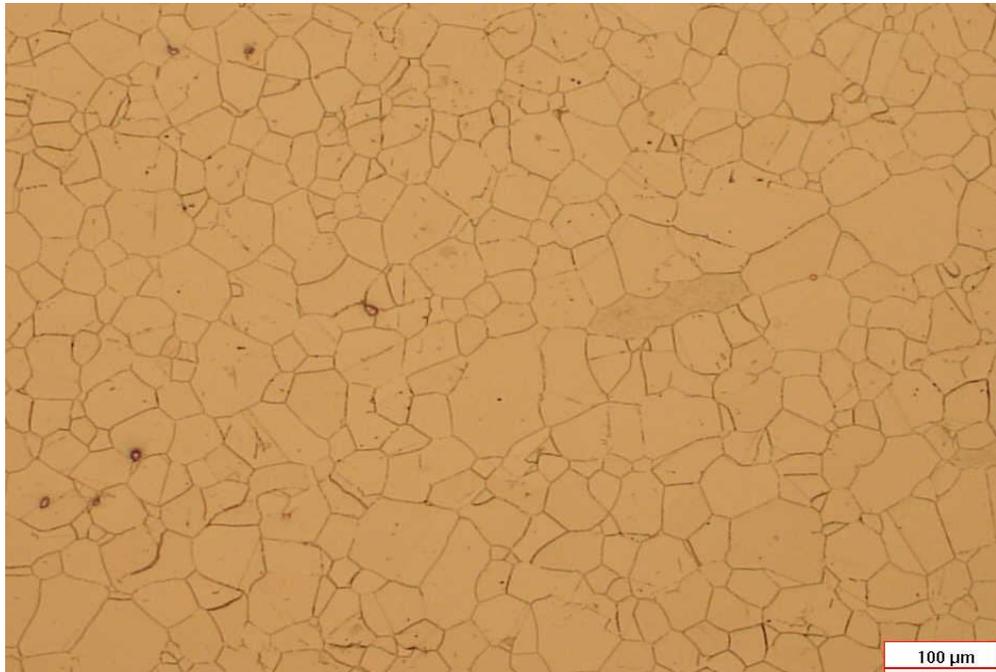


Figura A 3. Muestra deformada 0.8 a 1100°C, velocidad de 10^{-1} s^{-1} con solubilizado 2 h a 960°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.



Figura A 4. Muestra deformada 0.8 a 1100°C, velocidad de 10^{-1} s^{-1} con solubilizado 2 h a 1000°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.

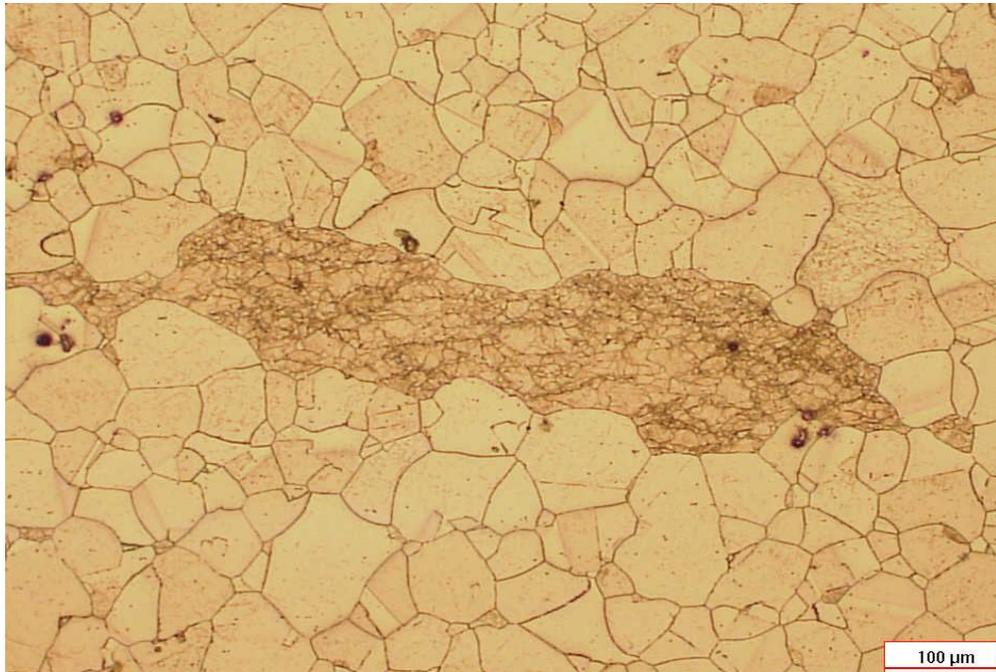


Figura A 5. Muestra deformada 0.8 a 1100°C, velocidad de 10^{-2} s^{-1} con solubilizado 1 h a 960°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.

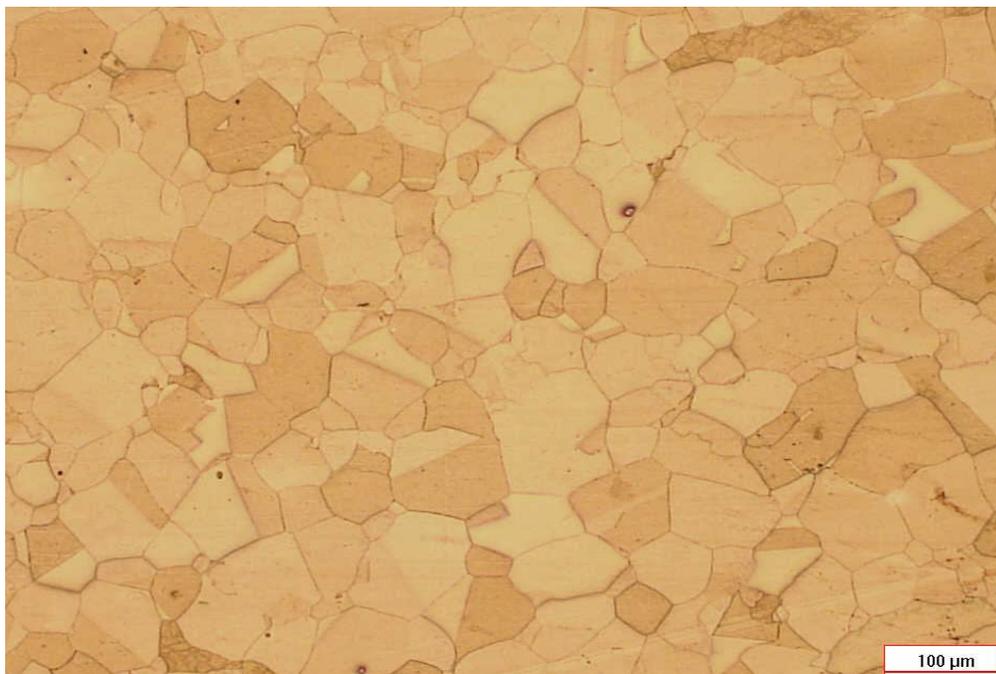


Figura A 6. Muestra deformada 0.8 a 1100°C, velocidad de 10^{-2} s^{-1} con solubilizado 1 h a 1000°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.

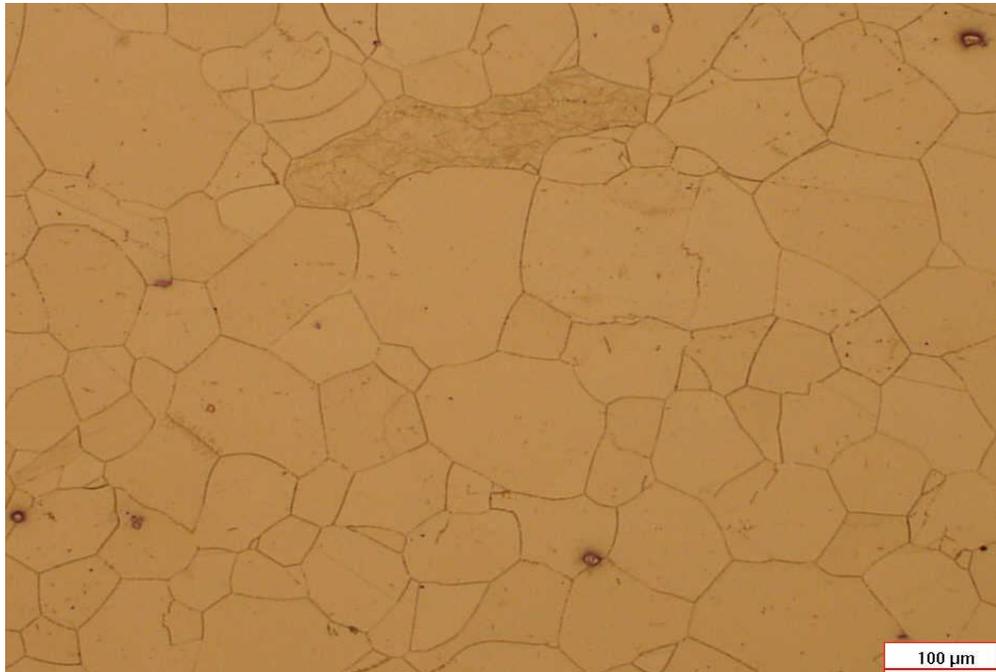


Figura A 7. Muestra deformada 0.8 a 1100°C, velocidad de 10^{-2} s^{-1} con solubilizado 2 h a 960°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.

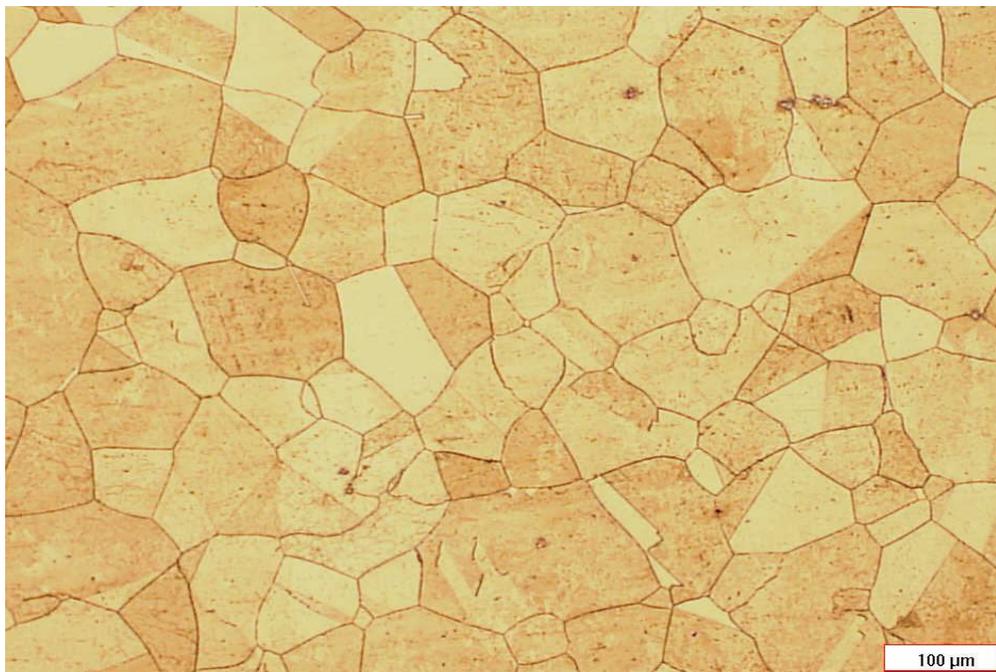


Figura A 8. Muestra deformada 0.8 a 1100°C, velocidad de 10^{-2} s^{-1} con solubilizado 2 h a 1000°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.

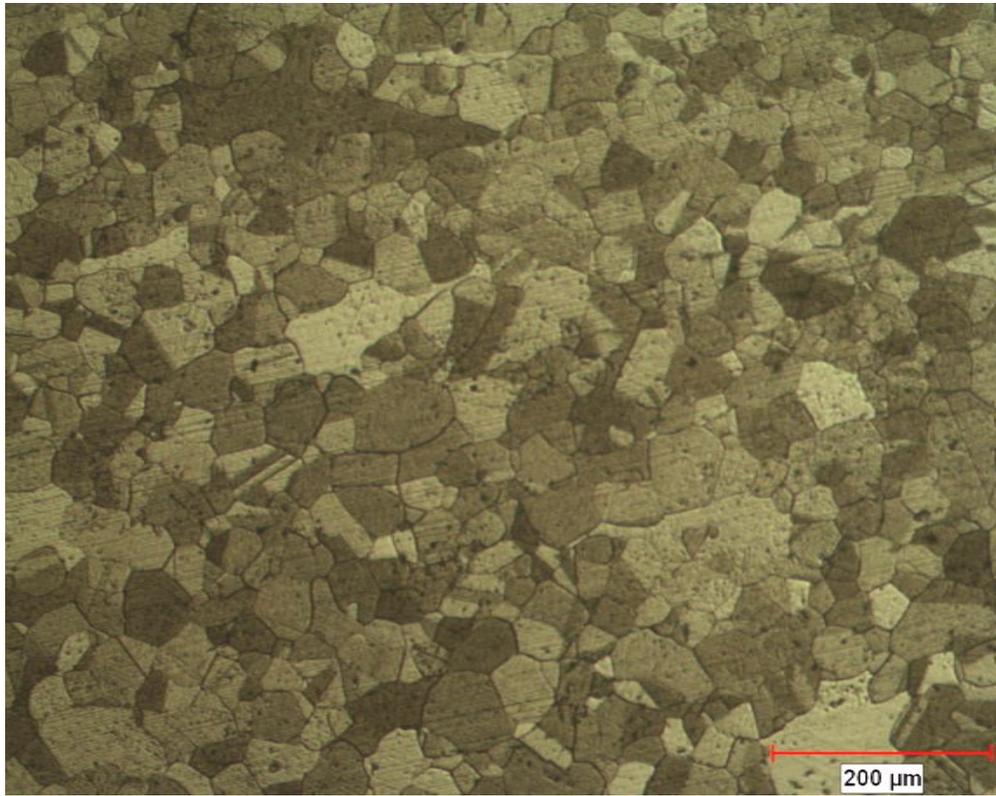


Figura A 9. Muestra deformada 0.8 a 1100°C y velocidad de 10^{-1} s^{-1} .

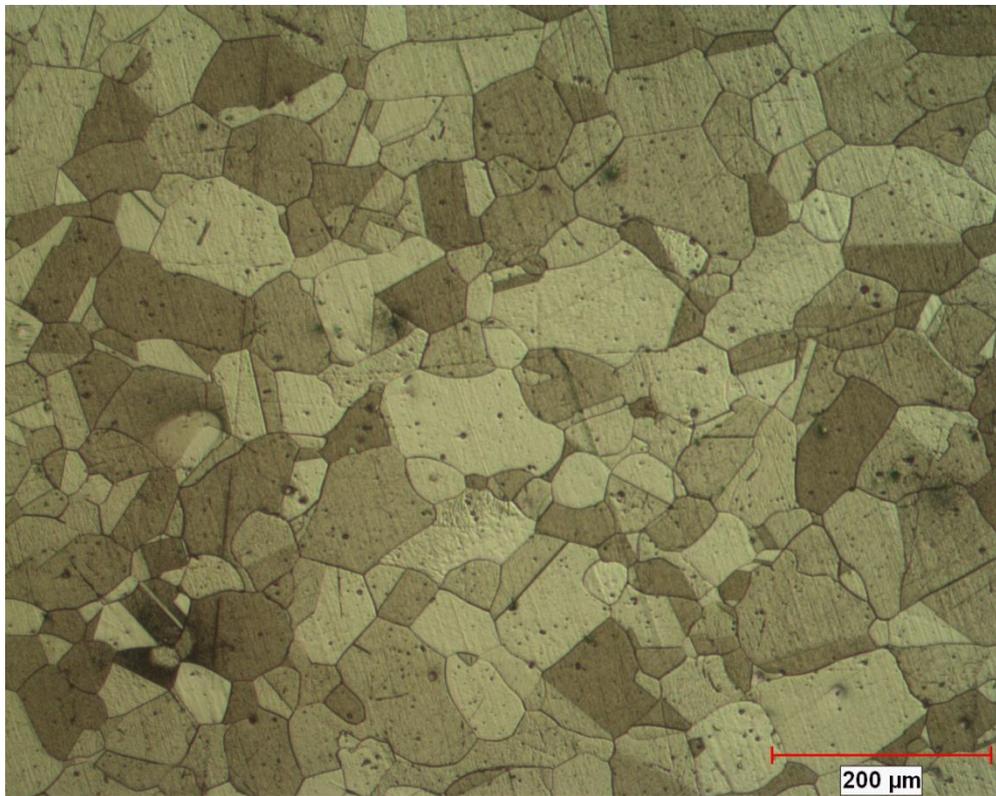


Figura A 10. Muestra deformada 0.8 a 1100°C y velocidad de 10^{-2} s^{-1} .

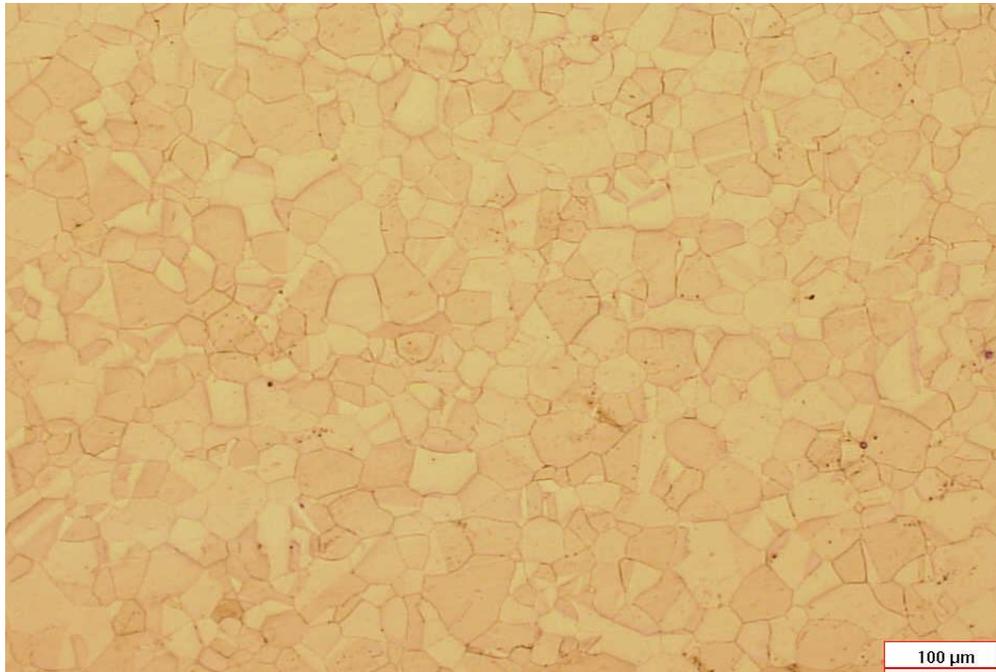


Figura A 11. Muestra deformada 0.8 a 1060°C, velocidad de 10^{-1} s^{-1} con solubilizado 1 h a 960°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.

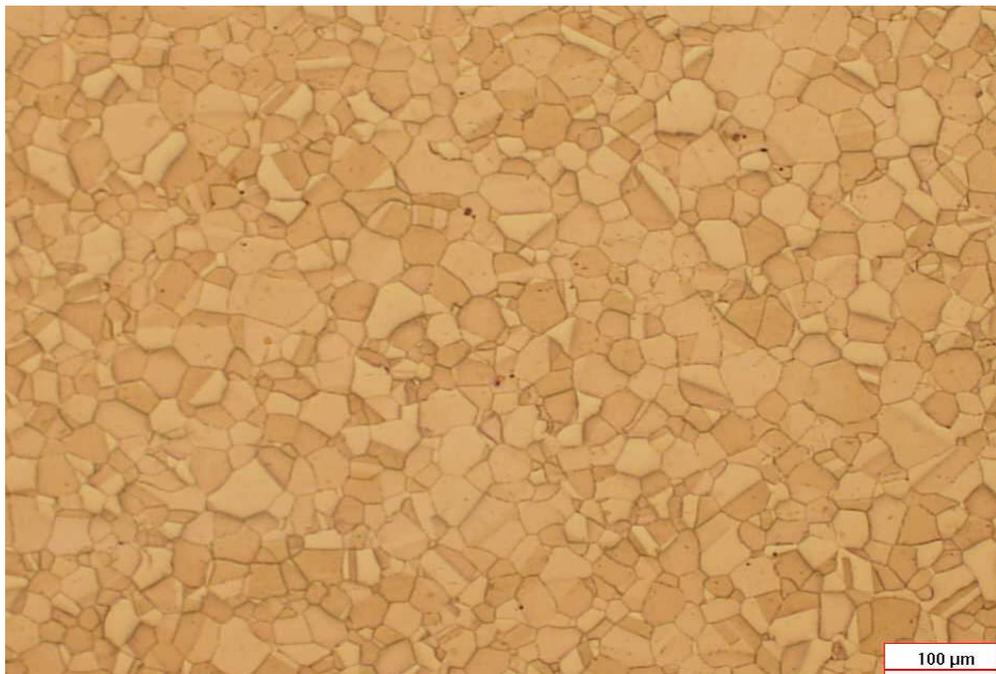


Figura A 12. Muestra deformada 0.8 a 1060°C, velocidad de 10^{-1} s^{-1} con solubilizado 1 h a 1000°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.

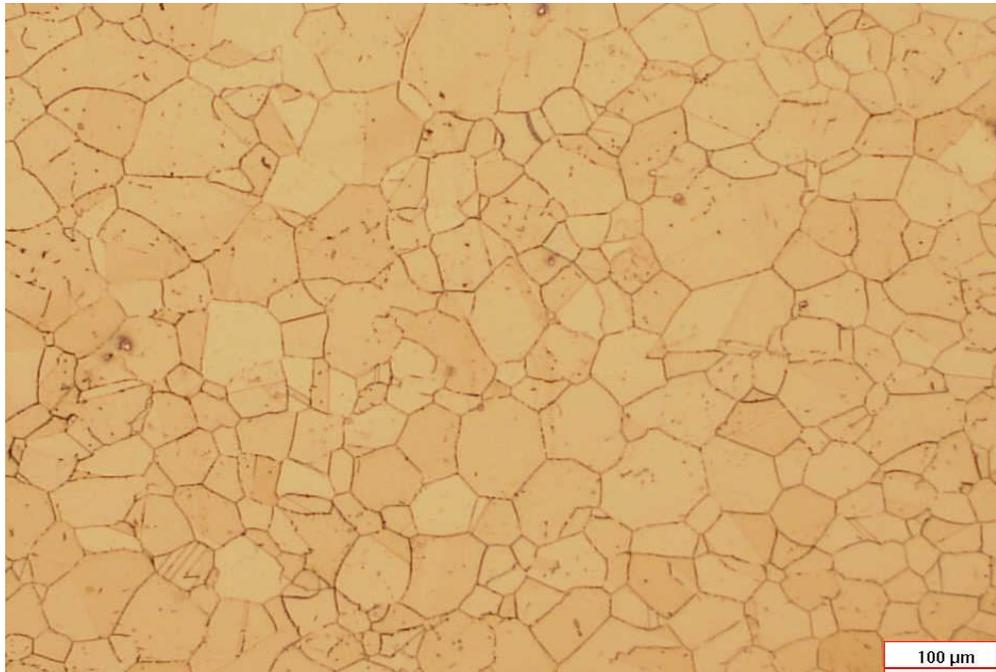


Figura A 13. Muestra deformada 0.8 a 1060°C, velocidad de 10^{-1} s^{-1} con solubilizado 2 h a 960°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.



Figura A 14. Muestra deformada 0.8 a 1060°C, velocidad de 10^{-1} s^{-1} con solubilizado 2 h a 1000°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.



Figura A 15. Muestra deformada 0.8 a 1060°C, velocidad de 10^{-2} s^{-1} con solubilizado 1 h a 960°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.

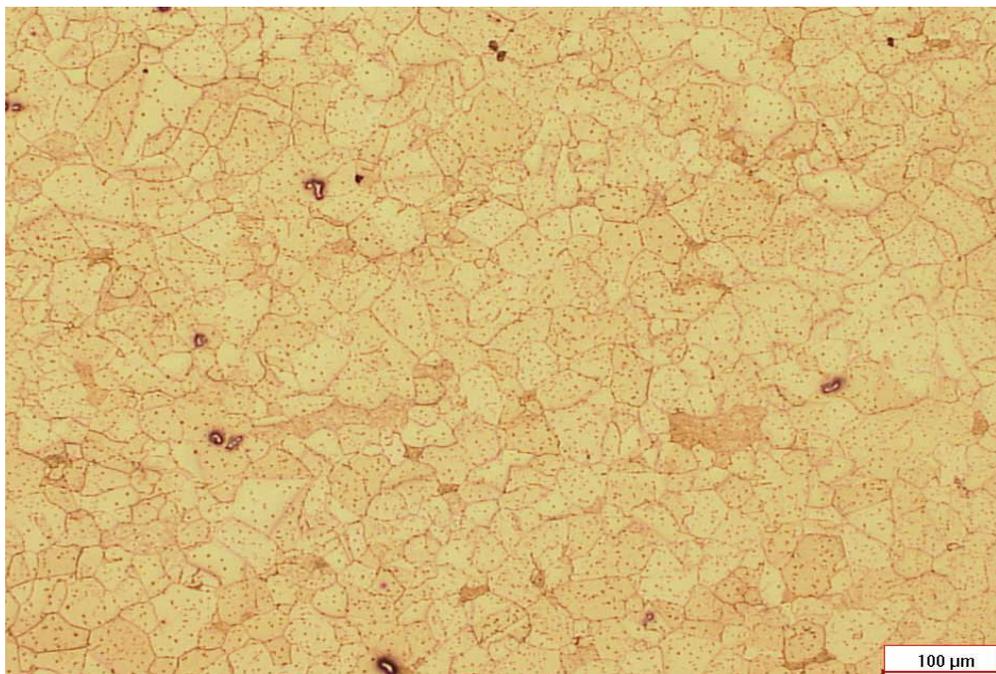


Figura A 16. Muestra deformada 0.8 a 1060°C, velocidad de 10^{-2} s^{-1} con solubilizado 1 h a 1000°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.

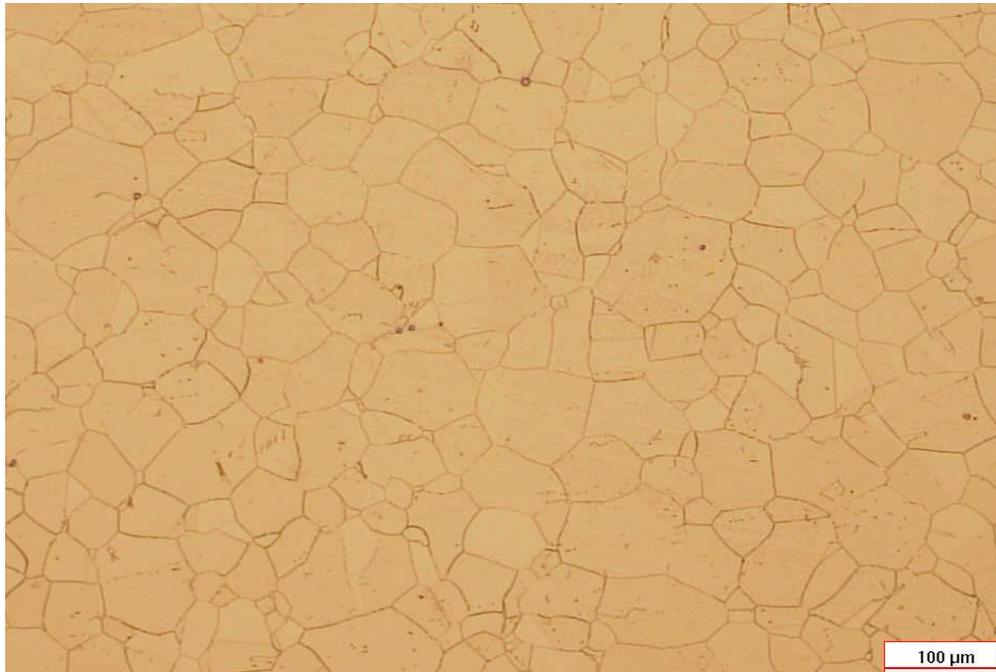


Figura A 17. Muestra deformada 0.8 a 1060°C, velocidad de 10^{-2} s^{-1} con solubilizado 2 h a 960°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.

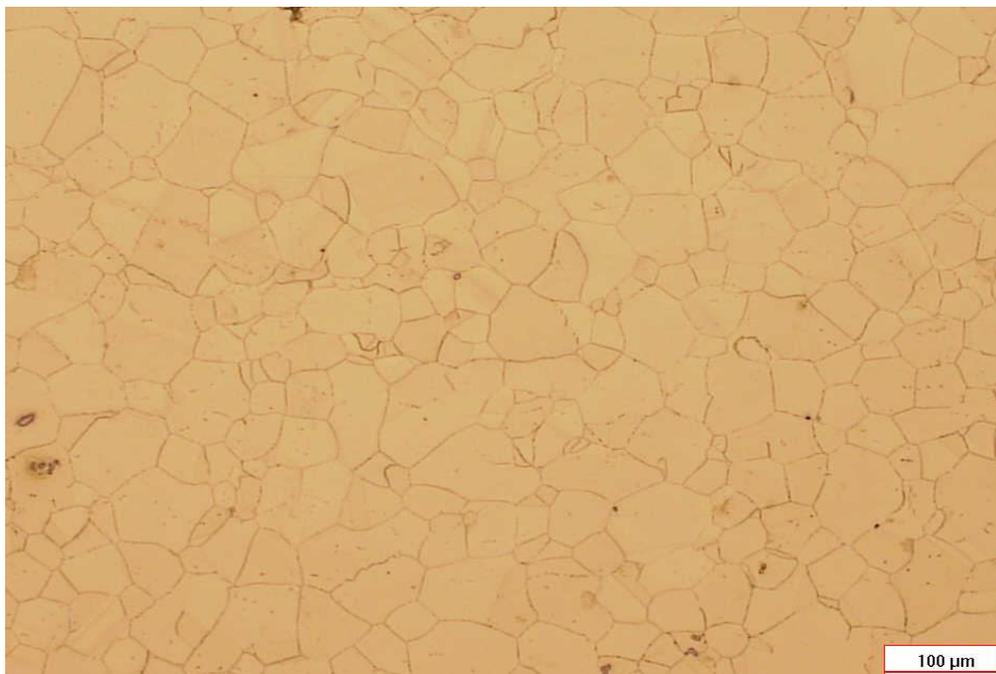


Figura A 18. Muestra deformada 0.8 a 1060°C, velocidad de 10^{-2} s^{-1} con solubilizado 2 h a 1000°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.

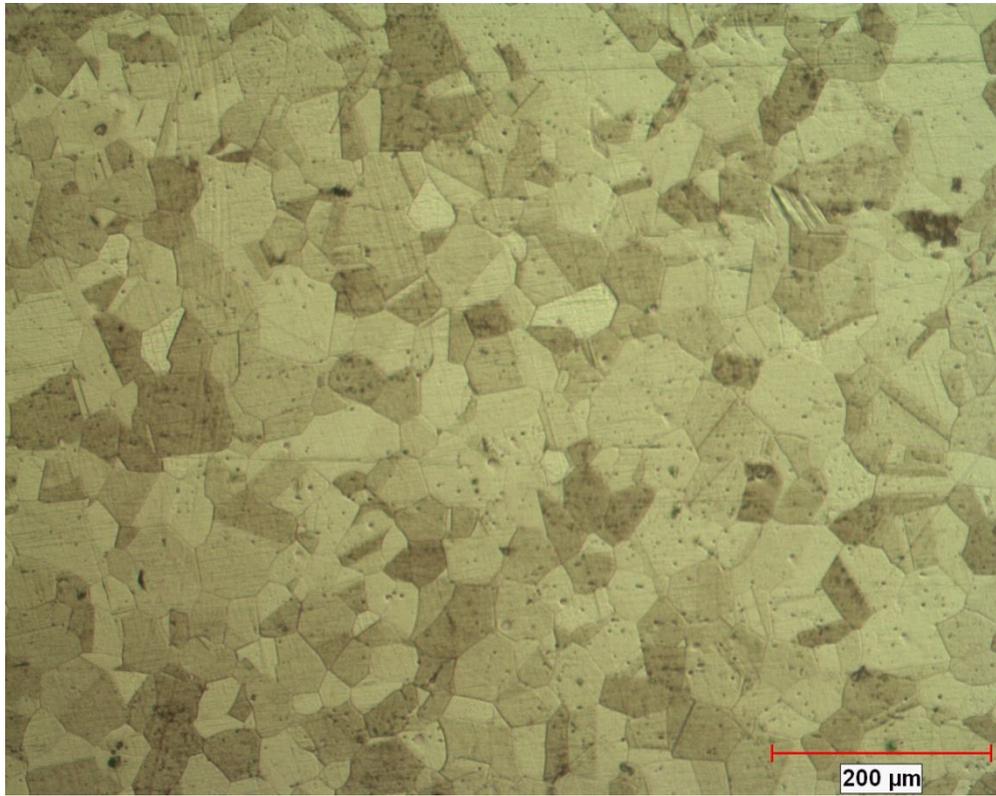


Figura A 19. Muestra deformada 0.8 a 1060°C y velocidad de 10^{-1} s^{-1} .

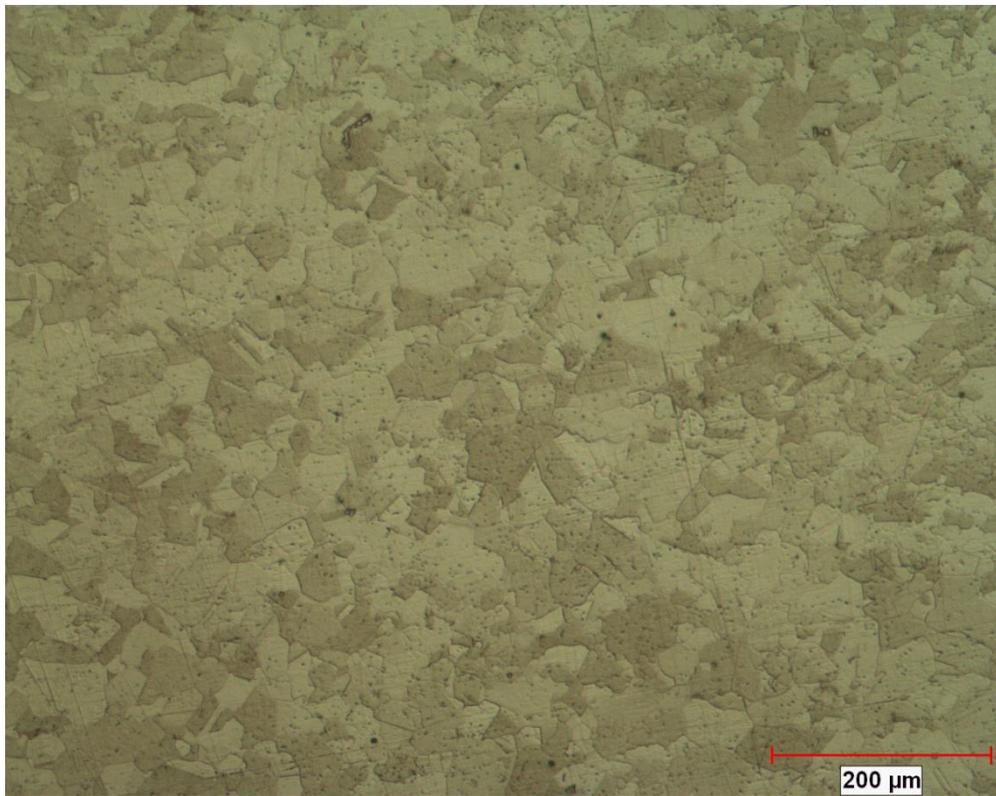


Figura A 20. Muestra deformada 0.8 a 1060°C y velocidad de 10^{-2} s^{-1} .



Figura A 21. Muestra deformada 0.8 a 900°C, velocidad de 10^{-1} s^{-1} con solubilizado 1 h a 960°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.

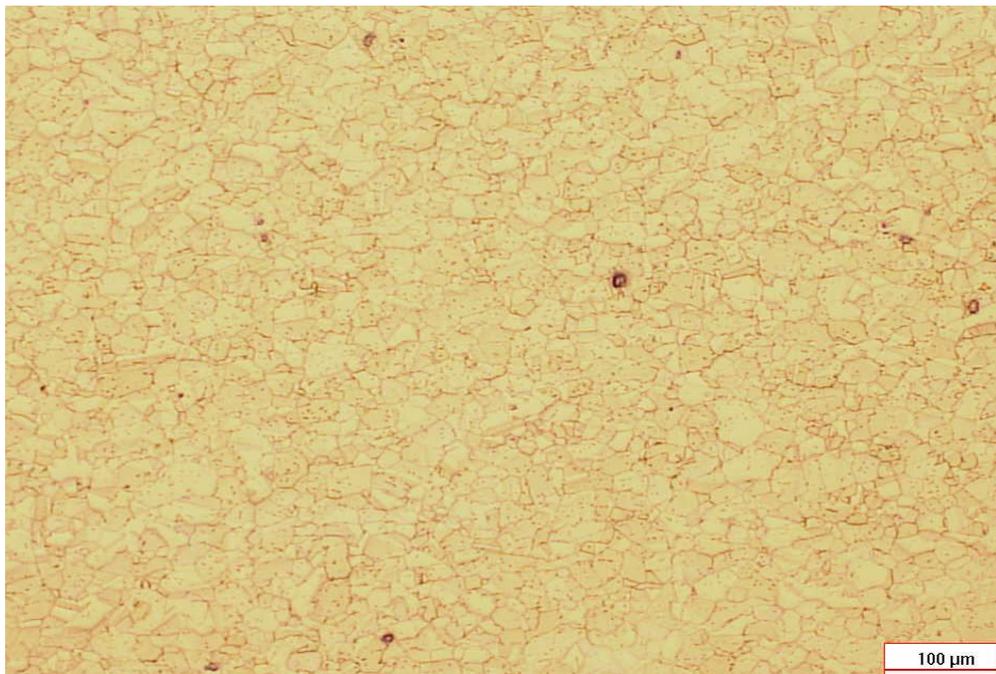


Figura A 22. Muestra deformada 0.8 a 900°C, velocidad de 10^{-1} s^{-1} con solubilizado 1 h a 1000°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.



Figura A 23. Muestra deformada 0.8 a 900°C, velocidad de 10^{-1} s^{-1} con solubilizado 2 h a 960°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.

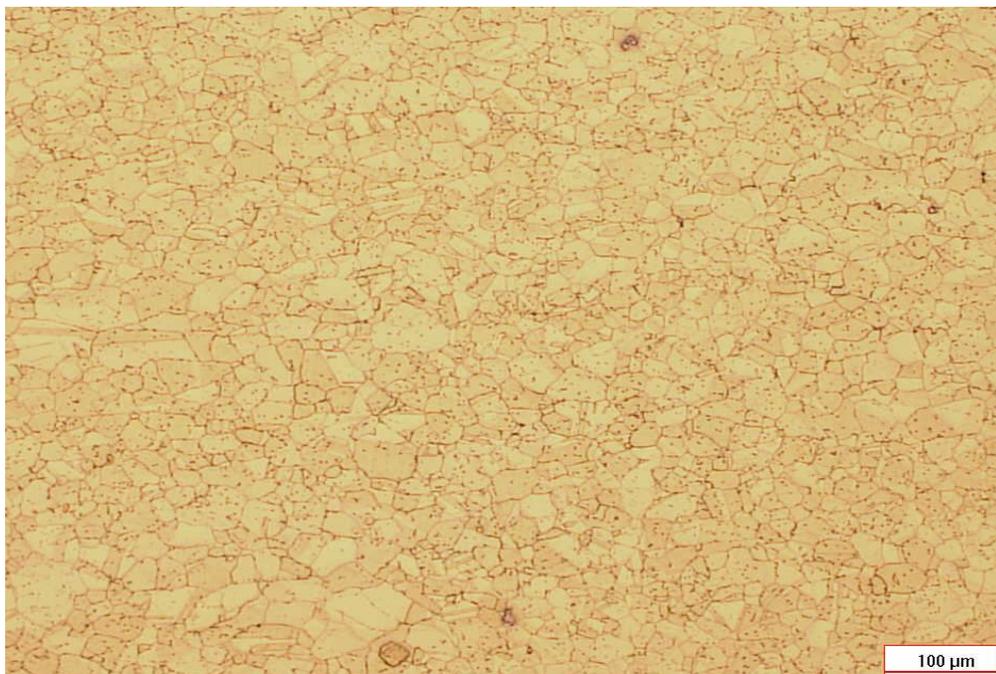


Figura A 24. Muestra deformada 0.8 a 900°C, velocidad de 10^{-1} s^{-1} con solubilizado 2 h a 1000°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.



Figura A 25. Muestra deformada 0.8 a 900°C, velocidad de 10^{-2} s^{-1} con solubilizado 1 h a 960°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.



Figura A 26. Muestra deformada 0.8 a 900°C, velocidad de 10^{-2} s^{-1} con solubilizado 1 h a 1000°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.



Figura A 27. Muestra deformada 0.8 a 900°C, velocidad de 10^{-2} s^{-1} con solubilizado 2 h a 960°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.



Figura A 28. Muestra deformada 0.8 a 900°C, velocidad de 10^{-2} s^{-1} con solubilizado 2 h a 1000°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.

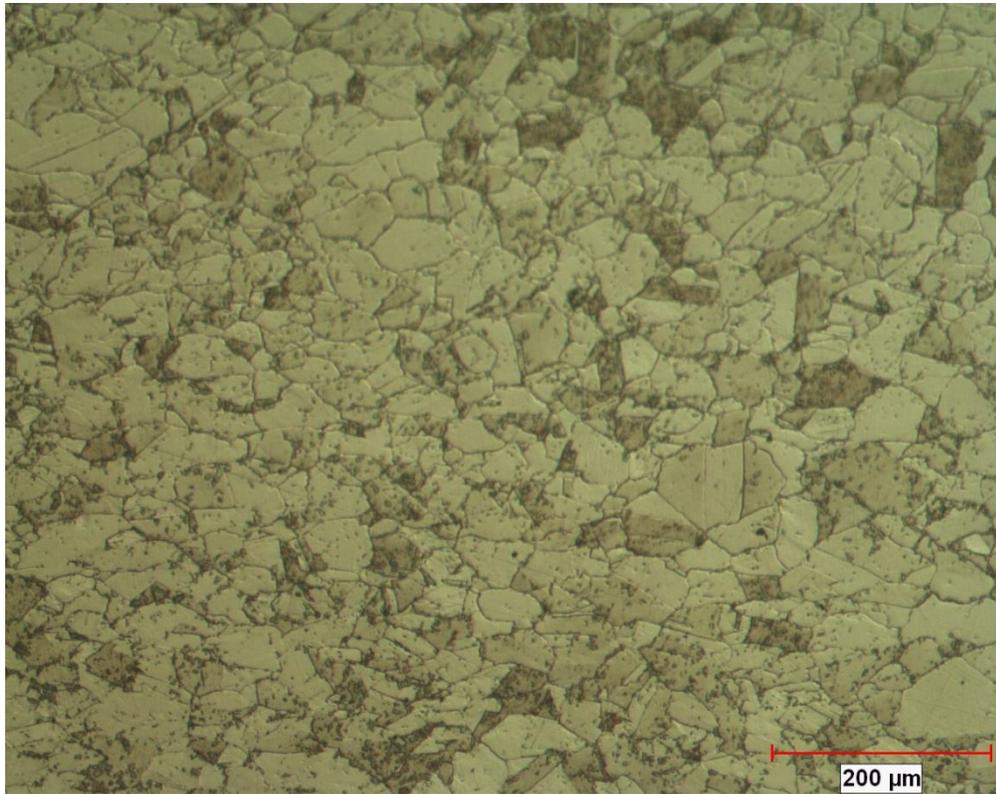


Figura A 29. Muestra deformada 0.8 a 900°C y velocidad de 10^{-1} s^{-1} .

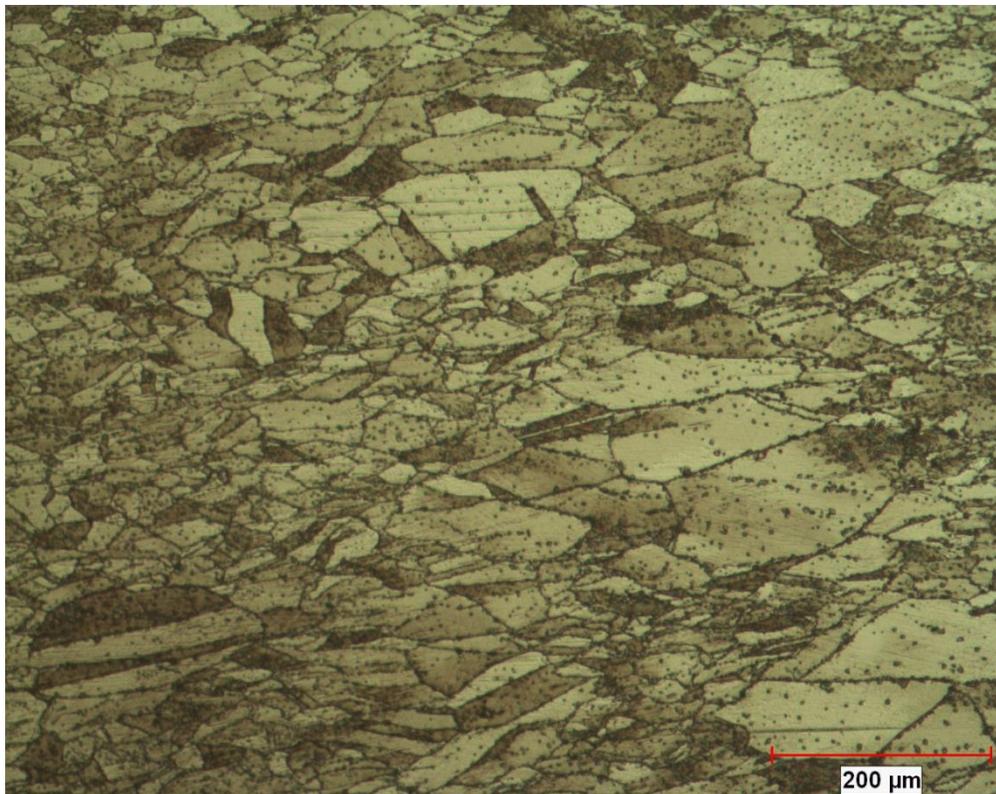


Figura A 30. Muestra deformada 0.8 a 900°C y velocidad de 10^{-2} s^{-1} .

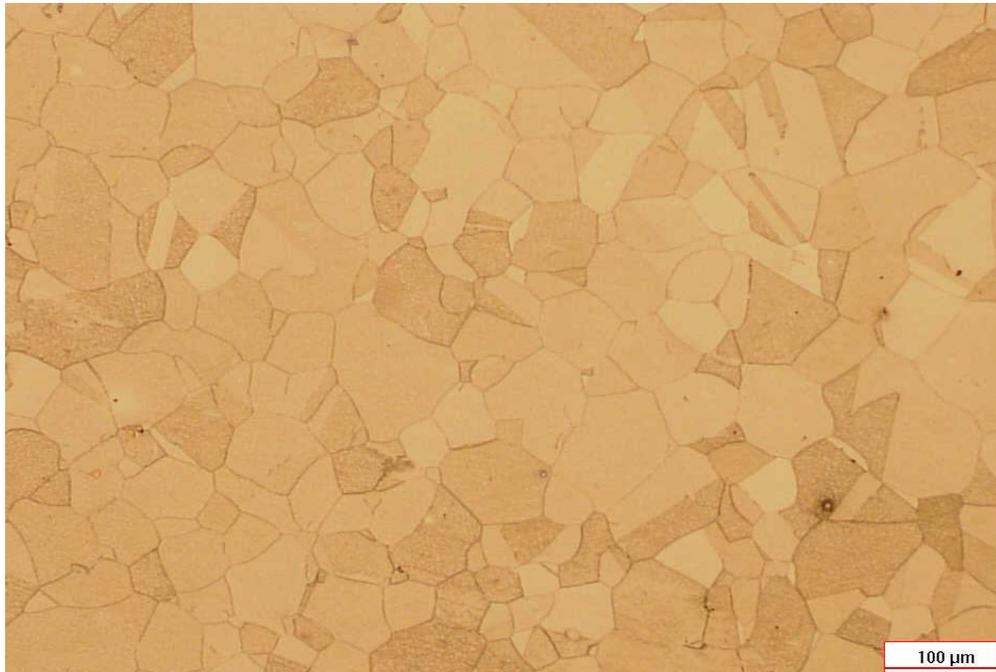


Figura A 31. Muestra deformada 0.33 a 1100°C, velocidad de 10^{-1} s^{-1} con solubilizado 1 h a 960°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.

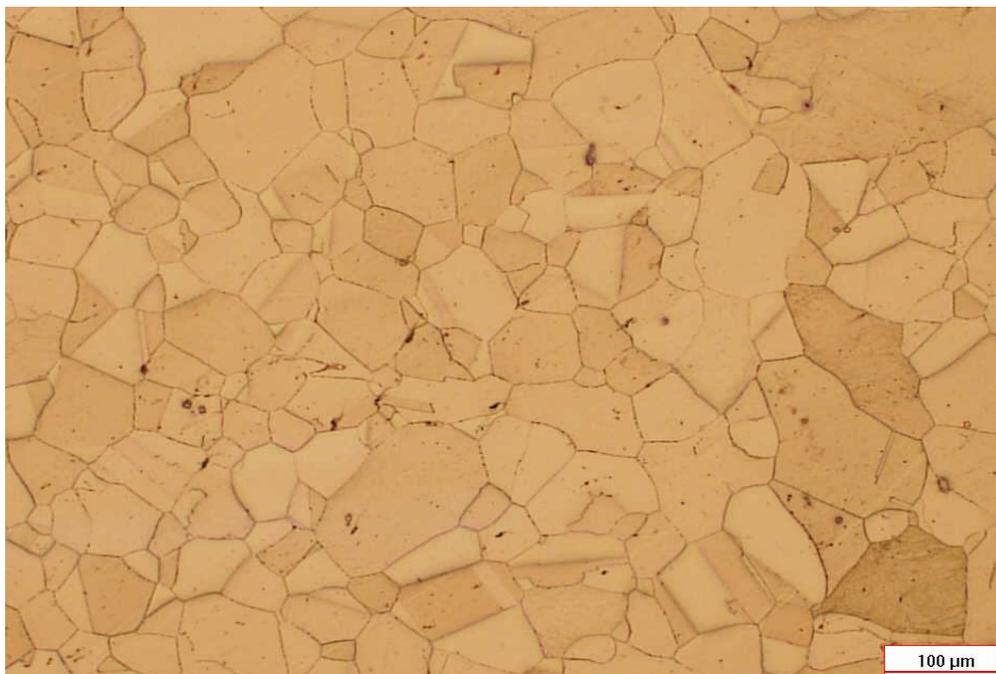


Figura A 32. Muestra deformada 0.33 a 1100°C, velocidad de 10^{-1} s^{-1} con solubilizado 1 h a 1000°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.

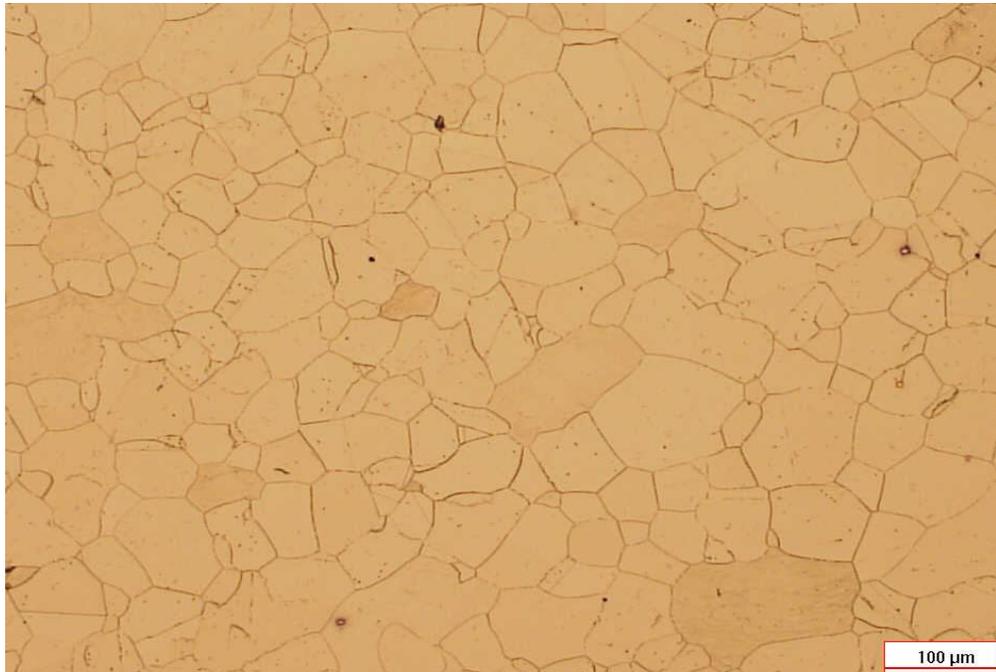


Figura A 33. Muestra deformada 0.33 a 1100°C, velocidad de 10^{-1} s^{-1} con solubilizado 2 h a 960°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.

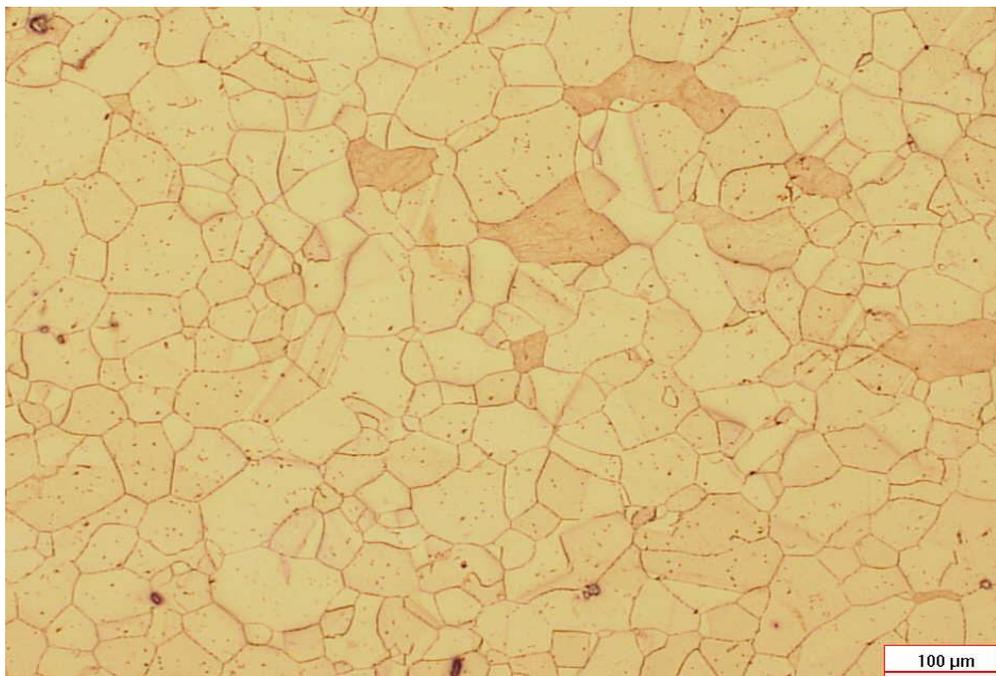


Figura A 34. Muestra deformada 0.33 a 1100°C, velocidad de 10^{-1} s^{-1} con solubilizado 2 h a 1000°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.

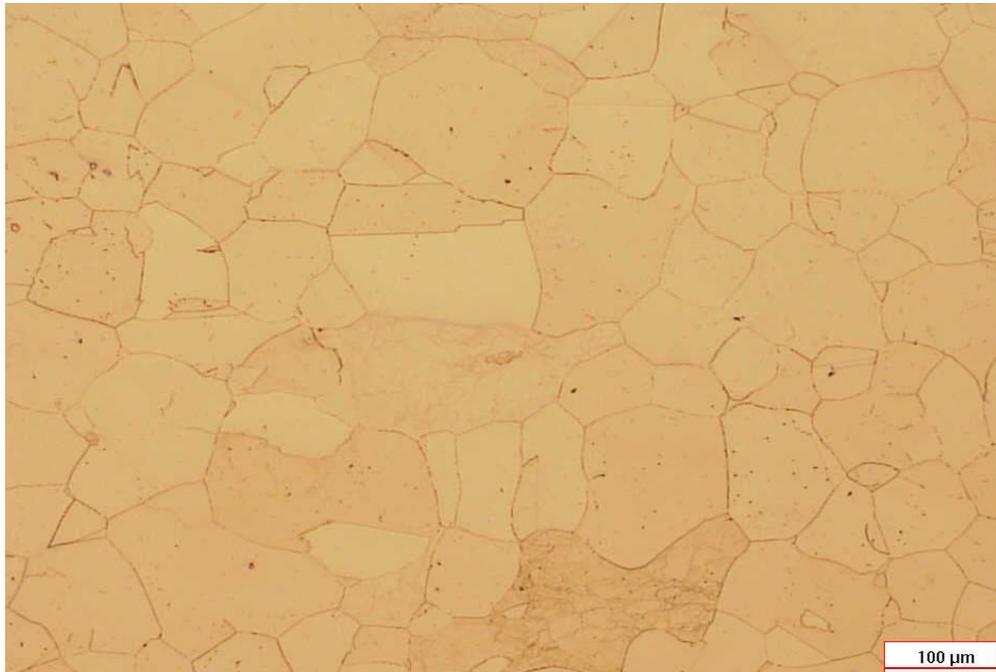


Figura A 35. Muestra deformada 0.33 a 1100°C, velocidad de 10^{-2} s^{-1} con solubilizado 1 h a 960°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.

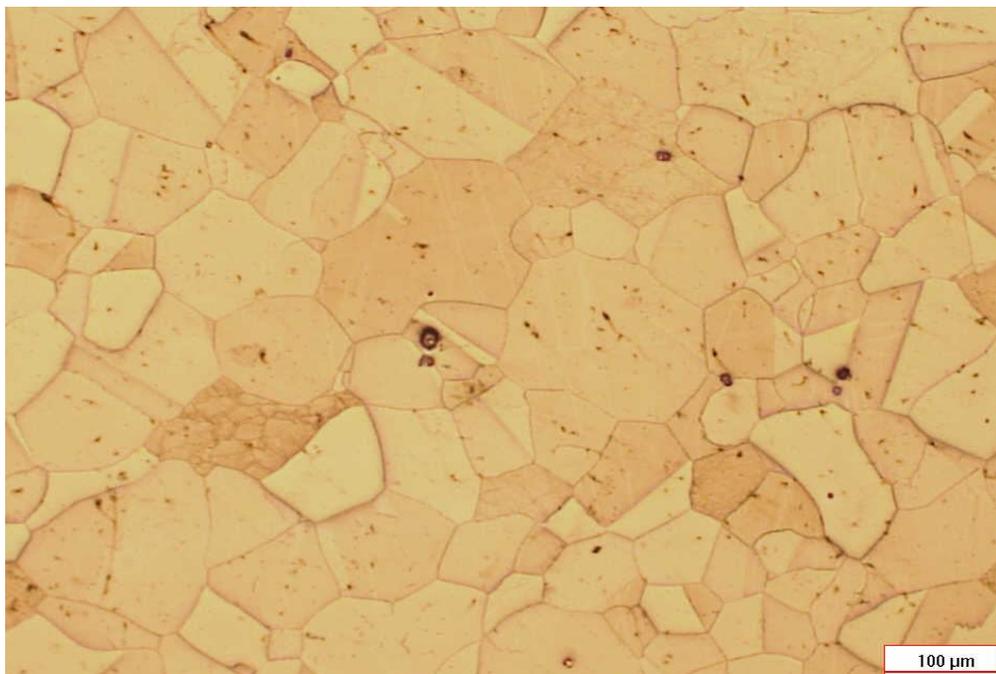


Figura A 36. Muestra deformada 0.33 a 1100°C, velocidad de 10^{-2} s^{-1} con solubilizado 1 h a 1000°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.

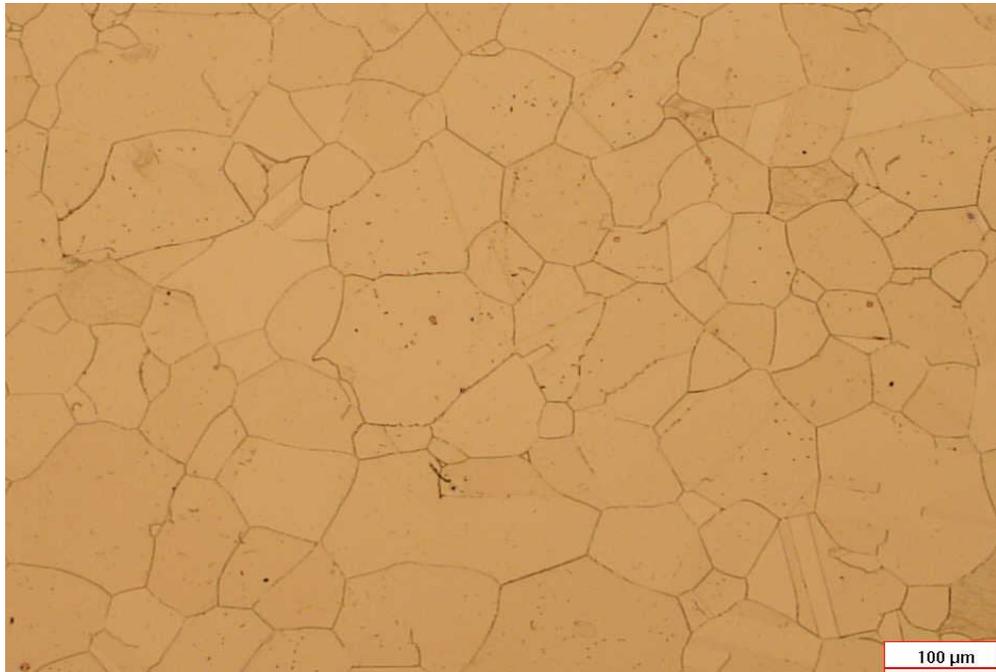


Figura A 37. Muestra deformada 0.33 a 1100°C, velocidad de 10^{-2} s^{-1} con solubilizado 2 h a 960°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.

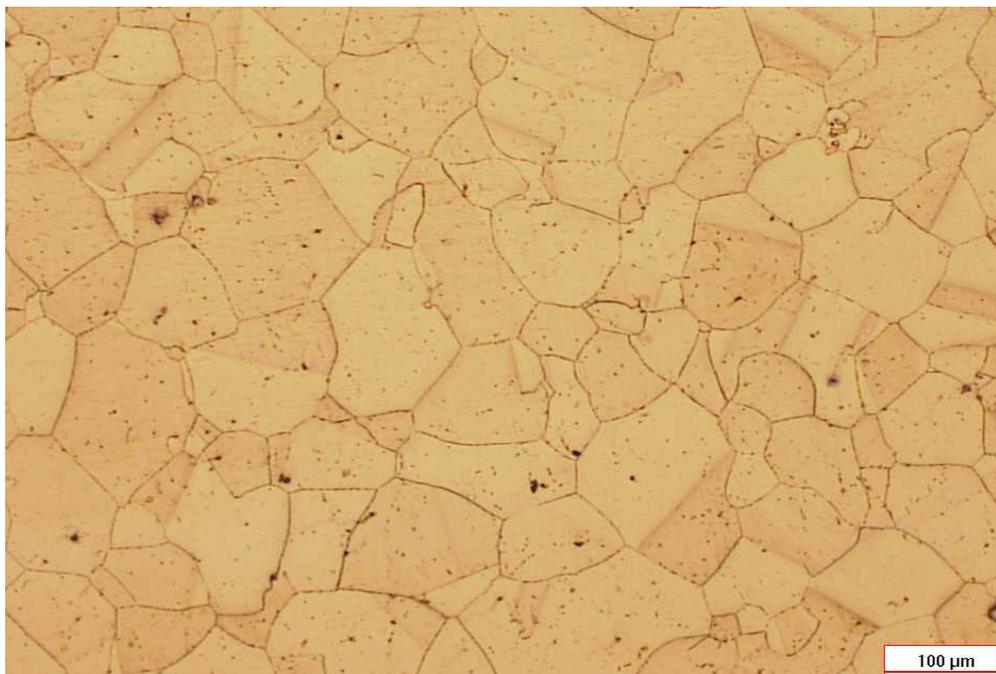


Figura A 38. Muestra deformada 0.33 a 1100°C, velocidad de 10^{-2} s^{-1} con solubilizado 2 h a 1000°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.

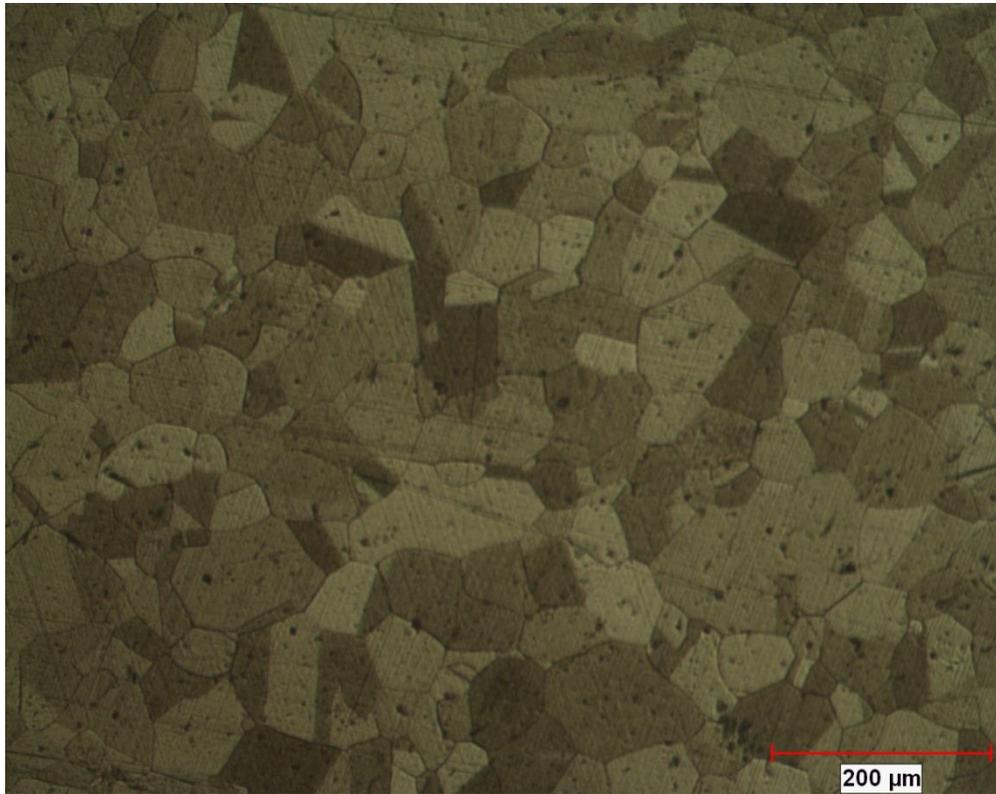


Figura A 39. Muestra deformada 0.33 a 1100°C y velocidad de 10^{-1} s^{-1} .

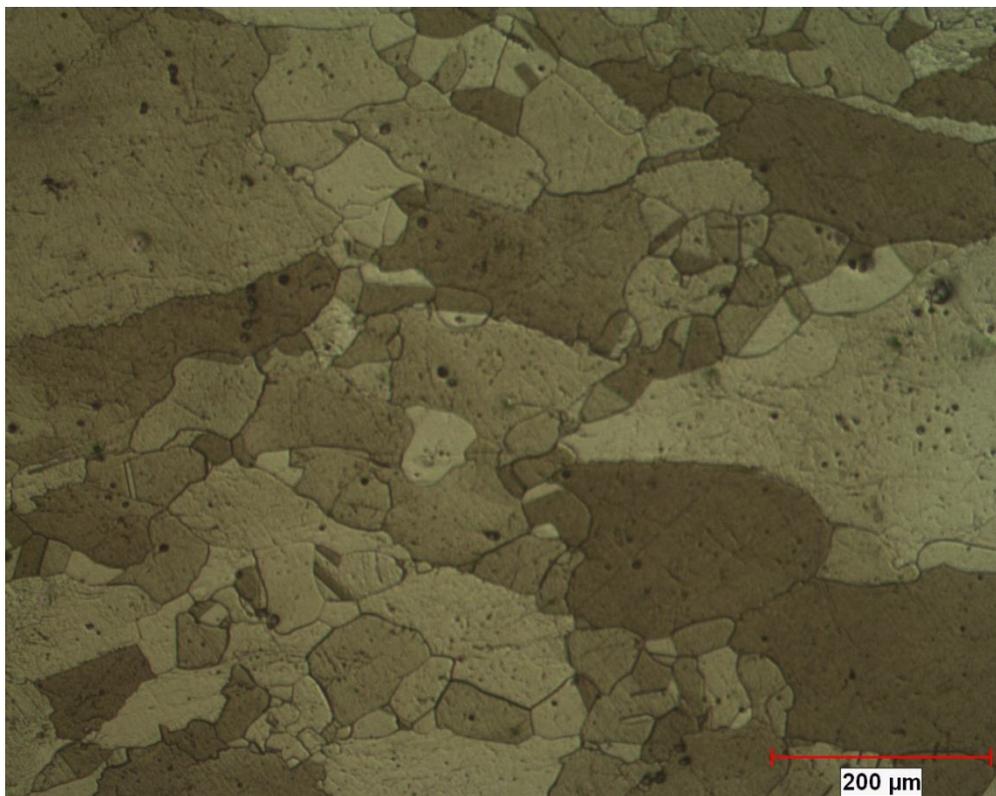


Figura A 40. Muestra deformada 0.33 a 1100°C y velocidad de 10^{-2} s^{-1} .



Figura A 41. Muestra deformada 0.33 a 1060°C, velocidad de 10^{-1} s^{-1} con solubilizado 1 h a 960°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.

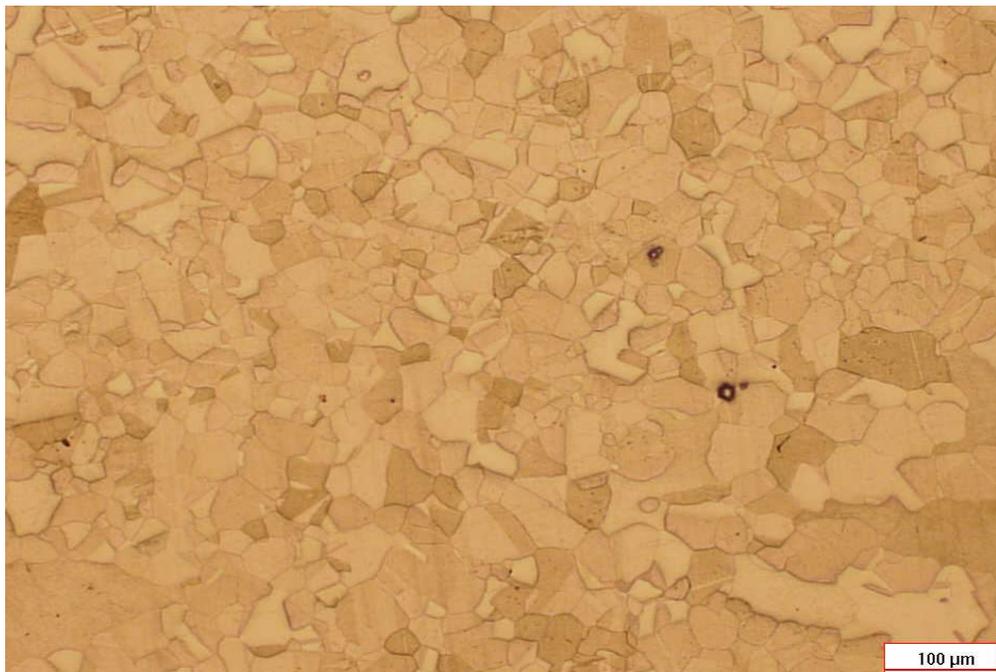


Figura A 42. Muestra deformada 0.33 a 1060°C, velocidad de 10^{-1} s^{-1} con solubilizado 1 h a 1000°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.

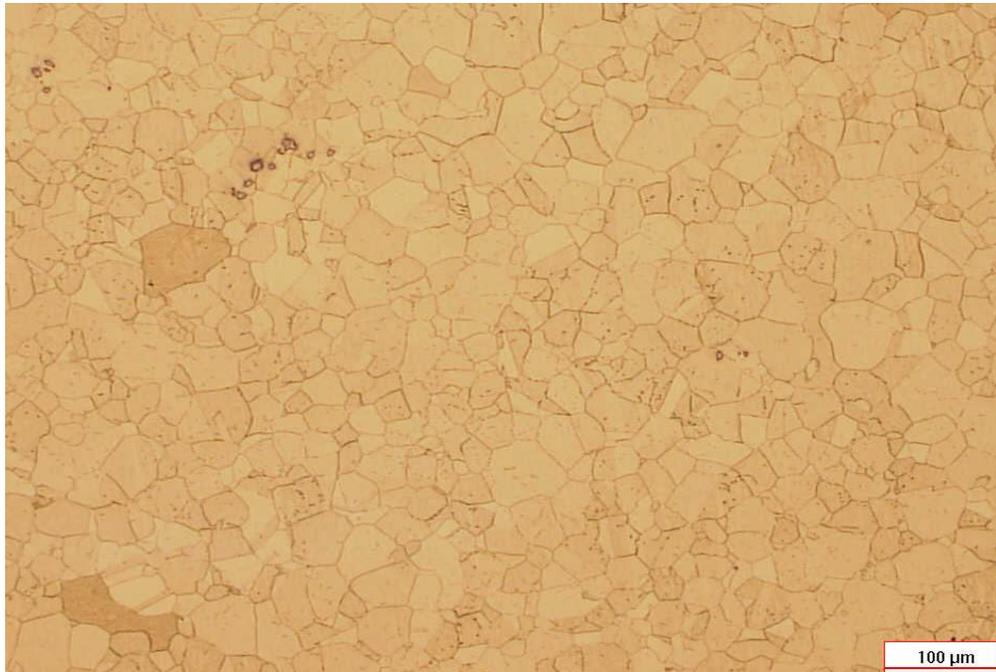


Figura A 43. Muestra deformada 0.33 a 1060°C, velocidad de 10^{-1} s^{-1} con solubilizado 2 h a 960°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.

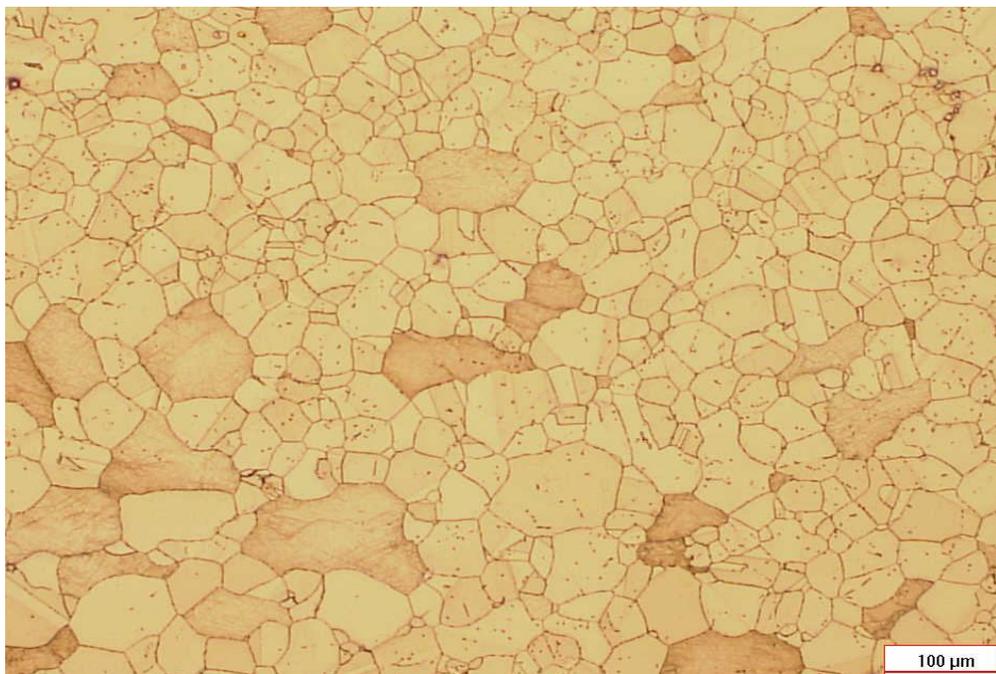


Figura A 44. Muestra deformada 0.33 a 1060°C, velocidad de 10^{-1} s^{-1} con solubilizado 2 h a 1000°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.

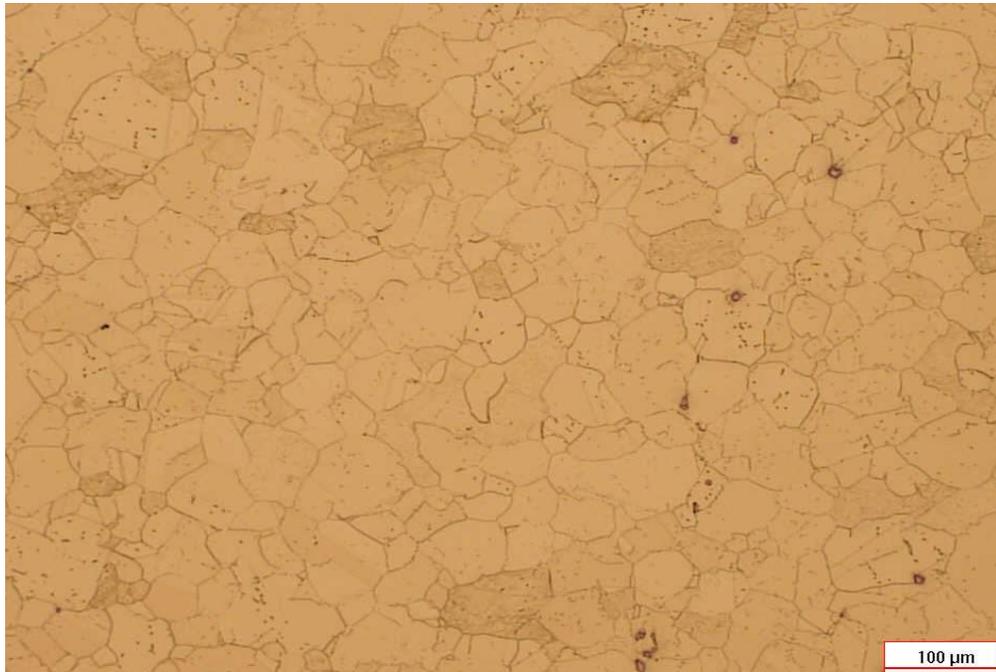


Figura A 45. Muestra deformada 0.33 a 1060°C, velocidad de 10^{-2} s^{-1} con solubilizado 1 h a 960°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.

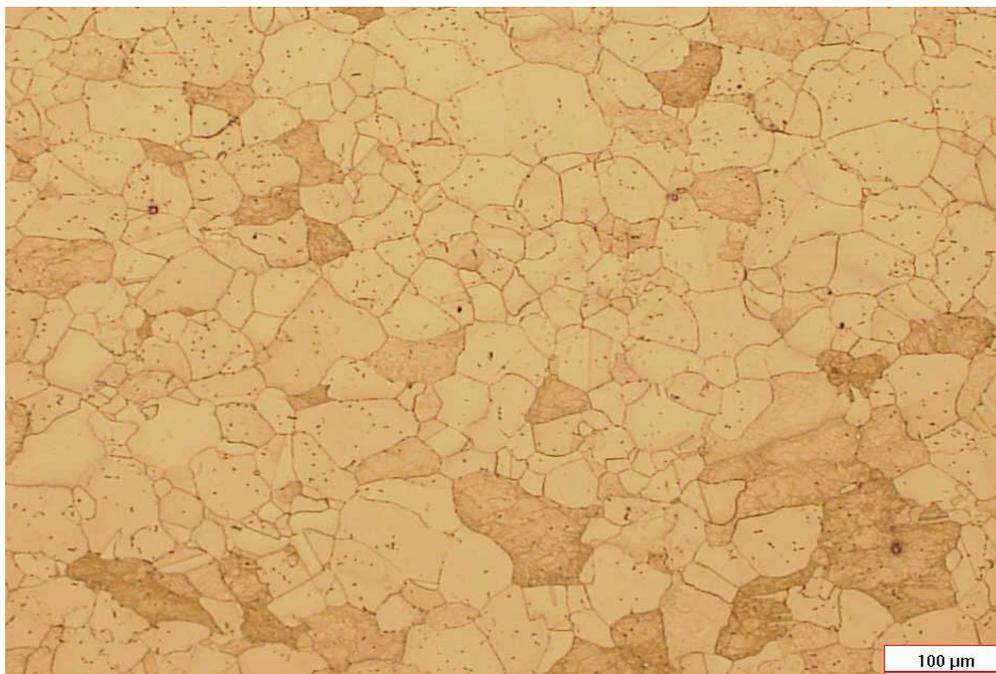


Figura A 46. Muestra deformada 0.33 a 1060°C, velocidad de 10^{-2} s^{-1} con solubilizado 1 h a 1000°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.

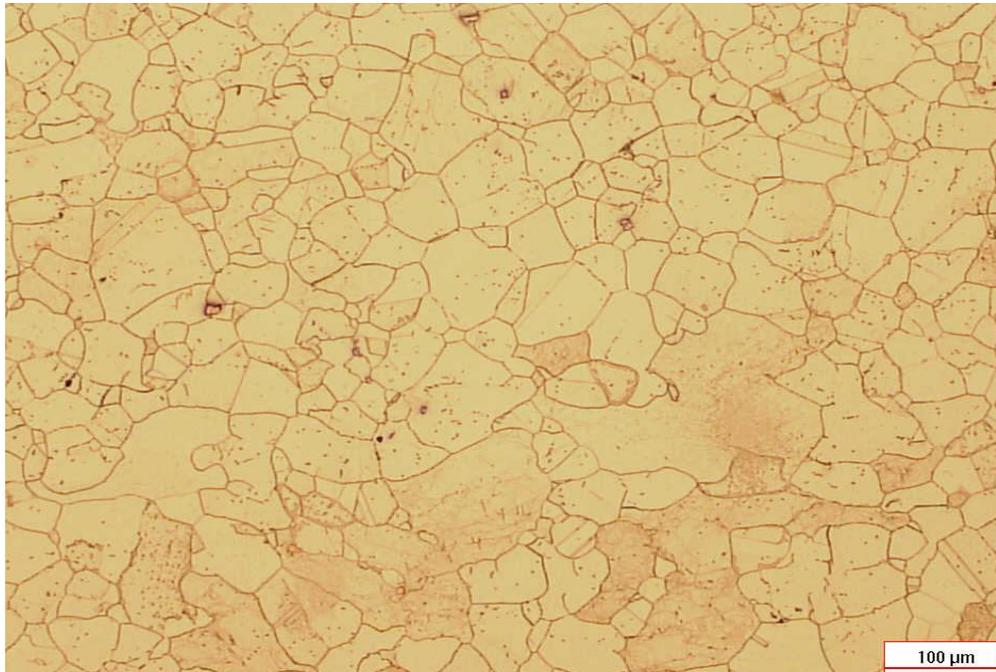


Figura A 47. Muestra deformada 0.33 a 1060°C, velocidad de 10^{-2} s^{-1} con solubilizado 2 h a 960°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.



Figura A 48. Muestra deformada 0.33 a 1060°C, velocidad de 10^{-2} s^{-1} con solubilizado 2 h a 1000°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.

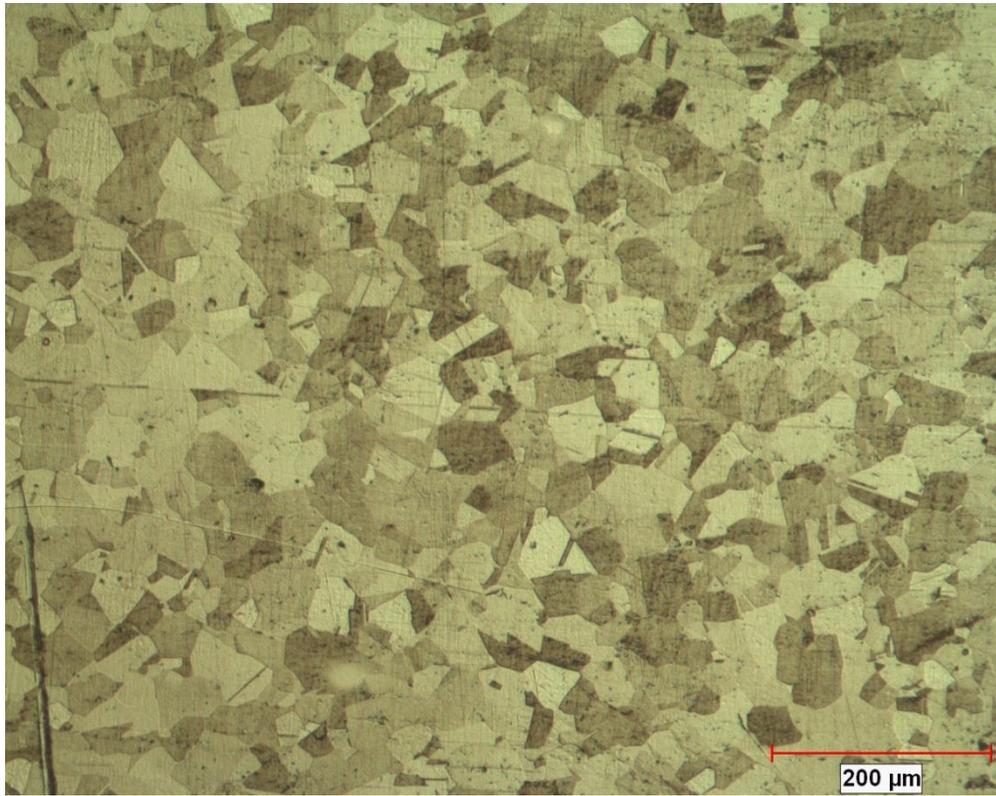


Figura A 49. Muestra deformada 0.33 a 1060°C y velocidad de 10^{-1} s^{-1} .

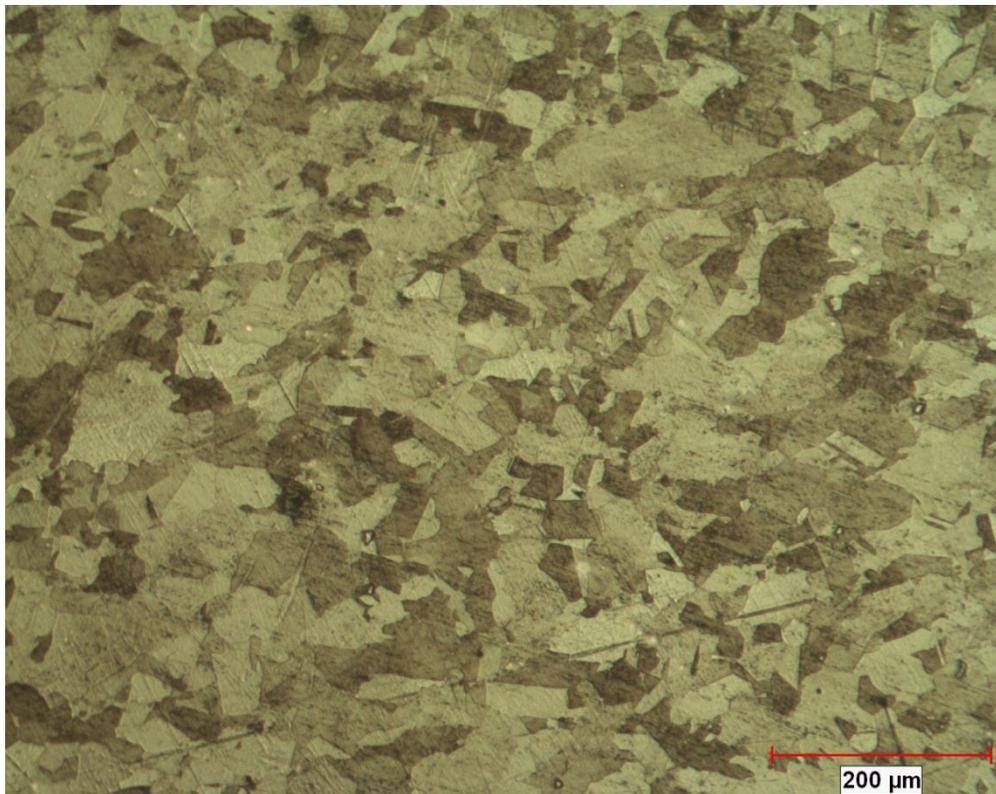


Figura A 50. Muestra deformada 0.33 a 1060°C y velocidad de 10^{-2} s^{-1} .



Figura A 51. Muestra deformada 0.33 a 900°C, velocidad de 10^{-1} s^{-1} con solubilizado 1 h a 960°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.

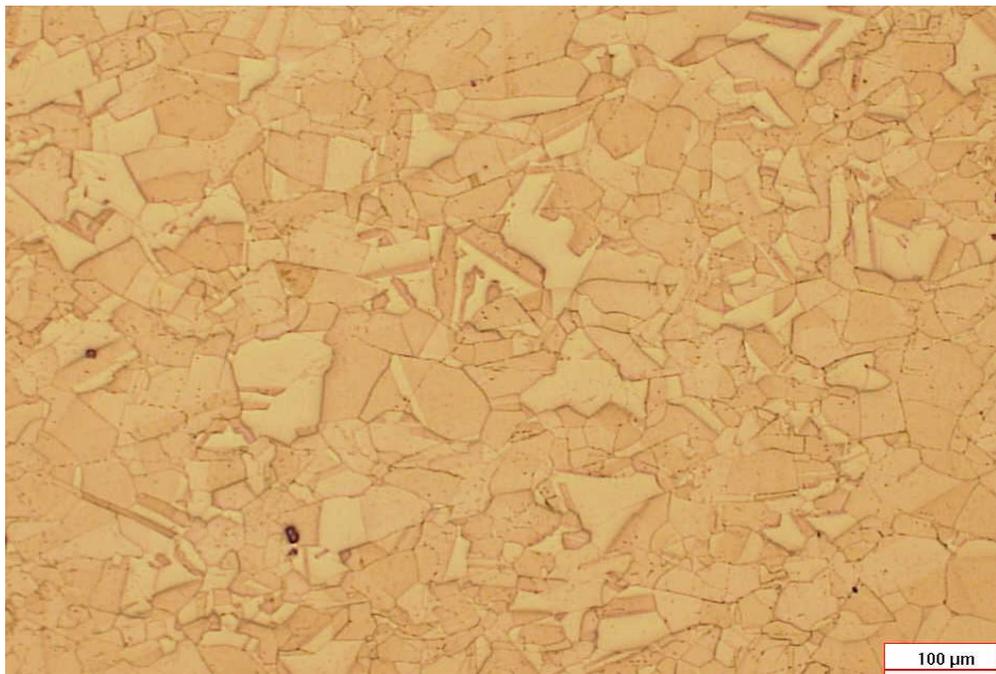


Figura A 52. Muestra deformada 0.33 a 900°C, velocidad de 10^{-1} s^{-1} con solubilizado 1 h a 1000°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.



Figura A 53. Muestra deformada 0.33 a 900C, velocidad de 10^{-1} s^{-1} con solubilizado 2 h a 960°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.



Figura A 54. Muestra deformada 0.33 a 900°C, velocidad de 10^{-1} s^{-1} con solubilizado 2 h a 1000°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.

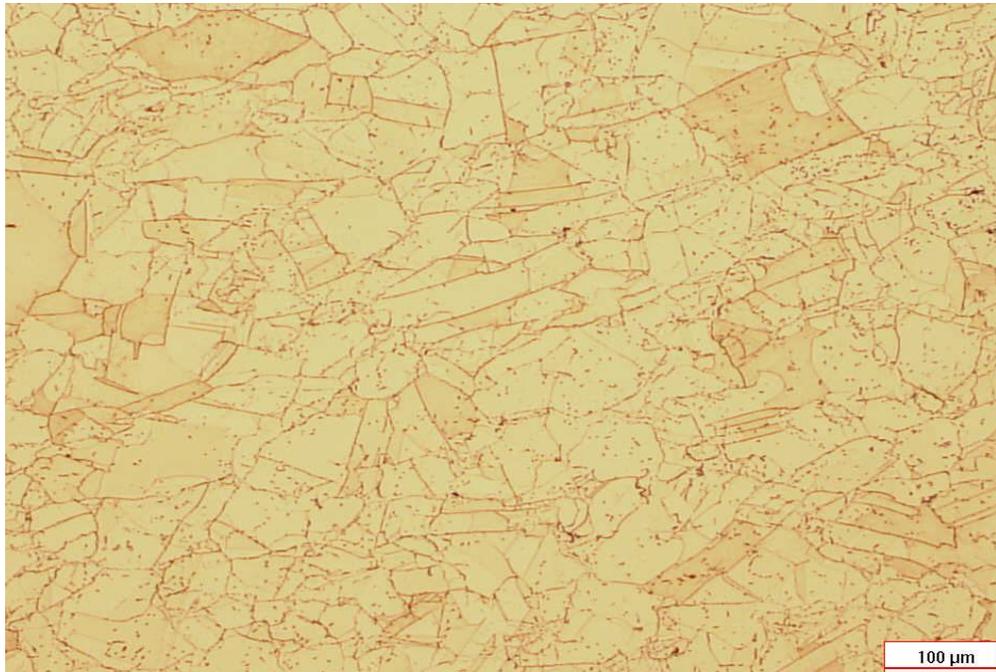


Figura A 55. Muestra deformada 0.33 a 900°C, velocidad de 10^{-2} s^{-1} con solubilizado 1 h a 960°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.

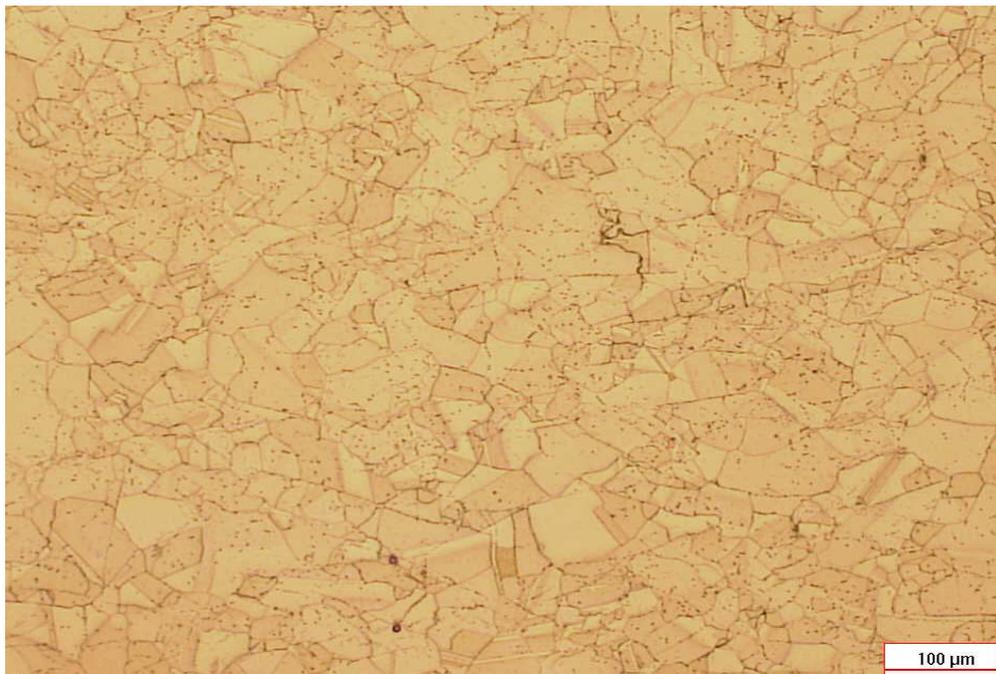


Figura A 56. Muestra deformada 0.33 a 900°C, velocidad de 10^{-2} s^{-1} con solubilizado 1 h a 1000°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.



Figura A 57. Muestra deformada 0.33 a 900°C, velocidad de 10^{-2} s^{-1} con solubilizado 2 h a 960°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.



Figura A 58. Muestra deformada 0.33 a 900°C, velocidad de 10^{-2} s^{-1} con solubilizado 2 h a 1000°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC.

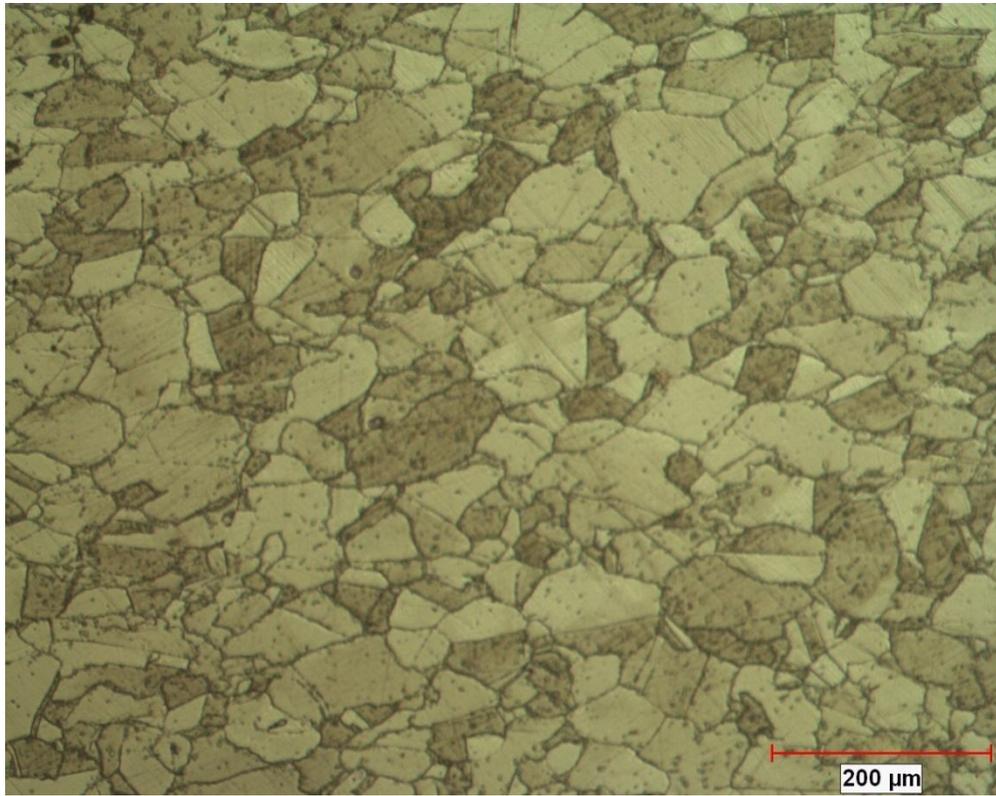


Figura A 59. Muestra deformada 0.33 a 900°C y velocidad de 10^{-1} s^{-1} .

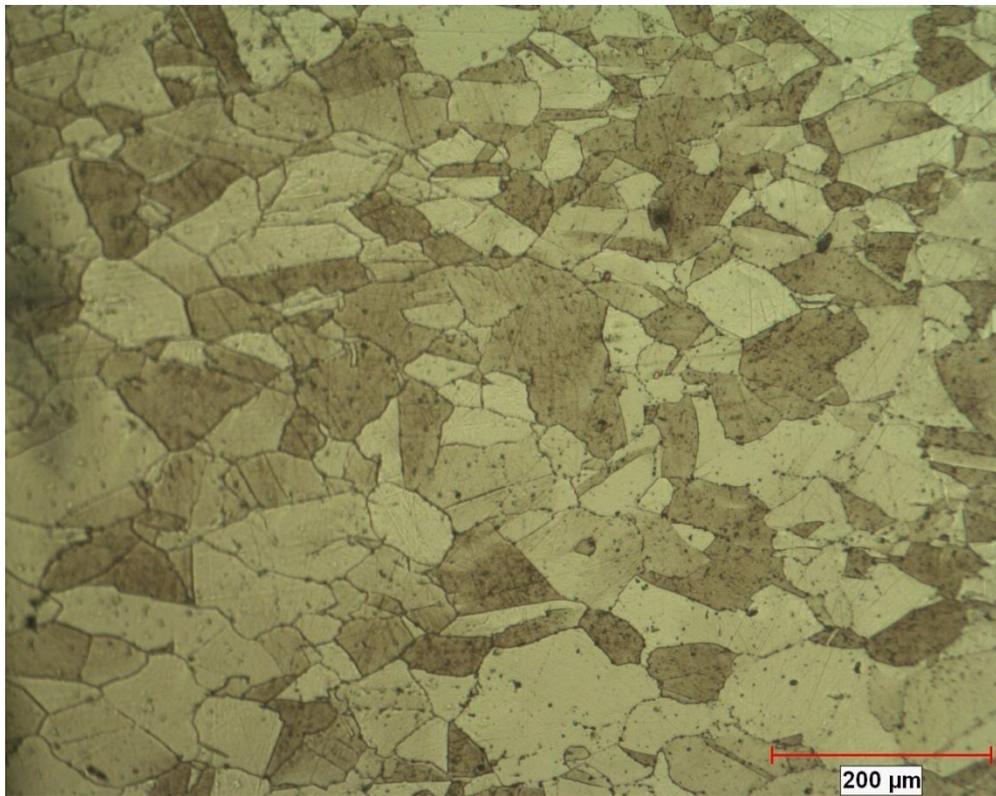


Figura A 60. Muestra deformada 0.33 a 900°C y velocidad de 10^{-2} s^{-1} .

ANEXO II

Grain boundary precipitation during thermomechanical processing of a nanostructured Fe-Ni based superalloy

M. de la Garza*, A.V. Lara, and M.P. Guerrero Mata

Universidad Autónoma de Nuevo León, Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica,
Programa Doctoral en Ingeniería de Materiales,
Av. Universidad s/n, San Nicolás de los Garza, N.L., 66450. México.

V. Páramo

Frisa Aerospace, Valentín G. Rivero, Los Treviño,
Santa Catarina, Nuevo León, 66150 México.

Recibido el 31 de agosto de 2008; aceptado el 8 de diciembre de 2008

The main mechanism of hardening in the iron-nickel superalloys is the particle precipitation of the γ' type when adding Al or Ti, or the γ'' type when Nb is added. When thermomechanical processing takes place, the contribution to the hardening by solid solution and dispersion of oxides and precipitated phases play an important role. In this work the properties and hardening mechanisms by precipitation while mechanically processing at high temperature were evaluated, the studied material is a 909 Incoloy type super alloy and it is used for the energy generation industry. The relation between the chemical composition as well as thermomechanical conditions was studied by high temperature mechanical testing; afterwards heat treatment was carried out in order to control the precipitation hardening. Light microscopy, scanning electronic microscopy (SEM) and atomic force microscopy (AFM) were used to characterize and identify the precipitated phases present in the different samples.

Keywords: Iron, nickel; superalloys; atomic force microscopy.

El mecanismo principal de endurecimiento por precipitación de las superaleaciones hierro-níquel es la precipitación de partículas del tipo γ' cuando se agrega Al o Ti, y del tipo γ'' cuando se agrega Nb. Cuando se lleva a cabo un procesamiento termo mecánico, la contribución del endurecimiento por solución sólida y dispersión de óxidos o fases precipitadas es de gran relevancia. En este trabajo se evaluaron las propiedades y mecanismos de endurecimiento por precipitación durante el proceso mecánico a alta temperatura, el material es una superaleación tipo Incoloy 909 usada por la industria de generación de energía. Se estudió la relación entre la composición química y las condiciones termomecánicas de los ensayos de tensión en caliente. Además se realizó un tratamiento térmico para el control del endurecimiento por precipitación. Para la caracterización e identificación de fases precipitadas se usó microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido (SEM) y microscopía de fuerza atómica (AFM).

Descriptores: Hierro; níquel; superaleaciones; microscopía de fuerza atómica.

PACS: 07.79.Lh; 62.20.-x; 61.46.+w

1. Introduction

The prediction and control of the microstructure in superalloys during thermomechanical processing is critical to the development of attractive service properties. The analyzed material in this work is an Incoloy 909, is a low thermal expansion heat resistant alloy, strengthened by the precipitation of fine spheroidal particles of γ' metastable phase composed of $Ni_3(TiNb)$ [1]. When this alloy is used for a long time at high temperatures, it is possible to shift from the γ' phase to the plate-like precipitates, ϵ phase [2,3]. The excessive precipitation of the ϵ phase in the matrix grains brings fragility to the alloy and deteriorates its mechanical properties, then stress accelerated grain boundary oxidation embrittlement occurs, which is the most common defect of this alloy, is suppressed

TABLE I. Chemical analyze of super alloy type 909.

| | Fe | Ni | Nb | Co | Al | Ti | Si |
|------|------|------|------|------|------|------|------|
| Wt % | 40.6 | 38.2 | 4.80 | 13.0 | 0.15 | 1.50 | 0.40 |

by precipitating a proper quantity of the ϵ phase at the grain boundary [4,5]. In this research, the precipitation kinetics and the γ' phase precipitated in the 909 Incoloy was studied and characterized by optical microscopy, scanning electron microscopy (SEM), and atomic force microscopy (AFM).

2. Experimental

The chemical composition of the commercially available Incoloy alloy 909 used for this research is shown in Table I.

TABLE II. Mechanical testing of 909 Incoloy evaluated under room temperature and service temperature.

| Sample | Solution heat treatment | RTT1 UTS, MPa | SRT2 Stress 660 C MPa | Elongation % |
|--------|-------------------------|---------------|-----------------------|---------------|
| A | 955,2 h | 986 | 690 | 22.2 |
| B | 1010, 2 h | 1,062 | 510 | Notch failure |
| C | 1000, 1 h | 1,062 | 690 | 10 |

¹ RTT Room temperature testing ² SRT Stress rupture testing.

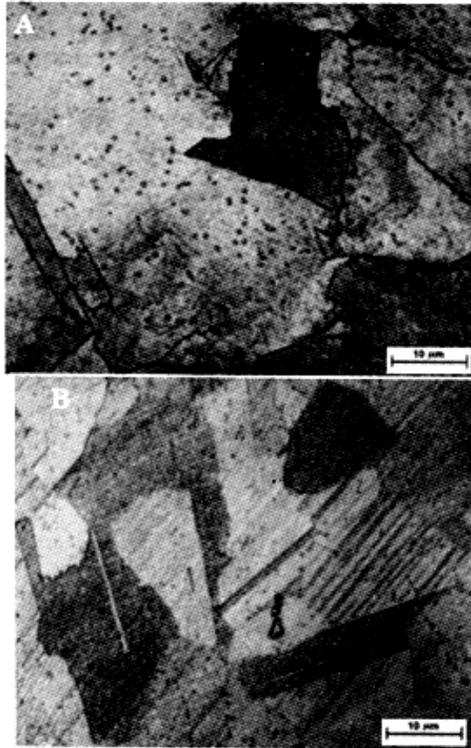


FIGURE 1. Light microscope images of samples, A and B.

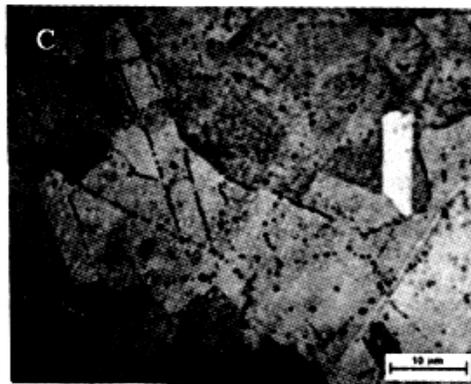


FIGURE 2. Light microscope image of sample, C.

The material was forged and hot rolled, the final rolling deformation was of 23% in one step, after being thermomechanically worked the samples were solubilized under three different conditions: sample A at 955°C and B at 1010°C both for 2 h, and C at 1000°C for 1 h and after that all samples were aged

at the same conditions, at 720°C for 8 h then 620°C for 8 h. After processing, the material was mechanically evaluated by tensile testing at room temperature and by stress rupture test (SRT) at 660°C. The UTS, the rupture stress and the elongation parameters from the tensile testing and SRT were evaluated for the different conditions as shown in Table II.

The samples after undergoing heat treatment were analyzed using optical microscopy, scanning electron microscopy and atomic force microscopy, the AFM was used in a previous work to characterize a precipitated phase in an Al alloy, due to its high resolution, it is possible to characterize the morphology of the phase [6].

3. Results

The thermomechanically processed Incoloy 909 was analyzed and tested after applying different heat treatments obtaining important results, the sample A which had the lower temperature in the solution heat treatment (SHT), presented the best properties of all, Table II. For sample B the higher temperature (SHT) was used and a notch failure was the result, under room temperature the material presented good properties. The middle temperature used for the SHT for

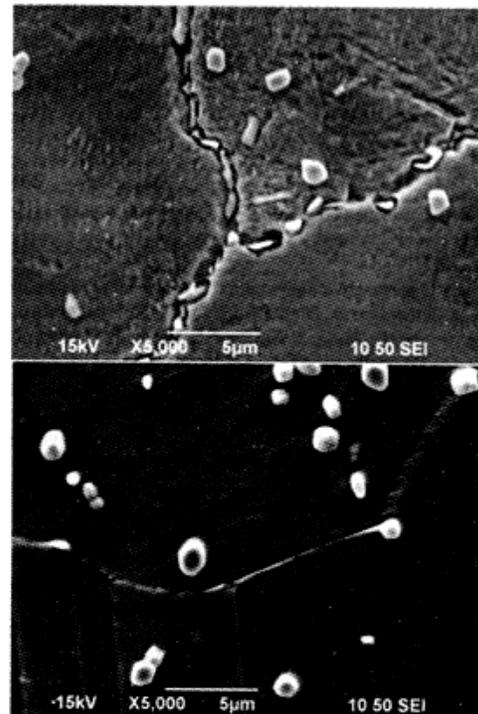


FIGURE 3. Scanning Electron Microscopy images of samples A (left) and sample C (right).

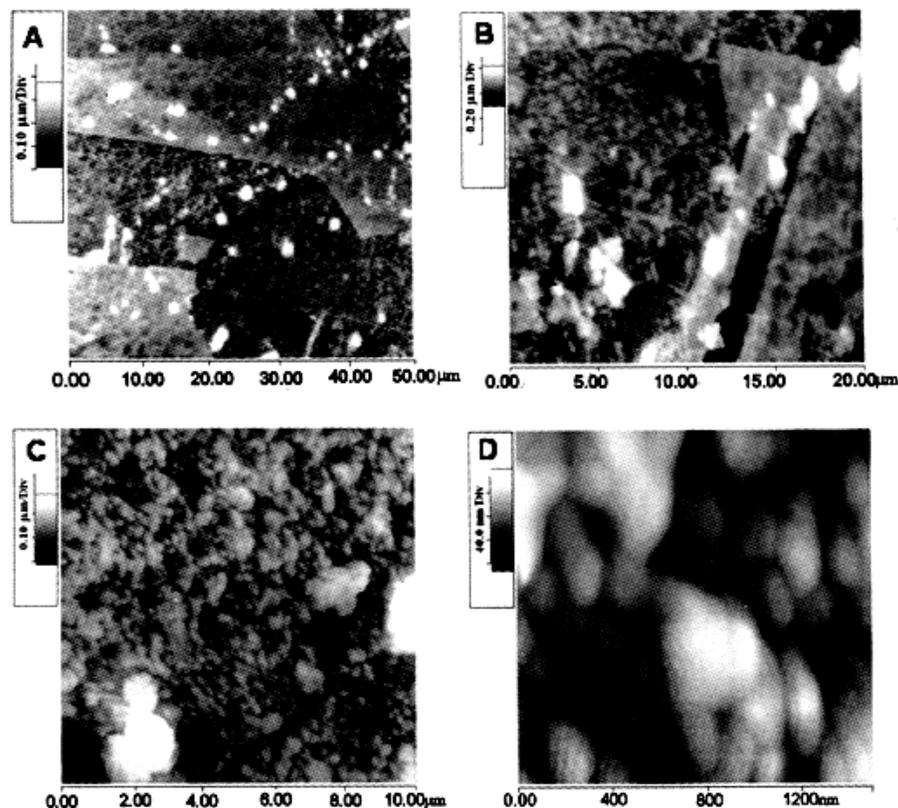


FIGURE 4. Atomic Force Microscopy images of sample B using different scan sizes a)50, b)20, c)10 y d)1.5 μm , the spheroidal γ' phase can be observed in the 10 y 1.5 μm scans.

sample C presented a high strength resistance but half elongation percentage in comparison with sample A. The microstructure of samples A and B of the thermally treated material, could be observed in Fig. 1, it can be seen that sample A presents a good distribution of precipitates, in sample B a phase which can be the ϵ due to the morphology in long lines that can be observed. In the Fig. 2 optical microscopy was used, the appearance of the grain boundary precipitation was revealed, in this case the grain boundary has changed, but the precipitates remain at the same position and looks like a boundary is missing. In the analysis of the solubilized alloy using SEM (Fig. 3) the sample A presented some precipitates at grain boundary which in some cases reinforce the grain limits an allow high resistance. In the right side of Fig. 3 a SEM image of sample C is analyzed observing the formation of twin boundaries which are often the causes of diminishing properties.

Atomic force microscopy has the best resolution topography images of all microscopy techniques, it was used in this research to characterize precipitates and precipi-

tated phases, finding interesting results. Different scale scans were taken as shown in Fig. 4, the AFM scans vary from 1.5 μm to 50 μm and were analyzed for sample B. The 50x50 and the 20x20 μm scans present lines of precipitates that were localized at grain boundaries and after SHT remain as a continuous line, although the boundaries change the size and shape, this phenomena is also called ghost boundary effect. The images of the high resolution scans (10x10 μm and 1.5x1.5 μm) presented spheroidal γ' precipitates with a diameter of 100-150 nm.

4. Conclusions

The properties of a Fe-Ni alloy are in great deal influence by the thermal treating after thermomechanical processing, increasing the solution heat treatment temperature results in decreasing the mechanical properties for this particular case. The characterization of the precipitated phase allows the identification of spheroidal γ' precipitates using atomic

force microscopy, measuring nanoprecipitates of 50 to 100 nm. Also the precipitation at the boundary was observed in both AFM and SEM images.

Acknowledgments

The authors acknowledge the financial support from Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT), Mexico and

the Programa de Apoyo a la Investigación Científica y Tecnológica (PAICYT) from the UANL and the Programa de mejoramiento del profesorado (Promep). Also thanks for the facilities for carrying out this project to FRISA AEROSPACE and the UANL-CIIDIT.

* e-mail: maribelg@gama.fime.uanl.mx Telephone: 00 52 (81) 83294000 Ext. 5770; Fax: 00 52 (81) 10523321.

1. Y.S. Yoo, *Scripta Materialia*, **53** (2005) 81.

2. D.F. Smith, J.S. Smith, and S. Floreen, *Superalloys* (The Metallurgical Society of AIME, Warrendale, PA 1988) 591.

3. CH. Symonds, D.F. Smith, and D.J. Tillack, *High Temperature Alloys for Gas Turbines and Other Applications*, Proceedings, Liege, Belgium, **1** (1986) 979.

4. K.A. Heck, D.F. Smith, J.S. Smith, D.A. Wells and M.A. Holderby, *Superalloys* (The Metallurgical Society of AIME, Warrendale, PA, 1988) 151.

5. K. Kusabiraki, E. Amadaand, and T. Ooka, *ISIJ International*, **36** (1996) 208.

6. M. de la Garza, T. Ros-Yañez, R. Colás, and Y. Houbaert, *Materials Characterization* **47** (2001) 347.

LISTA DE FIGURAS

| | |
|---|----|
| Figura 2-1. Datos históricos cronológicos de las invenciones y las primeras aplicaciones de las superaleaciones, Parte 1 [3]. | 6 |
| Figura 2-2. Datos históricos cronológicos de las invenciones y las primeras aplicaciones de las superaleaciones, Parte 2 [3]. | 6 |
| Figura 2-3. Coeficiente de expansión térmica del Inconel 718 y A-286 comparado con el del incoloy 903. Modificada [1]. | 8 |
| Figura 2-4. (a) Estructura cristalina de la fase γ . (b) Estructura cristalina de la fase γ' [6]. | 12 |
| Figura 2-5. Estructura cristalina de la fase γ'' [6]. | 13 |
| Figura 2-6. Configuración de la pieza de trabajo y los rodillos de un sistema típico de rolado de anillos. Modificada [36]. | 20 |
| Figura 2-7. Influencia de la laminación en caliente sobre la estructura cristalina [39]. | 22 |
| Figura 2-8. Representación esquemática de la recristalización dinámica discontinua en diferentes condiciones de deformación cristalina [39]. | 23 |
| Figura 2-9. Curvas de esfuerzo-deformación para Al-0.65Fe y el acero inoxidable 317 a $0.7 T_m$ (temperatura de fusión). Modificada [41]. | 24 |
| Figura 2-10. Diferentes etapas de la recuperación dinámica para un material deformado. (a) generación de dislocaciones, (b) formación de celdas, (c) aniquilación de dislocaciones dentro de las celdas, (d) formación de subgranos (e) crecimiento [42]. | 27 |
| Figura 2-11. Hipotético diagrama de fases de una aleación endurecible por precipitación de composición C_0 [45]. | 29 |
| Figura 2-12. Gráfica de la temperatura frente al tiempo de los tratamientos térmicos de disolución y precipitación para el endurecimiento por precipitación [45]. | 30 |

| | |
|---|----|
| Figura 3-1. (a) Dimensiones de las probetas utilizadas y del material antes de maquinar. (b) Identificación de zonas y discretización de las probetas..... | 34 |
| Figura 3-2. (a) Instron 4507 con herramientas para ensayos de compresión. (b) Horno de radiación ChamberIR modelo E4. <i>Universitat Politècnica de Catalunya</i> | 35 |
| Figura 3-3. (a) Termopar tipo K, 1; probeta a deformar, 2; lámina de tántalo con recubrimiento de nitruro de boro, 3; mordaza de TZM, 4. (b) Controlador del horno de radiación utilizado en los ensayos de compresión..... | 37 |
| Figura 3-4. (a) Probeta con 80% de deformación verdadera. (b) Probeta con 33% de deformación verdadera. | 38 |
| Figura 3-5. Corte radial de la probeta ensayada..... | 39 |
| Figura 3-6. Cortadora (Accutom 50, Stuers) utilizada para los cortes de las probetas. <i>Universitat Politècnica de Catalunya</i> | 39 |
| Figura 3-7. (a) Muestras solubilizadas a 1000 °C durante 1 hora. (b) Muestras solubilizadas a 1000 °C durante 2 horas..... | 41 |
| Figura 3-8. Muestras después de recibir un envejecido, enfriadas al aire. | 41 |
| Figura 3-9. Horno tipo mufla. Termopar externo tipo K colocado en la parte central del interior del horno (inferior derecha). <i>Universitat Politècnica de Catalunya</i> | 44 |
| Figura 3-10. Montadora LaboPress-3, Struers. (a). Muestras montadas (b). <i>Universitat Politècnica de Catalunya</i> | 45 |
| Figura 3-11. Pulidora automática (RotoPol-11, Struers). <i>Universitat Politècnica de Catalunya</i> | 46 |
| Figura 3-12. Muestra sumergida en el reactivo (Kalling's 2) durante 20 segundos. | 47 |
| Figura 3-13. Microscopio Óptico (GX51, Olympus), <i>Universitat Politècnica de Catalunya</i> | 49 |
| Figura 3-14. SEM (JSM-6400, Jeol), EDX (6699, Oxford). <i>Universitat Politècnica de Catalunya</i> | 53 |
| Figura 3-15. Microdurómetro (MVK-H0, Akashi). <i>Universitat Politècnica de Catalunya</i> | 54 |

| | |
|--|----|
| Figura 4-1. Ensayos de compresión en caliente a 900°C a velocidades de deformación de 10^{-1} s^{-1} , 10^{-2} s^{-1} y 10^{-3} s^{-1} con deformación de 0.8 (líneas sólidas) y 0.33 (figuras geométricas). | 56 |
| Figura 4-2. Ensayos de compresión en caliente a 1060°C a velocidades de deformación de 10^{-1} s^{-1} , 10^{-2} s^{-1} y 10^{-3} s^{-1} con deformaciones de 0.8 (líneas sólidas) y 0.33 (figuras geométricas). | 57 |
| Figura 4-3. Ensayos de compresión en caliente a 1100°C a velocidades de deformación de 10^{-1} s^{-1} , 10^{-2} s^{-1} y 10^{-3} s^{-1} con deformaciones de 0.8 (líneas sólidas) y 0.33 (figuras geométricas). | 57 |
| Figura 4-4. Ensayos de compresión en caliente a 900, 1060 y 1100°C a 10^{-1} s^{-1} con deformaciones de 0.8 (líneas sólidas) y 0.33 (figuras geométricas)..... | 58 |
| Figura 4-5. Ensayos de compresión en caliente a 900, 1060 y 1100°C a 10^{-2} s^{-1} con deformaciones de 0.8 (líneas sólidas) y 0.33 (figuras geométricas)..... | 59 |
| Figura 4-6. Ensayos de compresión en caliente a 900, 1060 y 1100°C a 10^{-3} s^{-1} con deformaciones de 0.8 (líneas sólidas) y 0.33 (figuras geométricas)..... | 59 |
| Figura 4-7. Esfuerzo máximo vs deformación real, DR (mm/mm), velocidad de deformación, VD (s^{-1})..... | 60 |
| Figura 4-8. Material base. (a) zona A, exterior. (b) zona B, intermedia. (c) zona C, centro. | 61 |
| Figura 4-9. Tamaño de grano vs temperatura de deformación, TD; temperatura de solubilizado, TS y tiempo de solubilizado, t. Muestras con deformación de 0.8 y 0.33. Velocidad de 10^{-2} s^{-1} ★ y de 10^{-1} s^{-1} ●..... | 64 |
| Figura 4-10. Muestras deformadas 0.8 a 1100°C. (a) velocidad de 10^{-2} s^{-1} , solubilizado 2 h a 960°C *. (b) velocidad de 10^{-2} s^{-1} , solubilizado 2 h a 1000°C *. (c) velocidad de 10^{-1} s^{-1} , solubilizado 1 h a 1000°C *. (d) velocidad de 10^{-1} s^{-1} , sin tratamiento térmico. *Envejecido: 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC. | 65 |
| Figura 4-11. Muestras deformadas 0.8 a 1060°C. (a) velocidad de 10^{-2} s^{-1} , solubilizado 2 h a 960°C *. (b) velocidad de 10^{-2} s^{-1} , solubilizado 2 h a 1000°C *. (c) velocidad de 10^{-1} s^{-1} , solubilizado 1 h a 1000°C *. (d) velocidad de 10^{-1} s^{-1} , sin tratamiento térmico. *Envejecido: 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC. | 66 |

| | |
|--|----|
| Figura 4-12. Muestras deformadas 0.8 a 900°C. (a) velocidad de 10^{-2} s^{-1} , solubilizado 2 h a 960°C *. (b) velocidad de 10^{-2} s^{-1} , solubilizado 2 h a 1000°C *. (c) velocidad de 10^{-1} s^{-1} , solubilizado 1 h a 1000°C *. (d) velocidad de 10^{-1} s^{-1} , sin tratamiento térmico. *Envejecido: 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC. | 67 |
| Figura 4-13. Fase ϵ en forma laminar. Muestras deformadas 0.8 a 1100°C y velocidad de 10^{-2} s^{-1} . (a) solubilizado 2 h a 960°C*. (b) solubilizado 2 h a 1000°C*. *Envejecido: 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC. | 68 |
| Figura 4-14. Fase ϵ en forma laminar. Muestras deformadas 0.8 a 1060°C y velocidad de 10^{-2} s^{-1} . (a) solubilizado 2 h a 960°C*. (b) solubilizado 2 h a 1000°C*. *Envejecido: 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC. | 69 |
| Figura 4-15. Fase ϵ en forma laminar. Muestras deformadas 0.8 a 900°C y velocidad de 10^{-2} s^{-1} . (a) solubilizado 2 h a 960°C*. (b) solubilizado 2 h a 1000°C*. *Envejecido: 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC. | 70 |
| Figura 4-16. Precipitados Tipo 1 (tonalidad clara) y Tipo 2 (tonalidad gris en frontera de grano). Muestras deformadas 0.8 a 1100°C y velocidad de 10^{-2} s^{-1} . (a) solubilizado 2 h a 960°C*. (b) solubilizado 2 h a 1000°C*. *Envejecido: 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC. | 71 |
| Figura 4-17. Precipitados Tipo 1 (tonalidad clara) y Tipo 2 (tonalidad gris en frontera de grano). Muestras deformadas 0.8 a 1060°C y velocidad de 10^{-2} s^{-1} . (a) solubilizado 2 h a 960°C*. (b) solubilizado 2 h a 1000°C*. *Envejecido: 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC. | 71 |
| Figura 4-18. Precipitados Tipo 1 (tonalidad clara) y Tipo 2 (tonalidad gris en frontera de grano). Muestra deformadas 0.8 a 900°C y velocidad de 10^{-2} s^{-1} con solubilizado 2 h a 960°C. Envejecido: 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC. | 72 |
| Figura 4-19. Muestras deformadas 0.33 a 1100°C. (a) y (b) velocidad de 10^{-2} s^{-1} , solubilizado 2 h a 960 y 1000°C, respectivamente *. (c) y (d) velocidad de 10^{-2} s^{-1} , solubilizado 1 h a 960 y 1000°C, respectivamente *. (e) velocidad de 10^{-1} s^{-1} , solubilizado 2 h a 1000°C *. (f) velocidad de 10^{-1} s^{-1} , sin tratamiento térmico. *Envejecido: 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC. | 76 |
| Figura 4-20. Muestras deformadas 0.33 a 1060°C. (a) y (b) velocidad de 10^{-2} s^{-1} , solubilizado 2 h a 960 y 1000°C, respectivamente *. (c) y (d) velocidad de 10^{-2} | |

| | |
|---|----|
| s ⁻¹ , solubilizado 1 h a 960 y 1000°C, respectivamente *. (e) velocidad de 10 ⁻¹ s ⁻¹ , solubilizado 2 h a 1000°C *. (f) velocidad de 10 ⁻¹ s ⁻¹ , sin tratamiento térmico. *Envejecido: 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC. | 77 |
| Figura 4-21. Muestras deformadas 0.33 a 900°C. (a) y (b) velocidad de 10 ⁻² s ⁻¹ , solubilizado 2 h a 960 y 1000°C, respectivamente *. (c) y (d) velocidad de 10 ⁻² s ⁻¹ , solubilizado 1 h a 960 y 1000°C, respectivamente *. (e) velocidad de 10 ⁻¹ s ⁻¹ , solubilizado 2 h a 1000°C *. (f) velocidad de 10 ⁻¹ s ⁻¹ , sin tratamiento térmico. *Envejecido: 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC. | 78 |
| Figura 4-22. Fase ε en forma laminar. Muestras deformadas 0.33 a 1100°C y velocidad de 10 ⁻² s ⁻¹ . (a) y (b) solubilizado 2 h a 960 y 1000°C, respectivamente*. (c) y (d) solubilizado 1 h a 960 y 1000°C, respectivamente*. *Envejecido: 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC. | 79 |
| Figura 4-23. Fase ε en forma laminar. Muestras deformadas 0.33 a 1060°C y velocidad de 10 ⁻² s ⁻¹ . (a) y (b) solubilizado 2 h a 960 y 1000°C, respectivamente*. (c) y (d) solubilizado 1 h a 960 y 1000°C, respectivamente*. *Envejecido: 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC. | 80 |
| Figura 4-24. Fase ε en forma laminar. Muestras deformadas 0.33 a 900°C y velocidad de 10 ⁻² s ⁻¹ . (a) y (b) solubilizado 2 h a 960 y 1000°C, respectivamente*. (c) y (d) solubilizado 1 h a 960 y 1000°C, respectivamente*. (d) no se aprecia la fase ε. *Envejecido: 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC..... | 81 |
| Figura 4-25. Precipitados Tipo 1 (tonalidad clara) y Tipo 2 (tonalidad gris en frontera de grano). Muestras deformadas 0.33 a 1100°C y velocidad de 10 ⁻² s ⁻¹ . (a) y (b) solubilizado 2 h a 960 y 1000°C, respectivamente*. (c) y (d) solubilizado 1 h a 960 y 1000°C, respectivamente*. *Envejecido: 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC..... | 83 |
| Figura 4-26. Precipitados Tipo 1 (tonalidad clara) y Tipo 2 (tonalidad gris en frontera de grano). Muestras deformadas 0.33 a 1060°C y velocidad de 10 ⁻² s ⁻¹ . (a) y (b) solubilizado 2 h a 960 y 1000°C, respectivamente*. (c) y (d) solubilizado 1 h a 960 y 1000°C, respectivamente*. *Envejecido: 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC..... | 84 |

| | |
|---|-----|
| Figura 4-27. Precipitados Tipo 1 (tonalidad clara) y Tipo 2 (tonalidad gris en frontera de grano). Muestras deformadas 0.33 a 900°C y velocidad de 10^{-2} s^{-1} . (a) y (b) solubilizado 2 h a 960 y 1000°C, respectivamente*. (c) y (d) solubilizado 1 h a 960 y 1000°C, respectivamente*. *Envejecido: 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC..... | 85 |
| Figura 4-28. Dureza vs temperatura de deformación, TD; temperatura de solubilizado, TS y tiempo de solubilizado, t. Muestras con deformación de 0.8 y 0.33. Velocidad de 10^{-2} s^{-1} ★ y de 10^{-1} s^{-1} ●..... | 88 |
| Figura A 1. Muestra deformada 0.8 a 1100°C, velocidad de 10^{-1} s^{-1} con solubilizado 1 h a 960°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC..... | 99 |
| Figura A 2. Muestra deformada 0.8 a 1100°C, velocidad de 10^{-1} s^{-1} con solubilizado 1 h a 1000°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC..... | 99 |
| Figura A 3. Muestra deformada 0.8 a 1100°C, velocidad de 10^{-1} s^{-1} con solubilizado 2 h a 960°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC..... | 100 |
| Figura A 4. Muestra deformada 0.8 a 1100°C, velocidad de 10^{-1} s^{-1} con solubilizado 2 h a 1000°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC..... | 100 |
| Figura A 5. Muestra deformada 0.8 a 1100°C, velocidad de 10^{-2} s^{-1} con solubilizado 1 h a 960°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC..... | 101 |
| Figura A 6. Muestra deformada 0.8 a 1100°C, velocidad de 10^{-2} s^{-1} con solubilizado 1 h a 1000°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC..... | 101 |
| Figura A 7. Muestra deformada 0.8 a 1100°C, velocidad de 10^{-2} s^{-1} con solubilizado 2 h a 960°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC..... | 102 |
| Figura A 8. Muestra deformada 0.8 a 1100°C, velocidad de 10^{-2} s^{-1} con solubilizado 2 h a 1000°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC..... | 102 |
| Figura A 9. Muestra deformada 0.8 a 1100°C y velocidad de 10^{-1} s^{-1} | 103 |
| Figura A 10. Muestra deformada 0.8 a 1100°C y velocidad de 10^{-2} s^{-1} | 103 |
| Figura A 11. Muestra deformada 0.8 a 1060°C, velocidad de 10^{-1} s^{-1} con solubilizado 1 h a 960°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC..... | 104 |
| Figura A 12. Muestra deformada 0.8 a 1060°C, velocidad de 10^{-1} s^{-1} con solubilizado 1 h a 1000°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC..... | 104 |

| | |
|---|-----|
| Figura A 13. Muestra deformada 0.8 a 1060°C, velocidad de 10^{-1} s^{-1} con solubilizado 2 h a 960°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC..... | 105 |
| Figura A 14. Muestra deformada 0.8 a 1060°C, velocidad de 10^{-1} s^{-1} con solubilizado 2 h a 1000°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC..... | 105 |
| Figura A 15. Muestra deformada 0.8 a 1060°C, velocidad de 10^{-2} s^{-1} con solubilizado 1 h a 960°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC..... | 106 |
| Figura A 16. Muestra deformada 0.8 a 1060°C, velocidad de 10^{-2} s^{-1} con solubilizado 1 h a 1000°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC..... | 106 |
| Figura A 17. Muestra deformada 0.8 a 1060°C, velocidad de 10^{-2} s^{-1} con solubilizado 2 h a 960°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC..... | 107 |
| Figura A 18. Muestra deformada 0.8 a 1060°C, velocidad de 10^{-2} s^{-1} con solubilizado 2 h a 1000°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC..... | 107 |
| Figura A 19. Muestra deformada 0.8 a 1060°C y velocidad de 10^{-1} s^{-1} | 108 |
| Figura A 20. Muestra deformada 0.8 a 1060°C y velocidad de 10^{-2} s^{-1} | 108 |
| Figura A 21. Muestra deformada 0.8 a 900°C, velocidad de 10^{-1} s^{-1} con solubilizado 1 h a 960°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC..... | 109 |
| Figura A 22. Muestra deformada 0.8 a 900°C, velocidad de 10^{-1} s^{-1} con solubilizado 1 h a 1000°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC..... | 109 |
| Figura A 23. Muestra deformada 0.8 a 900°C, velocidad de 10^{-1} s^{-1} con solubilizado 2 h a 960°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC..... | 110 |
| Figura A 24. Muestra deformada 0.8 a 900°C, velocidad de 10^{-1} s^{-1} con solubilizado 2 h a 1000°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC..... | 110 |
| Figura A 25. Muestra deformada 0.8 a 900°C, velocidad de 10^{-2} s^{-1} con solubilizado 1 h a 960°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC..... | 111 |
| Figura A 26. Muestra deformada 0.8 a 900°C, velocidad de 10^{-2} s^{-1} con solubilizado 1 h a 1000°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC..... | 111 |
| Figura A 27. Muestra deformada 0.8 a 900°C, velocidad de 10^{-2} s^{-1} con solubilizado 2 h a 960°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC..... | 112 |
| Figura A 28. Muestra deformada 0.8 a 900°C, velocidad de 10^{-2} s^{-1} con solubilizado 2 h a 1000°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC..... | 112 |
| Figura A 29. Muestra deformada 0.8 a 900°C y velocidad de 10^{-1} s^{-1} | 113 |

| | |
|--|-----|
| Figura A 30. Muestra deformada 0.8 a 900°C y velocidad de 10^{-2} s^{-1} | 113 |
| Figura A 31. Muestra deformada 0.33 a 1100°C, velocidad de 10^{-1} s^{-1} con solubilizado 1 h a 960°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC..... | 114 |
| Figura A 32. Muestra deformada 0.33 a 1100°C, velocidad de 10^{-1} s^{-1} con solubilizado 1 h a 1000°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC..... | 114 |
| Figura A 33. Muestra deformada 0.33 a 1100°C, velocidad de 10^{-1} s^{-1} con solubilizado 2 h a 960°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC..... | 115 |
| Figura A 34. Muestra deformada 0.33 a 1100°C, velocidad de 10^{-1} s^{-1} con solubilizado 2 h a 1000°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC..... | 115 |
| Figura A 35. Muestra deformada 0.33 a 1100°C, velocidad de 10^{-2} s^{-1} con solubilizado 1 h a 960°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC..... | 116 |
| Figura A 36. Muestra deformada 0.33 a 1100°C, velocidad de 10^{-2} s^{-1} con solubilizado 1 h a 1000°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC..... | 116 |
| Figura A 37. Muestra deformada 0.33 a 1100°C, velocidad de 10^{-2} s^{-1} con solubilizado 2 h a 960°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC..... | 117 |
| Figura A 38. Muestra deformada 0.33 a 1100°C, velocidad de 10^{-2} s^{-1} con solubilizado 2 h a 1000°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC..... | 117 |
| Figura A 39. Muestra deformada 0.33 a 1100°C y velocidad de 10^{-1} s^{-1} | 118 |
| Figura A 40. Muestra deformada 0.33 a 1100°C y velocidad de 10^{-2} s^{-1} | 118 |
| Figura A 41. Muestra deformada 0.33 a 1060°C, velocidad de 10^{-1} s^{-1} con solubilizado 1 h a 960°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC..... | 119 |
| Figura A 42. Muestra deformada 0.33 a 1060°C, velocidad de 10^{-1} s^{-1} con solubilizado 1 h a 1000°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC..... | 119 |
| Figura A 43. Muestra deformada 0.33 a 1060°C, velocidad de 10^{-1} s^{-1} con solubilizado 2 h a 960°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC..... | 120 |
| Figura A 44. Muestra deformada 0.33 a 1060°C, velocidad de 10^{-1} s^{-1} con solubilizado 2 h a 1000°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC..... | 120 |
| Figura A 45. Muestra deformada 0.33 a 1060°C, velocidad de 10^{-2} s^{-1} con solubilizado 1 h a 960°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC..... | 121 |
| Figura A 46. Muestra deformada 0.33 a 1060°C, velocidad de 10^{-2} s^{-1} con solubilizado 1 h a 1000°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC..... | 121 |

| | |
|--|-----|
| Figura A 47. Muestra deformada 0.33 a 1060°C, velocidad de 10^{-2} s^{-1} con solubilizado 2 h a 960°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC..... | 122 |
| Figura A 48. Muestra deformada 0.33 a 1060°C, velocidad de 10^{-2} s^{-1} con solubilizado 2 h a 1000°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC..... | 122 |
| Figura A 49. Muestra deformada 0.33 a 1060°C y velocidad de 10^{-1} s^{-1} | 123 |
| Figura A 50. Muestra deformada 0.33 a 1060°C y velocidad de 10^{-2} s^{-1} | 123 |
| Figura A 51. Muestra deformada 0.33 a 900°C, velocidad de 10^{-1} s^{-1} con solubilizado 1 h a 960°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC..... | 124 |
| Figura A 52. Muestra deformada 0.33 a 900°C, velocidad de 10^{-1} s^{-1} con solubilizado 1 h a 1000°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC..... | 124 |
| Figura A 53. Muestra deformada 0.33 a 900C, velocidad de 10^{-1} s^{-1} con solubilizado 2 h a 960°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC..... | 125 |
| Figura A 54. Muestra deformada 0.33 a 900°C, velocidad de 10^{-1} s^{-1} con solubilizado 2 h a 1000°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC..... | 125 |
| Figura A 55. Muestra deformada 0.33 a 900°C, velocidad de 10^{-2} s^{-1} con solubilizado 1 h a 960°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC..... | 126 |
| Figura A 56. Muestra deformada 0.33 a 900°C, velocidad de 10^{-2} s^{-1} con solubilizado 1 h a 1000°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC..... | 126 |
| Figura A 57. Muestra deformada 0.33 a 900°C, velocidad de 10^{-2} s^{-1} con solubilizado 2 h a 960°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC..... | 127 |
| Figura A 58. Muestra deformada 0.33 a 900°C, velocidad de 10^{-2} s^{-1} con solubilizado 2 h a 1000°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC..... | 127 |
| Figura A 59. Muestra deformada 0.33 a 900°C y velocidad de 10^{-1} s^{-1} | 128 |
| Figura A 60. Muestra deformada 0.33 a 900°C y velocidad de 10^{-2} s^{-1} | 128 |

LISTA DE TABLAS

| | |
|--|----|
| Tabla 2-1. Composición nominal, % en peso, del Incoloy 909. Modificada [26]. | 16 |
| Tabla 3-1. Composición química del incoloy 909 (% en peso)..... | 33 |
| Tabla 3-2. Ensayos de compresión a diferentes condiciones. | 36 |
| Tabla 3-3. Solubilizados realizados para la experimentación. | 40 |
| Tabla 3-4. Condiciones y nomenclatura de las muestras ensayadas y tratadas térmicamente. | 42 |
| Tabla 3-5. Parámetros utilizados para el desbaste y pulido..... | 46 |
| Tabla 3-6. Muestras analizadas por MEB. | 52 |
| Tabla 4-1. Esfuerzo máximo y sensibilidad a la velocidad de deformación (n) para las distintas condiciones de deformación..... | 60 |
| Tabla 4-2. Tamaño de grano y morfología de las muestras con 0.8 de deformación. Todas las muestras tratadas recibieron un envejecido (720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC)..... | 63 |
| Tabla 4-3. Composición química de la matriz y de los precipitados Tipo 1 y 2. Muestra deformada 0.8 a 900°C y velocidad de 10^{-2} s^{-1} con un solubilizado de 2 h a 1000°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC..... | 72 |
| Tabla 4-4. Tamaño de grano y morfología de las muestras con 0.33 de deformación. Todas las muestras tratadas recibieron un envejecido (720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC)..... | 74 |
| Tabla 4-5. Composición química de la matriz y de los precipitados Tipo 1 y 2. Muestra deformada 0.8 a 900°C y velocidad de 10^{-2} s^{-1} con un solubilizado de 2 h a 1000°C y envejecido de 720 °C/8h/FC + 620 °C/8h/AC..... | 86 |
| Tabla 4-6. Dureza de las muestras deformadas a 0.8. Todas las muestras tratadas recibieron un envejecido (720 C/8h/FC + 620 °C/8h/AC)..... | 87 |
| Tabla 4-7. Dureza de las muestras deformadas a 0.33 Todas las muestras tratadas recibieron un envejecido (720 C/8h/FC + 620 °C/8h/AC)..... | 89 |