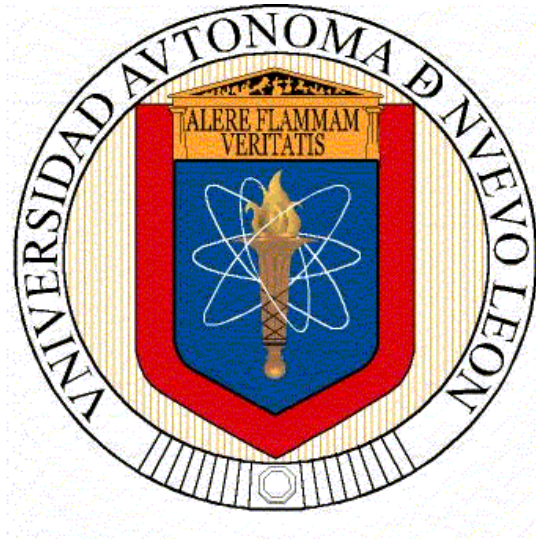


UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN
FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA



TESIS

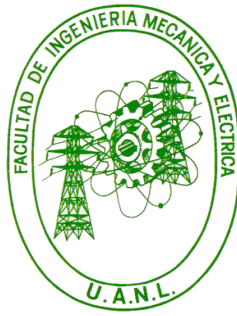
"Estudio de la evolución microestructural y transformación de fase de una aleación Inconel 718 sometida a un proceso de formación de la fase delta δ (delta-procesado) y deformado en caliente a diferentes condiciones"

**POR:
PEDRO JACINTO PÁRAMO KAÑETAS**

**EN OPCIÓN AL GRADO DE DOCTOR
EN INGENIERÍA DE MATERIALES**

MARZO 2015

SAN NICOLÁS DE LOS GARZA. N.L.
UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN
FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA
DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO



"Estudio de la evolución microestructural y transformación de fase de una aleación Inconel 718 sometida a un proceso de formación de la fase delta δ (delta-procesado) y deformado en caliente a diferentes condiciones"

por:

Pedro Jacinto Páramo Kañetas

TESIS EN OPCIÓN AL GRADO DE DOCTOR EN INGENIERÍA DE MATERIALES

SAN NICOLÁS DE LOS GARZA. N.L.

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

Los miembros del comité de Tesis recomendamos que a la tesis "**Estudio de la evolución microestructural y transformación de fase de una aleación Inconel 718 sometida a un proceso de formación de la fase delta δ (delta-procesado) y deformado en caliente a diferentes condiciones**", realizada por el alumno **Pedro Jacinto Páramo Kañetas** con número de matrícula **1148918**, sea aceptada para su defensa como opción al grado de Doctor en Ingeniería de Materiales.

El comité de tesis

Dra. Martha Patricia Guerrero Mata

Asesor

Dra. Maribel de la Garza Garza
Revisor

Dr. Víctor Páramo López
Revisor

Dr. José María Cabrera Marrero
Revisor

Dra. Adriana Salas Zamarripa
Revisor

Vo. Bo.

Dr. Simón Martínez Martínez
Subdirector de Estudios de Posgrado

Ciudad Universitaria, San Nicolás De Los Garza, N. L.

DEDICADA A:

**A todos aquellos que nos acompañan siempre y a todos aquellos que se despidieron
para siempre acompañarnos**

“Nunca es triste la verdad... lo que no tiene es remedio”

-Joan Manuel Serrat-

AGRADECIMIENTOS

A la Universidad Autónoma de Nuevo León, a la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica y al Posgrado 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 por permitirme trabajar en conjunto y por el material donado para esta investigación.

A la Dra. Martha Patricia Guerrero Mata por brindarme su excelente asesoría y la gran oportunidad de trabajar con ella.

A los doctores Maribel de la Garza, Víctor Páramo, José María, Adriana Salas por apoyarme con su revisión, consejos y comentarios.

Al Dr. Eligio Orozco, M.C. Jaquelin Cañetas Ortega, M.C. Rebeca Trejo e I.Q. Antonio Morales del Instituto de Física de la UNAM, por todo su apoyo y consejos en mi estancia doctoral.

A los doctores José María, Jessica Calvo, Pablo Rodríguez, Benito Páramo, del CTM y UPC por su grande apoyo en mi estancia en Barcelona

A toda mi familia por todo el cariño, comprensión y apoyo que me han dado y a mi esposa, amiga y confidente Itzel Rivera por acompañarme en este camino, soportarme y apoyarme, siempre.

A mi compañero y amigo Dr. Luis Arturo Reyes Osorio, por todo el apoyo, asesoría y aportación a esta investigación.

Contenido

1	Introducción	1
1.1	Objetivo	2
1.1.1	Objetivos particulares	2
1.2	Hipótesis.....	3
1.3	Justificación	4
2	Aleación INCONEL 718	5
2.1	Matriz gama (γ), fase gama (γ') y fase gama (γ'').....	7
2.1.1	Matriz gama γ	7
2.1.2	Fase gama prima γ'	8
2.1.3	Fase gama doble prima γ''	10
2.2	Fase delta δ	11
3	Proceso termo-mecánico	14
3.1	Mecanismos de deformación.....	15
3.1.1	Sistema de deslizamiento.....	15
3.1.2	Maclado.....	16
4	Comportamiento en la deformación en caliente	18
4.1	Fenómeno de recristalización y crecimiento de grano	19
4.1.1	Recristalización dinámica	22
4.1.2	Recristalización metadinámica.....	23
4.1.3	Recristalización estática	24
4.1.4	Crecimiento de grano anormal (granos ALA)	26
5	Antecedentes, una visión general del Delta procesado (DP718)	27
5.1	Minigrain	27
5.2	Delta procesado (DP718)	36
6	Técnica de caracterización difracción de electrones retro-dispersados (EBSD)	53
6.1	Introducción a la técnica EBSD.....	53
6.2	Antecedentes EBSD en IN718.....	57
7	Ajuste de curva (Modelización).....	74
7.1	Etapa de estado estable	74
7.1.1	Cálculo de parámetros, α , A, n, Q.....	75
7.2	Etapa de endurecimiento y restauración dinámica	77

7.2.1	Determinación de σ_c y σ_{sat}	78
7.2.2	Descripción de trabajo de endurecimiento (Work Hardening).....	80
7.2.3	Determinación de los parámetros r y h	80
7.3	Cinética de DRX: Modelo de Avrami (Modelización de la recristalización dinámica)...	83
7.4	Modelo constitutivo modificado (Determinación de las ecuaciones cinéticas para σ_p y σ_{ss})	85
8	Metodología experimental.....	87
8.1	Material	87
8.2	Diseño de experimentos	88
8.3	Tratamiento térmico	91
8.4	Análisis metalográfico, tamaño de grano y dureza	91
8.5	Ensayos mecánicos.....	94
9	Resultados y discusión de la caracterización microestructural (OM, SEM y propiedades mecánicas).....	96
9.1	Microscopía óptica	96
9.2	Ensayos mecánicos de compresión en caliente	106
9.3	Microscopía electrónica de barrido	125
9.4	Dureza	132
10	Resultados y discusión de la caracterización EBSD	136
10.1	Morfología y tamaño de grano	136
10.2	Fracción recristalizada.....	146
10.3	Límites de grano (Ángulo alto HAB y bajo LAB).....	149
10.4	Límites especiales CSL y maclas	152
10.5	Identificación de la fase delta δ	160
10.6	Líneas de kikuchi gama γ y delta δ	162
10.7	Figuras de polos.....	165
10.8	Relación de orientación.....	168
11	Resultados y caracterización de microscopia electrónica de transmisión TEM	172
11.1	Campo claro	172
11.2	Identificación de patrón de difracción SAD.....	175
12	Resultados de ajuste de curvas (Modelización)	178
12.1	Modelo clásico	178

12.1.1	Cálculo de parámetros, α , n , Q y A	178
12.2	Trabajo de endurecimiento	181
12.3	Modelo de Avrami (Fracción recristalizada)	188
12.4	Modelo modificado	189
12.5	Ajuste definitivo de las curvas de fluencia (Modelización definitiva)	190
12.5.1	Comparación de las curvas (Teóricas y experimentales)	191
13	Conclusiones y recomendaciones	197
14	Referencias Bibliográficas	197
	Lista de Figuras:.....	216
	Lista de tablas:	227

Resumen

El presente trabajo tuvo como objetivo principal el análisis de la evolución microestructural de la INCONEL 718, la cual fue sometida a un proceso termomecánico de forja industrial y posteriormente a un delta procesado, la determinación de las propiedades mecánicas fue a través de ensayos de compresión en caliente con diferentes parámetros de procesamiento

Dos cilindros de 100 mm de diámetro y 150 mm de alto fueron sometidos a un trabajo termomecánico de forja industrial a diferentes condiciones de temperatura y deformación. El cilindro 2-3 fue deformado a 992°C hasta 50% de deformación a un paso y 980°C en el segundo paso hasta alcanzar 73% de deformación y el cilindro 2-4 fue deformado a 979°C hasta alcanzar 73% de deformación en un paso.

Los cilindros deformados fueron cortados por la mitad para obtener dos lascas y se obtuvieron las digitalizaciones de las imágenes metalográficas de las áreas transversales de cada cilindro, se determinó el tamaño de grano del área trasversal de las zonas en los extremos y en las zonas cercanas a los dados industriales de las dos lascas, por medio de microscopía óptica, con base en la norma estándar ASTM E-112 de mapas comparativos.

Posteriormente se cortaron las lascas con el fin de obtener probetas de 10 mm de alto y 7 mm de diámetro, diez probetas de las zonas críticas (zonas muertas y extremos) fueron escogidas para los ensayos y fueron sometidas a un TT DP718 antes del ensayo mecánico de compresión en caliente y la caracterización microestructural fue realizada por medio de microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido, microdureza Vickers, difracción de electrones retro-dispersados y microscopía electrónica de transmisión, finalmente las curvas experimentales de fluencia se ajustaron a las curvas por medio de dos métodos de modelización.

1 Introducción

La Inconel 718 (IN718) es una aleación de la familia base níquel, encuentra gran aplicación en la industria aeroespacial y generación de energía, gracias a sus excelentes propiedades mecánicas a elevadas temperaturas y a su buena resistencia a la corrosión, por esta razón requiere cumplir con estándares indispensables en el proceso de fabricación y conformado. La IN718 Contiene cantidades importantes de hierro y cromo, sus principales elementos precipitantes son niobio, titanio y aluminio.

El mecanismo de endurecimiento es aportado principalmente por los precipitados de fase γ' Ni₃Al (forma cúbica o esférica) y γ'' Ni₃Nb. La fase metaestable γ'' se transforma a la fase estable Ni₃Nb δ durante la exposición a temperaturas superiores a 650°C. En los procesos de fabricación de superaleaciones, el control de la microestructura es crítico para el desarrollo de propiedades mecánicas óptimas [1,2].

A modo de generar una microestructura que permita obtener la mejor relación de propiedades mecánicas, es necesario conocer las condiciones en las que ocurrirá precipitación y disolución de las fases. El hecho que en las diversas superaleaciones base Ni-Fe-Cr encuentren condiciones de operación a alta temperatura como elementos estructurales significa que existirá una evolución microestructural dinámica siendo de gran importancia determinar sus condiciones de confiabilidad con base en un criterio de diseño establecido.

Las propiedades de la IN718 son sensibles a la microestructura, en particular sobre el tamaño de grano. La presencia de la fase estable δ promueve refinamiento del grano durante el trabajo en caliente y evita el crecimiento excesivo grano durante el tratamiento térmico [3-5].

Desde la aparición de la IN718 se han realizado diversas investigaciones sobre su comportamiento, con el fin de conocer a fondo su microestructura y optimizar su procesamiento para sus diferentes aplicaciones [6,7,9,10]. En la actualidad las industrias encargadas de dicho procesamiento, gracias a su experiencia y conocimiento han logrado cada una de ellas estandarizar este proceso para cumplir con las normas establecidas de

calidad y garantizar su funcionamiento. Sin embargo, estos procesos no están libres de contratiempos. Uno de los contratiempos más habituales en la industria de la forja es la obtención óptima de la microestructura, especialmente en el tamaño de grano de las zonas en contacto con las prensas industriales, por ello se siguen buscando alternativas de procesamiento.

El “delta-procesado” (DP718), es una técnica que utiliza un ciclo de precipitación intencional de la fase delta δ y un procesamiento termomecánico posterior, se ha reportado que el DP718 puede producir la uniformidad de grano fino y mejorar propiedades requeridas para los componentes avanzados de turbinas de gas y componentes aeroespaciales [15-19]. El DP718 se deriva de un proceso conocido como "Minigrain" utilizado principalmente en la conversión de lingote-barra [11-14].

Comparado con el procesamiento estándar de solubilización y envejecimiento para la transformación y precipitación de fases, el DP718 puede proporcionar un mejoramiento significativo en las propiedades de resistencia mediante el control del tamaño de grano durante la forja.

El objetivo de este trabajo es identificar la evolución microestructural y las propiedades mecánicas de una pieza forjada de IN718 en las zonas críticas cercanas a las herramientas de una prensa hidráulica industrial, con tamaño de grano heterogéneo, que después fue sometida a DP718 para la formación de fase δ y control de la microestructura.

1.1 Objetivo

Identificar la influencia de la fase delta δ en la microestructura y propiedades mecánicas presente en un alto porcentaje en la IN718 que ha sido objeto de un Delta-procesamiento (DP718) con un proceso de trabajo termomecánico en diferentes condiciones de deformación y de alta temperatura.

1.1.1 Objetivos particulares

- ◇ Caracterizar y relacionar la evolución microestructural de la Inconel 718 sometida a DP718 con la distribución de la precipitación intencional de la fase delta δ en límites de grano y su efecto sobre el crecimiento y tamaño de grano por medio de

microscopía óptica (OM, por sus siglas en inglés) y microscopía electrónica de barrido (SEM, por sus siglas en inglés), antes y después del DP718.

- ◇ Analizar el comportamiento mecánico, formación de maclas y fenómenos de recristalización después de ensayos de compresión en caliente a diferentes velocidades de deformación y temperaturas de deformación bajo un DP718.
- ◇ Examinar la presencia y porcentaje de la fase δ después de la compresión uniaxial en caliente, utilizando la técnica de Difracción de Electrones Retro Dispersados (EBSD, por sus siglas en inglés).
- ◇ Analizar la fase δ precipitada después de la deformación en caliente vía Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM, por sus siglas en inglés) y EBSD.
- ◇ Identificar las estructuras de las fases precipitadas, como la fase delta δ por medio de patrones de difracción vía EBSD-SEM, TEM.
- ◇ Obtener la energía de activación relacionando temperatura y velocidad de deformación mediante el cálculo del parámetro “Z” (Zener-Hollomon).
- ◇ Identificar la relación del trabajo de endurecimiento de los parámetros de recuperación “r” y endurecimiento “h” con el parámetro “Z”
- ◇ Encontrar las ecuaciones constitutivas del modelo clásico, que describen el comportamiento de deformación a alta temperatura propuesta por Sellars y Tegart.
$$A(\sinh\alpha\sigma)^n = \dot{\epsilon}\exp(-Q/RT) = Z$$
- ◇ Así como las ecuaciones constitutivas del modelo modificado propuesto por Cabrera et. al.
$$\frac{\dot{\epsilon}}{D(T)} = A \left[\sinh\left(\alpha \frac{\sigma}{E(T)}\right) \right]^n$$
- ◇ Comparar las curvas Esfuerzo-Deformación verdaderos experimentales con el ajuste de las curvas con ambos modelos.

1.2 Hipótesis

Es posible controlar la evolución microestructural en el trabajo termomecánico de forja industrial, incorporando un Delta-procesamiento (DP718) para obtener una distribución homogénea de la Fase Delta δ , variando temperaturas y velocidades de deformación

manteniendo sus propiedades mecánicas y resistencia a la termofluencia, indispensable para la aplicación en la industria aeroespacial y la generación de energía.

1.3 Justificación

Las zonas críticas con tamaño de grano heterogéneo de un cilindro de IN718 en un trabajo termomecánico en una prensa industrial, son las más cercanas a los datos industriales de forja como se aprecia en la Figura 1.3.1; por lo tanto, hallar un proceso alternativo es una premisa importante para llegar a una conclusión satisfactoria en el control de grano durante la deformación industrial.



Figura 1.3.1. Imagen transversal de un cilindro forjado

El DP 718- Es una técnica que emplea un ciclo de precipitación intencional de la fase estable delta y un subsecuente proceso termomecánico, para producir un grano fino. El proceso termomecánico por conveniencia se encuentra en el rango entre la disolución de la fase delta y por arriba de la temperatura de recrystalización, como se observa en el esquema de la Figura 1.3.2.

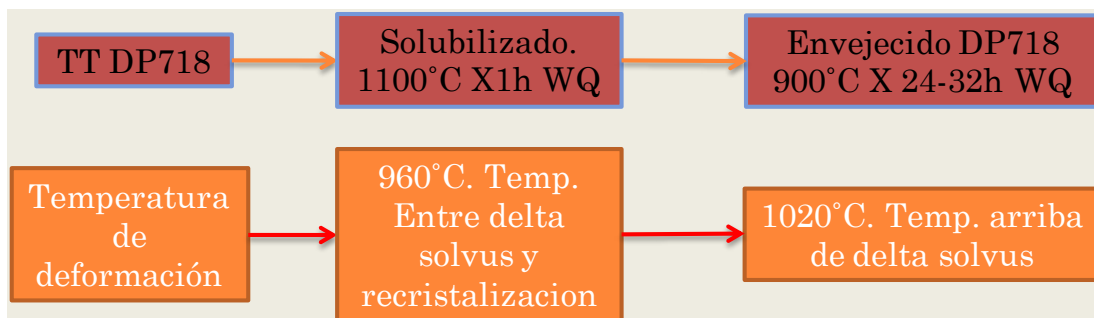


Figura 1.3.2. Esquema de un DP718 TT y Temperatura de deformación

2 Aleación INCONEL 718

La superaleación INCONEL 718 es relativamente reciente ya que su creación data de alrededor de fines de los años 50's y su uso industrial empieza a mediados de los años 60's. Gracias a que combina una excelente resistencia a la corrosión y óptimas propiedades mecánicas como su alta resistencia a la fractura a altas temperaturas (termofluencia) manteniendo también su límite elástico alrededor de hasta 700°C, encuentra aplicaciones críticas donde estas características son esenciales. Se utilizan en motores de cohetes, turbinas de gas, bombas, herramientas, turbinas generadoras de energía y en componentes utilizados en la industria aeroespacial tales como anillos, discos, cojinetes y ejes, también exhibe excelente soldabilidad y buen comportamiento al forjado[20].

La aleación IN 718 es parte de la familia de las superaleaciones base níquel, aunque también está catalogada como base níquel-hierro ó base níquel-cromo, porque, tanto la adición de hierro para bajar el costo de la superaleación, como la adición de cromo que en combinación con el níquel proporciona una resistencia a las sustancias corrosivas y oxidantes, son de suma importancia para su producción y sus aplicaciones.

La IN718 endurece por precipitación de compuestos intermetálicos y en menor medida por solución sólida de otros cuantos elementos también presentes, lo cual indica que la presencia y cantidad de los elementos aleantes está muy ligada a la formación de las fases que precipitan en esta aleación, dichas fases mejoran las propiedades mecánicas y la resistencia del material, sin embargo, también encuentra un gran porcentaje de sus óptimas propiedades mecánicas en el procesamiento de conformado y forjado de los componentes para las diversas aplicaciones. La Tabla 1 muestra la composición química de una IN718[7] y la Tabla 2 exhibe el papel de los elementos de aleación de las superaleaciones[21].

Tabla 1. Composición química de una IN718 [7]

Elemento	Ni	Cr	Nb	Mo	Ti	Al	Co	C
Masa%	53.4	18.4	4.97	3.05	1.0001	0.54	0.1972	0.053
Elemento	Mn	Si	P	S	B	Cu	Fe	
Masa%	0.2459	0.08	<0.005	<0.002	0.003	0.0173	en balance	

Tabla 2. Papel de los elementos de aleación en las superaleaciones[21]

Efecto(a)	Base hierro	Base cobalto	Base níquel
Endurecedores solución solida	Cr, Mo	Nb, Cr, Mo, Ni, W, Ta	Co, Cr, Fe, Mo, W, Ta
Estabilizadores de matriz fcc	C, W, Ni	Ni
Carburos de:			
MC	Ti	Ti	W, Ta, Ti, Mo, Nb
M ₇ C ₃	Cr	Cr
M ₂₃ C ₆	Cr	Cr	Cr, Mo, W
Carbonitruros	C, N	C, N	C, N
Formadores γ'	Al, Ni, Ti	Al, Ti
Retardadores de la formación hexagonal η	Al, Zr
Elevadores de temperatura de solvus de γ'	Co
Endurecimiento de precipitados intermetálicos	Al, Ti, Nb	Al, Mo, Ti(b), W, Ta	Al, Ti, Nb
Resistencia a la oxidación	Cr	Al, Cr	Al, Cr, Y, La Ce
Mejora resistencia a la corrosión en caliente	La, Y	La, Y, Th	La, Th
Resistencia a la sulfuración	Cr	Cr	Cr, Co, Si
Mejora propiedades de termofluencia	B	B, Ta
Aumenta la resistencia a la ruptura	B	B, Zr	B (c)
Refinadores límites de grano	B, C, Zr, Hf
Facilita el trabajo	Ni, Ti
Retarda coersión de γ'			
(a) No todos los efectos necesariamente ocurren en la aleación mencionada			
(b) El endurecimiento por precipitación de Ni ₃ Ti, también puede ocurrir si el níquel presente es suficiente			
(c) Si está presente en grandes cantidades, pueden formarse Boruros			

Cada uno de los elementos contenidos en la aleación juega un papel particular respecto a las propiedades y características de la aleación. A continuación se describen los elementos de mayor importancia en la IN 718.

- ◇ El níquel (> 50%) además de ser el elemento base de la IN 718, aporta la buena resistencia de esta aleación al trabajo en caliente debido a su condición de no presentar cambios alotrópicos en la microestructura y buena resistencia a la corrosión a altas temperaturas.
- ◇ El cromo (≈18-20%) aporta un aumento en el endurecimiento por solución sólida y también aporta resistencia a la corrosión a altas temperaturas.
- ◇ El hierro (≈18-20%) es coherente con la estructura cristalina austenítica FCC de la matriz γ, se encuentra en solución sólida dentro de la aleación, aumenta levemente el porcentaje de volumen de la fase precipitante γ' y se utiliza principalmente para

bajar el alto costo de tener una matriz solo de níquel, aunque esto baje el punto de fusión de la IN 718 los beneficios económicos lo avalan.

- ◇ El carbono ($\approx 0.02-0.05\%$) aunque se encuentra en porciones muy limitadas puede dar lugar a la formación de carburos de la forma MC con diferentes elementos como el niobio, titanio, molibdeno y cromo. La precipitación de estas partículas mejoran la resistencia a la termofluencia, debido a que tienen lugar en los límites de grano y dificultan el deslizamiento intergranular.
- ◇ El molibdeno ($\approx 3\%$) es un endurecedor por solución sólida, aumenta la resistencia mecánica de la matriz y puede conjuntarse con el carbono para formar carburos.
- ◇ El niobio ($\approx 4-6\%$) es un agente precipitante endurecedor que puede combinarse también con el carbono para formar carburos, forma la fase llamada gamma doble prima γ'' (la cual es la fase precipitante endurecedora principal de la IN718), y también es el causante de la fase subsecuente llamada fase delta δ .
- ◇ El titanio ($\approx 1\%$) es un agente aleante de la fase precipitante endurecedora γ' que es la fase más común en las superaleaciones base níquel.
- ◇ El aluminio ($\approx 0.5-1\%$) también es un agente aleante involucrado de la fase γ' y al igual que el cromo, aporta resistencia a la oxidación.
- ◇ El cobalto ($\approx 0.1-0.2\%$) está presente como endurecedor en solución sólida y eleva la temperatura de solvus de la fase precipitante γ' .
- ◇ El silicio, fósforo y azufre, en menor cantidad, se encuentran como impurezas en el límite de grano [4,7,20].

2.1 Matriz gama (γ), fase gama (γ') y fase gama (γ'')

2.1.1 Matriz gama γ

La matriz γ principalmente formada en su mayoría de níquel y cromo tienen diferentes atributos que han demostrado ser útiles y duraderas como matriz de las superaleaciones de base níquel. Por ejemplo, la condición libre del níquel de transformaciones alotrópicas le proporciona estabilidad en contraste de las bases de hierro. Además, la estructura electrónica del níquel presenta casi un llenado en su última capa de electrones bastante incompresible,

esto permite la precipitación de la fase dúctil γ' y dificulta la de fases frágiles como laves que demandan gran compresibilidad de la matriz. Por lo tanto permite una sustancial adición de elementos aleantes en solución sólida y elementos precipitantes.

Otra condición benéfica de la matriz γ , es que con la fuerte presencia de cromo, desarrolla películas adherentes de óxido que crean una barrera para el ingreso de elementos perjudiciales como el oxígeno y azufre e impide la pérdida de elementos aleantes hacia el exterior. Su estructura cristalina (FCC) permite múltiples sistemas de deslizamiento, lo que favorece una buena ductilidad y conformabilidad con un mínimo de texturas. [22] La matriz γ y su estructura cristalina FCC es una fase no magnética y continua, que usualmente tiene altos porcentajes de cromo y hierro como en la IN718, además de concentraciones más bajas de molibdeno y tungsteno. Todas las superaleaciones base níquel tienen esta fase como su matriz [4].

Figura 2.1.1 muestra el arreglo atómico microestructural FCC correspondiente a la fase γ [23,24].

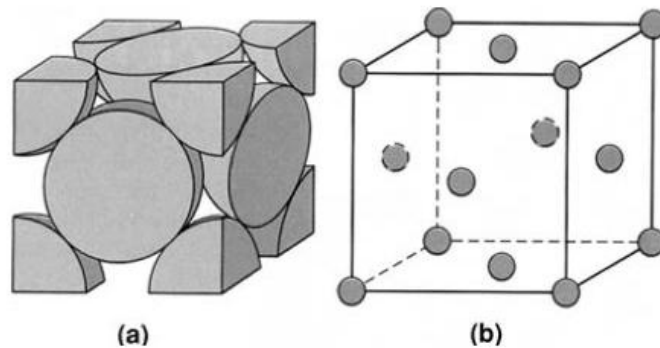


Figura 2.1.1. Arreglo atómico microestructural FCC [22]

2.1.2 Fase gama prima γ'

La fase γ' está formada por aluminio y titanio que reaccionan con el níquel para precipitar una fase coherente con la matriz austenítica γ . Los solutos esenciales en superaleaciones de base níquel son de aluminio y/o de titanio, con una concentración total, que es típicamente menos del 10%. Esto genera una microestructura de equilibrio de dos fases, que consta de γ y γ' . Es γ' gran parte responsable de la resistencia a

temperatura elevada del material y su increíble resistencia a la deformación debido termofluencia. La cantidad de γ' depende de la composición química y la temperatura, como se ilustra en la figura 4.2 en los diagramas de fase ternarios a continuación [4, 25].

Los diagramas ternarios de fase Ni-Al-Ti muestran los campos de las fases γ y γ' . Para una composición química dada, la fracción de γ' disminuye a medida que aumenta la temperatura.

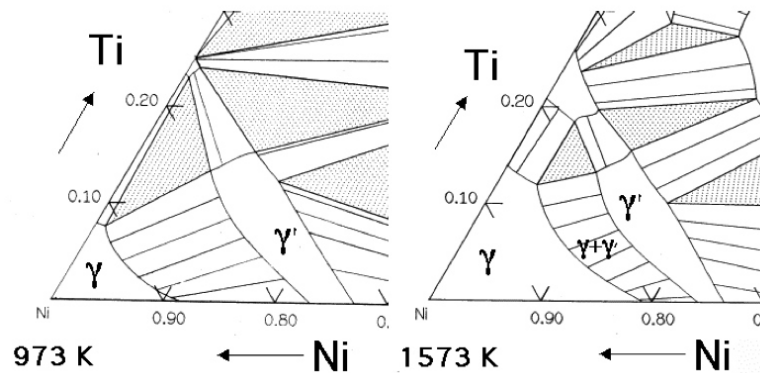


Figura 2.1.2. Diagrama de fase ternario Ni-Al-Ti [25]

Este fenómeno se utiliza para disolver γ' a una temperatura suficientemente alta (tratamiento de solubilizado), seguido por el envejecimiento a una temperatura inferior a fin de generar una dispersión fina y uniforme de los precipitados endurecedores.

La fase γ es una solución sólida de estructura cristalina FCC con una distribución aleatoria de diferentes especies de átomos. En contraste, γ' tiene una red cristalina cúbica primitiva semejante a la FCC en el cual los átomos de níquel se localizan en el centro de las caras y los átomos de aluminio ó titanio se encuentran en las esquinas del cubo. Este arreglo atómico tiene la fórmula química Ni_3Al , Ni_3Ti ó $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$. Sin embargo, como puede verse $(\gamma + \gamma')/\gamma'$ en el límite de la fase de las secciones del diagrama de fases ternario Ni, Al, Ti, la fase no es estrictamente estequiométrica. Puede existir un exceso de vacantes en una de las subredes que conduce a desviaciones de la estequiometría, como alternativa, algunos de los átomos de níquel podría ocupar los lugares de Al y viceversa. La

Figura 2.1.3 muestra una comparación de las redes cristalinas de la matriz γ y la fase γ' [22, 25, 26].

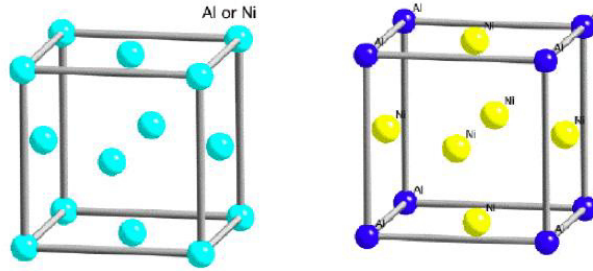


Figura 2.1.3. Arreglo cristalino de la matriz γ (izquierda), arreglo cristalino de la fase γ' (derecha) [25]

La matriz γ es en la cual γ' precipita. Dado que ambas redes son cúbicas con parámetros similares, γ' precipita en una relación de orientación de cubo-cubo con γ . Esto significa que los bordes de las celdas unitarias son exactamente paralelos a los bordes correspondientes de la fase de γ . Además, debido a que sus parámetros de red son similares, γ' es coherente con γ cuando el tamaño del precipitado es pequeño. Sin embargo, las dislocaciones en γ encuentran dificultad para penetrar γ' , en parte porque γ' es una fase atómica ordenada. El orden interfiere con el movimiento de las dislocaciones y por lo tanto endurece la aleación [125, 26].

2.1.3 Fase gama doble prima γ''

Cuando se requiere una mayor resistencia a bajas temperaturas (por ejemplo, en los discos de las turbinas) la superaleación puede reforzarse con una nueva fase conocida como γ'' . Esta fase aparece en las superaleaciones base níquel como la IN718, con una adición significativa de niobio (5% aproximadamente del peso total), la composición de la γ'' es Ni_3Nb .

La estructura cristalina se basa en una red de orden BCT con un arreglo de átomos de níquel y niobio. El fortalecimiento por lo tanto ocurre, debido al endurecimiento por la coherencia de la fase con la matriz γ y por el ordenamiento de sus elementos. La

Figura 2.1.4 muestra la estructura cristalina de la red de γ'' [4, 22, 25, 26].

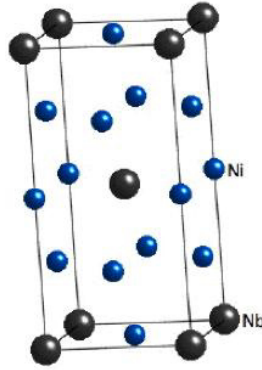


Figura 2.1.4. Estructura cristalina de la fase γ'' [25]

- ◇ La fase γ'' es generada principalmente en la IN 718 gracias al alto contenido de niobio y presenta diferencias significativas con la fase γ' en diferentes maneras:
- ◇ La red cristalina de γ'' es de orden BCT en lugar de cúbica primitiva o FCC de γ'
- ◇ Precipita en un ritmo más lento
- ◇ Proporciona una mejor formabilidad y soldabilidad
- ◇ Reporta homogeneidad como partículas en forma de disco más pequeñas de 30nm de diámetro y 5nm de espesor aproximadamente, en consecuencia, provee de una mayor resistencia que γ' al mismo porcentaje de volumen.
- ◇ La IN 718 contiene alrededor de 15% de γ'' por 4% de γ'
- ◇ Parece oponer más resistencia al corte que γ' con el mismo tamaño de precipitado
- ◇ Provee un endurecimiento por coherencia con la matriz mayor que γ'
- ◇ Es menos estable que γ'
- ◇ La transformación de coacción de Ni_3Nb es alrededor de los 700°C. [4, 21, 22]

2.2 Fase delta δ

La aleación Inconel 718 en condición de forjado presenta normalmente 3 fases intermetálicas precipitadas, γ' cúbica, γ'' tetragonal y la fase δ ortorrómbica véase la

Figura 2.2.1. La fase γ' y γ'' precipitan entre 600°C y 900°C, como pequeñas partículas distribuidas y conforman la base del endurecimiento por precipitación de la aleación. La fase δ por su parte precipita alrededor de 700°C y su temperatura de solvus es alrededor de

1000°C. El ritmo de precipitación es mayor a los 900°C, normalmente precipita por nucleación en los límites de grano seguido por el crecimiento en forma de delgadas placas extendiéndose en el grano.

La nucleación también puede llevarse a cabo inter-granularmente en presencia de γ'' . En procesos termo-mecánicos de material la fase δ puede existir en una población de partículas equiaxiales o ligeramente alargadas debido a la fragmentación de las placas de δ .

Aunque la fase δ es termodinámicamente más estable que la fase γ'' , la lentitud de precipitación de δ indica que su formación está por encima de los 900°C y es antecedida siempre por la fase γ'' . Ya que ambas necesitan el niobio como agente precipitante, esto, indica que un crecimiento de la fase δ , ocurre con una disminución de la fase γ'' , sin embargo, ocurre por encima de los 900°C temperatura límite de la formación de la fase γ'' .

Debido a su morfología, la fase δ no contribuye al endurecimiento, por el contrario su presencia indica una pérdida de resistencia debido a la eliminación de la fase γ'' , por otra parte, su presencia ha sido asociada con la susceptibilidad del agrietamiento en caliente. Sin embargo, la fase δ tiene algunos efectos benéficos, como fracciones moderadas ó uniformemente distribuidas, limitan el crecimiento de grano durante los tratamientos de solubilizado y deformación a altas temperaturas, la fase δ en los límites de grano con una morfología apropiada proporciona una mayor resistencia a la fractura debido a la termofluencia. La Figura 2.2.2 muestra ejemplos de diferentes metalografías donde se encuentran las tres fases principales precipitadas en la IN718 [3-5, 26, 27].

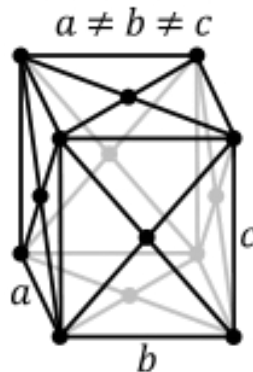


Figura 2.2.1. Estructura cristalina ortorrómbica centrada en las caras [E1]

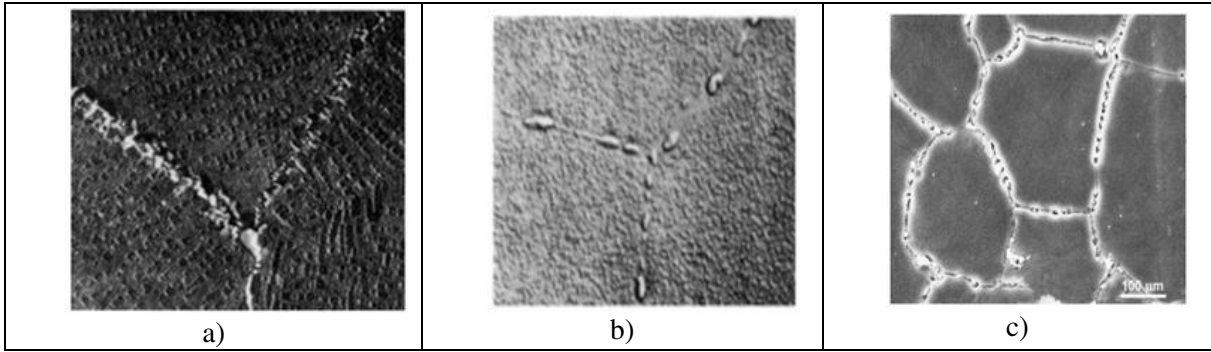


Figura 2.2.2. a) Metalografía en microscopio electrónico de barrido SEM a 3300X, muestra la fase γ' , así como carburos en los límites de grano y fase δ inter-granular, b) IN 718 forjada, SEM a 3300X, muestra fase γ'' , c) SEM, muestra la precipitación de la fase delta δ en el límite de grano con un tratamiento térmico a 1000°C/1hr [5].

3 Proceso termo-mecánico

Cuando se habla de un proceso de forjado generalmente se involucra la introducción de calor y deformación para darle forma e impartirle propiedades deseables. En el proceso del trabajo de las superaleaciones, diferentes ciclos de procesos termo-mecánicos de calentamiento y deformación ocurren. Debido a que las superaleaciones son sensibles a la historia del proceso, estos ciclos pueden tener un efecto importante sobre las propiedades finales de un componente formado de una superaleación [4,28].

La predicción y el control de la microestructura durante el proceso termo-mecánico de los materiales metálicos, juega un papel importante con respecto a la optimización de las propiedades del material. Ahora, está bien establecido que los fenómenos tales como la recuperación dinámica, la recristalización dinámica continua y discontinua, la recristalización metadinámica, la recuperación y recristalización estática, y el crecimiento del grano puede afectar cada uno la microestructura final que se produce durante el proceso termo-mecánico.

Como ejemplo: la recuperación dinámica es difícil para los materiales con baja energía de falla de apilamiento (como el hierro en su fase austenítica, el cobre y níquel, como la IN718). Por lo tanto, una gran reserva de energía almacenada (por ejemplo, dislocaciones) puede ser acumulada durante el trabajo en caliente y proporcionar la fuerza motriz para recristalización dinámica discontinua y la recristalización metadinámica, así como, la recuperación y recristalización estática [8].

La aleación IN 718 es la más ampliamente utilizada para la aplicación de partes de turbinas de gas. La IN718 contiene muchos elementos de aleación, que efectivamente dan lugar a dificultades en la creación de elementos forjados con microestructuras controladas. La introducción de un forjado de precisión con pocos ensayos y el control de las microestructuras y propiedades mecánicas son esenciales para la forja de la IN718. El procesamiento termo-mecánico se ha utilizado para el control de las microestructuras y propiedades mecánicas incluyendo la resistencia, termofluencia y las características de resistencia a la nucleación y de propagación de grietas por fatiga. El post-tratamiento térmico es utilizado normalmente para el metal forjado convencional, no se utiliza para

controlar el tamaño de grano de las piezas de superaleación forjadas. La optimización del tamaño de grano y el control a través del procesamiento termo-mecánico es uno de los principales objetivos en la forja de IN718 [9].

Los objetivos de los procesos de conformado en caliente como el laminado ó forjado son la producción en masa de los bienes finales ó productos semi-finales con propiedades mecánicas deseadas y la precisión de la forma. La naturaleza de los procesos de conformado en caliente es termo-mecánico, mientras que muchos factores influyen en las propiedades físicas del producto. Estos factores varían a partir parámetros del proceso tales como la temperatura, la velocidad de la herramienta y la fricción, así como de los parámetros de material como la composición química y microestructura [29, 30].

3.1 Mecanismos de deformación

La deformación plástica en un material metálico depende del movimiento de las dislocaciones, donde estos últimos son las imperfecciones en la estructura cristalina. Para la deformación inelástica de un cristal sin defectos, exige esfuerzos muy grandes, pero para mover una dislocación es mucho más fácil.

Los mecanismos de deformación de IN718 son diferentes, para diferentes temperaturas. A baja temperatura, la deformación está dominada por el maclado, mientras que para las altas temperaturas que está dominado por el deslizamiento [24, 31].

3.1.1 Sistema de deslizamiento

En la mayoría de los materiales, la deformación plástica se produce por el deslizamiento de ciertos planos cristalográficos, los llamados planos de deslizamiento. Estas dislocaciones se mueven con facilidad en estos planos, ya que son compactadas por el arreglo cristalográfico de los átomos de tipo compacto (CP) y estas dislocaciones se encuentran relativamente lejos unas de otras. La

Figura 3.1.1 muestra los planos cristalográficos A y B, el deslizamiento es más fácil de lograr a lo largo de los planos A, ya que tienen un arreglo compacto (CP) y las dislocaciones tienen una separación mayor.

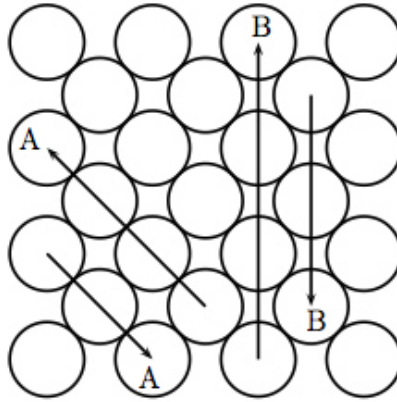


Figura 3.1.1. Planos de deslizamiento para la IN 718 [31]

Las dislocaciones en los planos de deslizamiento suelen moverse en ciertas direcciones llamadas direcciones de deslizamiento. Estas direcciones de deslizamiento también son de un arreglo CP. La combinación de un plano de deslizamiento y una dirección de deslizamiento se denomina sistema de deslizamiento. En el caso del níquel, con su estructura FCC, el deslizamiento es a lo largo de los planos CP $\{111\}$ y en la dirección CP $\langle 110 \rangle$, ver

Figura 3.1.2 [31, 32].

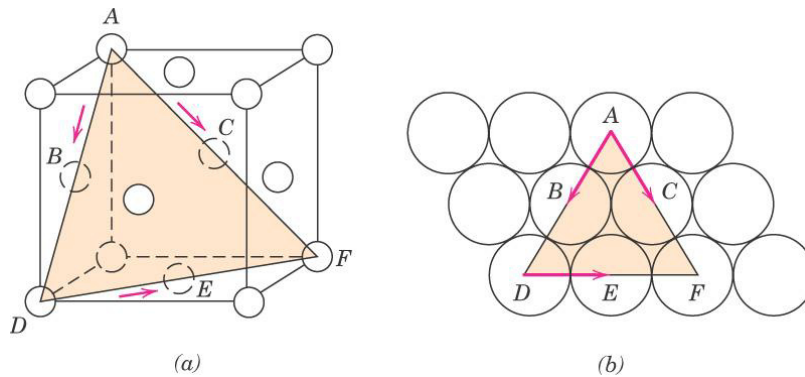


Figura 3.1.2 a) Planos $\{111\}$ y b) direcciones $\langle 110 \rangle$ de deslizamiento en la celda unitaria [32]

3.1.2 Maclado

Un límite de macla, es un tipo especial de límite de grano a través de la cual hay una específica simetría de espejo en la red cristalográfica, es decir, los átomos de un lado de la frontera se encuentran en posiciones de imagen espejo de los átomos en el otro lado, ver la

Figura 3.1.3. La región de material entre estos límites se denomina macla (twin, en inglés). Las maclas se generan por deslizamientos atómicos producidos al aplicar fuerzas mecánicas cortantes y también durante los tratamientos térmicos de recocido después de la deformación. El maclado se produce en un plano cristalográfico definido y en una dirección específica, los cuales dependen de la estructura cristalina. Las maclas de recocido se encuentran típicamente en los metales que tienen la estructura cristalina de la FCC, mientras que las maclas mecánicas se observan en los metales BCC y HCP [24, 32].

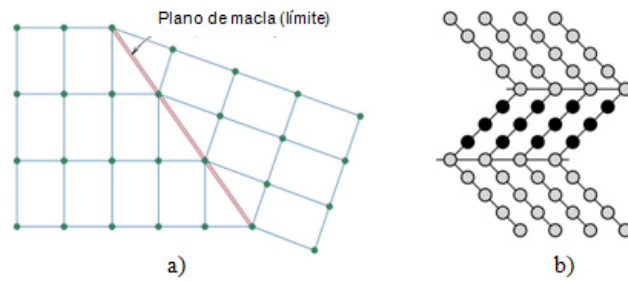


Figura 3.1.3. Imagen espejo y límite de macla, b) ubicación atómica de la macla [31,32]

4 Comportamiento en la deformación en caliente

A temperaturas homologas por encima de 0.4 de la temperatura de fusión de los cristales (T_m), la deformación plástica es fuertemente influenciada por los procesos activados térmicamente, donde el flujo de esfuerzos se vuelve dependiente de la temperatura y de la velocidad de deformación (viscoplástico). Los procesos involucrados son en su mayoría controlados por la difusión atómica local, dando lugar a una fuerte recuperación dinámica de la subestructura de dislocaciones, así como, las dislocaciones que son continuamente aniquiladas durante la deformación por los mecanismos de escalonamiento y de planos de deslizamiento transversales.

Para muchos metales austeníticos ó que presentan un arreglo cristalográfico FCC de bajo o medio nivel de energía de falla de apilamiento (SFE, en inglés) como la IN718, la tasa de recuperación dinámica es limitada, incluso a temperaturas elevadas debido al mecanismo estándar de la aniquilación por los planos de deslizamiento transversales que se ve obstaculizada por la incapacidad de las dislocaciones disociadas de evitar los obstáculos locales al cruzar escapando de su plano de deslizamiento, por lo tanto, el flujo de esfuerzos aumenta de manera significativa y la densidad de dislocaciones logran valores donde la recrystalización puede ocurrir durante la deformación plástica en caliente.

Durante el flujo plástico los límites de los sub-granos (a diferencia de los límites de grano) son continuamente aniquilados por los procesos de crecimiento y reemplazados por otros nuevos a través de la poligonización dinámica de las dislocaciones libres, por lo que su tamaño medio y su forma equiaxial se mantienen constantes durante deformaciones muy grandes. La capacidad de reorganizarse de los sub-granos debido a dislocaciones, bajo esfuerzos para mantener una estructura de deformación constante, es una característica fundamental del comportamiento dinámico de la recuperación de metales de alto SFE durante la deformación en caliente, en contraste con las de bajo SFE como la IN718 [33, 34,35].

4.1 Fenómeno de recristalización y crecimiento de grano

La recuperación en los metales y las aleaciones, por lo general, antecede al fenómeno de recristalización, durante la recuperación, una parte de la energía interna almacenada como energía de deformación es liberada debido al movimiento de dislocaciones, esto ocurre como resultado del aumento de la difusión atómica a temperaturas elevadas. También se produce alguna reducción en el número de dislocaciones y las configuraciones de dislocaciones tienden a adoptar bajas energías de deformación de la red [32].

La recuperación puede ser estática o dinámica y su diferencia radica principalmente, si al momento en que ocurre la recuperación existe una fuerza externa aplicada o no, sin embargo, el aumento de la temperatura es necesario en ambos casos. La Figura 4.1.1 muestra las diferentes etapas del endurecimiento y de la recuperación dinámica [20].

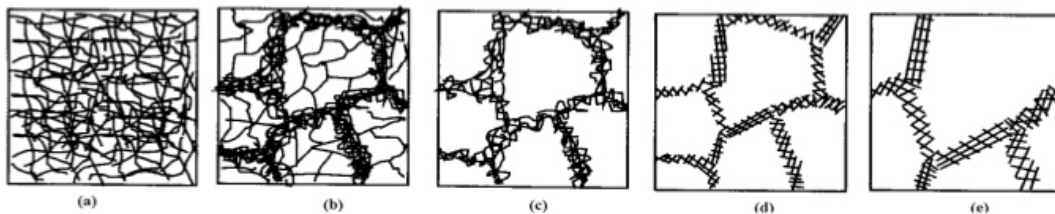


Figura 4.1.1. Diferentes etapas del endurecimiento y de la recuperación dinámica: a) generación de dislocaciones, b) formación de celdas, c) aniquilación de dislocaciones dentro de las celdas, d) formación de sub-granos, e) y su crecimiento [20].

Aún después de la recuperación, los granos están todavía en un estado de alta energía de deformación. La *recristalización* ocurre debido a la nucleación y crecimiento de nuevos granos equiaxiales libres de deformación que contienen baja densidad de dislocaciones, lo cual es una característica de la condición del material antes de ser deformado.

La fuerza motriz para producir esta nueva estructura de granos es la diferencia de energía interna entre el material deformado y el no deformado, cuando se calienta el material por encima de la temperatura de recristalización, una rápida recuperación elimina los esfuerzos residuales, produciendo una estructura de dislocación poligonizada. En este momento ocurre la nucleación de nuevos granos pequeños en los bordes de la celda de la estructura poligonizada, eliminando la mayoría de las dislocaciones. Dado que se ha reducido de manera significativa el número de dislocaciones, el material baja su resistencia y aumenta su ductilidad.

La recristalización es un proceso cuya extensión depende tanto del tiempo como de la temperatura. El grado (o fracción) de recristalización aumenta con el tiempo, la influencia de la temperatura se muestra en la

Figura 4.1.2 la cual representa gráficamente la resistencia a la tensión y la ductilidad de un latón en función de la temperatura y para un tratamiento fijo de una hora. La estructura de los granos que se encuentra en las diferentes etapas del proceso también se representa en forma esquemática. [20, 32, 34].

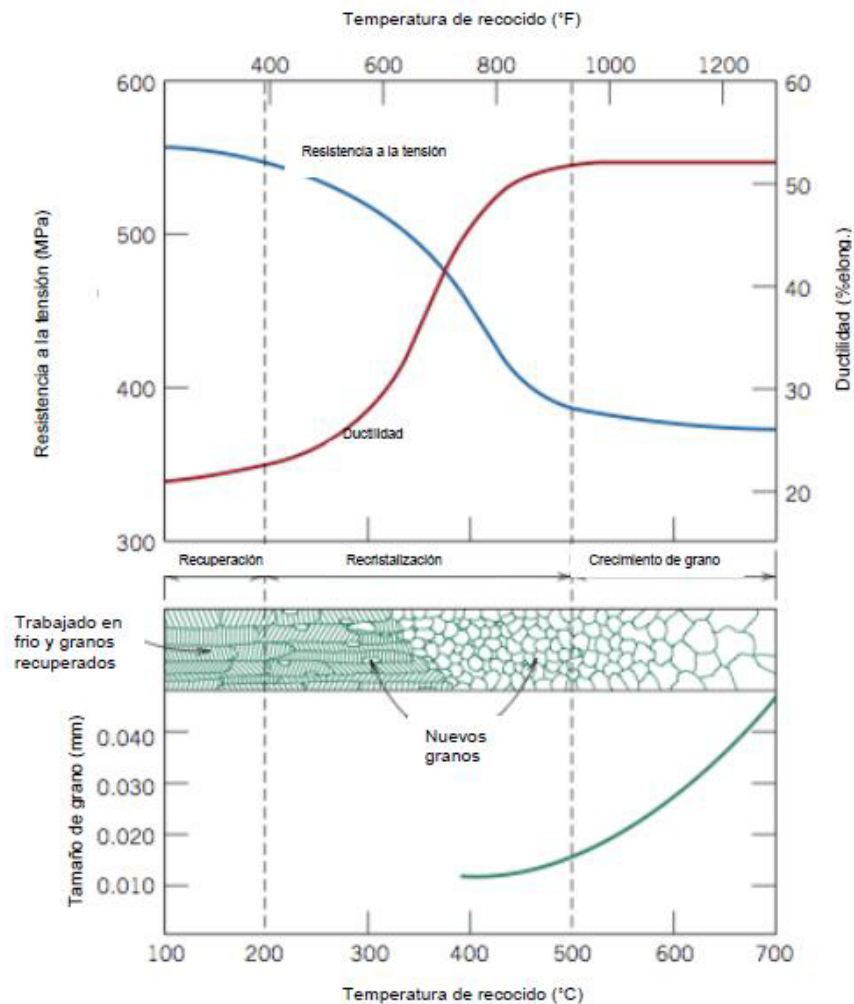


Figura 4.1.2. Influencia de la temperatura de recocido sobre la resistencia a la tensión y sobre la ductilidad de un latón. Se representa el tamaño de grano en función de la temperatura. Estructura del grano durante la recuperación, recristalización y crecimiento del grano [32]

El comportamiento de recristalización para una determinada aleación se suele especificar mediante la *temperatura de recristalización*, temperatura a la cual la

recristalización ocurre en exactamente 1 hora. Generalmente esta temperatura, se sitúa entre un tercio y la mitad de la temperatura absoluta de fusión del metal o aleación y depende tanto del trabajo previo de deformación y la pureza de la aleación.

La recristalización ocurre de forma más rápida en metales que en aleaciones. El hecho de alear aumenta la temperatura de recristalización algunas veces de forma sustancial. Para metales puros la temperatura de recristalización normalmente es $0.3 T_m$ y en algunas aleaciones puede llegar hasta $0.7 T_m$ o más. Las operaciones de trabajo en caliente de las aleaciones a menudo se realizan a temperaturas superiores a la temperatura de recristalización, donde el material permanece relativamente blando y dúctil durante la deformación debido a que no endurece por deformación de manera que suele alcanzar grandes deformaciones.

Después que ha terminado la recristalización, los granos libres de deformación continúan creciendo si el material es dejado a la temperatura elevada, este fenómeno se denomina *crecimiento de grano*. El crecimiento de grano, no está necesariamente precedido por la restauración y recristalización, y puede ocurrir en todo los materiales cristalinos. A medida que el grano crece en tamaño, el área total del límite de grano disminuye, produciendo una reducción en la energía total; esta es la fuerza motriz para el crecimiento de grano, así, el crecimiento de los granos implica el desplazamiento de los límites de grano, permitiendo que algunos granos crezcan a costa de otros.

En este caso los átomos se difunden a través de los límites de grano como se muestra en la

Figura 4.1.3 y en consecuencia, el crecimiento de los granos está relacionado con la energía de activación necesaria para que un átomo salte a través del límite de grano. Altas temperaturas o bajas energías de activación incrementan el tamaño de los granos [20, 32, 34].

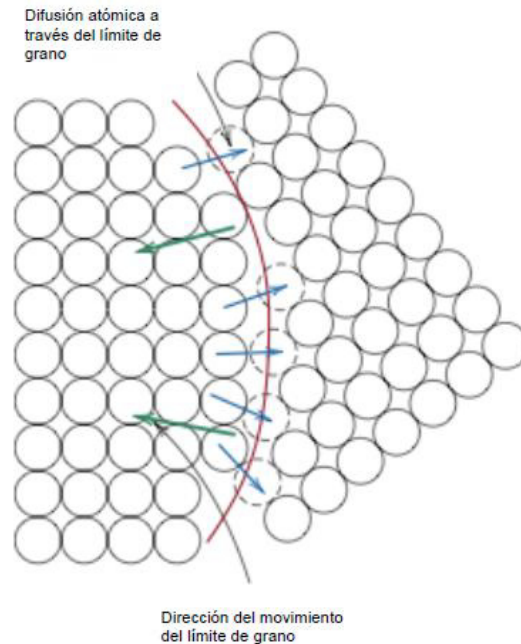


Figura 4.1.3. Representación esquemática del crecimiento de granos por medio de difusión atómica [18]

4.1.1 Recristalización dinámica

La recristalización dinámica consiste en la nucleación de nuevos granos que permite eliminar una parte de las dislocaciones generadas en la etapa de deformación y recuperación en caliente. Para que la nucleación durante recristalización dinámica tenga un lugar durante la deformación, es necesario una diferencia de densidad crítica de dislocaciones a través de la interfaz entre el núcleo y el material que lo rodea [36].

El comportamiento en caliente se puede reflejar en las curvas de esfuerzo-deformación por medio de un ensayo de compresión a altas temperaturas, como muestra la Figura 4.1.4, donde se pueden observar tres zonas:

- ◇ Zona de endurecimiento y recuperación (restauración)
- ◇ Etapa de transición donde se observa una caída debido a la recristalización dinámica
- ◇ Zona de tensión constante o etapa de saturación

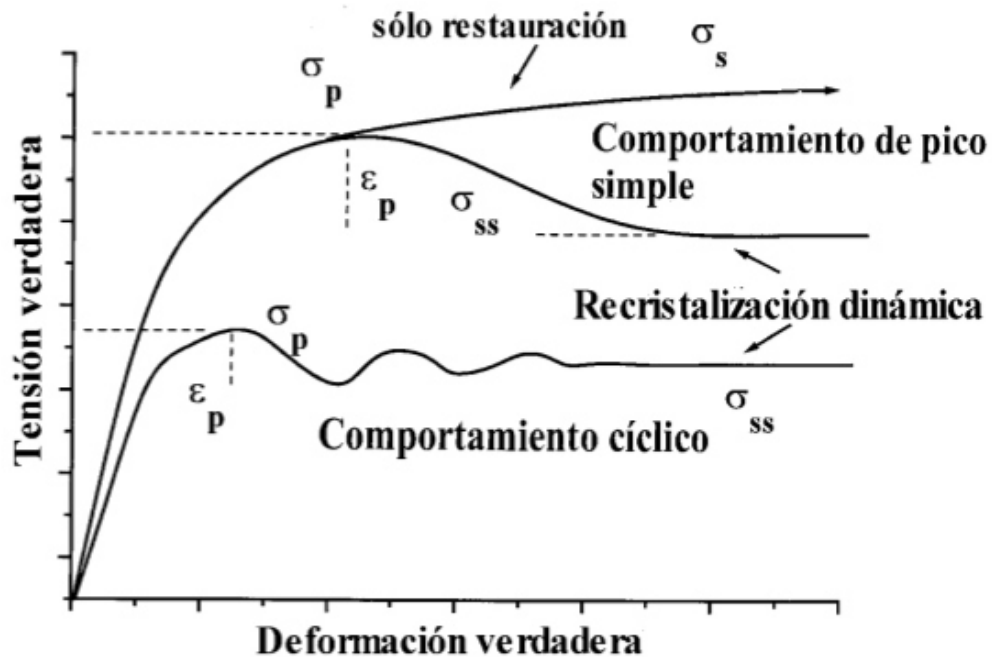


Figura 4.1.4. Representación esquemática de la recrystalización dinámica en diferentes condiciones de deformación [20]

El inicio de la recrystalización dinámica necesita un tiempo de incubación antes de que su efecto ablandador marque la caída de tensión observada en la Figura 4.1.4, la etapa de transición está acompañada de una disminución de la densidad de dislocaciones. El tipo de recrystalización pico único o pico múltiple depende de las condiciones de trabajo, al aumentar la temperatura, la curva de pico simple se transforma en una de pico múltiple y el mismo cambio se observa al disminuir la velocidad de deformación.

4.1.2 Recrystalización metadinámica

La *recrystalización metadinámica (MDRX)* se define como un proceso de recrystalización estática (SRX) sin un tiempo de incubación y los núcleos se forman en el proceso de recrystalización dinámica (DRX) anterior, porque no hay restricción en el crecimiento de grano debido a una deformación concurrente en el fenómeno MDRX.

Los granos recrystalizados producido por este fenómeno son más grandes que las que se encuentran después de DRX. Además, las características de las microestructuras metadinámicamente recrystalizadas son similares a las que se encuentran después de la recrystalización estática (SRX). Los cambios microestructurales en MDRX se pueden describir con tres etapas:

- ◇ La recrystalización metadinámica se lleva a cabo a partir de los núcleos dinámicamentere cristalizados formados durante DRX anteriormente. Los núcleos crecen rápidamente porque no hay deformación concurrente.
- ◇ Al mismo tiempo, el crecimiento de granos recrystalizados dinámicamente (con un gradiente de densidad de dislocaciones) son sometidos a recuperación metadinámica ó crecimiento del grano, de acuerdo con el gradiente de densidad de dislocaciones local. En el caso decrecimiento de grano, rodeado por los núcleos, la recuperación metadinámica se lleva a cabo, este mecanismo no da lugar a la nucleación y crecimiento y por lo tanto no contribuyen a los cambios en la microestructura. Sin embargo, en los casos en que los granos están creciendo junto a una completa región endurecida por trabajo, que tiene una mayor densidad de dislocaciones, los granos en crecimiento, continuarán creciendo durante el período de reposo sin deformación. En este caso, porque no hay deformación simultánea, la tasa de crecimiento es mayor y por lo tanto, da como resultado unos granos más grandes.
- ◇ Los granos totalmente endurecidos por trabajo son consumidos por el crecimiento de los granos adyacentes y la recuperación metadinámica o estática se lleva a cabo en estos granos. Con un período de tiempo prolongado, la SRX puede ocurrir en los granos totalmente endurecidos por trabajo [36].

4.1.3 Recrystalización estática

La *recrystalización estática (SRX)* comúnmente se debe a un tratamiento térmico de recocido efectuado habitualmente después de un trabajo de deformación plástica en frío. El proceso de la recrystalización estática sigue los pasos de: deformación en frío, recuperación, nucleación, recrystalización y crecimiento de grano mencionados con anterioridad, la Figura 4.1.5 muestra esquemáticamente estos pasos para SRX con un tratamiento térmico de recocido.

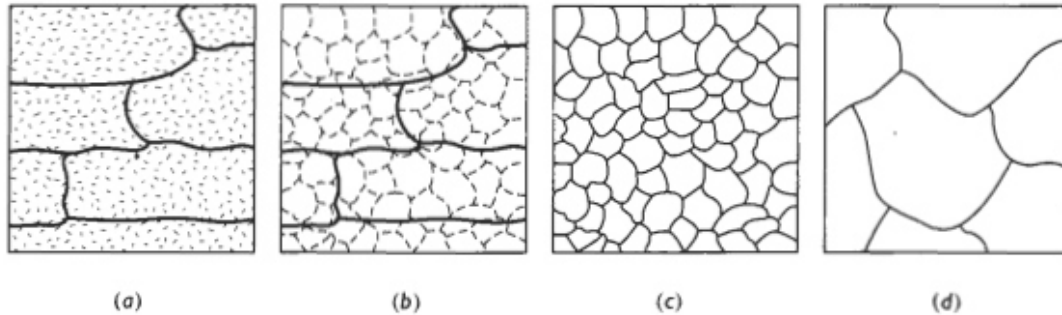


Figura 4.1.5 Efecto de la temperatura de recocido sobre la microestructura de metales trabajados en frío: a) trabajado en frío, b) después de la recuperación, c) después de la recristalización y d) después del crecimiento de grano [24]

La nucleación y el crecimiento de grano son dos pasos principales para la variación de la microestructura en la SRX resultante de un tratamiento de recocido después de una deformación en frío. Por otra parte, durante un proceso de deformación en caliente, la DRX aparece a través de la nucleación y crecimiento de los granos, que también da lugar al refinamiento de granos. Sin embargo, en el período de reposo después de la deformación en caliente, dos tipos de procesos de variación de la microestructuras se pueden encontrar.

Uno de ellos es un proceso similar a la SRX clásica que se produce en una aleación con deformación en frío. Algunos nuevos núcleos de grano se forman y crecen en la aleación deformada, esto también se llama la recristalización estática. De otra manera, el otro proceso es de crecimiento continuo de los granos dinámicamente recristalizados, que se llama recristalización metadinámica.

En general, tanto la MDRX como la SRX ocurren a temperaturas elevadas en aleaciones deformadas en caliente, durante el periodo de reposo, que da como resultado el refinamiento o engrosamiento de grano, dependiendo el número de nuevos núcleos y del tiempo de reposo a la misma temperatura.

Si el número de núcleos es limitado y el tiempo de reposo es lo suficientemente basto, la MDRX será el principal proceso y se obtendrán granos gruesos. A la inversa, si hay formación de varios nuevos núcleos de grano y el tiempo de reposo es corto, la SRX será el principal proceso y se obtendrá un refinamiento en el grano.

La recristalización en la IN 718 después de la deformación en caliente y del periodo de reposo, no resulta en un refinamiento de grano, sino en granos gruesos. El tamaño final de

grano incrementa durante el periodo de reposo después de la deformación en caliente, por lo tanto, MDRX es el proceso principal de las variaciones microestructurales de la IN718 [37].

4.1.4 Crecimiento de grano anormal (granos ALA)

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 o engrosamiento de grano.

Durante el crecimiento anormal de grano, que es un proceso discontinuo, unos pocos granos en la microestructura crecen y consumen la matriz de pequeños granos. El crecimiento anormal de grano es el resultado de la migración de interfaces a velocidades locales muy altas.

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 [38].

5 Antecedentes, una visión general del Delta procesado (DP718)

5.1 Minigrain

El DP718, es derivado directamente de un proceso llamado “Minigrain”, que fue presentado y patentado por **Edgar Brown y Raymond C. Boettner** en la década de los 70’s. Este proceso fue desarrollado como un método para proveer mejoramiento en la resistencia a la fatiga en las aleaciones forjadas base níquel para componentes de turbina de gas de temperatura intermedia. El proceso es aplicable a las aleaciones base níquel como la inconel 718, utiliza técnicas de proceso termomecánico para desarrollar una dispersión uniforme esferoidal de los precipitados de $\text{Ni}_3\text{Nb } \delta$ a través de la estructura de la aleación. El crecimiento de grano durante el tratamiento térmico de recristalización subsecuente es minimizado por la dispersión de esta fase, proveyendo un grano muy fino de tamaño ASTM 10-13. La secuencia del proceso para el Minigrain consiste en una serie de reducciones y tratamientos térmicos; un ejemplo presentado por **E. E. Brown, R. C. Boettner, and D. L. Ruckle** [11] se muestra a continuación.

Un lingote de 12” de diámetro con un tamaño de grano 4-5 ASTM tuvo una reducción de 4:1 a 1900°F (1037°C) hasta 6” con un tamaño de grano de 5-6ASTM, posteriormente un tratamiento térmico de 1650°F(898°C) por 8h para precipitar la estructura Windmattén $\text{Ni}_3\text{Nb } \delta$, seguido de una última reducción 4:1 a 1800°F(982°C) hasta 3”, la estructura final de la matriz no recristalizada consiste en una dispersión uniforme esferoidal de la fase precipitada $\text{Ni}_3\text{Nb } \delta$. Un tratamiento térmico de recristalización de 1775°F(968°C) por 1h transforma la estructura trabajada a un tamaño de grano uniforme 12-13 ASTM, secciones del lingote final de 3” fueron sometidos a tratamientos térmicos de solubilizado de 1850°F (1010°C) y 1900°F (1037°C) con un resultado de 5 y 2 ASTM respectivamente, seguido de un tratamiento de envejecido de 1325°F (718°C)/8h FC 100°F(37°C)/h hasta 1150°F (621°C) + 1150°F (621°C)8h AC, para darle total dureza. La

Figura 5.1.1 muestra una representación esquemática del proceso de Minigrain

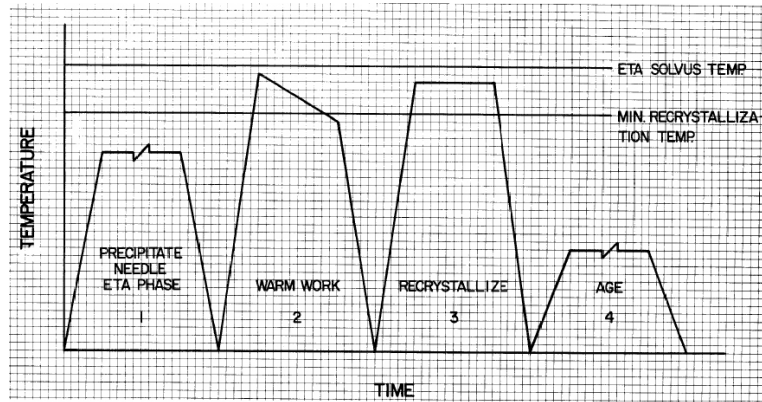


Figura 5.1.1. Representación esquemática del proceso "Minigrain" [11]

Después del proceso completo se reportaron que las propiedades como tensión, fatiga de alto y bajo ciclo del material procesado por las condiciones de Minigrain fueron mejoradas dramáticamente en comparación con el proceso convencional. Se observó una degradación en las propiedades de termofluencia en el rango de temperatura de 1200°F (648°C) - 1300°F (704°C) aunque ocurren mejoras a 1100°F (593°C).

Aunque la capacidad de la producción para el proceso de Minigrain ha establecido las bajas temperaturas de procesamiento requeridos, ofrece desventaja desde el punto de vista de las presiones de forja de alta y el aumento de desgaste de los dados.

Las modificaciones en la aleación destinadas a aumentar la temperatura de solubilización $Ni_3Nb \delta$, parecen ofrecer aumento de las temperaturas de procesamiento para aliviar este problema con las mejoras que se acompañan en las propiedades mecánicas. La

Figura 5.1.2 muestra las imágenes metalográficas del material durante tres etapas del proceso; antes del tratamiento térmico (izquierda), después del tratamiento térmico (centro) y después del proceso completo Minigrain (derecha).

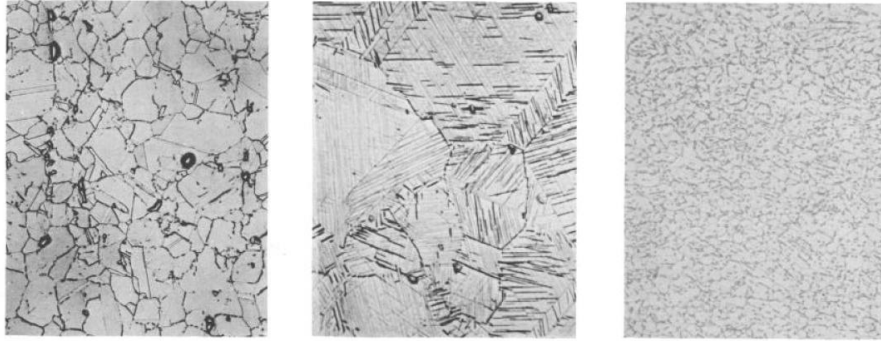


Figura 5.1.2 Extrusión de la IN178 en tres etapas, antes del TT (izquierda) a 100X, después del TT (centro) a 500X y después del proceso completo Minigrain (derecha) 1000X [11]

T. Banik et. al. en 1991, investigaron la combinación del proceso Minigrain en una aleación 718 con un bajo contenido de carbono [12], donde se utilizó el proceso Minigrain original que consiste en precipitar la fase delta en lingotes vaciados antes de su reducción, la reducción se lleva a cabo cerca de delta δ solvus y los precipitados son utilizados para fijar los límites de grano durante la deformación y limitan el tamaño de grano en el inter espaciado de los precipitados. Durante la reducción, delta δ en forma de agujas fue particionado efectivamente, esferodizado y dispersado, tal que los problemas asociados con los precipitados como la sensibilidad a la grieta, rotura y fatiga de bajo ciclo fueron evitados.

En este trabajo los autores evaluaron dos aleaciones 718, una con el proceso de fabricación UDIMET estándar y la otra con ultra bajo carbono, 0.033 y 0.006 contenido de carbono respectivamente. La conversión estándar para grano fino consiste en reducir un lingote inicial a una temperatura de trabajo por encima de la temperatura de delta solvus y cerca de delta solvus para grano fino, un rolado subsecuente es programado para realizar el refinamiento microestructural inicial, para obtener una barra con un diámetro final. Las operaciones de la conversión para el proceso de grano ultra fino es similar al proceso de conversión estándar en la etapa de trabajo, previamente a la operación de prensado final, el lingote fue tratado térmicamente para precipitar la fase secundaria delta en forma de agujas. El ciclo de tratamiento térmico se probó en muestras antes de exponer el lingote. Las imágenes metalográficas obtenidas de los lingotes con un proceso estándar y de grano ultra fino se observan en la

Figura 5.1.3.

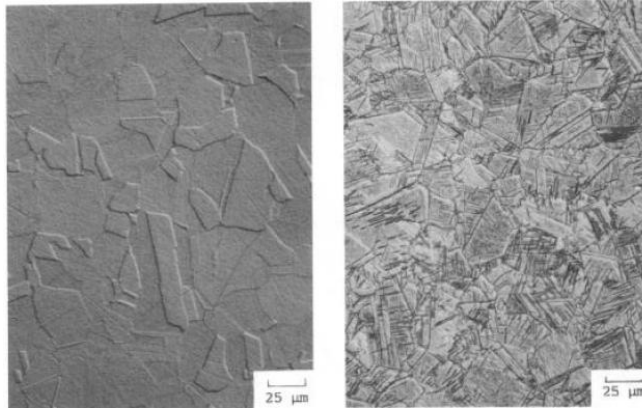


Figura 5.1.3. Refinamiento de grano estándar de lingote (izquierda) y condición de sobre-envejecido de fase delta δ [12]

El tratamiento térmico estándar para la aleación 718 el cual provee un balance de resistencia y ductilidad a altas temperaturas fue; Solubilizado; 1775°F (968°C) /1 H/ OQ y Precipitación; 1350°F/ (732°C) /8 H /FC 100°F/1H -1150 (621°C)/8 H/AC

Después de la precipitación, el lingote se forja a temperaturas 28°C por debajo de delta solvus aproximadamente, con el fin de retener los precipitados para un refinamiento microestructural y restringir el engrosamiento de los granos en los recalentamientos entre operaciones. El proceso estándar y de grano ultra fino se muestra en la

Figura 5.1.4.

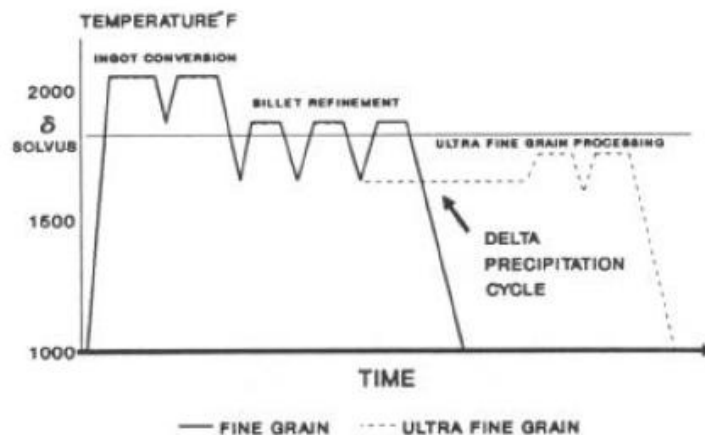


Figura 5.1.4. Límites de delta δ solvus, temperatura del proceso de grano ultra fino [12]

El refinamiento microestructural adicional obtenido con la secuencia del proceso de grano ultra fino es evidente en las micrografías de las muestras forjadas y tratadas

térmicamente, el proceso estándar de refinamiento de grano limita el tamaño de grano de ASTM 8 ALA 6, mientras que el proceso de grano ultra fino produce un tamaño de grano de ASTM 12-14 con una substancial cantidad de delta globular. El refinamiento microestructural fue similar tanto en la composición estándar como en la de bajo carbono como se observa en la

Figura 5.1.5.

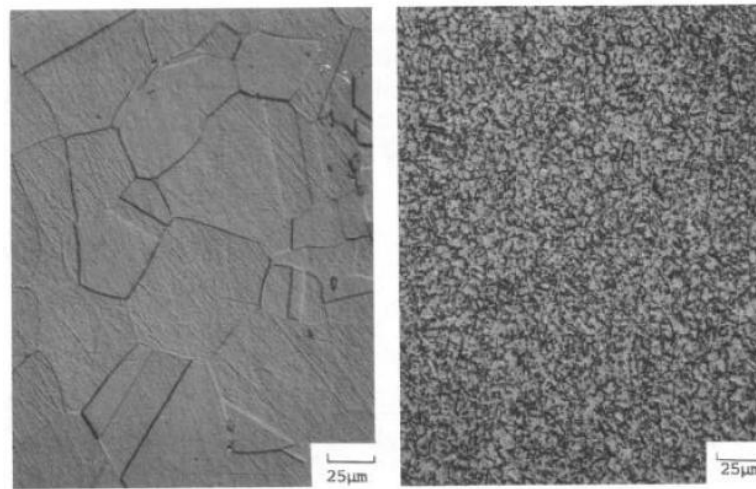


Figura 5.1.5. Refinamiento microestructural, proceso estándar (izquierda) y proceso de grano ultra fino (derecha) [12]

El proceso “ultra fine grain” incorporando el uso de la fase delta para el control de crecimiento de grano puede ser utilizado efectivamente en la producción de barras con grano ultra fino para la aplicación en ejes de turbinas.

En 1997, **C.A. Petri, T. Deragon y F.A. Schweizer** [13], centraron su investigación en un proceso de forja isotérmico a bajas velocidades de deformación llamado “GatorazingTM”, comúnmente usado en superaleaciones de metalurgia de polvos, es un proceso isotérmico de forja a baja velocidad de deformación que utiliza las tensiones de flujo más bajas asociados con los materiales de grano muy fino. El propósito principal de su trabajo fue determinar si una aleación UDIMET 718 con un proceso de grano ultra fino es susceptible al proceso GatorazingTM.

El material Udimet 718 utilizado fue producido mediante el proceso VIM+ESR+VAR. La conversión de lingote a billet fue llevado a cabo con el proceso minigrain con un

tratamiento térmico intermedio para promover la precipitación de la fase delta y las operaciones subsecuentes de conversión a una temperatura por debajo de delta solvus para desarrollar una microestructura ultra fina, con un lingote de 19cm de diámetro y un tamaño de grano de ASTM 12 en la orilla del lingote y ASTM 9 en el centro. La microestructura del lingote consiste en una matriz uniforme con delta esferoidal en los límites de grano como se aprecia en la

Figura 5.1.6.

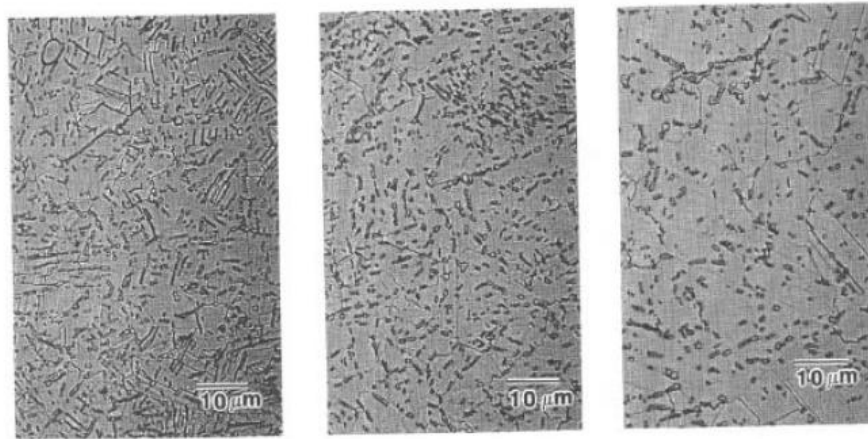


Figura 5.1.6. Orilla del lingote ASTM 12.2 (izquierda), radio medio ASTM 10.3 (centro) y centro del lingote (derecha) [13]

Se realizaron pruebas de tensión y compresión, las pruebas de tensión fueron a velocidad controlada. Unas muestras a una sola velocidad y otras con pasos intermedios de velocidades, como se pueden ver en las gráficas de la

Figura 5.1.7.

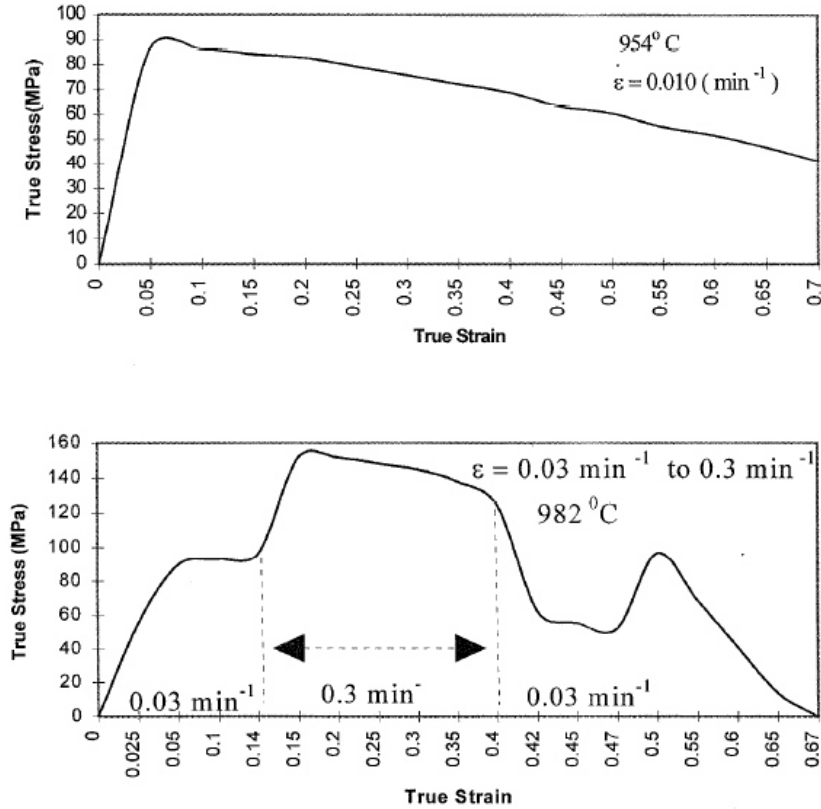


Figura 5.1.7. Curvas representativas de Esfuerzo-Deformación verdaderos de dos pruebas realizadas para el lingote con grano ultra fino UDIMET 718 [13]

Las microestructuras evaluadas después de la prueba de deformación por tensión-velocidad-controlada presentan un tamaño de grano uniforme con una fase delta esferoidal secundaria como se muestra en la Figura 5.1.8. El tamaño de grano se evaluó en las muestras de tensión ligeramente por encima de la zona roscada. Una pequeña cantidad de crecimiento de grano es evidente en la aleación de grano ultra fino 718 con un aumento en la temperatura de ensayo en las velocidades de deformación más bajas de 0.005 a 0.01 s^{-1} . En general, el tamaño de grano del lingote se mantuvo para temperaturas por debajo de delta solvus (996°C). A una temperatura por encima del delta solvus, es producido un engrosamiento de grano.

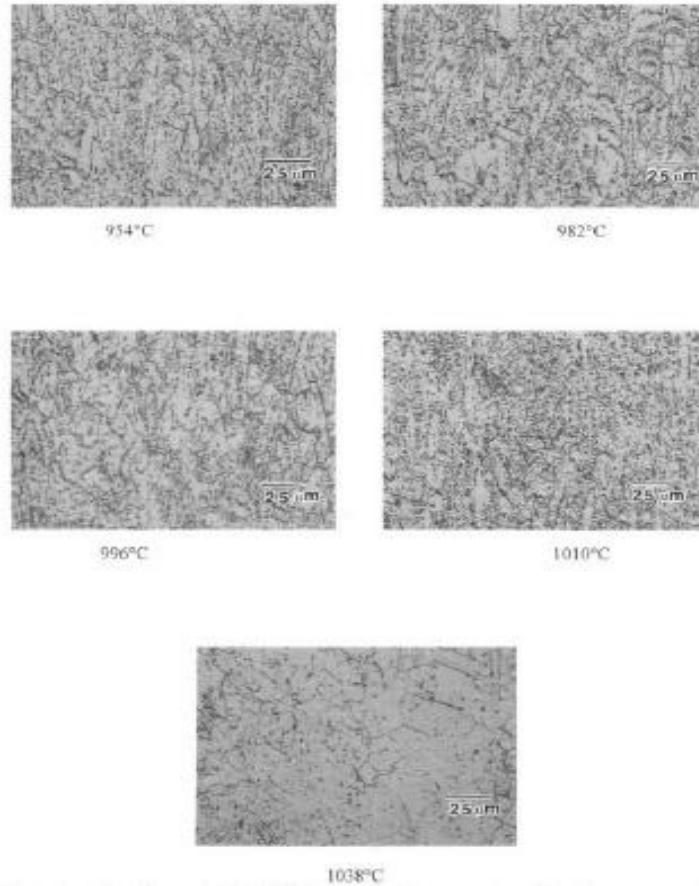


Figura 5.1.8. Grano ultra fino UDIMET 718 con fase δ en límites de grano en las probetas ensayadas a tensión a las temperaturas indicadas [13]

Las probetas de compresión (2,54 cm de diámetro X 7,62 cm de largo) fueron maquinadas partir del diámetro exterior, a mediados de radio y del centro del lingote. Se llevaron a cabo ensayos de forja isotérmicas. Las muestras se forjaron a un espesor final de 1.27 cm (reducción del 83% en el espesor) en intervalos de 4°C (25°F) entre 954°C y 1010 °C y a velocidades de deformación de 0.05 a 0.1 s⁻¹.

Después de los ensayos iniciales, varios ensayos se realizaron a 996 ° C utilizando una deformación de dos pasos, primero la forja a una velocidad de deformación de 0.05 min⁻¹ a la reducción de 50%, seguido por la forja en 0.1 min⁻¹ hasta alcanzar 83%. Los segmentos de cada forjado se evaluaron metalográficamente en la condición de forjado. Los segmentos fueron procesados a través de tratamientos térmicos solución de 954°C, 982°C y 1004°C durante 1 hora, seguido de un enfriamiento en aire y su evaluación metalográfica como se aprecia en la

Figura 5.1.9.

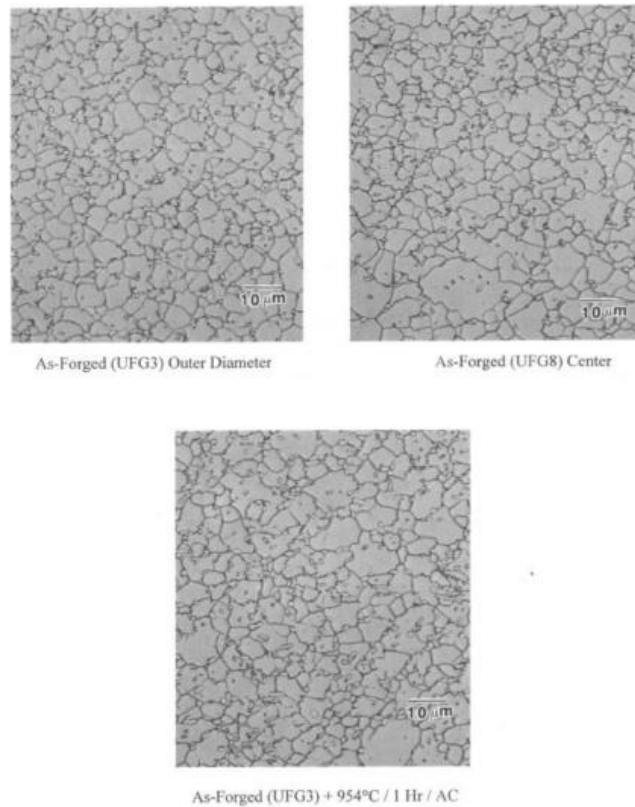


Figura 5.1.9. Microestructuras de las probetas de compresión en condición de forjado y después de un TT de 954°C/1Hr/AC [13]

El tamaño de grano del lingote de la aleación 718 con un procesado Minigrain (norma ASTM 11-12) es lo suficientemente fino para reducir suficientemente el flujo del esfuerzo por debajo de 100 MPa a temperaturas por debajo de delta solvus (954°C-996°C). Esta reducción en el flujo de esfuerzo debe ser suficiente para permitir el proceso GatorizingTM se utilice en la aleación 718 a temperaturas subsolvus. A temperaturas subsolvus (954 °C-996° C), el proceso GatorizingTM resulta en recristalización a un tamaño uniforme de granos finos. Doble velocidad de deformación GatorizingTM puede ser utilizado para perfeccionar una estructura gruesa de partida y bajar la tensión de flujo para el segundo paso usando una velocidad de deformación inicial bajo seguida por una velocidad de deformación más alta.

Los ejemplos del estudio y procesamiento Minigrain en estas investigaciones son un punto de partida importante en el desarrollo del DP718, demostrando que se puede obtener

el refinamiento de grano en la conversión de lingote-barra y la sensibilidad en procesos siguientes de deformación del material con proceso Minigrain [39-41].

5.2 Delta procesado (DP718)

Carlos Ruiz et. al. en 1992 [42], publicaron que el DP718 se deriva del proceso de Minigrain original, desarrollado por Brown et. al. [11]. El proceso explota la metalurgia única de doble fase de IN718 para facilitar la recrystalización, mientras se controla el crecimiento de grano. La fase ortorrómbica δ precipita durante un tratamiento térmico entre γ'' y delta δ solvus que resulta en una dispersión uniforme de fase Windmastattén δ en toda la matriz. Un procesamiento termomecánico posterior por debajo de δ solvus esferoidiza la fase δ y se recrystaliza dinámicamente el material. La presencia de la fase δ , sin embargo, impide el crecimiento del grano que resulta en una microestructura de grano fino uniforme, la

Figura 5.2.1 muestra una presentación gráfica del proceso de delta.

Se tuvo cuidado para equilibrar el ciclo de precipitación de δ con las operaciones de reducción de finales. Si la precipitación se realiza demasiado pronto, el exceso de la fase δ se precipita durante las operaciones de reducción posteriores y las propiedades de resistencia a la cedencia se reducen. Por el contrario, si el ciclo se realizó demasiado tarde, la fase δ no se esferoidiza adecuadamente y no se logra recrystalización completa del material.

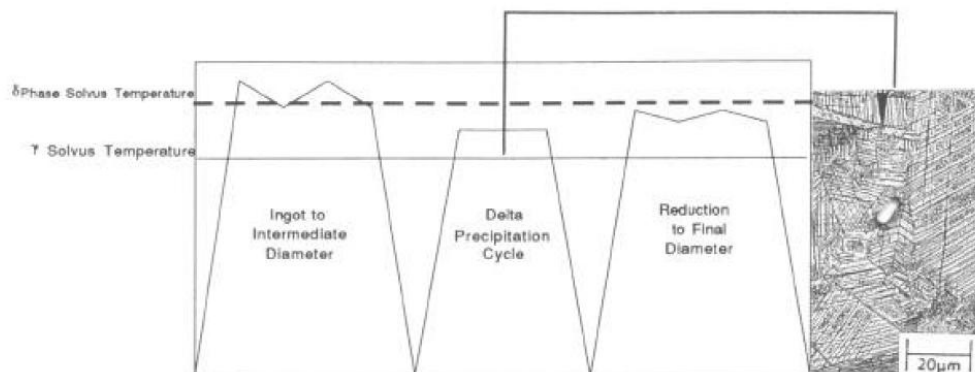


Figura 5.2.1. Representación gráfica del DP718 [11]

En 1994 **T. Banik et. al.** [43], también investigaron la microestructura del proceso de conversión de lingote-barra, donde un lingote de aleación Udimet 718 de 508 mm de diámetro, VIM+VAR, se forjó a barra de 140 mm de diámetro. Durante la conversión, el lingote se seccionó para permitir el procesamiento de una sección de lingote utilizando técnicas de DP718. El lingote exhibió una microestructura uniforme de grano muy fino de ASTM 11-12 como se indica en la

Figura 5.2.2. La práctica estándar de conversión proporciona un tamaño de grano ASTM 10 con granos gruesos aislados en la superficie del lingote.

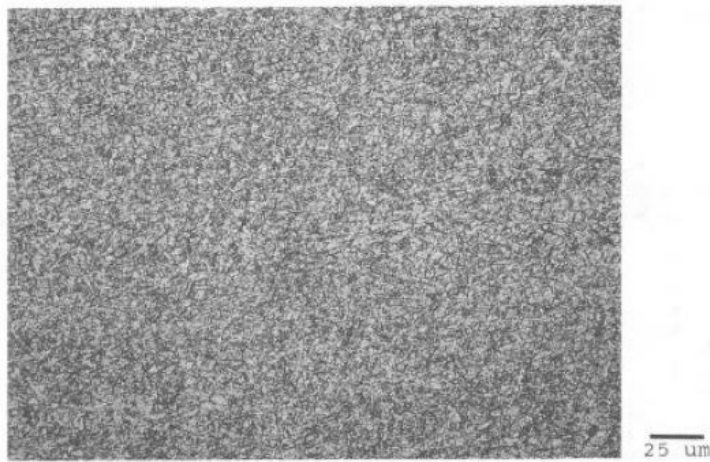


Figura 5.2.2. Material con DP718, tamaño de grano más fino que el lingote con grano fino estándar [43]

Las pruebas de compresión en caliente se realizaron en muestras obtenidas directamente a partir del material de barra, para proporcionar el flujo de esfuerzo y la respuesta microestructural para temperaturas de conversión en el intervalo de 940°C a 1065°C. Se utilizaron velocidades de deformación de 1.0 s⁻¹ para simular el rol y secuencia de reducción. La reducción total fue de 50% utilizando una muestra de compresión cilíndrica que era de 10 mm de diámetro y 15 mm de altura.

Las evaluaciones metalográficas sobre las muestras de compresión en caliente de la barra con DP718 revelaron un tamaño de grano muy fino uniforme (ASTM 12) a 968°C que aumentó de manera uniforme con el aumento de temperaturas de ensayo como se muestra en la

Figura 5.2.3.

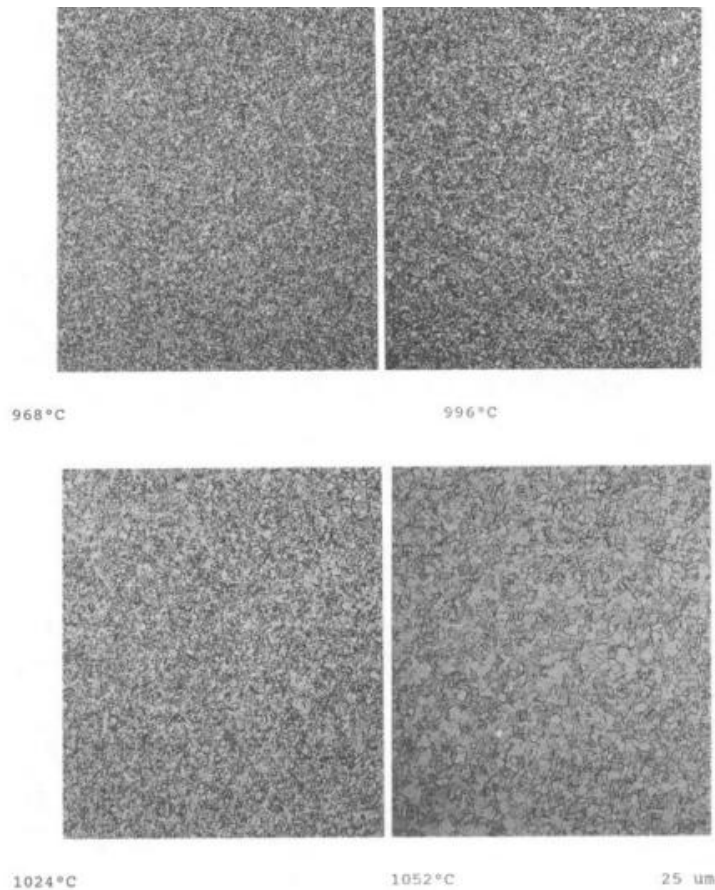


Figura 5.2.3. La microestructura de grano fino de la barra fue retenida en los ensayos de compresión a 968°C (1 seg⁻¹, 50% de reducción) [43]

Ambos artículos centraron una parte de su investigación en reducir los costos de inventarios, tanto en el tiempo y material dedicado a la evaluación microestructural como en el proceso de transformación de lingote-barra.

Sin embargo, algunos años después se ha retomado la investigación del DP718, enfocándose en una caracterización más profunda en la deformación en caliente y no solamente en la conversión de lingote-barra.

Y Whang et. al. [15] en el 2008 reportaron investigaciones relacionadas con el DP718, en donde se estudiaron las características y la recrystalización dinámica con base en ensayos de compresión a altas temperaturas en un rango de 950°C-1100°C, con velocidades de deformación de 0.001 a 1s⁻¹.

La aleación tal como se recibió era una barra con un diámetro de 252mm. Para evaluar el comportamiento de deformación en caliente, especímenes cilíndricos de 8 mm de diámetro

y 12 mm de altura se mecanizaron para ensayos de compresión. Todas las muestras se tomaron de la mitad del radio de la barra con el fin de minimizar la dispersión de los estados iniciales. Las muestras se trataron térmicamente primero en 1100°C durante 30 min, y luego envejecieron a 900°C durante 24 h, seguido de temple al agua. La microestructura inicial del material envejecida se da en la

Figura 5.2.4. La microestructura revela una gran cantidad de la fase δ en forma de aguja que precipitan a partir de los límites de grano hacia el centro.

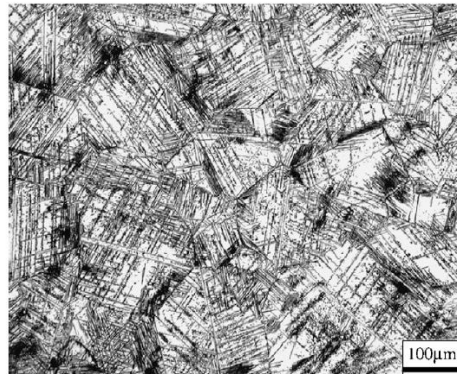


Figura 5.2.4 Micrografía óptica del DP718 [15]

Curvas típicas de esfuerzo-deformación verdadero del DP718 se obtuvieron a temperaturas de deformación de 1000 y 1,100°C con diferentes velocidades de deformación 10^{-3} a $1s^{-1}$ se aprecian en la

Figura 5.2.5. Se puede observar que las curvas de flujo exhiben un rápido aumento a un pico a una deformación crítica, seguido por el flujo lento de reblandecimiento sin importar la temperatura de deformación. El flujo de esfuerzo estable se obtiene a tasas de deformación bajas y altas temperaturas. Estas características de las curvas de flujo para DP718 corresponden a las de las aleaciones con baja energía de falla de apilamiento, lo que implica la aparición del fenómeno de DRX durante la deformación en caliente. La variación del esfuerzo con la deformación se puede atribuir al efecto combinado de trabajo de endurecimiento y ablandamiento dinámico. El flujo de esfuerzo aumenta al aumentar la velocidad de deformación y disminución de la temperatura.

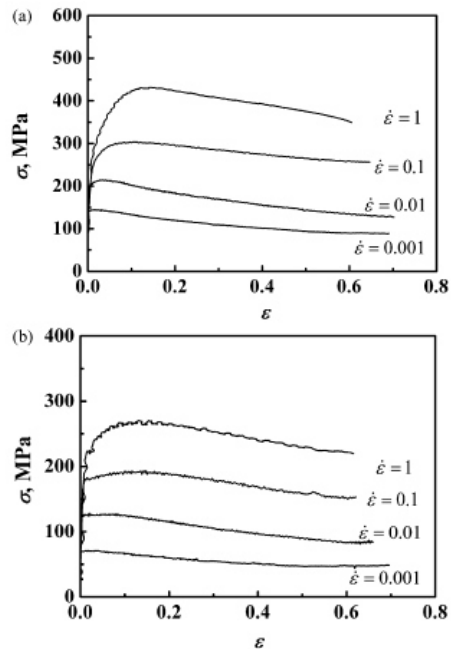


Figura 5.2.5. Curvas típicas esfuerzo-deformación para DP718 bajo diferentes velocidades de deformación y diferentes temperaturas a) 1000°C y b) 1100°C [15]

Se puede observar a que las curvas correspondientes a velocidades de deformación más altos muestran algunas oscilaciones irregulares en el estrés. Las oscilaciones de flujo no deben atribuirse a DRX, ya que incluso se producen durante la etapa de endurecimiento de trabajo, y aún así se requiere por lo tanto, la discusión detallada.

La Figura 5.2.6 y la Figura 5.2.7 muestran las metalografías a diferentes temperaturas y velocidades de deformación, donde resaltan las microestructuras con parcial y total recristalización que es conveniente para el trabajo en caliente, a 950 y 1000°C respectivamente, con una velocidad de deformación de 0.01s⁻¹ y a

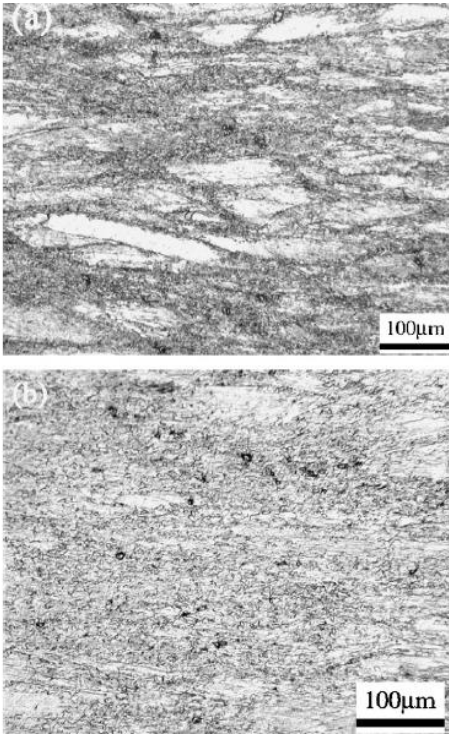


Figura 5.2.6. Micrografías ópticas de DP18 deformadas a una velocidad de deformación de $0.01s^{-1}$ y a las temperaturas de a) $950^{\circ}C$ y b) $1000^{\circ}C$ [15]

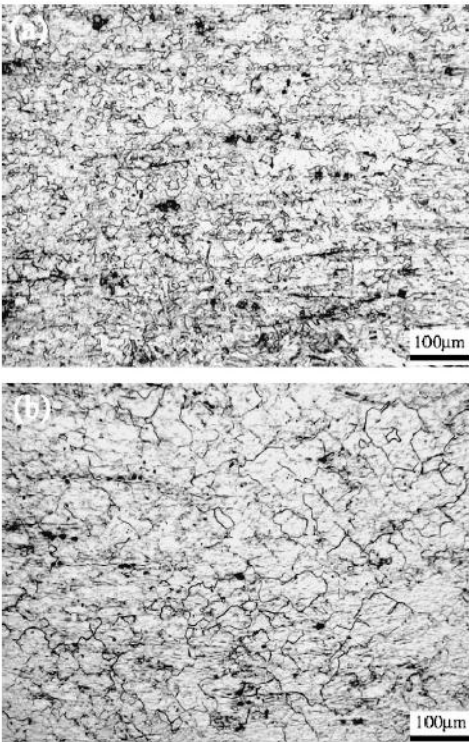


Figura 5.2.7. Micrografías ópticas de DP18 deformadas a una velocidad de deformación de $0.001s^{-1}$ y a las temperaturas de a) $1050^{\circ}C$ y b) $1100^{\circ}C$ [15]

Las micrografías de TEM de campo claro de la Figura 5.2.8 exhiben las dislocaciones y las fases δ en muestras deformadas a 1000°C y 0.01 s^{-1} . Se puede observar que las dislocaciones se acumulan en torno a las fases δ a baja deformación (a), y la formación de subgranos en la vecindad de fases δ se observa con el aumento de la deformación (b). Por lo tanto, se puede concluir que en el dominio de baja temperatura, la existencia de fases δ en la superaleación delta-procesado 718 puede aumentar la tasa de generación de dislocación y de este modo promover la nucleación de DRX.

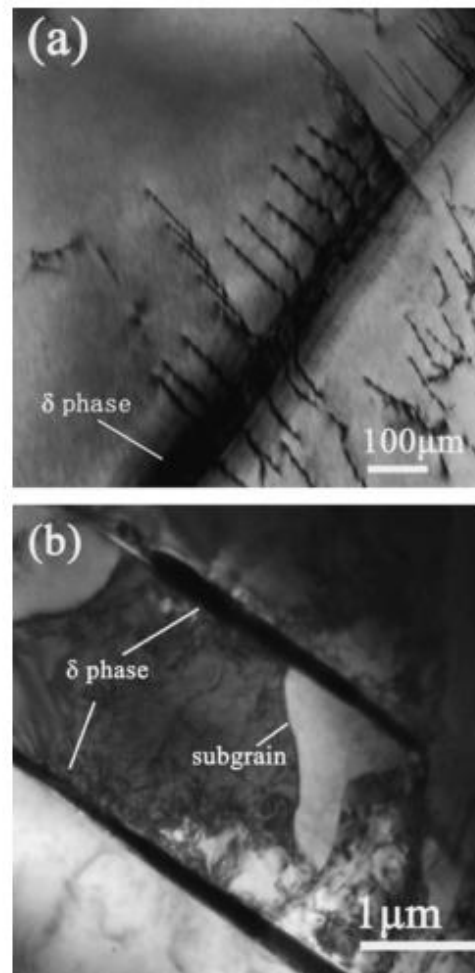


Figura 5.2.8. Micrografías TEM muestran las dislocaciones y las fases δ para el DP718 deformadas a 1000°C y una velocidad de deformación de 0.01s^{-1} con una deformación de a) 0.05 y b) 0.1 [15]

Nuevamente **Y Whang et. al.** [17] en el 2011 presentaron una investigación con los mismos parámetros de deformación, ahora involucrando el cálculo de la energía de activación y una caracterización más profunda empleando la técnica de difracción de

electrones retro-dispersados EBSD (se verá en el siguiente capítulo), microscopía óptica (OM) y microscopía de transmisión de electrones (TEM).

Las investigaciones sobre diferentes materiales han demostrado que la deformación en caliente es un proceso controlado por la activación térmica. Las gráficas de la relación del esfuerzo y la deformación necesarias para conocer el parámetro Z en la Figura 5.2.9, muestran las variaciones del esfuerzo de pico (σ_p) con la velocidad de deformación ($\dot{\epsilon}$) y temperatura de deformación (T). La energía de activación derivada de las gráficas es 467 kJ/mol. El aumento de la energía de activación para la superaleación 718 está estrechamente relacionado con el cambio del mecanismo microestructural por deformación en caliente debido a la precipitación de la fase δ .

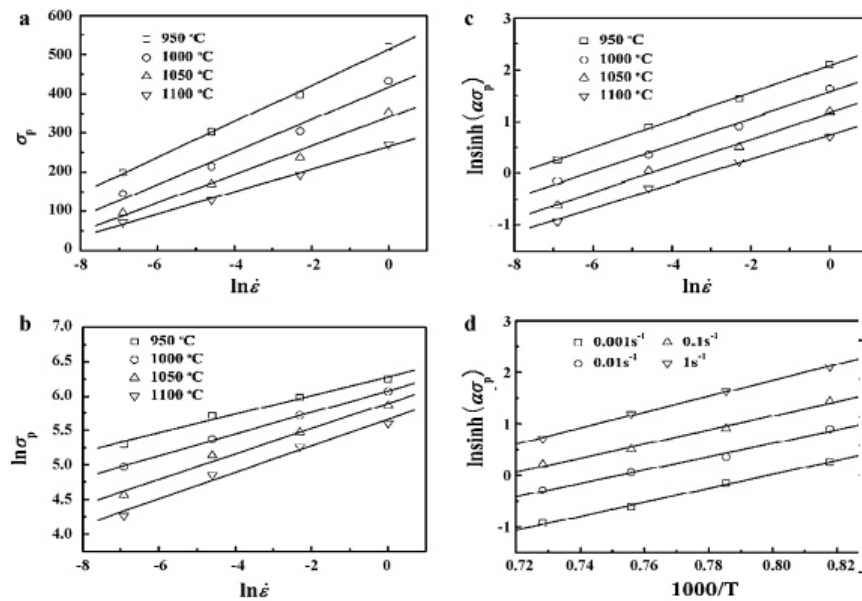


Figura 5.2.9. Variaciones de pico de esfuerzo (σ_p) con la velocidad de deformación ($\dot{\epsilon}$) y temperatura de deformación (T) para DP718, a) σ_p - $\ln \dot{\epsilon}$, b) $\ln \sigma_p$ - $\ln \dot{\epsilon}$, d) $\ln \sinh(\alpha \sigma_p)$ - $(1000/T)$ [17]

En las metalografías de la Figura 5.2.10 se muestran las microestructuras de las muestras comprimidas a diferentes deformaciones a 1000°C y 10^{-3} s^{-1} , donde se observa la evolución de la fase delta δ en forma de aguja larga a la forma de aguja corta o esférica. La flexión en forma de aguja de la fase delta δ sin una deformación alta se hace evidente, como se ve en la figura c. Con la deformación ocurre, la rotación rígida de la fase δ en forma de aguja no disuelta y luego la fase δ se transforma de forma de aguja a forma esférica. La fuerza motriz de esferoidización se deriva principalmente de la reducción de la energía de interfaz.

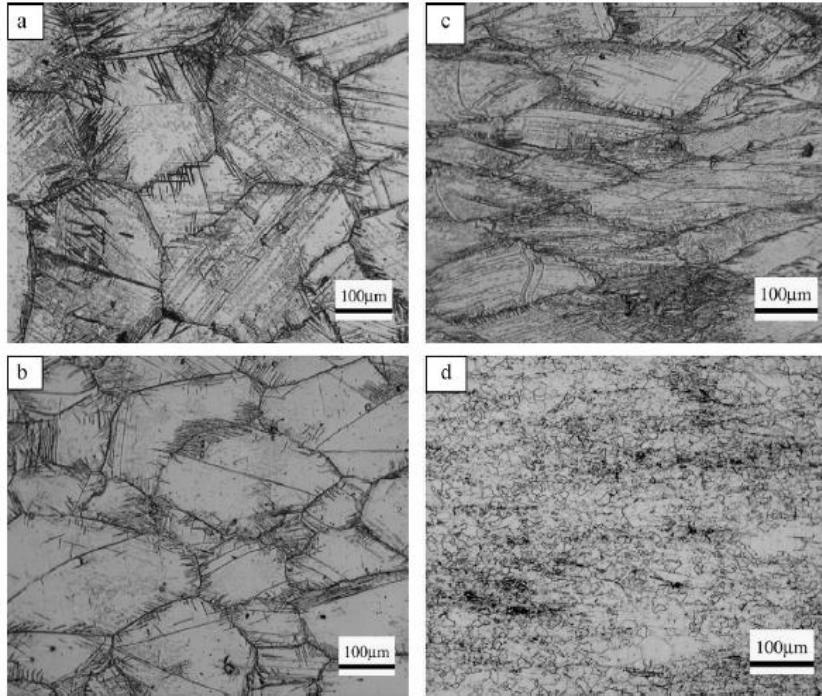


Figura 5.2.10. Microestructuras del DP718 deformadas a 1000°C y $10^{-3}s^{-1}$, a) ϵ -0.05, b) ϵ - 0.5 [17]

En las micrografías de TEM de campo claro de las muestras deformadas a 1100°C y $10^{-1} s^{-1}$ en la Figura 5.2.11, se puede observar que en una deformación baja todavía existen agujas sin disolver de la fase delta δ en la matriz y ya tienen dislocaciones acumuladas alrededor de las fases δ (a). Con el aumento de la deformación a 0.1, la formación de subestructuras de dislocaciones en las proximidades de las fases δ no disueltas en forma de aguja corta se pueden observar claramente (b). Por lo tanto, la nucleación de partícula simulada DRX puede servir como otro mecanismo de DRX para superaleaciones DP718 a la temperatura de deformación del 1100°C.

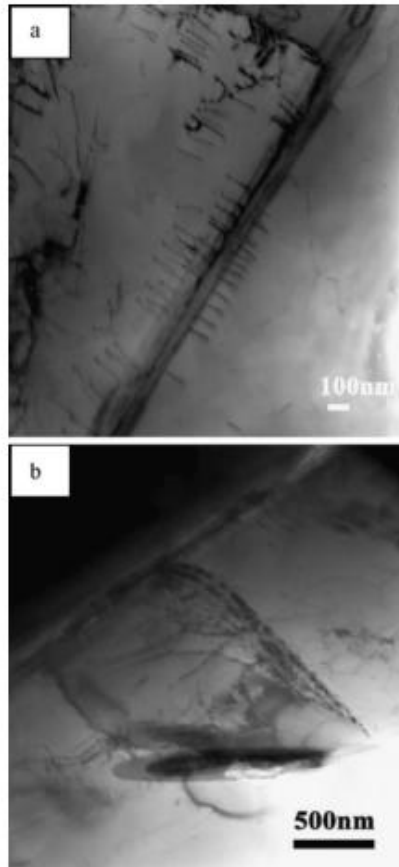


Figura 5.2.11. Micrografías SEM para DP718 con diferentes deformaciones (1100°C , 10^{-3}s^{-1}), a) ϵ -0.05, b) ϵ - 0.5 [17]

En 2009 H. Y. Zhang et. al. [18] reportaron una investigación de las características de DP718 con un trabajo termomecánico a altas temperaturas a 950°C y una velocidad de deformación de 0.005s^{-1} . Para reducir al mínimo la dispersión de la microestructura inicial, las muestras se cortaron a partir de un círculo de diámetro exterior. Las muestras fueron primero sometidas a un tratamiento de solución a 1040°C durante 45 min, seguido de temple al agua. El pico de temperatura de precipitación de fase δ en la IN718 es de aproximadamente 900°C , para garantizar que sólo la fase δ se encuentre en la aleación, las muestras fueron envejecidas a 900°C durante 32 h, seguido de temple al agua. La prueba de compresión isotérmica se llevó a cabo a temperatura de 950°C y la velocidad de deformación de 0.005s^{-1} para estudiar las características de deformación de la fase δ durante el trabajo en caliente.

Debido al efecto de la fricción entre los extremos del espécimen y la herramienta (dado), la deformación en diferentes zonas de la muestra deformada es diferente. La deformación en el centro es más grande, y hay una pequeña zona muerta en cada extremo. El contenido de la fase δ después de deformado es 5.14% en peso. Lo que indica la disolución de la fase δ durante la deformación. La microestructura y morfología de la fase δ en la zona comprendida entre el centro y el extremo se muestran en la Figura 5.2.12, a) y b) respectivamente. En esta zona hay una gran cantidad de fase δ como aguja y un poco de las partículas de fase δ esféricas. La Figura 5.2.13 muestra el esquema para la esferoidización de la fase δ en forma de aguja.

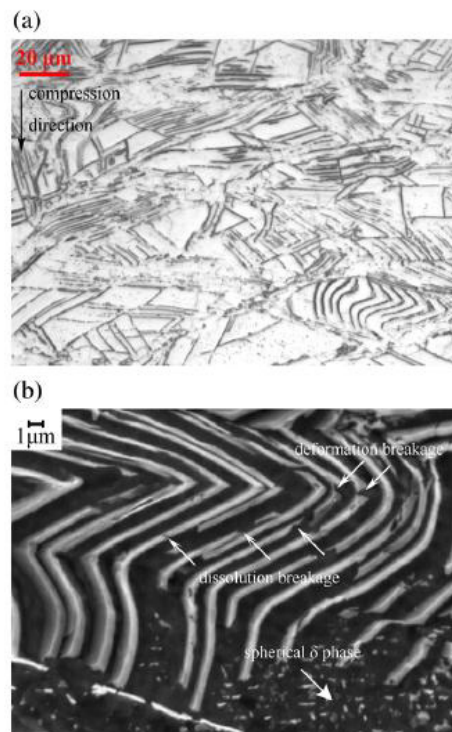


Figura 5.2.12. Microestructura óptica a) y distribución y morfología de la fase δ b) en el área entre el centro y el final [18]

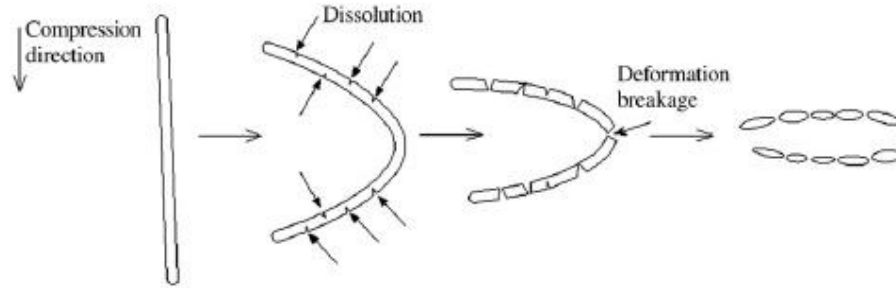


Figura 5.2.13. Esquema de la esferoidización de la fase δ en forma de aguja

M. Cheng et. al. en el 2012 [16], investigaron la evolución microestructural de la IN718, con un DP718, en un periodo de permanencia (tratamiento térmico corto) en un rango de 950°C - 1040°C por 10 y 30 min, después de un trabajo termomecánico a 950°C y una velocidad de deformación de 0.005s^{-1} . La Figura 5.2.14 exhibe la microestructura tratada en solución en a) la matriz γ y el tamaño de grano promedio es de aproximadamente $62.5\mu\text{m}$. En la b) se observa la microestructura Windmastattën δ de la aleación con un DP718 que fue tratada a solución a 1040°C durante 45 min y después se envejeció a 900°C durante 32 h, es El contenido de fase δ inicial de la aleación delta-procesado es 8.14% en peso

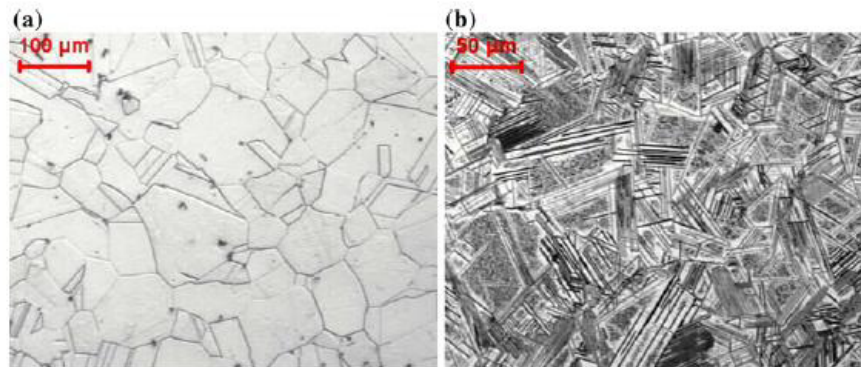


Figura 5.2.14. Microestructuras de dos IN718 con diferente contenido de fase δ : (a)Solubilizado, (b) DP718 [16]

La prueba de compresión isotérmica se llevó a cabo a temperatura de 950°C y la velocidad de deformación de 0.005 s^{-1} , las muestras se calentaron a la temperatura de ensayo a una velocidad de 5°C/s y se mantuvieron durante 180s, y se ensayaron a una deformación real de 0.7. Para conservar la microestructura de deformación, las muestras se enfriaron con agua tan pronto como se completaron los ensayos de compresión. A

continuación, las muestras deformadas se trataron con calor a 950, 980, 1010, y 1040°C, respectivamente. Y el tiempo de tratamiento de calor fue de 10 y 30 min. Después de terminar el tratamiento térmico, las muestras tratadas con calor se templaron con agua inmediatamente. El tratamiento térmico se llevó a cabo en el horno de resistencia. Las muestras tratadas con calor se seccionaron en paralelo al eje de compresión para el análisis de microestructura. La microestructura fue observada por un microscopio óptico (OM). El contenido de la fase δ se midió por el método cuantitativo de difracción de rayos X (DRX).

En la Figura 5.2.15, muestra las microestructuras de aleación tratada a solución y la aleación delta-procesada después de la deformación a una temperatura de 950°C y una velocidad de deformación de 0,005 s⁻¹ y la deformación ingenieril de 0.7, (a) y (b) respectivamente. La recrystalización dinámica se produce durante la deformación en caliente de dos aleaciones con diferentes contenidos iniciales de la fase δ , pero la recrystalización procede inadecuadamente. Los tamaños de granos recrystalizados de la aleación tratada a solución y aleación de delta-procesado son 3.58 y 2.33 μm , respectivamente. Además, durante la deformación en caliente de la aleación de delta-procesado, la fase δ en forma de aguja se esferoidiza y se transfiere a las partículas de la fase δ esféricas.

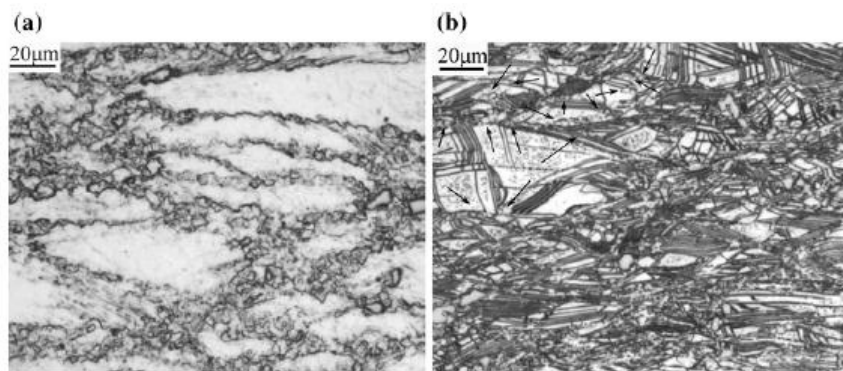


Figura 5.2.15. Microestructuras de dos IN718 con diferente contenido inicial de fase δ después de la deformación a una temperatura de 950°C, una velocidad de deformación de 0.005s⁻¹ y una deformación de 0.7: (a) Solubilizado, (b) DP718 [16]

La gráfica de la Figura 5.2.16 muestra el tamaño medio de grano de la aleación tratada a solución y la aleación de DP178 después de la deformación a una temperatura de 950°C y una velocidad de deformación de 0.005s⁻¹ y deformación ingenieril de 0.7 y posteriormente

un tratamiento térmico a diferentes condiciones. Bajo el mismo tratamiento térmico después de trabajo en caliente, el tamaño de grano de la aleación DP718 es más pequeña que la de la aleación tratada a solución, lo que indica que el efecto pinning de la fase δ de límite de grano puede restringir el crecimiento de los granos durante el periodo de calentamiento.

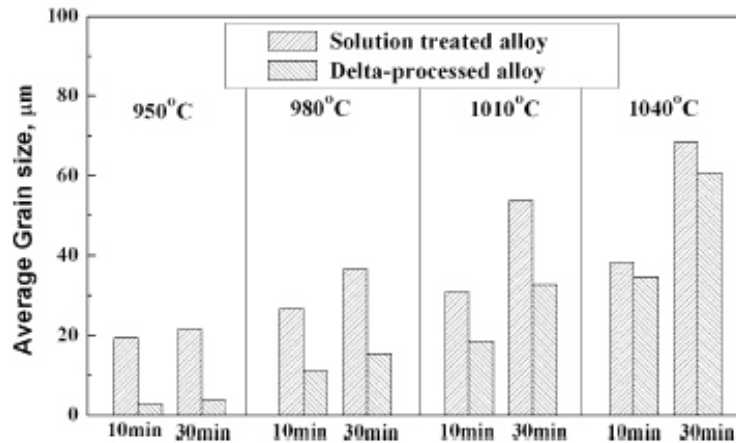


Figura 5.2.16. Tamaño de grano promedio de la aleación solubilizada y DP718 después de la deformación a 950°C, velocidad de deformación de $0.005s^{-1}$ y una deformación de 0.7 y sujetas a un tratamiento a diferentes condiciones [16]

S.A. Nalawade et. al. [44] en 2010 Investigaron el fenómeno de precipitación de las fases γ' y γ'' en la IN718 con DP718, vía ensayos de tensión a altas temperaturas y obtuvieron sus características por medio de microscopía óptica (OM), microscopía electrónica de barrido (SEM) y microscopía electrónica de transmisión (TEM).

Las muestras de tensión planas de dimensiones de de 1.5 mm x 4.0 mm x 12.6 mm se prepararon a partir de aleación de laminado en frío. Las muestras selladas en cápsulas de sílice bajo una atmósfera de helio fueron tratadas a solución a 1100°C durante 1 h para disolver todas las fases intermetálicas y se templaron en agua. Las muestras tratadas en solución fueron envejecidas a 900°C durante 100 h para precipitar la fracción de volumen máximo de la fase δ . Las muestras DP718 fueron ensayadas a tensión hasta rotura a una velocidad de deformación de $6.5 \times 10^{-5} s^{-1}$ y en el intervalo de temperatura de 200-700°C. Todas las muestras exhibieron un 40% alargamiento total aproximadamente hasta la falla y el tiempo empleado por la muestra a la temperatura de ensayo fue de 100 min. La microestructura de las muestras DP718 deformados a la fractura fue examinado en

microscopía óptica, electrónica de barrido y microscopía electrónica de transmisión, como lo muestra la Figura 5.2.17.

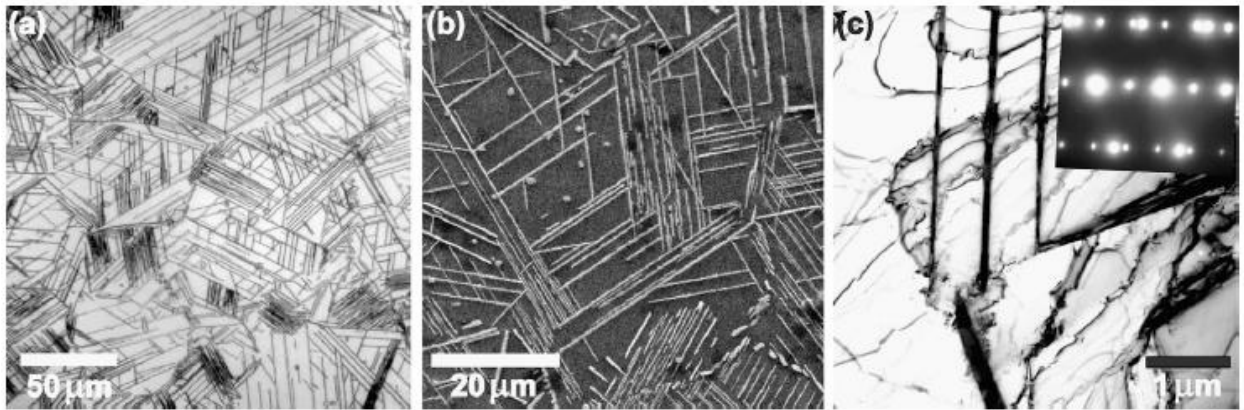


Figura 5.2.17. Microestructuras representativas de DP718: (a) Óptico, (b) SEM y (c) TEM, patrón SAD de eje de zona correspondientes a la fase δ (1 1 0) [44]

Las muestras DP718 deformadas a la fractura a temperaturas de prueba por debajo de 600°C, revelaron una alta densidad de dislocaciones confinadas dentro de las bandas en la región de la matriz entre las partículas de δ como se puede ver en Figura 5.2.18 (a), también se observó actividad de dislocaciones dentro de la fase δ . Sin embargo, la precipitación de cualquiera de las fases γ' y γ'' no se observó en la región de la matriz entre partículas de δ . Esto se evidenció por la ausencia de reflexiones de super-red correspondientes a las dos fases en el Patrón de Difracción de Área Seleccionada (SAD en inglés) tomado de las regiones de la matriz. Véase la Figura 5.2.18 (b).

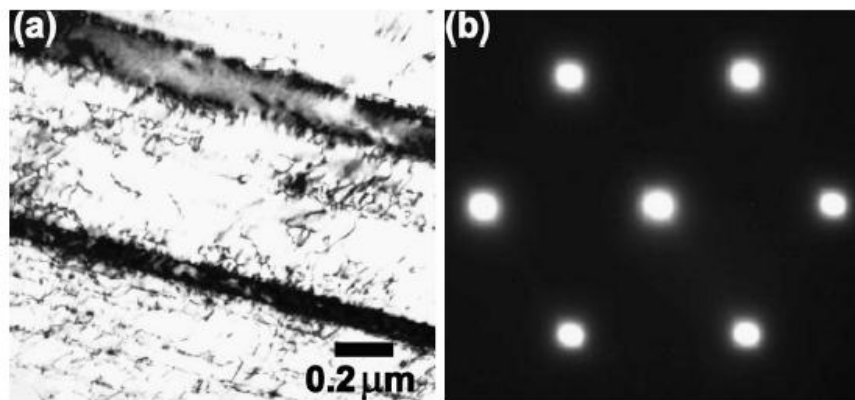


Figura 5.2.18. Microestructura de DP718 deformada a 500°C, (a) Campo Claro (BF en inglés), muestra una distribución de dislocaciones en la matriz, (b) Patrón SAD de la matriz, lno se vieron puntos correspondientes a γ' y γ'' [44]

La Figura 5.2.19 (a) muestra la microestructura en la temperatura de ensayo de 600°C, además de la alta densidad de dislocaciones generadas debido a la deformación en la matriz, el patrón de eje de zona SAD [1 1 2], tomada de la región entre las partículas δ , mostraron reflexiones de super-red en posiciones específicas (Figura 5.2.19 b). Estas reflexiones de super-red podrían corresponder a las γ' , γ'' y/o δ como se muestra en los patrones de difracción simulados dados en la Figura 5.2.19 (c-e), respectivamente. El campo oscuro de formación de imágenes con reflexión (-10 1/2) (que se muestra por un recuadro de puntos en la Figura 5.2.19 (b) reveló sólo una partícula δ con un contraste brillante (Figura 5.2.19 f), mientras que la imagen de campo oscuro (DF en inglés), muestra la reflexión (-110) (que se aprecia mediante un círculo de puntos en la Figura 5.2.19 b) iluminó partículas finas distribuidas uniformemente en la matriz, además de la fase δ (Figura 5.2.19 g). Estas observaciones sugirieron que las reflexiones de superred (-110) y posiciones equivalentes corresponden a las fases γ' y δ .

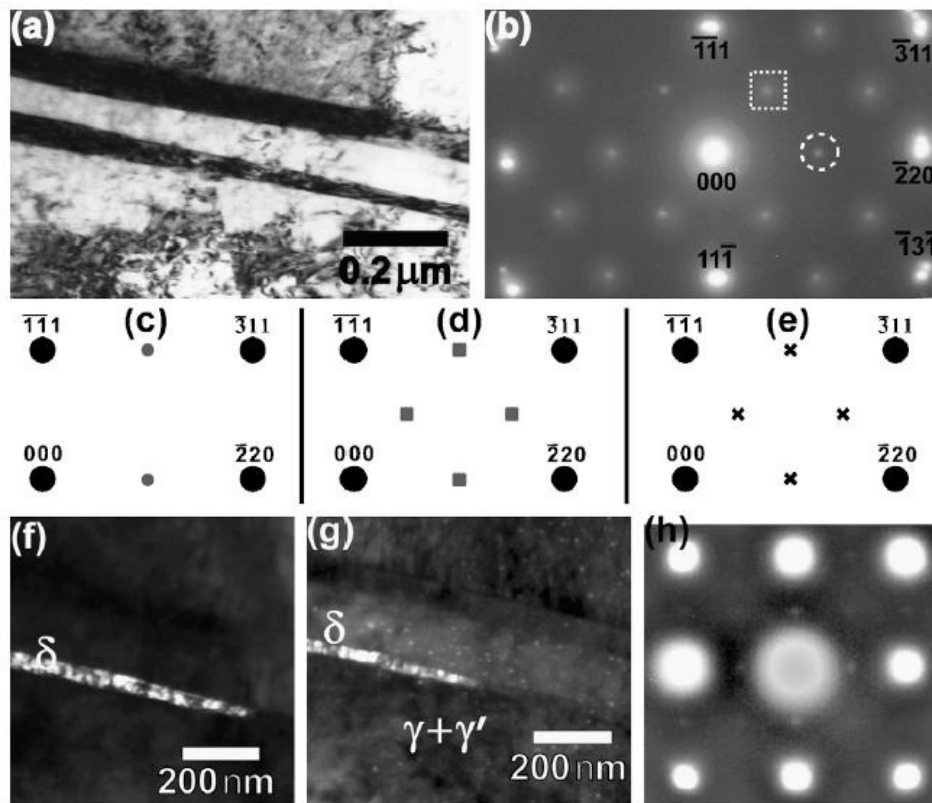


Figura 5.2.19. Microestructura de DP718 a 600°C. (a) Imagen BF; (b) Patrón SAD [1 1 2] correspondiente a (a); (c), (d) y (e) son llaves de patrón SAD en (b) para las fases γ' , γ'' y δ respectivamente; (f) imagen con reflexión (1 1/2 0) revela solo un precipitado δ ; (g) imagen DF con reflexión (1 1 0) revela precipitados de δ y γ' ; (h) SAD muestran reflexiones correspondientes solo a precipitado de γ' [44]

Como se observa se han desarrollado diferentes líneas de investigación basadas en el DP718 y se han obtenido resultados que sugieren encontrar un lugar en la resolución y respuesta a diferentes aplicaciones industriales, sobre todo en el control de la microestructura en los procesos de forja industrial. Véase [19, 45-60] para mayores referencias acerca del DP718 y el comportamiento de precipitación de la fase δ en la deformación en caliente.

6 Técnica de caracterización difracción de electrones retro-dispersados (EBSD)

La técnica EBSD, también conocida como Electron Back-Scattering Patterns (EBSP), Back-Scattering Kikuchi Patterns (BEKP) o Wide Angle Kikuchi Patterns (WEKP) es relativamente reciente, la primera observación de un patrón de difracción en el modo de retro-dispersión se informó en 1928 por Nishikawa y Kikuchi en el mismo volumen que se examinaron los patrones de microscopía electrónica de transmisión (TEM), Nishikawa y Kikuchi colocaron una película de grabación para capturar el patrón en la transmisión y luego se colocó una película en la parte delantera de la muestra de manera que se obtuvo una imagen de electrones retro-dispersados [61,62].

EBSD comenzó a desarrollarse hasta principios de los años 50's por el investigador Alan Blackman. Posteriormente esta teoría fue confirmada por Venables y Harland en 1973 en el estudio de la cristalografía en los materiales. En 1980, Dingley, Wright, Adams y Schwarzer, automatizaron el análisis de patrones EBSD para determinar la orientación cristalina presente en los granos de un material. Sin embargo, no fue sino hasta principios de 1990 que esta técnica comenzó a utilizarse ampliamente dándose así un incremento exponencial en el número de publicaciones científicas que hacen alusión al uso de dicha técnica [63, 66].

La técnica EBSD se utiliza para estudiar aspectos relacionados con la cristalografía de los materiales tanto monocristalinos como policristalinos. Entre los aspectos más relevantes que pueden ser calculados por esta técnica se encuentran la textura (orientación cristalina preferencial grano a grano), las funciones de distribución de orientación, el tamaño promedio y la distribución del tamaño de grano, el tipo y cantidad de fases (que incluyen partículas de precipitados), desorientación entre dos o más granos, etc., todo esto con resolución hasta de 50 nm [61].

6.1 Introducción a la técnica EBSD

La técnica EBSD se basa en el análisis de patrones de difracción conocidos como líneas, bandas ó patrones de Kikuchi, las cuales están directamente relacionadas con la estructura

reticular de la red cristalina en la región del material analizado. Los patrones EBSD se generan en una pantalla de fósforo por difracción de retro-dispersión de un haz de electrones de alta energía estacionaria, cuando la superficie de un volumen de aproximadamente 20nm de profundidad en el material de estudio es impactada. Estos electrones interactúan con los átomos ubicados en los planos atómicos favorecidos por ley de Bragg, haciendo que muchos de ellos sufran difracción.

El rasgo característico de un patrón Kikuchi de retro-dispersión es la disposición regular de líneas paralelas brillantes sobre un fondo continuo inclinado, en lugar de una matriz regular de puntos de difracción como se genera en el TEM en los patrones SAD de un único cristal, como se aprecia en la Figura 6.1.1. Las intersecciones de bandas Kikuchi forman ejes importantes y distintas zonas y la información que traen los electrones retro-dispersados es recogida por un detector especial y analizada para calcular aspectos relacionados con la cristalografía del material [61-63].

- ◇ El patrón obtenido refleja la simetría del retículo cristalino
- ◇ El ancho y la intensidad de las bandas están directamente relacionados con el espaciado atómico de los planos cristalinos.
- ◇ Los ángulos entre las bandas están directamente relacionados con los ángulos entre los planos del retículo cristalino [61, 63].

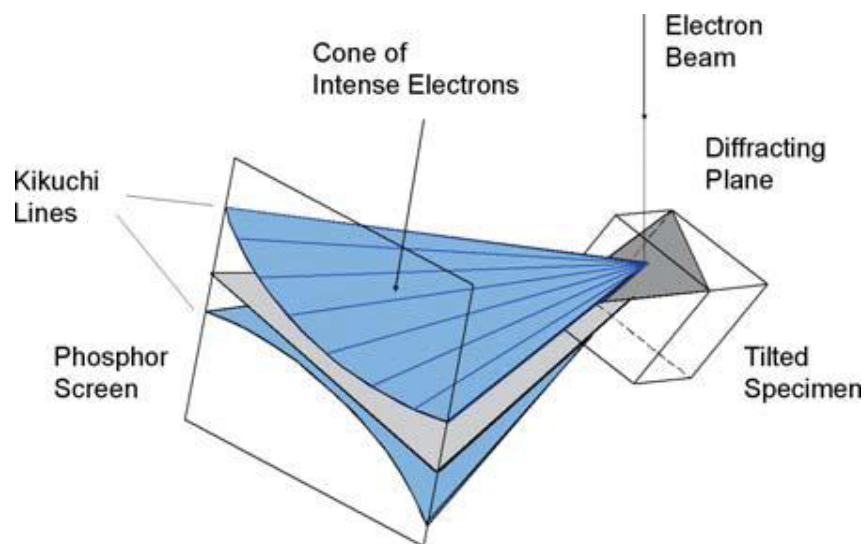


Figura 6.1.1. Esquema de los conos de difracción con respecto al plano reflectante, la muestra, y la pantalla de fósforo [62]

Cuando se considera más de una banda de este tipo Kikuchi, los ángulos entre las orientaciones normales al plano proyectado corresponden a los ángulos interplanares y la anchura angular de una banda de Kikuchi $\{hkl\}$ es dos veces el ángulo de Bragg θ_{hkl} . Por lo tanto, la anchura de las bandas está relacionada con el espaciamiento interplanar d_{hkl} , según la ley de Bragg:

$$2 * d_{hkl} * \theta_{hkl} = n * \lambda$$

Donde n es el orden de reflexión y λ es la longitud de onda del haz de electrones incidente, que depende de la tensión de aceleración del SEM. La Figura 6.1.2 muestra un patrón de Kikuchi de Cadmio [62].

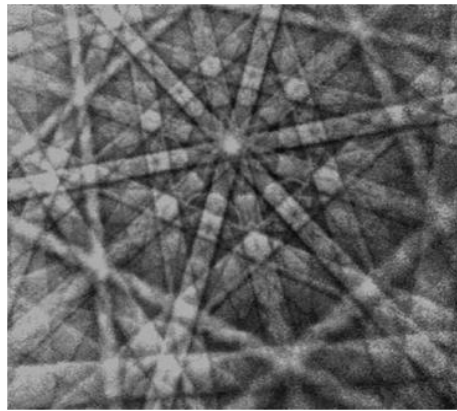


Figura 6.1.2. Patrón de Kikuchi de Cadmio a 20 keV adquirido por una cámara de video análoga [62]

EBSD permite la información cristalográfica que se obtiene a partir de pequeños volúmenes de material en un SEM, proporciona versatilidad en la orientación de mapeo, tipo de cristal y la perfección en una amplia gama de tamaños de paso, por lo que es una potente herramienta de caracterización microestructural. Los mapas EBSD se forman moviendo una sonda de electrones enfocado de punto por punto a través de una rejilla de posiciones en la superficie de una muestra a granel en un SEM. En cada punto, algunos de los electrones retro-dispersados a partir de la muestra son recogidos por un detector que comprende una pantalla de centelleo junto generalmente por una lente, pero a veces por un haz de fibra óptica, a un detector de imágenes sensibles de fotones, típicamente un dispositivo cámara de carga acoplada (CCD), para formar un patrón de difracción de electrones de retro-dispersión. El centellador es generalmente de 30 a 40 mm de tamaño y

se mantiene lo suficientemente cerca de la muestra de manera que subtenden un ángulo relativamente grande (60° a 70°).

La muestra es generalmente altamente inclinada (60° a 80°) hacia el detector, como se representa esquemáticamente en la Figura 6.1.3, para aumentar la calidad del modelo obtenido. Cada patrón se compone de muchas bandas de alta intensidad que se extienden a través de la pantalla. Las líneas Kikuchi, a primera vista parecería tener bordes rectos paralelos pero de hecho los bordes son ligeramente curvada (como se aprecia en la Figura 6.1.1) y son la hipérbola formado por la intersección de los conos de difracción Kossel con el plano del detector, los centros de los patrones son rectos y marcan las proyecciones sobre la pantalla del detector desde el punto como volumen iluminado por el haz de electrones incidente de los planos de difracción dentro del cristal, como se ve en la Figura 6.1.2 [64]

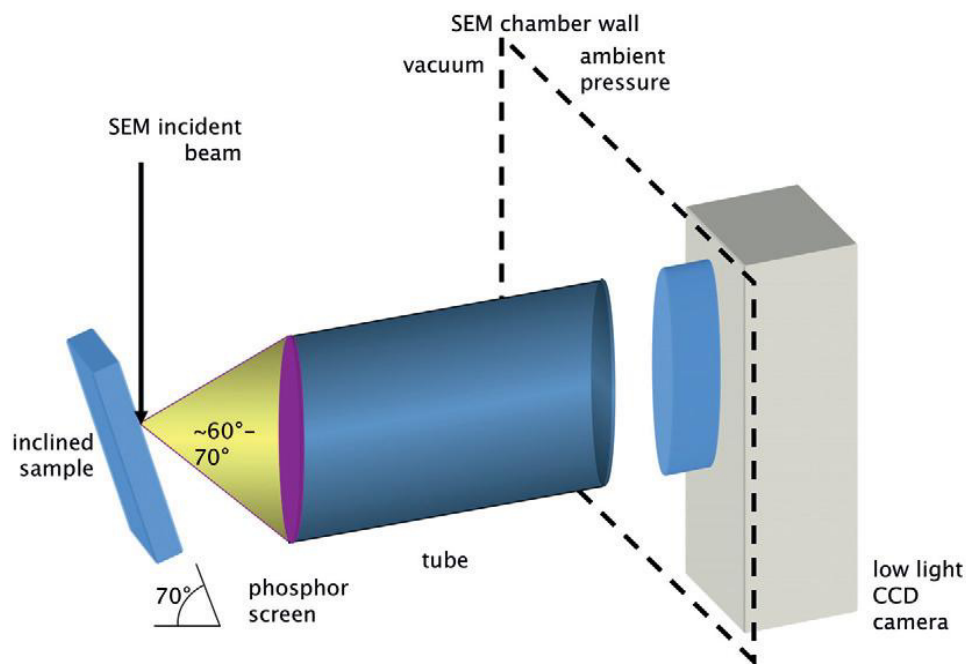


Figura 6.1.3. Diagrama esquemático que muestra el montaje experimental para las observaciones EBSD [64]

Una de las aplicaciones más comunes e importantes de EBSD es la medición del tamaño de grano y las diferentes fases, en particular para el control de calidad industrial y caracterización de materiales. Esto es debido a su capacidad de no medir sólo de grupos de píxeles de una orientación particular, sino también para definir los límites de grano de forma inequívoca por la desorientación a través de un límite de grano. Ambos permiten

rutinas de software para calcular automáticamente los tamaños de grano con base en el área o de intercepción lineal. Sin embargo, esta automatización trae consigo el riesgo habitual de aceptar cualquier cantidad producida sin entender los factores que afectan a la precisión del resultado [65]

6.2 Antecedentes EBSD en IN718

A continuación se citan algunos resultados obtenidos con la técnica EBSD en la IN718 de diversas investigaciones, a manera de crear un panorama de la directriz seguida antes de la actual investigación.

En el 2004 **Jean-Philippe Thomas** et.al. y **Frank Montheillet** [67, 69], Realizaron pruebas de deformación en caliente de la IN718 y se llevaron a cabo tanto en torsión y compresión uniaxial con el fin de investigar las evoluciones microestructurales de esta aleación. Las microestructuras recristalizadas dinámicas y metadinámicas (más a menudo parcialmente) obtenidas se caracterizaron mediante la técnica de EBSD. Se prestó especial atención a la rotación cristalográfica local del subgranos específicos ya que conduce a la nucleación de la mayor parte de los primeros nuevos granos. Generación de límites de maclas, y desorientación consecutiva, para la producción de la segunda y más generaciones de granos recristalizados, también se estudiaron.

La caracterización por EBSD de las microestructuras deformes revela la topología típica de microestructuras parcialmente recristalizadas, en el que los granos iniciales están rodeados de los collares de granos recristalizados como se ve en la Figura Figura 6.2.1. Tal topología lleva a suponer que los mecanismos de recristalización de la aleación 718 pertenecen a la categoría de discontinua (o clásica) recristalización dinámica. Se basa en una secuencia de endurecimiento por deformación - almacenamiento de energía - que conduce a la nucleación de nuevos granos en los límites de grano inicial.

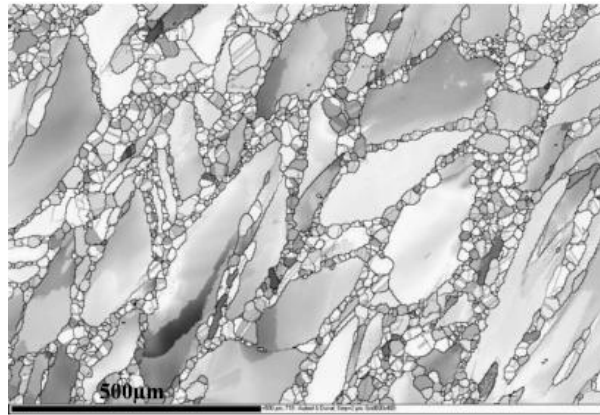


Figura 6.2.1. Mapa EBSD, $D_0=200\mu\text{m}$ -980°C 1s^{-1} $\epsilon=0.7+140\text{s}$ - Torsión [67]

Sin embargo, al centrarse en los núcleos de grano recrystalizado de la IN718, revela que aparecen no sólo en los límites de grano iniciales, sino también en el interior de los granos deformados (Figura 6.2.2-a). Esto es imposible para la recrystalización dinámica discontinua, ya que necesita un límite de grano inicial a abultarse para la generación de nuevos núcleos (Figura 6.2.2-b). Otro mecanismo de nucleación, que parece ser responsable de la nucleación de al menos 90% de los nuevos granos, es por lo tanto participante.

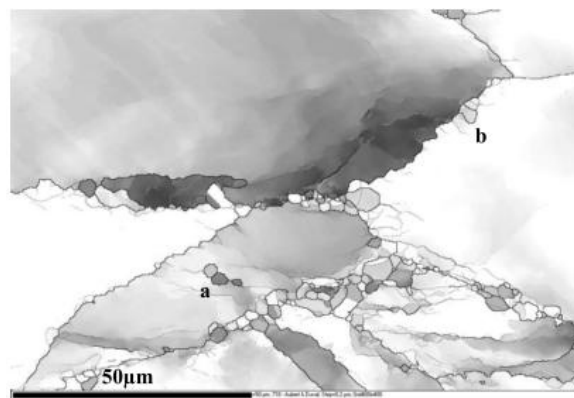


Figura 6.2.2 Mapa FEG EBSD, $D_0 = 50\mu\text{m}$ -980°C 0.01s^{-1} $\epsilon = 0.4$ - Límites de compresión uniaxiales en gris claro (2°) a negro ($\geq 15^\circ$), a: núcleos que aparecieron dentro de un grano inicial, b: núcleo formado por el abultamiento de un límite de grano inicial [67]

Estas observaciones llevan a creer que se produce una forma de recrystalización llamada recrystalización continua, pero de una manera más localizada que la habitual [68]. Se observó por primera vez en las aleaciones de aluminio y se basa en una secuencia de recrystalización utilizando altos niveles de la restauración, se admiten por la alta SFE de

estas aleaciones, para almacenar dislocaciones geométicamente necesarias (GN) en sub-límites de grano, desorientarlos progresivamente, y hacer aparecer continuamente nuevas fronteras móviles de alto ángulo de sub-límites de grano. Sin embargo, para la IN718, afectan a regiones más locales porque la SFE no parece ser lo suficientemente alta como para permitir una recuperación eficiente.

Las maclas están desorientadas por la deformación debido a la activación de diferentes sistemas de deslizamiento en los cristales en sus dos lados. Por lo tanto las maclas iniciales se transforman progresivamente en límites normales de ángulo alto móviles a través de la deformación, la relación de las maclas disminuye en el comienzo de la deformación. Pero el aumento se observa en el arranque de la recrystalización como se aprecia en la Figura 6.2.3 En efecto, las maclas se generan debido a la migración de los límites móviles que tiene lugar dentro de los granos recrystalizados en forma de collar. Estas nuevas maclas también se transforman en límites ángulo alto ordinarios por deformación permanente y por lo tanto contribuyen en el establecimiento del estado estacionario de la recrystalización dinámica.

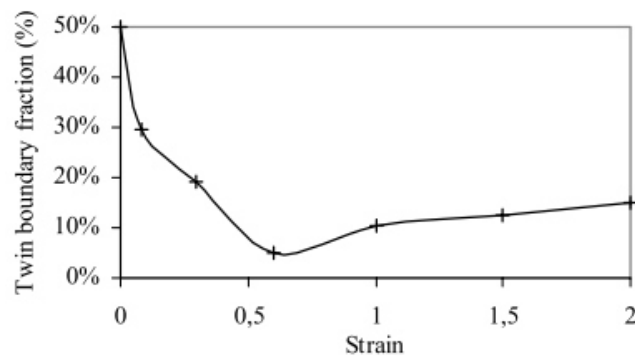


Figura 6.2.3. Evolución de la fracción de maclas con deformación de torsión a 1030°C 0.01s⁻¹ [67]

Young-Sang Na et.al. [70] en 2006, investigaron las variaciones dinámicas en estructuras de grano y características de límite de grano de aleación de la IN718 durante la compresión uniaxial en caliente, así como la relajación de esfuerzo después de la compresión y las variaciones en la distribución de los límites en la Red de Sitios Coincidentes (CSL en inglés) en la distribución de la desorientación angular durante la compresión.

Se conjeturó a partir de la observación de una disminución suave en las frecuencias de los Límites de Ángulo Bajo (LAB en inglés) de las muestras deformadas como se observa en la Figura 6.2.4 que la desorientación de ángulo LAB aumentará progresivamente con la deformación posterior. La distribución de desorientación de ángulo de las muestras comprimidas también puede ser presentada de forma acumulativa, como se muestra en la Figura 6.2.5.

Mientras que las regiones de meseta se observan en el recocido y en las muestras totalmente recrystalizadas, los aumentos continuos en las frecuencias acumulativas de la desorientación de ángulo se observan hasta cerca de 20 grados en las muestras parcialmente recrystalizadas deformadas a alta velocidad de deformación (0.5 s^{-1}). Estas variaciones en las frecuencias acumuladas apoyan la idea de que los Límites de Ángulo Alto (HAB en inglés) entre 10 y 20 grados en la desorientación de ángulo están formados por la rotación progresiva de la red (o sub-granos), especialmente en las muestras deformadas a una alta velocidad de deformación (0.5 s^{-1}). El tiempo de compresión es de aproximadamente 1.4 segundos cuando la velocidad de deformación es de 0.5 s^{-1} . De hecho, 1.4 segundos parece no ser lo suficientemente largo para que los granos DRX se formen por medio del procedimiento clásico de nucleación y crecimiento.

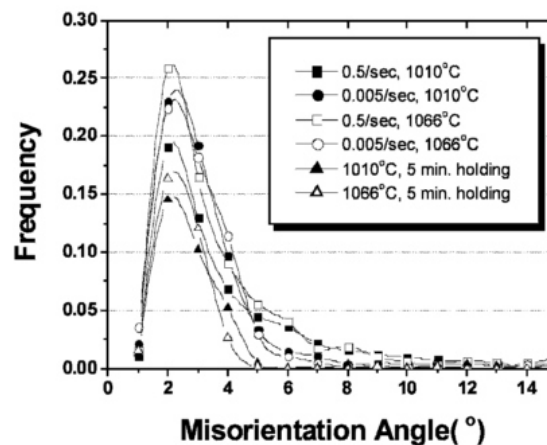


Figura 6.2.4. Distribución fraccional de los límites con condición de deformado [70]

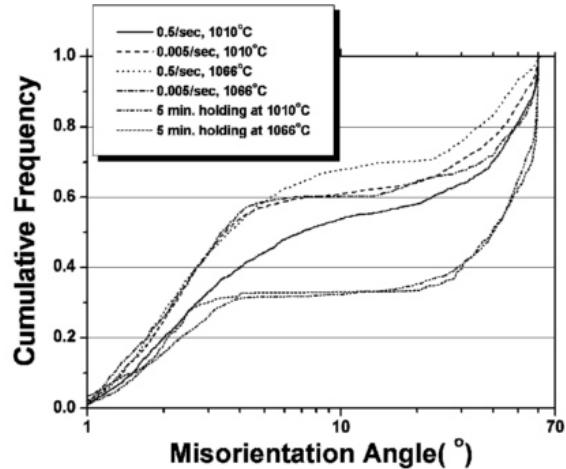


Figura 6.2.5. Distribución de frecuencias acumulativas de desorientación de ángulo a diferentes condiciones de ensayo [70]

La coalescencia de sub-granos inducirá la desaparición de sub-granos con una desorientación de ángulo muy pequeño para aumentar el tamaño de los sub-granos y la desorientación de ángulo de sus límites. Se concluyó que el mecanismo principal de la repetida la nucleación en el recristalización dinámica de la IN718 es la rotación progresiva de red en lugar de múltiples maclas.

Las variaciones de las frecuencias de límites CSL en la Figura 6.2.6 muestra el aumento de la frecuencia de el límite $\Sigma 7$ al parece ser debido al hecho de que el límite $\Sigma 9$ no se consideró en un límite de red de dos dimensiones. Como se muestra en la Figura 6.2.6, la energía de límite calculada se redujo ligeramente por la redistribución del carácter de límite de grano después de 30 segundos de relajación. Se puede deducir que la relajación de la tensión se produce debido a la coalescencia sub-granos y por un refinamiento adicional de los granos DRX en la etapa inicial de relajación y debido al carácter de redistribución del límite de grano, así como el crecimiento del grano direccional en la etapa siguiente.

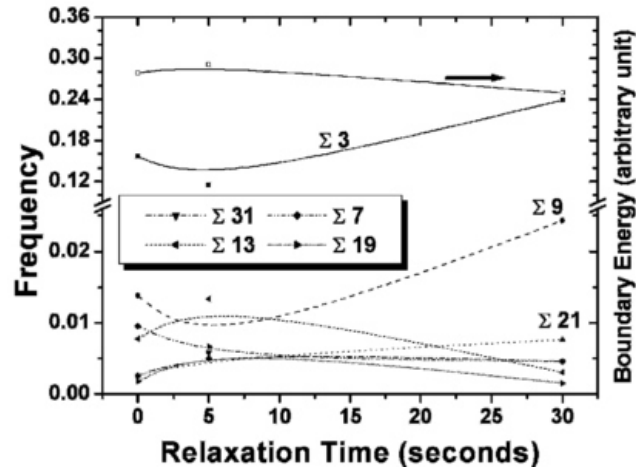


Figura 6.2.6. Variaciones de las frecuencias de límites CSL con tiempo de relajación de las muestras comprimidas a 1010°C-0.005 s⁻¹[70]

Las densidades de las maclas ($\Sigma 3$, $\Sigma 9$, etc) aumentan después de la relajación del esfuerzo de la muestra de comprimida a 1010°C a 0.005s⁻¹ durante 30 segundos. El crecimiento direccional del grano y la redistribución del carácter de límite de grano causada por la rotación de grano operan en una etapa posterior de relajación del esfuerzo para reducir la energía total del límite.

En 2006 **C. J. Boehlert** et.al. [71] Investigaron también el tamaño de grano, la distribución de caracteres del límite de grano (GBCD en inglés) y el comportamiento a la tracción de Aleación IN718 se caracterizó para identificar las relaciones procesado-microestructura-propiedades. La aleación fue secuencialmente laminado en frío (CR en inglés) a 0, 10, 20, 30, 40, 60, y 80% seguido de recocido a temperaturas entre 954°C y 1050°C.

La temperatura de recocido tuvo un efecto significativo sobre GBCD. La fracción de las maclas aumentó de manera significativa para las muestras recocidas a 1050°C en comparación con las muestras recocidas a 954°C y 1010°C. Por ejemplo, las fracciones de maclas aumentaron 0.21-0.26 (954°C recocido) a 0.44 (1050°C recocido) para el CR 20% y CR 60% como se observa en la Tabla 3. Opuesto las muestras recocidas a 954°C, los HAB disminuyeron y los límites CSL y maclas aumentaron con el aumento de CR para las muestras recocidas a 1050°C como se muestra en la

Figura 6.2.7. Datos representativos EBSD se muestran en la Figura 6.2.8, que destaca las maclas, LAB, y HAB para un recocido a 1050°C 60% de material CR. La Figura 6.2.9 ilustra la distribución de los límites CSL. Se observa que la GBCD no se vio afectada por el envejecimiento, como tales muestras que exhibieron una distribución similar de HAB, LAB y CSL como las de las muestras recocidas y enfriadas después.

Tabla 3. Parámetros GBCD de las muestras roladas y roladas y enfriadas [71]

CR, Pct	CSLBs	GHABs	LABs	$\Sigma 3$
<u>As-rolled</u>				
0	0.415	0.552	0.033	0.279
10	0.496	0.478	0.026	0.382
20	0.215	0.665	0.120	0.194
30	0.195	0.564	0.241	0.141
40	0.158	0.483	0.359	0.109
<u>954 °C</u>				
0	0.459	0.516	0.025	0.350
10	0.387	0.565	0.048	0.287
20	0.342	0.563	0.095	0.261
30	0.362	0.601	0.037	0.261
40	0.321	0.636	0.043	0.223
60	0.304	0.653	0.043	0.209
80	0.213	0.755	0.032	0.1
IN 718SPF	0.327	0.626	0.047	0.232
<u>1010 °C</u>				
0	0.454	0.516	0.030	0.344
20	0.252	0.594	0.154	0.170
30	0.213	0.614	0.173	0.120
40	0.152	0.606	0.241	0.073
<u>1050 °C</u>				
0	0.350	0.616	0.034	0.233
10	0.476	0.496	0.028	0.333
20	0.549	0.430	0.021	0.440
30	0.412	0.556	0.032	0.312
40	0.417	0.553	0.030	0.328
60	0.543	0.426	0.031	0.435
80	0.502	0.447	0.051	0.348
IN 718SPF	0.563	0.399	0.038	0.342

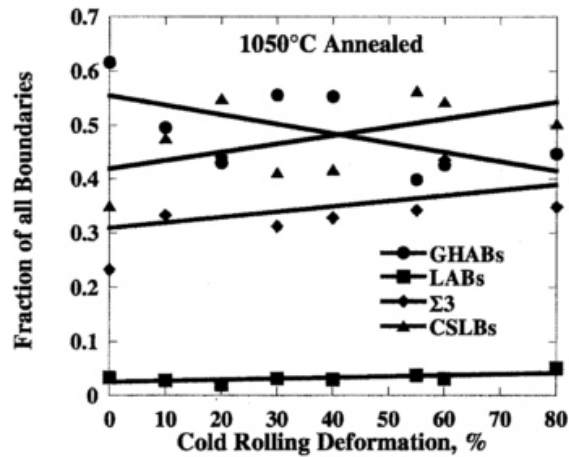


Figura 6.2.7. Fracción de los límites HAB, LAB, CLS y $\Sigma 3$ como función de rolado en frío a 1050°C y 55% CR [71]

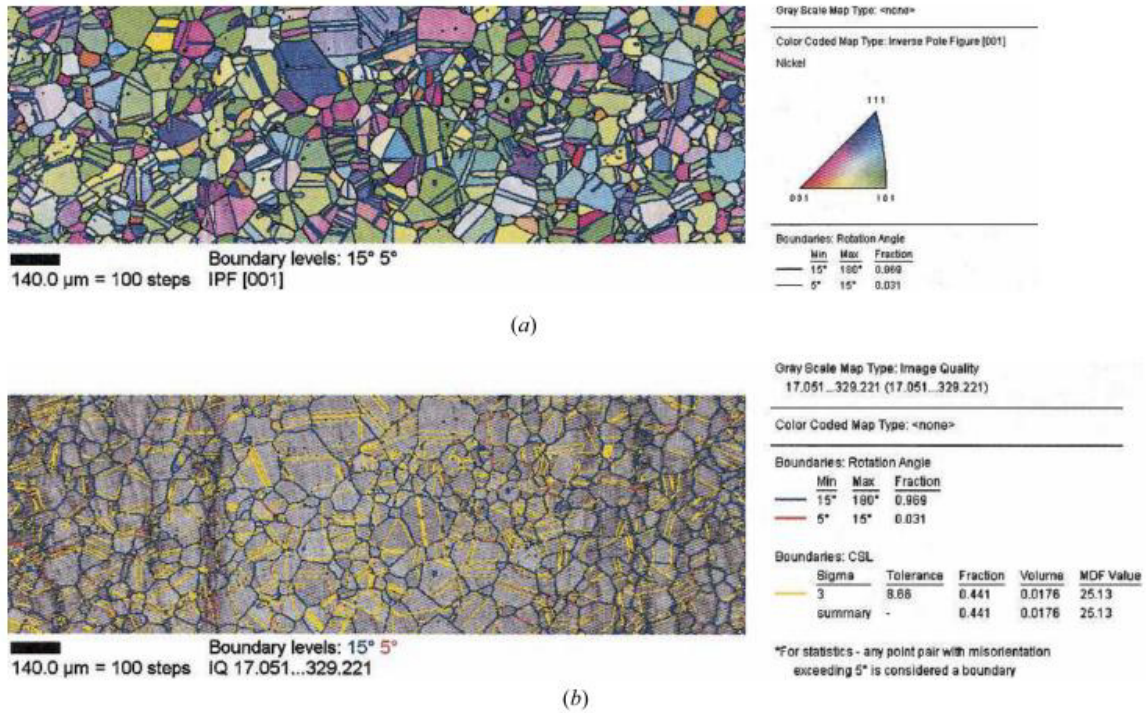


Figura 6.2.8. Mapa de orientación EBSD de la muestra recocida a 1050°C 60% CR. (a) Dirección normal EBSD, figura de mapa de polo inverso donde los colores representan las direcciones normales de la muestra indexada para un triángulo FCC. (b) Mapa de calidad de imagen destacando las maclas (amarillo), LAB (rojo) y HAB (azul) [71]

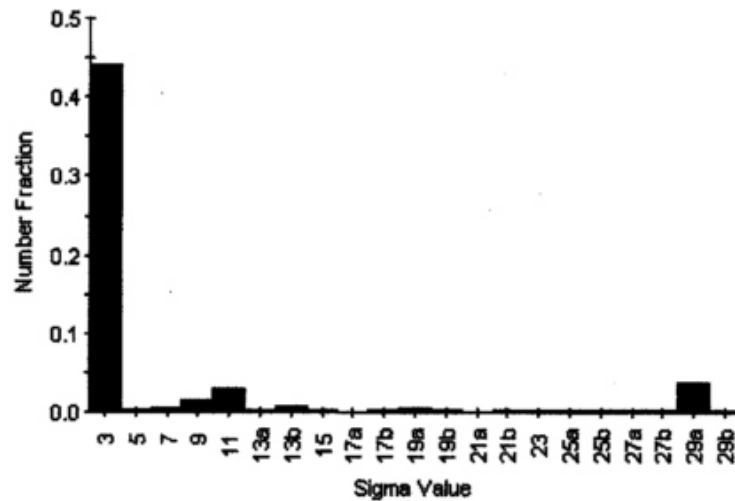


Figura 6.2.9. Distribución de los límites CSL para la muestra recocida a 1050 60% CR representada en la Figura 6.2.8 [71]

Para las temperaturas de recocido a 954°C y 1010°C, el aumento de CR condujo a la disminución de las maclas. Esto dio lugar a la disminución de los límites CSL y el aumento de HAB con aumento de la deformación CR. Se observó una tendencia opuesta de las

microestructuras recocidas a 1050°C, que exhiben una mayor fracción de maclas y límites CSL y HAB disminuyeron con el aumento de la deformación CR. Esta observación se correlaciona con el tamaño de grano de la fase gama, como el tamaño de grano aumentó significativamente con el aumento de la temperatura de recocido de 954°C a 1050°C. La fracción más baja HAB observada fue de 0.4, por lo tanto, la mayor fracción límite especial registrada fue de 0.6. Independientemente del tratamiento de recocido la fracción LAB fue siempre inferior a 0.1 y relativamente no es afectado por la cantidad CR. El logro de la mayoría de fronteras especiales, por lo tanto pueden ser alcanzados por la IN718, donde la temperatura de recocido es un factor vital.

En el 2008 **Y. Wang** et.al. [72] estudiaron el comportamiento de flujo y mediante pruebas de compresión en caliente realizados a temperaturas que van desde 950 a 1100°C con velocidades de deformación de 10^{-3} a $1s^{-1}$. Con el fin de investigar el efecto de la temperatura de deformación y velocidad de deformación sobre las orientaciones de los granos y sub-granos, muestras deformadas bajo diferentes condiciones de deformación se analizaron por EBSD. Figura 6.2.10 a y b revela la distribución de la desorientación de los ángulos a diferentes temperaturas de deformación y velocidades de deformación calculados a partir de los resultados EBSD, respectivamente.

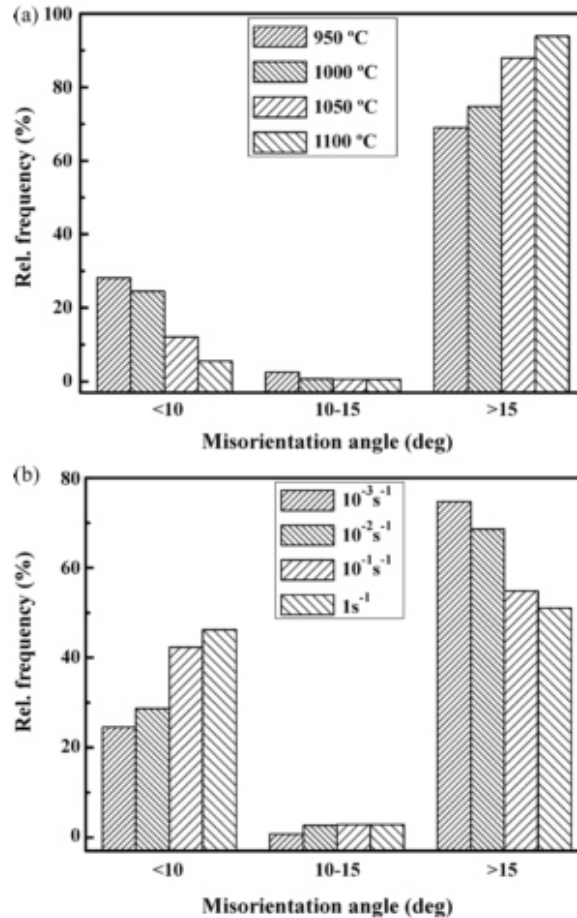


Figura 6.2.10. Frecuencia relativa de desorientación de los ángulos en diferentes ámbitos para la IN718 deformados a, (a) diferentes temperaturas de deformación con una velocidad de deformación de 10^{-3} s^{-1} y (b) diferentes velocidades de deformación a una temperatura de 1000°C [72]

Se puede observar que la fracción de HAB, que tienen ángulos de desorientación superior a 15° , incrementa con el aumento de la temperatura y la disminución de la velocidad de deformación. En general, los límites de grano con ángulos desorientación entre 10° y 15° son considerados como la zona de transición desde LAB a HAB, que aquí se definen como los límites de ángulo medio. Cabe señalar a partir de la Figura 6.2.10 que el porcentaje de la desorientación de los ángulos entre 10° y 15° es considerable bajo cuando las temperaturas de deformación son más altas que 950°C .

El bajo contenido de los límites de ángulo medio indica la velocidad rápida de migración de LAB a HAB a temperaturas de deformación más altas. Del mismo modo, la velocidad de deformación inferior está en favor de la transición desde LAB a HAB, como se ve en la Figura 6.2.10 b, debido al mayor porcentaje de HAB, así como el porcentaje más bajo de

los límites de ángulo medio. Por lo tanto, se demostró que el desarrollo de DRX involucrado en el proceso de migración desde LAB a HAB es acelerado bajo la condición de mayor temperatura de deformación o menor velocidad de deformación.

La Figura 6.2.11 muestra una imagen de orientación de microscopia (OIM en inglés) para la muestra deformada a 0.3. En el mapa OIM, HAB ($> 15^\circ$) están representados por líneas negras, mientras que las maclas por líneas resaltadas en negrilla. Es claro que en una deformación de 0.3, las maclas se podrían formar entre los granos recristalizados dinámicamente y granos originales. La nucleación de las maclas, debido a la alta movilidad del límite de grano, fue operada mediante la disociación de una migración inicial de límite de grano hacia un segmento inmóvil coherente de macla, un segmento móvil incoherente de macla y un LAB. Sin embargo, la frecuencia relativa de las maclas disminuye gradualmente con el aumento de la deformación, que indica la transformación progresiva de las maclas en HAB aleatorias a causa de una interacción entre las dislocaciones móviles y las maclas.

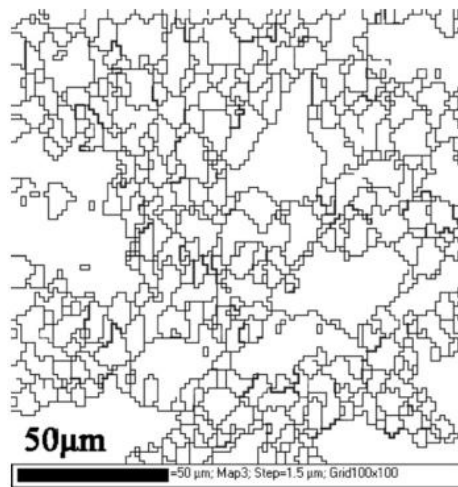


Figura 6.2.11. Mapa OIM para la IN718 deformada a 0.3 [72]

En 2011 **Y. Wang et. al.** [17] caracterizaron con EBSD nuevamente la IN718 durante la compresión en caliente de delta-procesado a temperaturas de 950 a 1100°C con velocidades de deformación de 10^{-3} a 1 s^{-1} .

La Figura 6.2.12 muestra una imagen de orientación de microscopia (OIM) para la muestra deformada a 0.5 a 1100°C y 10^{-1} s^{-1} . En el mapa OIM, HAB ($> 15^\circ$) están representados por líneas negras gruesas, mientras que los LAB ($< 15^\circ$) por líneas grises

finas. Las regiones cerradas negras situadas principalmente a lo largo de los límites de grano se cree que son las fases delta residuales. Se puede observar que los sub-granos con LAB se distribuyen principalmente en torno a los límites de grano, lo que implica que la nucleación DRX de aleación de delta-procesado a altas deformaciones tiene mucho que ver con los límites de los granos o las fases delta residuales a lo largo de los límites de grano.

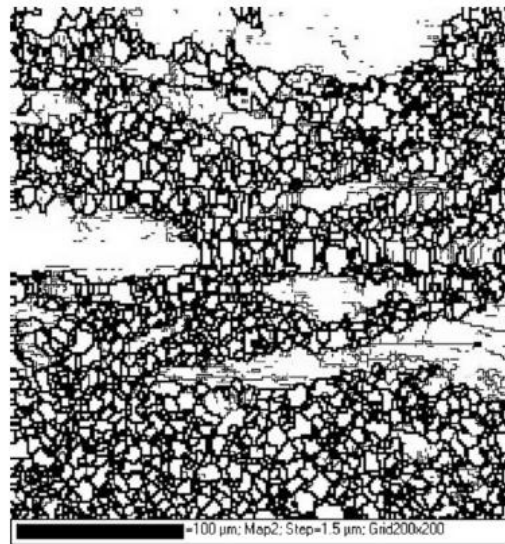


Figura 6.2.12. Mapa OIM para DP718 de la IN718 deformada a 0.5 a 1100°C y $10^{-1}s^{-1}$ [17]

J. M. Zhou et.al. [73] en 2011 presentaron un estudio donde muestras mecanizadas se estudiaron bajo un microscopio de electrones de retro-dispersión para distinguir las características de la sub-superficie producidas por el mecanizado. EBSD también se utilizó para cuantificar la profundidad de las zonas de deformación en la sub-superficie después de la mecanización.

El análisis EBSD se llevó a cabo en un área de 200 μm por 60 μm que se extiende desde la superficie mecanizada hacia la profundidad de la muestra y se midió en 0.5 μm de resolución. La desorientación de ángulo cae dentro del intervalo de 2° y 5° se denotan por la línea verde y dentro del rango de 6° y 15° se indican con la línea roja en la Figura 6.2.13 (a), (b) y (c) respectivamente. De las mediciones, mapas OIM se construyeron utilizando software Channel 5 para visualizar la variación de la microestructura de la deformación con la profundidad de la muestra, que se indica mediante la distribución de la desorientación de ángulos inducidos por la deformación plástica.

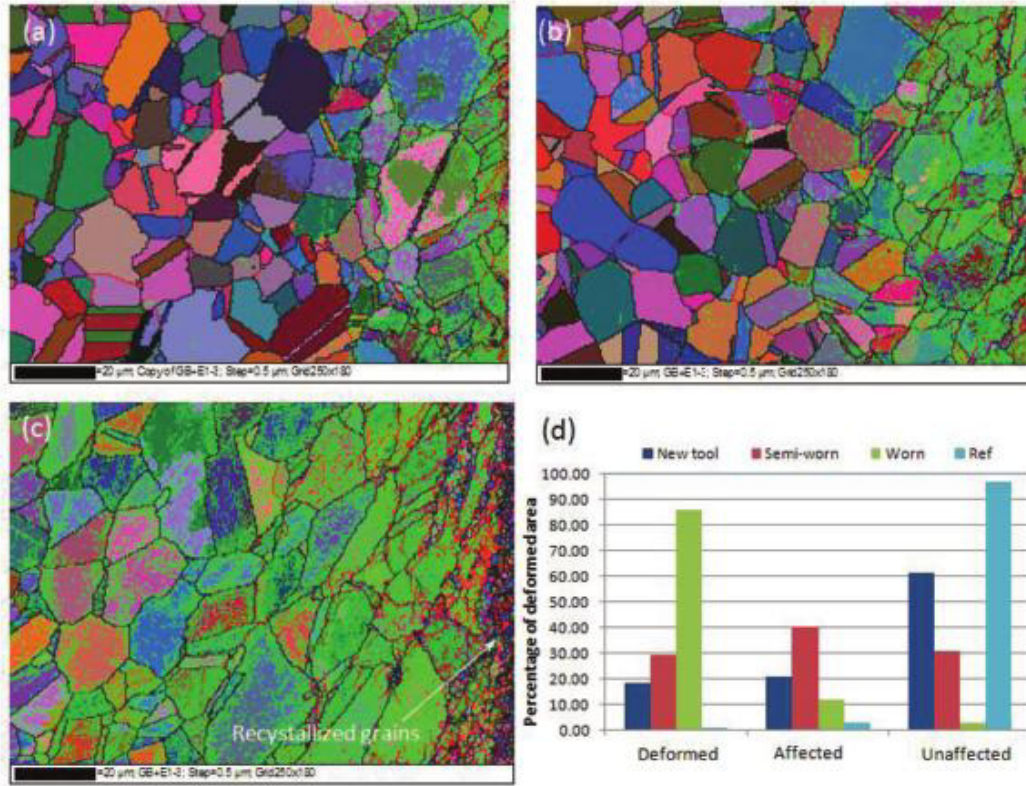


Figura 6.2.13. Mapas EBSD muestran la profundidad de la deformación plástica en la capa de la sub-superficie (a) herramienta nueva, (b) herramienta semi-desgastada, (c) herramienta desgastada, (d) microestructura de recrystalización [73]

En 2012 E.J. Pickering et.al. [74] investigaron la superaleación Allvac 718 Plus que es una superaleación a base de níquel recientemente desarrollada diseñada para reemplazar a la IN718 en aplicaciones estáticas y rotativas en motores de turbina de gas.

Los resultados de EBSD obtenidos después del envejecimiento 718Plus a 840°C/4h (AC), la precipitación en los límites de grano fue aparente en la mayoría de los límites. Sin embargo, algunos límites de grano, que no eran las maclas coherentes, parecían ser libre de precipitados. Tales límites se indican en la

Figura 6.2.14a, junto con el mapa de desorientación límite de grano correspondiente en la

Figura 6.2.14b. Cuatro sitios diferentes (80µ x 65µm) dentro de la microestructura fueron asignadas. La distribución de todas las desorientaciones de límite de grano se da en la Figura 6.2.15a y muestra que las maclas son frecuentes, mientras que los LAB son raros.

Las otras gráficas en la Figura 6.2.15 muestran la subdivisión de estos datos: de los límites que aparentan ser libres de precipitación (Figura 6.2.15b.) Y los que contienen precipitados (Figura 6.2.15c.).

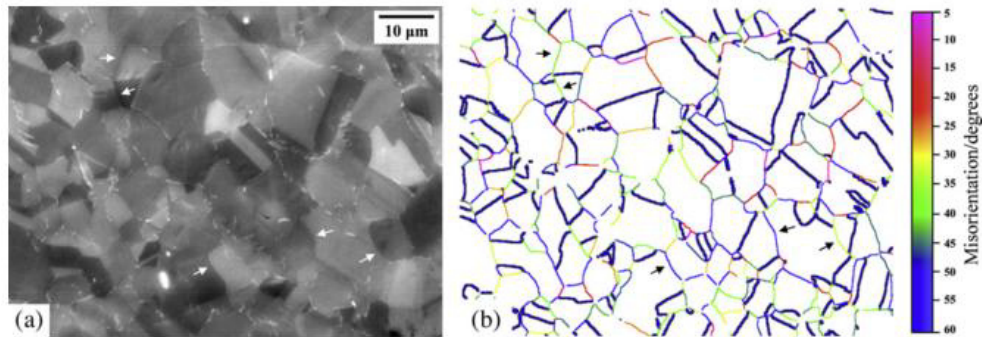


Figura 6.2.14. (a) 718Plus envejecía a 840°C/4h después de la forja. Algunos límites libres de δ se indican. (b) Mapa EBSD de límites de grano de (a). la desorientación es dada por colores. Maclas aparecen en negra [74]

Es claro en la Figura 6.2.15 que las maclas son particularmente resistentes a la formación de precipitados, sin embargo, una buena proporción de LAB, que son límites de grano de baja energía contienen precipitados, mientras que algunos HAB al azar, que son límites de alta energía parecen estar libre de precipitados. Por lo tanto, un argumento basado únicamente en la sustitución de una interfaz de alta energía por el precipitado no es sostenible en este caso y aparte de la orientación de macla, no hay evidencia clara de una relación especial entre la desorientación de límite y precipitación. Es posible que factores adicionales, tales como plano de límite de grano y los efectos relacionados con la operación de forja, también puedan desempeñar un papel crítico en la nucleación de precipitados en límites de grano en 718Plus.

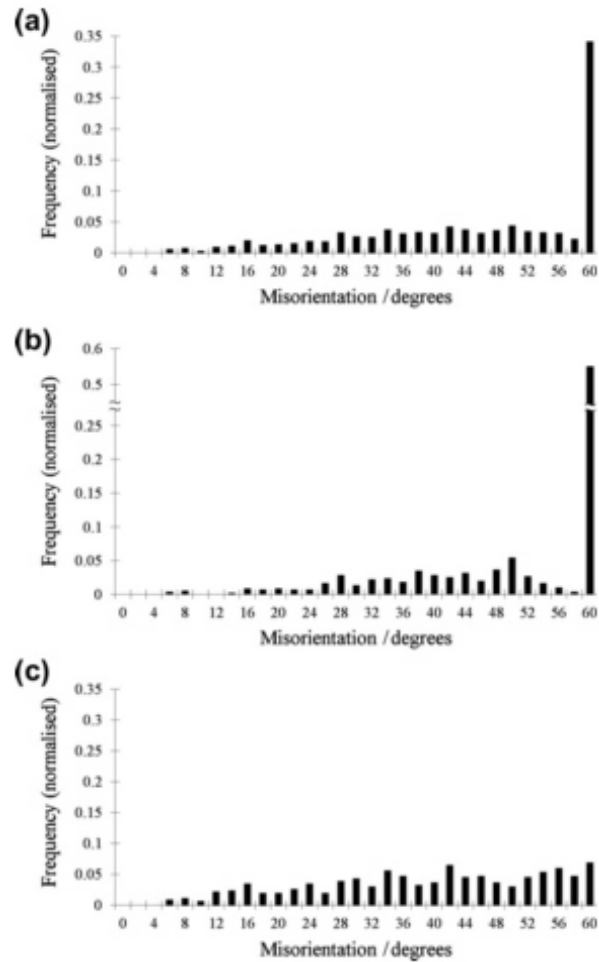


Figura 6.2.15. (a) Gráfica de distribución de desorientación de límite de grano de todos los mapas EBSD obtenidos. (b) Gráfica de distribución de desorientación de los límites de grano sin δ . (c) Gráfica de distribución de desorientación de los límites de grano con δ [74]

J. Jaeger et.al. [47] en 2012 presentaron resultados de EBSD de una microestructura de superaleación de níquel resultado de varios procesos de forjado en caliente sucesivas con procesos de paso múltiple, con tiempo de espera intermedio y temple.

La caracterización método EBSD se realizó en cuatro muestras diferentes templadas en diferentes etapas de cada proceso como se observa en la Figura 6.2.16.

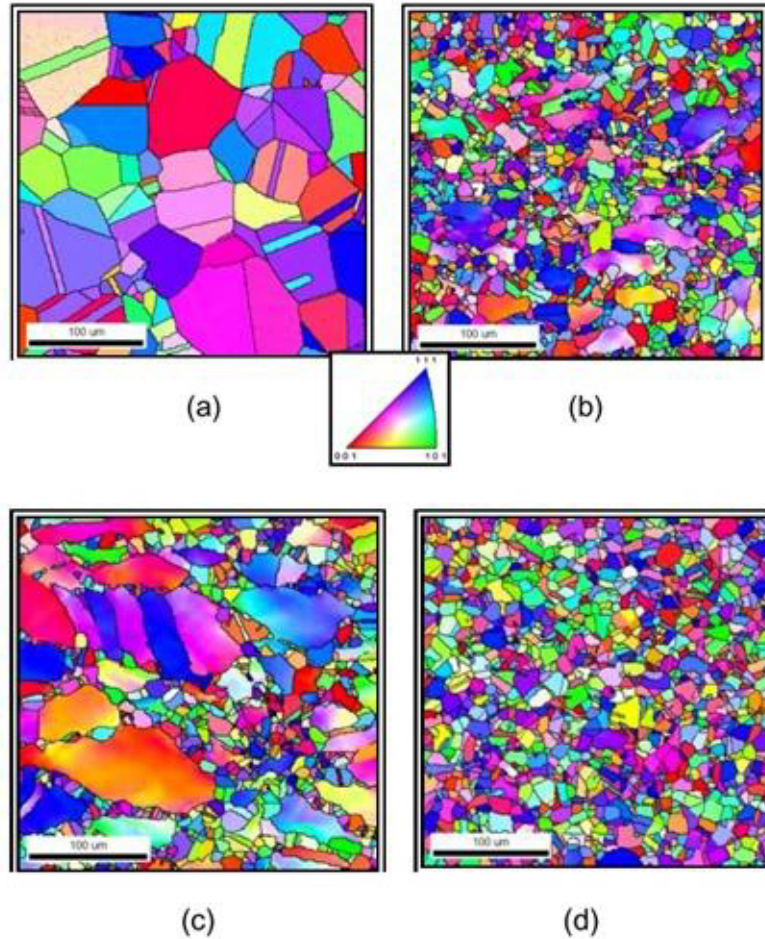


Figura 6.2.16. Mapas de orientaciones a partir de: (a) Estado inicial, (b) Proceso único SP, (c) proceso con temple intermedio MPQ y (d) proceso de multipasos MPD [47]

La primera microestructura (Figura 6.2.16a) se obtuvo antes de la forja y correspondió a la microestructura inicial. Las otros tres microestructuras (Figura 6.2.16b, c y d) correspondían al final de cada proceso, es decir, a un total $E=0,70$. Las diferentes características de microestructura se dan en la Tabla 4.

Tabla 4. Resultados cuantitativos obtenidos desde los datos EBSD [47]

	Grain Size (μm)	Subboundary ratio (%)	Twin ratio (%)
As received	15	25	30
Initial (Dwell)	95	5	55
SP process	25	25	15
MPQ process	55	35	15
MPD process	20	10	25

Después de una deformación total de 0.70, el tamaño de grano y la relación final de macla disminuyen, en comparación con la microestructura inicial. La evolución de la relación de maclas significa que no pueden crecer durante la recristalización dinámica. Según el modelo atomista de Gleiter [75], la formación de maclas de recocido se puede explicar por un proceso de nucleación en los planos $\{111\}$ sobre los granos en crecimiento. El proceso de nucleación de maclas induce nuevas orientaciones cristalográficas dentro de la microestructura. Dos granos separados por una macla sometida a diferentes rotaciones plásticas de red con el aumento de la deformación aplicada y las condiciones de desorientación de maclas, desaparecen progresivamente por encima de una deformación de 0.70. Este fenómeno explica la disminución de la relación de maclas después de los diferentes procesos. Por otra parte, las observaciones mostraron que la relación final de sub-límite fue siempre superior después de la deformación.

Para mayores referencias con respecto a resultados obtenidos con la técnica EBSD véase [75-84].

7 Ajuste de curva (Modelización)

El ajuste de las curvas de fluencia es una etapa importante en la elaboración de un proceso de conformado en caliente. Para aumentar la calidad del producto y rebajar los costos de producción, se debe predecir de una forma fiable las condiciones óptimas de los procesos de deformación y las propiedades del producto. La dificultad de los modelos para realizar el ajuste de las curvas es que deben tener cierta realidad física y no solo estar basados en resultados empíricos. La modelización de las curvas necesita la determinación de las ecuaciones que permiten relacionar el esfuerzo de fluencia en cada etapa de la curva [20].

Las leyes constitutivas de la deformación plástica [85, 86], describen la relación entre los parámetros básicos de la deformación a una temperatura dada, los parámetros del material y la microestructura. Los parámetros de la deformación o variables macroscópicas son el esfuerzo σ , la temperatura T y la velocidad de deformación $\dot{\epsilon}$ (i.e. el tiempo t).

La dependencia de la velocidad de deformación con el esfuerzo durante el conformado en caliente, independientemente de si los mecanismos de recuperación progresan vía únicamente restauración dinámica o restauración más recristalización dinámica, pueden ser satisfactoriamente explicados por las ecuaciones potenciales o exponenciales en las diferentes etapas como se verán a continuación [87].

7.1 Etapa de estado estable

La modelización de esta etapa está basada en el comportamiento mecánico que permite relacionar el esfuerzo pico y el esfuerzo de estado estable con la temperatura y la velocidad de deformación, una ecuación clásica que describe el comportamiento de deformación a alta temperatura de los metales en términos de la saturación o tensión estables propuesta por Sellars y Tegart en 1966 se describe a continuación [88]:

$$A(\sinh a\sigma)^n = \dot{\epsilon} \exp(-Q/RT) = Z \quad \text{Ecuación 7.1.1}$$

Donde:

◇ A- factor de estructura (material) en s-1

- ◇ α - esfuerzo inversa que marca el cambio de comportamiento potencial a exponencial (MPa^{-1})
- ◇ n - componente de temofluencia (creep)
- ◇ R - constante universal de los gases ($8.314\text{Jmol}^{-1}\text{K}^{-1}$)
- ◇ T - temperatura absoluta (K)
- ◇ σ - esfuerzo pico o de saturación, la tensión máxima en la curva de fluencia
- ◇ $\dot{\epsilon}$ - velocidad de deformación
- ◇ Q_{HW} - energía de activación aparente para la deformación plástica a elevadas temperaturas
- ◇ Z - parámetro de Zener-Hollomon que es particularmente beneficioso en la descripción de trabajo en caliente, que cubre las dos variables de control (velocidad de deformación y temperatura de deformación)

7.1.1 Cálculo de parámetros, α , A , n , Q

α

- ◇ α es un multiplicador de tensión, cuyo valor puede determinarse de la siguiente manera:

$$\alpha = \frac{\beta_{av}}{n1_{av}} \quad \text{Ecuación 7.1.2}$$

Donde β_{av} y $n1_{av}$ son los promedios determinados por las pendientes calculadas por las graficas de regresiones lineales de $\ln \dot{\epsilon}$ Vs σ_p y $\ln \dot{\epsilon}$ Vs $\ln \sigma_p$ respectivamente. También puede establecerse en la desviación estándar mínima del exponente n en toda la gama de condiciones investigadas véase [87-89].

Q

- ◇ Para calcular Q_{HW} usando los valores “S” (las pendientes medidas de los datos experimentales), tres ecuaciones a velocidad constante de deformación derivadas de una diferenciación parcial fueron propuestas a partir de:

$$Q_{HW} = R \left[\frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial \ln [\sinh (\alpha \sigma)]} \right]_T \left[\frac{\partial \ln [\sinh (\alpha \sigma)]}{\partial \left(\frac{1}{T} \right)} \right]_{\dot{\epsilon}} = R n_{av} s_{av} \quad \text{Ecuación 7.1.3}$$

Con T y $\dot{\epsilon}$ permanecen constantes y donde n_{av} es calculada por las pendientes medias de las gráficas de $\ln \dot{\epsilon}$ Vs $\ln \sinh(\alpha\sigma_p)$ y S_{av} es calculada por las pendientes medias de las gráficas de $\ln[\sinh(\alpha\sigma_p)]$ Vs $(1000/T)$ a diferentes velocidades de deformación [87-89]. Con el fin de calcular los valores de Q_{HW} mediante el uso de las pendientes medias (Valores S) de los datos experimentales, se propusieron las siguientes tres ecuaciones en la velocidad de deformación constante derivada de un procedimiento de diferenciación parcial [88]:

$$Q_{HW} = Rn_{av} \left[\frac{\partial \ln \sigma_p}{\partial \left(\frac{1}{T}\right)} \right]_{\dot{\epsilon}} \quad \text{Ecuación 7.1.4}$$

$$Q_{HW} = R\beta_{av} \left[\frac{\partial \sigma_p}{\partial \left(\frac{1}{T}\right)} \right]_{\dot{\epsilon}} \quad \text{Ecuación 7.1.5}$$

$$Q_{HW} = Rn_{av} \left[\frac{\partial \ln \sinh(\alpha\sigma_p)}{\partial \left(\frac{1}{T}\right)} \right]_{\dot{\epsilon}} \quad \text{Ecuación 7.1.6}$$

Una vez que n es fijado, la gráfica de Arrhenius entre $\ln[\sinh(\alpha\sigma_p)]$ y $1/T$ a diferentes velocidades de deformación permite el cálculo de la energía de activación aparente.

n

- ◇ El valor del exponente, n , es entonces la pendiente de las líneas de la gráfica $\ln \dot{\epsilon}$ Vs $\ln \sinh(\alpha\sigma_p)$ a diferentes temperaturas. El valor de n , es un parámetro que puede ser dependiente de la temperatura, pero este efecto puede ser despreciado y usualmente se considera el valor promedio [87-89].

A

- ◇ Finalmente el parámetro A es determinado de la gráfica $\ln Z$ Vs $\ln[\sinh(\alpha\sigma_p)]$ donde el valor de Z cuando $[\sinh(\alpha\sigma_p)=1]$ es tomado como $\ln A$ para el material dado [88].

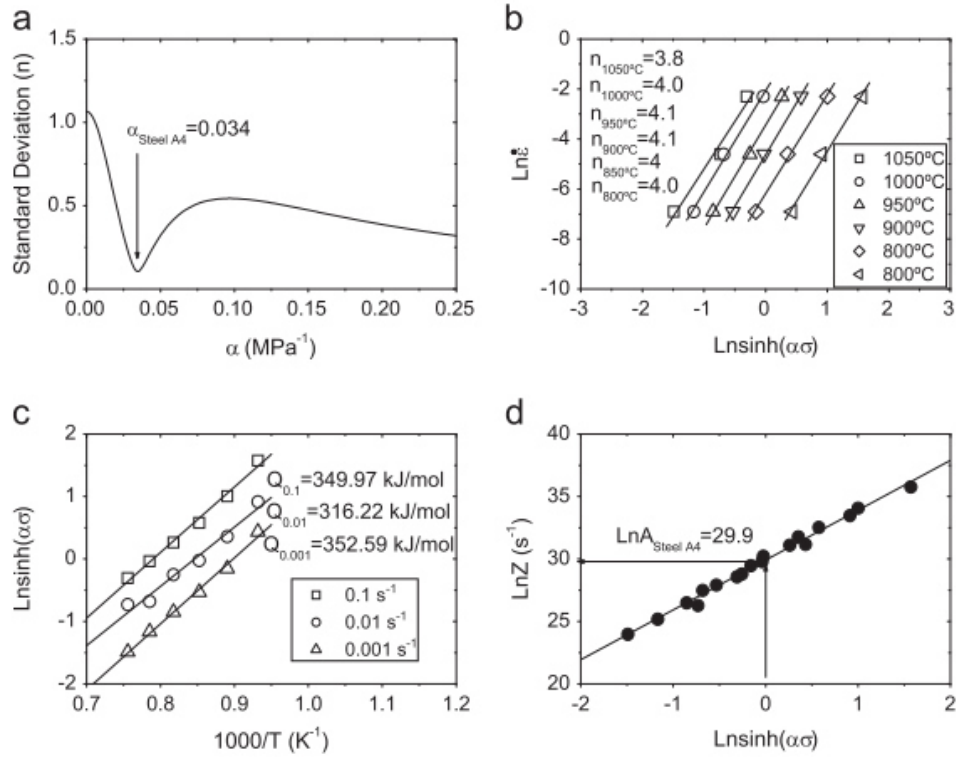


Figura 7.1.1. (a) Evolución de la desviación estándar del exponente de estrés aparente, n con la variación de los valores α , (b) Datos experimentales para mostrar la aplicabilidad de la ley del seno hiperbólico en el estrés, (c) dependencia de la temperatura con σ , en la compresión y (d) Dependencia del estrés con $\ln Z$ en compresión y determinación de $\ln A$ para un acero A4 [88]

7.2 Etapa de endurecimiento y restauración dinámica

En esta etapa las curvas de flujo durante la deformación en caliente usualmente alcanzan un valor de saturación debido a la compensación simultánea entre los mecanismos de endurecimiento y de ablandamiento relacionados con la evolución de dislocaciones durante el proceso de deformación.

La densidad de dislocaciones es el resultado de un balance entre las dislocaciones generadas y almacenadas (endurecimiento) y su reordenación y aniquilación (restauración dinámica).

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = (d\rho/d\varepsilon)_{\text{almacenadas}} - (d\rho/d\varepsilon)_{\text{restauradas}} \quad \text{Ecuación 7.2.1}$$

La restauración dinámica conlleva la aniquilación de pares de dislocaciones, así como su reordenamiento y la formación de una estructura estable de sub-granos, que son celdas de

densidad de dislocaciones relativamente bajas, rodeados de límites de alta densidad de dislocaciones.

La restauración dinámica tiene lugar en materiales de alta SFE (usualmente los BCC) y es un proceso muy rápido, disminuyendo la velocidad de endurecimiento por deformación debido al aumento de la velocidad de aniquilación de dislocaciones, que a su vez es proporcional a la propia densidad. Por otro lado, los metales de baja SFE como la IN718 la restauración progresa más lentamente provocando que la densidad de dislocaciones aumente apreciablemente con la deformación y eventualmente las diferencias locales en densidad de dislocaciones son lo suficientemente elevadas para dar lugar a la migración de los límites de grano y por tanto permitir la nucleación de la recristalización durante la deformación [20, 87, 88].

7.2.1 Determinación de σ_c y σ_{sat}

Figura 7.2.1 muestra un diagrama esquemático donde se observa la diferencia con una curva con recuperación y recristalización dinámica [90-92].

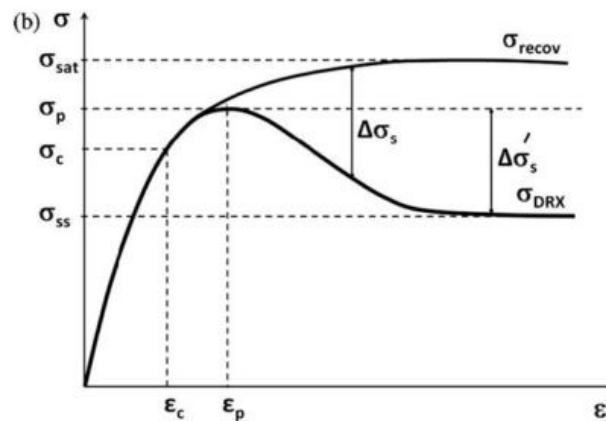


Figura 7.2.1. Diagrama esquemático que ilustra la curva de σ_{recov} de endurecimiento por deformación asociada con los granos interiores, que aún no recristalizan junto con una curva típica de flujo de DRX experimental. El ablandamiento atribuible a DRX se identifica como los $\Delta\sigma_s$ [90]

De la Figura 7.2.2 se observa la grafica $\theta=d\sigma$ Vs σ , donde θ es la primera derivada de $d\sigma/d\epsilon$ Vs σ

- ◇ σ_c se define como el punto en el cual la segunda derivada de θ trabajo de deformación (Work Hardening Rate en inglés) con respecto al esfuerzo (σ stress). (i.e. $\partial\theta/\partial\sigma^2$) es cero.
- ◇ σ_{sat} en cambio es definida por la interpolación de la grafica θ Vs σ (usando solo la porción lineal de la curva en relación con los valores de σ justo antes de σ_c)

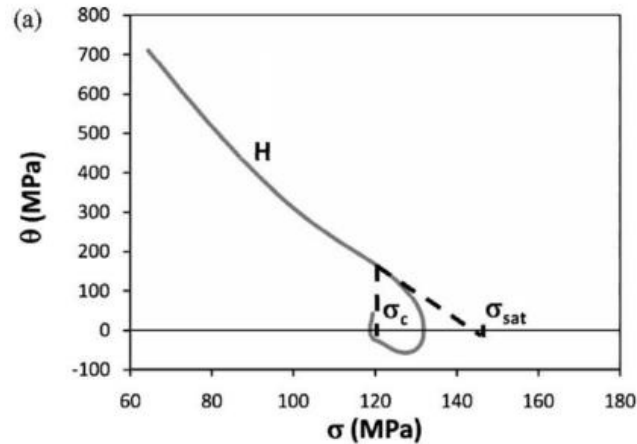


Figura 7.2.2. Gráfica de θ - σ [90]

- ◇ Un parámetro adicional es necesario para la construcción de σ_{recov} a partir de los datos: el valor de la derivada $d(\theta\sigma)/d(\sigma^2)$ (pendiente m), la pendiente es derivada de los datos experimentales antes de σ_c y ϵ_c .

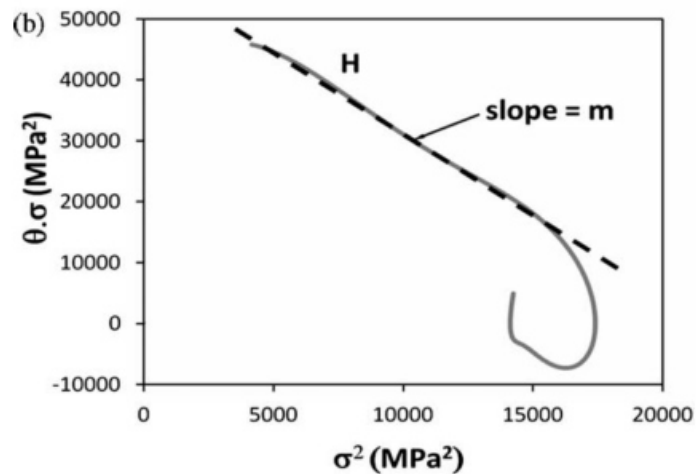


Figura 7.2.3. Gráfica $\theta \cdot \sigma$ - σ^2 [90]

7.2.2 Descripción de trabajo de endurecimiento (Work Hardening)

La resolución de la ecuación 7.22 [90] se puede considerar el punto de partida para un conjunto de ecuaciones que definen los parámetros que relacionan el trabajo de endurecimiento h y la recuperación r . La dependencia de la densidad de dislocaciones ρ en la deformación plástica ε es considerada por:

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = h - r\rho \quad \text{Ecuación 7.2.2}$$

Aquí h es la velocidad de trabajo de endurecimiento o coeficiente atérmico y r especifica la velocidad de la recuperación dinámica a una temperatura y velocidad de deformación dada, las dos son independientes de la deformación. La siguiente ecuación describe la curva de trabajo de endurecimiento:

$$\sigma = (\sigma_{sat}^2 - (\sigma_{sat}^2 - \sigma_0^2)\exp(-r\varepsilon))^{1/2} \quad \text{Ecuación 7.2.3}$$

Así como la relación:

$$\sigma \frac{d\rho}{d\varepsilon} = 0.5r\sigma_{sat}^2 - 0.5r\sigma^2 \quad \text{Ecuación 7.2.4}$$

La cual es la ecuación de la tangente m de la curva ($\theta\sigma$ Vs σ^2). Se debe tener en cuenta que la pendiente es $m=0.5r$, así el valor del parámetro de recuperación r (el cual especifica la curvatura de la curva de recuperación dinámica) se obtiene de la pendiente m y σ_{sat} a partir de la intersección. Con la ayuda de estos valores la curva de endurecimiento perteneciente a las regiones que todavía no han sido sometidas a DRX ahora se puede construir [90-92]

7.2.3 Determinación de los parámetros r y h

El valor de r se calcula directamente a partir de las pendientes de las curvas, usando la relación $r=2m$ y el parámetro h esta dado por [90]:

$$h = r \frac{\sigma_{sat}^2}{(a\mu b)^2} \quad \text{Ecuación 7.2.5}$$

Donde:

- ◇ μ es el modulo de cizalladura
- ◇ b vector de burgers
- ◇ α constante del material (factor geométrico)

Por otro lado cuando la ecuación 7.2.1 es combinada con la descripción de la velocidad del trabajo de endurecimiento θ (ecuación 7.2.6) y la clásica relación entre esfuerzo y densidad de dislocaciones, se obtiene un conjunto completo de ecuaciones que se puede utilizar para describir la evolución de la densidad de dislocaciones durante la deformación [20, 87-89]:

$$\theta = \left. \frac{d\sigma}{d\varepsilon} \right|_{\varepsilon, T} \quad \text{Ecuación 7.2.6}$$

$$\sigma = \alpha' \mu b \sqrt{\rho} \quad \text{Ecuación 7.2.7}$$

Donde:

- ◇ α' constante
- ◇ μ modulo de corte
- ◇ b vector de burgers

De acuerdo con Estrin, Mecking y Bergstrom, la relación resultante está dada por:

$$\sigma^2 = (\sigma_{drv}^2 + (\sigma_0^2 - \sigma_{drv}^2)) \exp(-\Omega\varepsilon) \quad \text{Ecuación 7.2.8}$$

Donde σ , es el esfuerzo de fluencia y $\sigma_0 = \alpha' \mu b \sqrt{\rho_0}$ se considera 0 por la baja densidad de dislocaciones, por lo tanto la parte de la curva entre el fin del rango elástico y la σ_{drv} se ajusta con la ecuación [88]:

$$\sigma = \sigma_{drv} \sqrt{(1 - e^{-\Omega\varepsilon})} \quad \text{Ecuación 7.2.9}$$

Donde:

$$\sigma_{drv} = \alpha' \mu b \sqrt{U/\Omega} \quad \text{Ecuación 7.2.10}$$

El cálculo de Ω y U se hace de la siguiente manera (Nota $r=\Omega$ y $h=u$):

Para obtener Ω se ajusta la curva por medio del método de mínimos cuadrados de la forma $y = A [1-\exp(-BX)]^{0.5}$ donde, $A=\sigma_{drv}$, $B=\Omega$, $X=\varepsilon$. Esto para cada curva experimental, las iteraciones sirven para ajustar B (que es Ω)

A partir de la obtención de Ω se puede calcular $(\alpha b)^2 U$:

$$(\alpha' b)^2 U = \frac{\sigma_{drv}^2 \Omega}{\mu^2} \quad \text{Ecuación 7.2.11}$$

Se debe calcular μ para cada temperatura, μ está dada por:

$$\mu = \left[\mu_0 \left(1 - \left(\frac{T-300}{T_M} \right) \right) \frac{T_M}{\mu_0} \frac{d\mu}{dT} \right] \quad \text{Ecuación 7.2.12}$$

Donde:

- ◇ μ_0 módulo de corte a 300K
- ◇ T_M temperatura de fusión K
- ◇ $\frac{T_M}{\mu_0} \frac{d\mu}{dT}$ dependencia del modulo a la temperatura [93]

La evolución de $(\alpha b)^2 u$ y Ω con el parámetro Z anteriormente obtenido se observa con las siguientes ecuaciones:

Velocidad de endurecimiento:

$$(\alpha' b)^2 U = K_U Z^{m_U} \quad \text{Ecuación 7.2.13}$$

Velocidad de recuperación:

$$\Omega = K_\Omega Z^{m_\Omega} \quad \text{Ecuación 7.2.14}$$

Donde: K_Ω , K_U , m_Ω , m_U , se obtienen por medio del medio de la regresión de sus respectivas gráficas.

7.3 Cinética de DRX: Modelo de Avrami (Modelización de la recristalización dinámica)

El pico de deformación ε_p y el pico de esfuerzo σ_p son identificados con el punto en la curva experimental en el cual $\theta = \frac{d\sigma}{d\varepsilon}$ cae a cero. La fracción de volumen recristalizada en este punto es responsable de la diferencia entre las curvas σ_{recov} y σ_{DRX} . La diferencia entre las dos curvas es identificada en la Figura 7.2.1 como $\Delta\sigma_s$, que es el ablandamiento neto atribuible a DRX. El valor máximo de $\Delta\sigma_s$ es $\sigma_{sat} - \sigma_{ss}$ donde σ_{ss} es el esfuerzo de estado estable bajo condiciones de DRX si el ablandamiento es definido en términos de σ_p (en lugar de σ_{sat}), entonces el ablandamiento neto es dado por $\Delta\sigma'_s$ y el máximo ablandamiento por $\sigma_p - \sigma_{ss}$. Finalmente, la fracción de ablandamiento en cada caso es expresada como [20,87-92, 94-101]:

$$X = \Delta\sigma_s / (\sigma_{sat} - \sigma_{ss}) \quad \text{Ecuación 7.3.1}$$

$$X' = \Delta\sigma'_s / (\sigma_p - \sigma_{ss}) \quad \text{Ecuación 7.3.2}$$

$$X = 1 - \exp(-Bt^k) \quad \text{Ecuación 7.3.3}$$

K y B son parámetros asociados con la recristalización dinámica, K representa mecanismos de nucleación y B la velocidad de nucleación y crecimiento. Esto se hace para cada curva, se eligen los datos que van desde σ_p hasta σ_{ss} .

Donde t:

$$t = \frac{\varepsilon - \varepsilon_p}{\dot{\varepsilon}} \quad \text{Ecuación 7.3.4}$$

De tal manera:

$$X_D = 1 - \exp\left(-B \left[\frac{\varepsilon - \varepsilon_p}{\dot{\varepsilon}}\right]^k\right) \quad \text{Ecuación 7.3.5}$$

En términos del tiempo para el 50% de recristalización, $t_{50\%}$ y puesto que $\exp(-0.693) = 0.5$, tenemos de la ecuación 7.3.3

$$X_D = 1 - \exp\left(-0.693 \left[\frac{t}{t_{50\%}}\right]^k\right) \quad \text{Ecuación 7.3.6}$$

De manera que $t_{50\%}$ y B están relacionadas

$$t_{50\%} = \left[\frac{0.693}{B}\right]^{1/k} \quad \text{Ecuación 7.3.7}$$

Para $t_{50\%}$ de recristalización depende a su vez de las condiciones de deformación y de la propia estructura.

$$t_{50\%} = B'' \varepsilon^m \exp\left[-\frac{Q_{rec}}{RT}\right] \quad \text{Ecuación 7.3.8}$$

Donde B'' , m y n son constantes, Q_{rec} energía de activación y R constante de los gases. Tomando en cuenta las ecuaciones 7.3.5 y 7.3.6 se obtiene:

$$X_D = 1 - \exp\left(-0.693 \left[\frac{\varepsilon - \varepsilon_p}{\dot{\varepsilon} t_{50\%}}\right]^k\right) \quad \text{Ecuación 7.3.9}$$

Haciendo hipótesis de que los ablandamientos son proporcionales a las fracciones de volúmenes transformadas se puede expresar la evolución de la tensión máxima σ_p a la de estado estable σ_{ss} siguiendo una expresión de Avrami

$$\sigma = \sigma_p - (\sigma_p - \sigma_{ss}) \left[1 - \exp\left[-0.693 \left[\frac{\varepsilon - \varepsilon_p}{\dot{\varepsilon} t_{50\%}}\right]^{k'}\right]\right] \quad \text{Ecuación 7.3.10}$$

Ecuación que solo es válida para $\varepsilon > \varepsilon_p$. Para obtener la k de Avrami se hacen logaritmos:

$$\log(1 - X_D) = -B \left(\frac{\varepsilon - \varepsilon_p}{\dot{\varepsilon}}\right)^{k'} \quad \text{Ecuación 7.3.11}$$

$$\log(\log(1 - X_D)) = \log(-B) + k' \log\left(\frac{\varepsilon - \varepsilon_p}{\dot{\varepsilon}}\right) \quad \text{Ecuación 7.3.12}$$

Aquí se tiene la k de Avrami para cada condición, para el cálculo B y k' se puede aplicar el método de la representación doble logarítmica $\ln(\ln(1/1 - X))$ Vs $\ln(\varepsilon - \varepsilon_p/\dot{\varepsilon})$. B y k' serían el corte en las ordenadas y la pendiente respectivamente. Se necesitan los parámetros experimentales, ε_p , $\dot{\varepsilon}$ y ε del intervalo de DRX. A partir de esto se calcula X_D con las ecuaciones 7.3.1 y 7.3.2, donde es necesario encontrar los parámetros experimentales σ_s , σ_{ss} y σ_p , σ_{sat} de cada curva. Esto es únicamente para la curva que presente DRX.

Así el uso de las ecuaciones 7.3.1 de estado estable, 7.2.3 recuperación y restauración y 7.3.10 de fracción de DRX, se obtienen las ecuaciones constitutivas de la modelización de la curva de fluencia con o sin DRX [20, 87].

7.4 Modelo constitutivo modificado (Determinación de las ecuaciones cinéticas para σ_p y σ_{ss})

A altas temperaturas los materiales muestran plasticidad dependiente de la velocidad de deformación, esta plasticidad está controlada por el deslizamiento y el trepado de dislocaciones.

De acuerdo con J.M. Cabrera y P. Rodríguez-Calvillo [87, 88], la desviación de la energía de activación de auto-difusión y la desviación del exponente de termofluencia n teóricamente deducidos u observados, pueden explicarse teniendo en cuenta la variación del modulo de Young con la temperatura. Unificando el enfoque clásico para el trabajo en caliente con expresiones de termofluencia mediante la normalización de la velocidad de deformación y el esfuerzo con el coeficiente de difusión y el módulo de Young, respectivamente, la ecuación clásica (7.1.1) quedaría:

$$\frac{\dot{\epsilon}}{D(T)} = A [\sinh(\alpha \frac{\sigma}{E(T)})]^n \quad \text{Ecuación 7.4.1}$$

Donde E(T) es el modulo de Young en función de la temperatura y D(T) es el coeficiente de auto-difusión dada por la siguiente relación:

$$D(T) = D_{ov} \exp(\frac{-Q_v}{RT}) \quad \text{Ecuación 7.4.2}$$

$$E = 2 (1 - \nu)\mu \quad \text{Ecuación 7.4.3}$$

Aquí, D_{ov} - el coeficiente pre-exponencial de autodifusión, Q_v - la energía de activación de auto-difusión, E- módulo de Young, μ -Módulo de cizalladura, ν - coeficiente de poisson (1/3), si el mecanismo de deformación se controla mediante el deslizamiento y trepado de dislocaciones, entonces el exponente termofluencia de $n=5$ y la energía de activación de auto-difusión se pueden utilizar para modelar el trabajo en caliente

El ajuste por mínimos cuadrados de la forma, $y = B \sin(\alpha x)$ donde $B=A^{1/n}$ con $n=5$; se tendrá que hacer para σ_p por un lado y σ_{ss} por el otro. Se debe modificar la ecuación:

$$\frac{\dot{\varepsilon}}{D(T)} = A \left[\sinh\left(\alpha \frac{\sigma}{E(T)}\right) \right]^n \quad \text{Ecuación 7.4.4}$$

$$\frac{\dot{\varepsilon}}{D(T)A} = \left[\sinh\left(\alpha \frac{\sigma}{E(T)}\right) \right]^n \quad \text{Ecuación 7.4.5}$$

$$\left[\frac{\dot{\varepsilon}}{D(T)A} \right]^{1/n} = \sinh\left(\alpha \frac{\sigma}{E(T)}\right) \quad \text{Ecuación 7.4.6}$$

$$\left[\frac{\dot{\varepsilon}}{D(T)} \right]^{1/n} = A^{1/n} \sinh\left(\alpha \frac{\sigma}{E(T)}\right) \quad \text{Ecuación 7.4.7}$$

8 Metodología experimental

El presente estudio se realizó con la directa colaboración de la división FRISA SUPERALLOYS de la empresa FRISA Forjados S.A. de C.V. la cual aportó el material en cuestión, la superaleación INCONEL 718 y facilitó el uso de las instalaciones y las prensas industriales de forjado para la primer parte del desarrollo del experimento.

8.1 Material

La INCONEL 718 empleada en esta investigación, lleva un proceso de fundición para su producción de VIM/VAR [124], la Tabla 5 muestra la composición química del material analizado IN718, obtenido del certificado de materia prima de la empresa proveedora de la aleación ATI ALLVAC.

Tabla 5. Composición química en porcentaje de peso y método de prueba empleado en el análisis de cada elemento, fluorescencia de rayos X (XRF, en inglés), emisión óptica de chispa (OES), fusión de gas inerte (GAS), combustión (CS), a) absorción atómica en horno de grafito-Se, b) emisión de plasma acoplado inductivamente-Mg, c) espectroscopia de masa-Pb,Bi,Ag (a,b,c = WET).

Elemento	Porcentaje	Método de prueba	Elemento	Porcentaje	Método de prueba
C	0.026	CS	Ti	1.01	XRF
Mn	0.08	XRF	Cb	5.41	XRF
Si	0.09	XRF	Ta	0.01	XRF
P	0.009	XRF	Se	0.0013	WET
S	0.0004	CS	Mg	0.0004	OES
Cr	17.96	XRF	O	0.0005	GAS
Ni	53.79	XRF	B	0.0004	OES
Mo	2.88	XRF	Cb + Ta	5.42	
Cu	0.05	XRF	Ag	0.0001	OES
Co	0.34	XRF	Bi	0.00003	WET
Sn	0.0005	OES	Ca	0.0002	OES
Al	0.51	XRF	Fe	18.72	XRF
N	0.0007	GAS	Pb	0.0003	WET

El material recibido en la industria en forma de lingote, fue cortado en dos secciones, los cuales a su vez fueron cortados en 4 cilindros por cada sección como se aprecia en la Figura 8.1.1. Los cilindros de la pieza 1 fueron empleados en otra investigación [124], los cilindros 2-3 y 2-4 investigados en este trabajo corresponden a la pieza 2, es decir, 2-3 hace referencia a la sección 2 y cilindro 3, lo mismo para 2-4. Cada cilindro es sometido a un trabajo termomecánico a diferente temperatura y pasos de deformación como veremos más adelante en el diseño de experimentos.

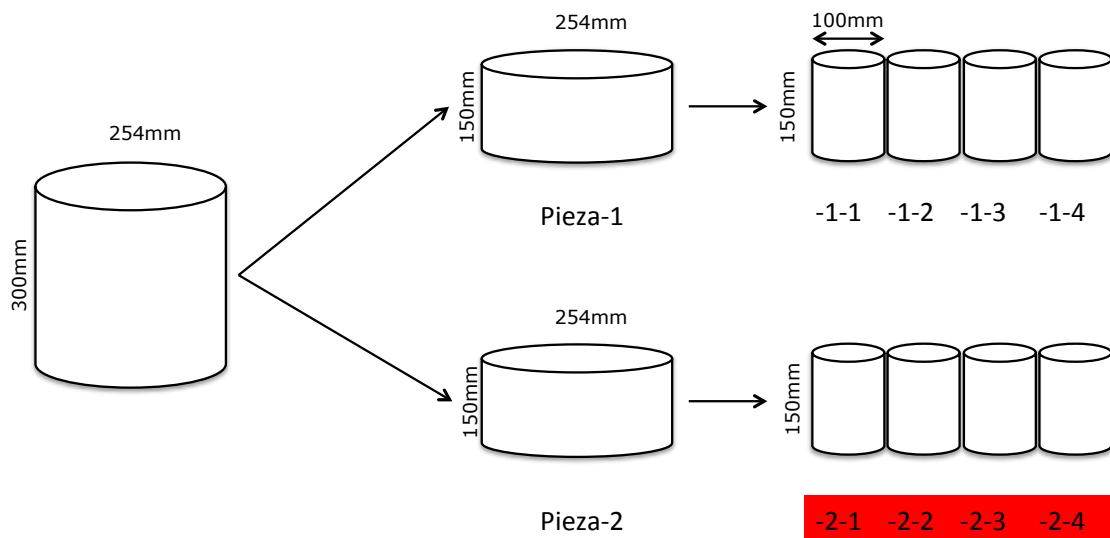


Figura 8.1.1. Representación esquemática de las secciones cortadas del lingote de IN 718.

8.2 Diseño de experimentos

La Figura 8.2.1 muestra un esquema del diseño experimental de este trabajo, la metodología y desarrollo de los experimentos siguen la ruta indicada en el esquema.

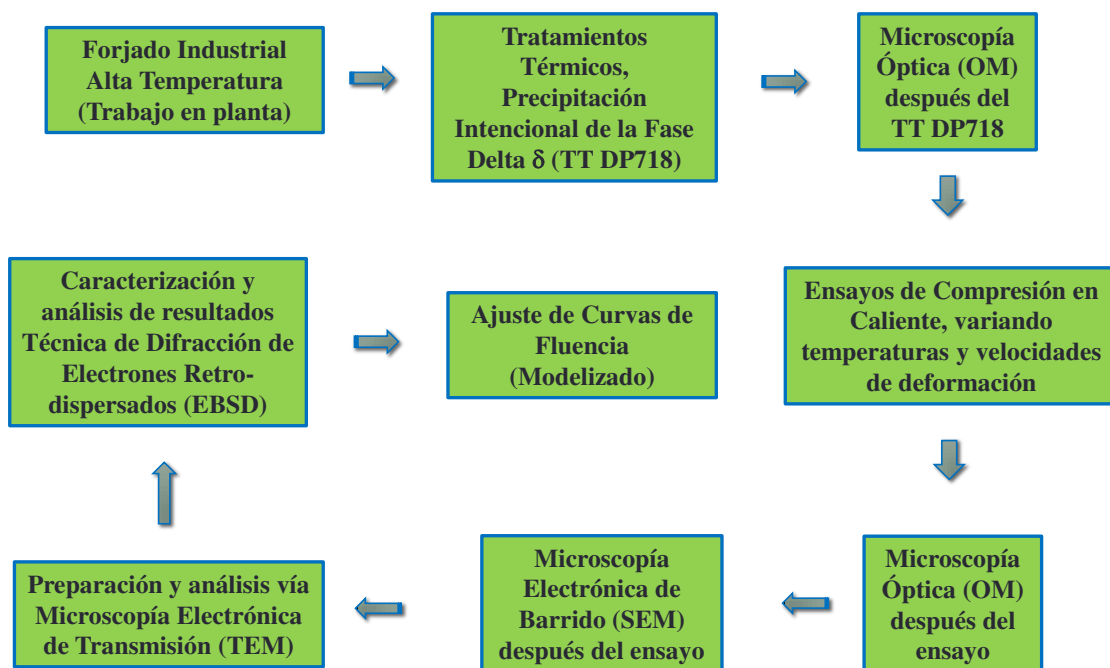


Figura 8.2.1 Esquema del diseño experimental y de caracterización

La primera parte de este cuadro indica el trabajo en planta, el cual consiste en proporcionar un trabajo termomecánico por medio de una prensa industrial a diferentes temperaturas y pasos de deformación, como lo muestra la Tabla 6, a partir de aquí, solo se hará referencia a los cilindros 2-3 y 2-4, los cuales son el objetivo de este trabajo.

De acuerdo con la Tabla 6 se puede observar los pasos seguidos en el proceso de forja de los cilindros 2-3 y 2-4, 2-3 se deformó en dos pasos hasta alcanzar la altura final de 41mm, 2-4 se deformó en un solo paso hasta alcanzar la misma altura final, las temperaturas iniciales fueron medidas con termopares tipo k como se aprecia en la Figura 1.3.1

Tabla 6. Lista de condiciones de forjado del trabajo efectuado en planta

Condiciones de forja	2-3	2-4
Temperatura inicial (°C)	992	979
Diámetro inicial (mm)	100	100
Altura inicial (mm)	150	150
Primer paso de forjado (mm)	75	41
Velocidad de deformación (s ⁻¹)	0.13	0.13

Reducción en primer paso (%)	50.0	73.3
Recalentamiento (°C)	980	NA
Segundo paso de forjado (mm)	41	NA
Velocidad de deformación (1/s)	0.26	NA
Reducción en segundo paso (%)	23.0	NA

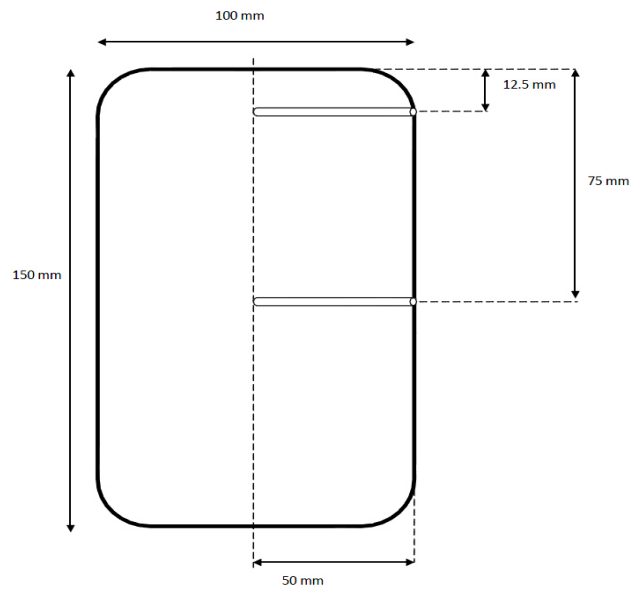


Figura 8.2.2. Ubicación de los termopares en el cilindro

La Figura 8.2.3 muestra una foto del ajuste sobre el dado inferior de la forja industrial en planta y el aislamiento utilizado de colcha cerámica.

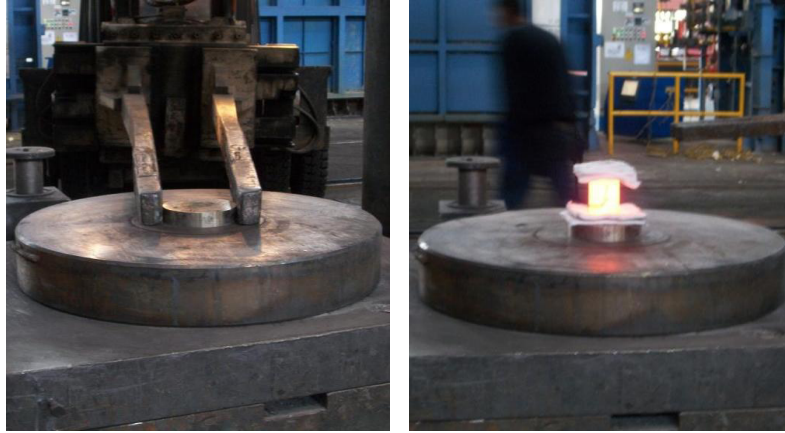


Figura 8.2.3. Ajuste y aislamiento de los cilindros en las prensas en planta

8.3 Tratamiento térmico

El Tratamiento Térmico Delta-Procesado (TT DP718) consta de un tratamiento de solubilizado a $1100^{\circ}\text{C}/1\text{h}/\text{WQ}$ (enfriado en agua) y un envejecido a $900^{\circ}\text{C}/24\text{h}/\text{WQ}$. El TT DP718 se ejecutó a las probetas mecanizadas en conjunto con los machotes sobrantes, a manera de probetas testigo para de poder tener una comparación entre los testigos y las probetas deformadas en los ensayos mecánicos subsecuentes y fue realizado en una mufla de la marca Barnstead Thermolyne -1400 Furnace como se aprecia en la Figura 8.3.1.



Figura 8.3.1. Piezas sometidas a tratamiento térmico

8.4 Análisis metalográfico, tamaño de grano y dureza

El análisis metalográfico se llevo a cabo vía microscopía óptica (OM) y microscopía electrónica de barrido (SEM). El SEM utilizado marca JEOL modelo JSM-5600LV fue

facilitado por el Instituto de Física de la UNAM. El OM empleado para el análisis metalográfico de la marca NIKON de un máximo de 400X y el software analizador de imágenes CLEMEX son mostrados en la Figura 8.4.1.



Figura 8.4.1. Microscopio óptico NIKON, software analizador clemex

El material fue cortado en lajas tomadas del centro del cilindro ya deformado, fue sometido a un proceso de macro y micro ataque químico para develar las zonas de flujo de deformación y la microestructura, dichos ataques químicos fueron efectuados por el laboratorio EXOVA. Las lajas fueron analizadas de acuerdo a un mapeo de la zona transversal como lo muestra la Figura 8.4.2.

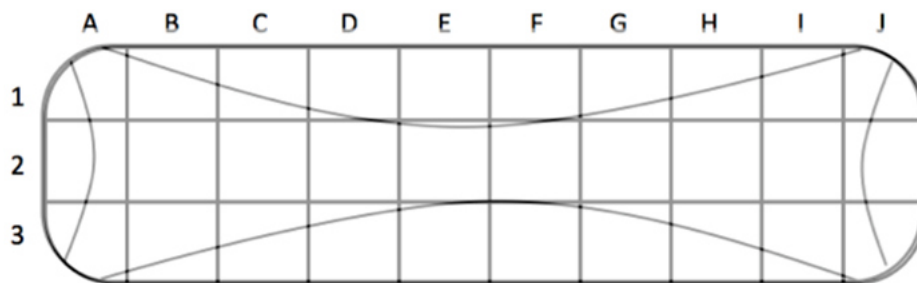


Figura 8.4.2. Mapeo de la zona transversal de las lajas

El recuadro de cada zona está identificado por un número correspondiente a la fila y una letra correspondiente a la columna, se analizó cada una de las una metalografías correspondientes a cada recuadro y se obtuvo el tamaño de grano, de acuerdo a la norma

estándar ASTM E-112, por medio del método estándar de comparación de imágenes de mapas graduados [124].

El análisis de las microdurezas Vickers fue realizado por medio de un microdurómetro de la marca SHIMADZU, mostrado en la Figura 8.4.3. El valor de las microdurezas Vickers medidas, corresponden a un promedio de 5 mediciones de cada muestra.



Figura 8.4.3. Micro-durómetro SHIMADZU

Para la debida preparación de las muestras que fueron tratadas térmicamente, las lajas fueron cortadas siguiendo las líneas mapeadas mencionadas anteriormente, empleando una cortadora de discos de carburo de tungsteno de la marca STRUERS modelo DISCOTOM-2 y maquinadas para obtener una probeta correspondiente a cada zona como se muestra en la Figura 8.4.4, cada probeta tiene un radio de $7 \pm 0.25\text{mm}$ y una altura de $10 \pm 0.13\text{mm}$ conforme al estándar ASTM E-209.

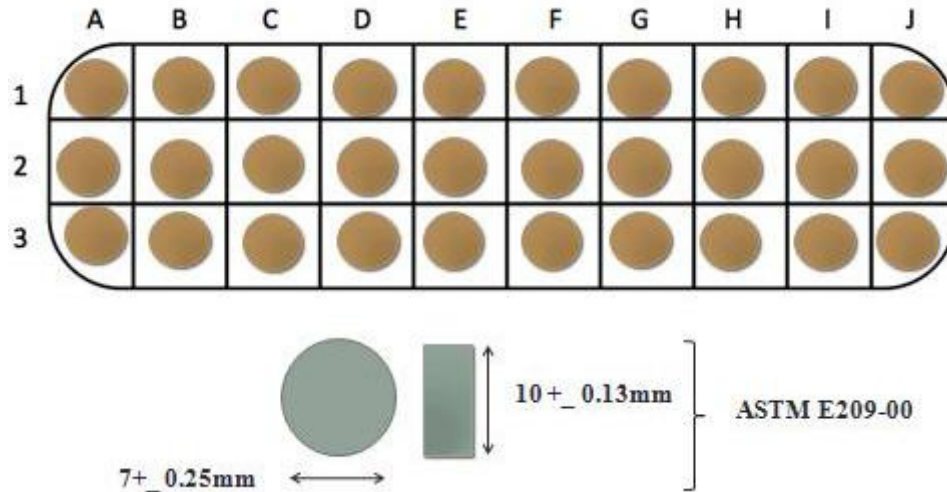


Figura 8.4.4. Esquema del maquinado de las probetas y sus dimensiones

8.5 Ensayos mecánicos

Los ensayos mecánicos fueron efectuados en una máquina universal mecánica de tornillo marca SHIMADZU AG-X con capacidad de 30 toneladas, equipada con un horno de resistencia y un software analizador de datos TRAPEZIUM, como lo muestra la Figura 8.5.1.



Figura 8.5.1. Máquina universal Shimadzu AG-X

Los ensayos mecánicos fueron seleccionados de las zonas cercanas a los dados industriales (zonas muertas) y de los extremos de las lajas, donde la microestructura en estas zonas es heterogénea. Los parámetros de los ensayos se encuentran en la **Tabla 7** para la laja 2-3 y en la **Tabla 8** para la laja 2-4. La

Figura 8.5.2 presenta las probetas seleccionadas para el ensayo mecánico de compresión en caliente. Todas las probetas ensayadas fueron enfriadas en agua después del ensayo, con el fin de mantener la microestructura alcanzada durante la deformación en caliente.

Tabla 7. Parámetros de ensayo de compresión en caliente laja 2-3

Con TT DP718 laja 2-3		
Velocidad inicial del cabezal	Temperatura de deformación, 1020°C	Temperatura de deformación, 960°C
0.001	1C	1D
0.01	1H	1I
0.1	2A	2J
1	3I	3H

Tabla 8. Parámetros de ensayo de compresión en caliente laja 2-3

Con TT DP718 laja 2-4		
Velocidad inicial del cabezal	Temperatura de deformación, 1020°C	Temperatura de deformación, 960°C
0.001	1C	1D
0.01	1H	1G
0.1	2A	2J
1	3H	3G

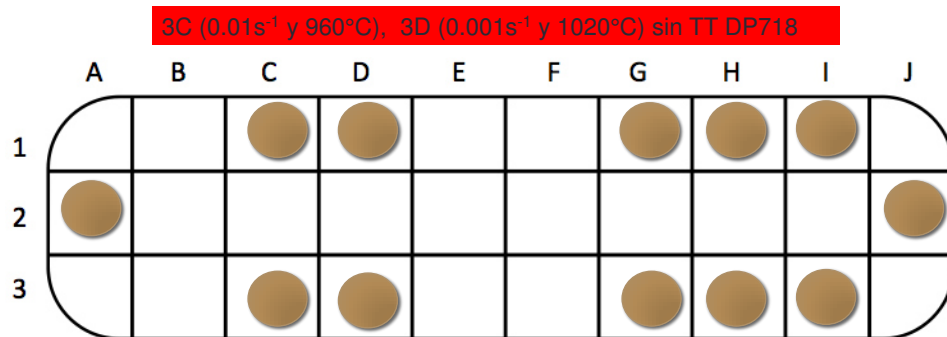


Figura 8.5.2. Probetas seleccionadas para ensayos de compresión en caliente

9 Resultados y discusión de la caracterización microestructural (OM, SEM y propiedades mecánicas)

9.1 Microscopía óptica

La evolución de la microestructura de las muestras 2-3 1C y 1D se presentan en la Figura 9.1.1; 1C presenta un tamaño de grano fino de 10 ASTM uniforme después de la reducción a dos pasos de forja industrial como se observa en a), no todas las muestras obtenidas antes del tratamiento DP718 presentan un grano tan fino uniforme, esto puede ser debido por encontrarse en la zona de mayor concentración de flujo de deformación como se observa en la imagen digitalizada de la laja del material donde 1C se indica con un círculo, no obstante en b) a 100X y c) a 400X después del tratamiento DP718 se observa un crecimiento de grano hasta 3 ASTM tan grande como (ALA) 2 y formación de estructura δ Widmanstätten.

1D exhibe un tamaño de grano uniforme ASTM 7 después de los dos pasos de deformación industrial como se aprecia en d), después del solubilizado y envejecido DP718 se puede ver un aumento de tamaño de grano ASTM 3 ALA 2 muy similar a la muestra 1C en e) y f), además en ambas muestras se aprecia una mayor concentración de maclas, pocos granos recristalizados en forma de collar, concentración de precipitados de δ en los límites de grano y crecimiento entrelazado de estructura de bandas de δ Widmanstätten.

La muestra 2-4 1C presenta un tamaño de grano ASTM 30%10, 70%6 ALA 3.5 después de un paso de deformación industrial como se observa en a) de la Figura 9.1.2, sin embargo, después del TT DP718 el grano alcanza un tamaño de ASTM 3 ALA 2 muy similar a 1C de la laja 2-3, también con una gran concentración de maclas de recocido y concentración de precipitados de δ con crecimiento entrelazado de estructura de bandas de δ Widmanstätten. A su vez, la muestra 1D exhibe un tamaño de grano ASTM 6 ALA 3 antes del TT DP718, concentración δ Widmanstätten y menor cantidad de maclas de recocido en comparación de la muestra 1C, no obstante, se observa que después del TT DP718 el tamaño de grano es mas fino ASTM 70%8, 30%7 ALA 6, esto muestra una inconsistencia con la mayoría de las imágenes metalográficas obtenidas después del TT

DP718, nuevamente una explicación puede ser la cercanía que tiene la muestra 1D con la concentración de flujo de deformación y que la imagen grabada esté ubicada en un borde de esta zona.

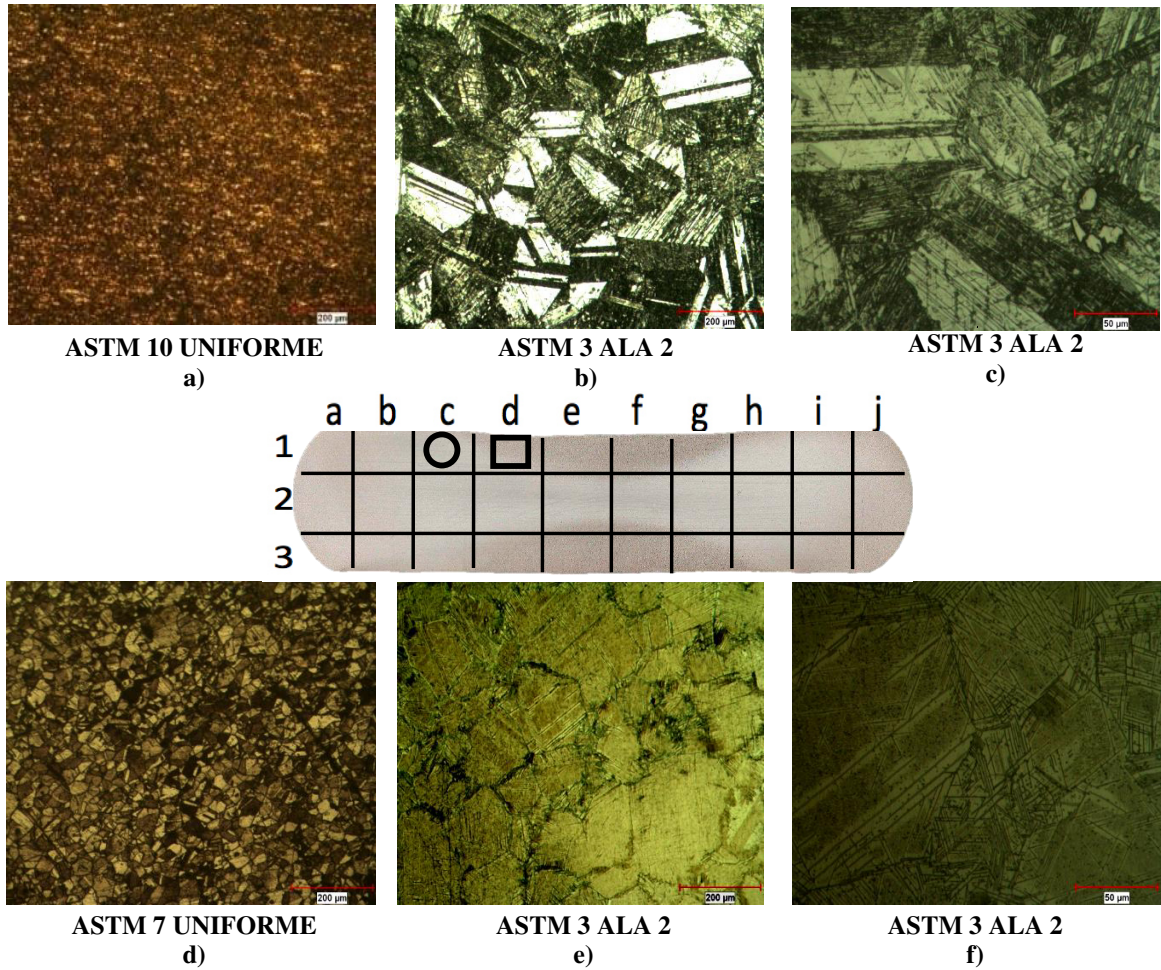


Figura 9.1.1. Imágenes metalográficas vía OM, a), b) y c) pertenecen a la muestra 2-3 1C (círculo), antes del TT DP718 100X, después del TT DP718 100X y después de TT DP718 400X, respectivamente. d), e) y f), pertenecen a la muestra 2-3 1D (rectángulo), antes del TT DP718, después del TT DP718 100X y después de TT DP718 400X, respectivamente.

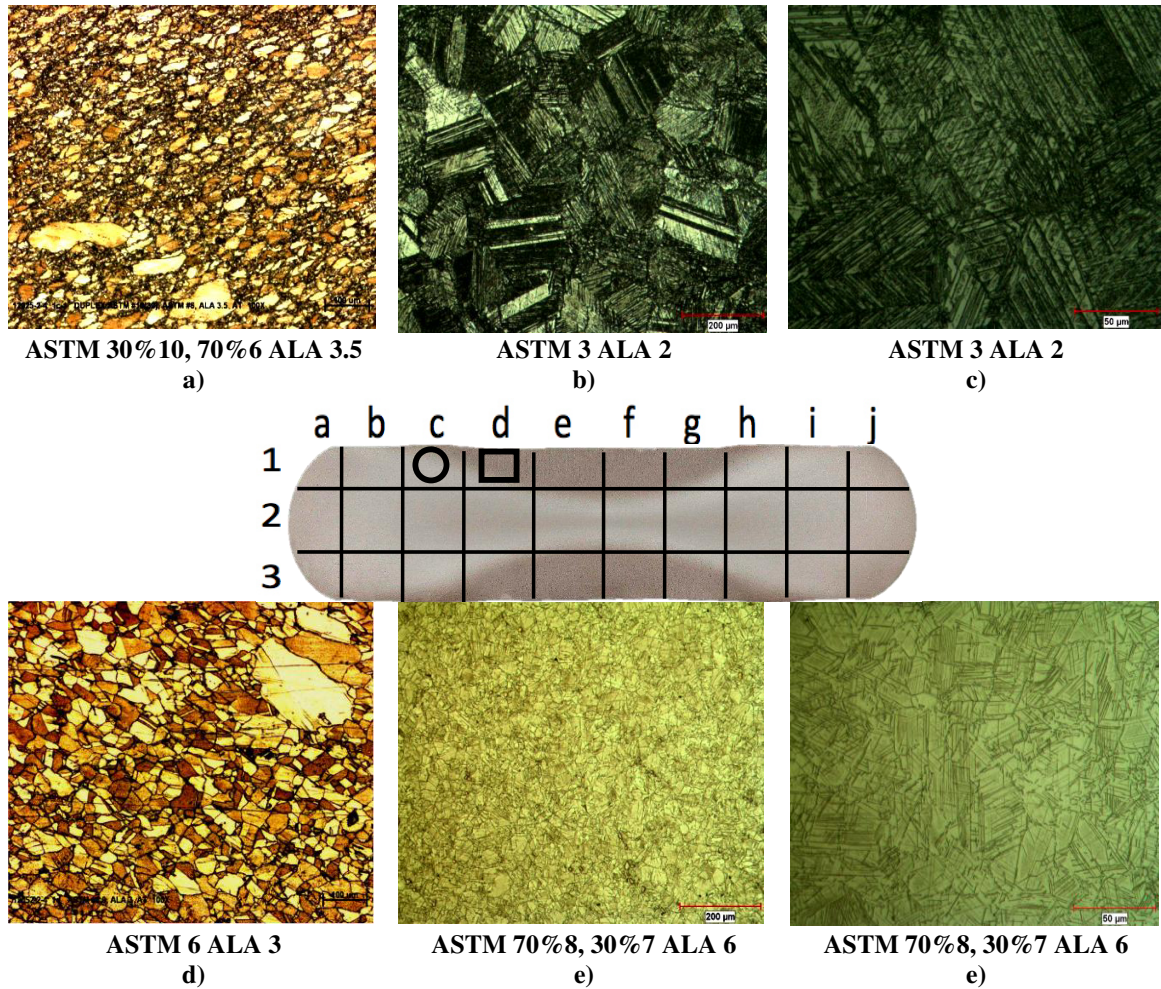


Figura 9.1.2. Imágenes metalográficas vía OM, a), b) y c) pertenecen a la muestra 2-4 1C (círculo), antes del TT DP718 100X, después del TT DP718 100X y después de TT DP718 400X, respectivamente. d), e) y f), pertenecen a la muestra 2-4 1D (rectángulo), antes del TT DP718, después del TT DP718 100X y después de TT DP718 400X, respectivamente.

La evolución microestructural de la muestra 1H y 1I se presenta en la Figura 9.1.3; a) muestra una imagen metalográfica de la zona 1H deformada industrialmente antes del tratamiento DP718 y un tamaño de grano ASTM no uniforme 90% 11, 10% 8 ALA 6, b) y c) presentan un aumento en el tamaño de grano a ASTM 4 ALA 3 y nuevamente concentración de maclas y estructura de bandas de crecimiento intercalado δ Widmanstätten después del tratamiento DP718.

En la región 1I, a) presenta deformación de flujo localizado similar a la zona 1C aunque no uniforme (rectángulo en la imagen digitalizada de la laja 2-4), por lo tanto, el tamaño de grano ASTM 90% 11, 10% 8 ALA 5 es más fino que la muestra 1H, e) y f) muestran un tamaño de grano ASTM 6 ALA 5 con mayor concentración de maclas y bandas cruzadas δ

Widmanstätten después del tratamiento térmico (DP718), Estos resultados están de acuerdo con investigaciones anteriores [15,16,18].

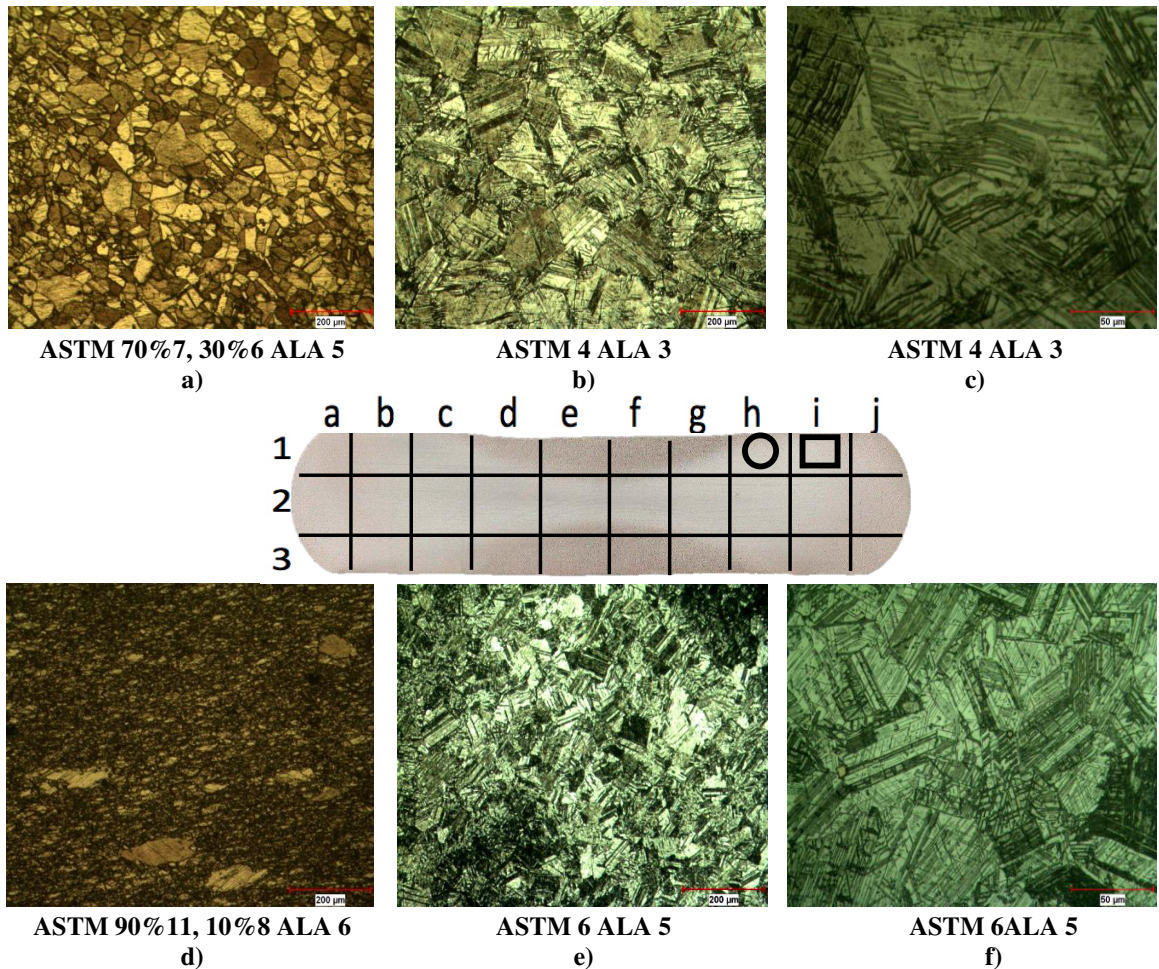


Figura 9.1.3. Imágenes metalográficas vía OM, a), b) y c) pertenecen a la muestra 2-3 1H (círculo), antes del TT DP718 100X, después del TT DP718 100X y después de TT DP718 400X, respectivamente. d), e) y f), pertenecen a la muestra 2-3 1I (rectángulo), antes del TT DP718, después del TT DP718 100X y después de TT DP718 400X, respectivamente.

La Figura 9.1.4 presenta las muestras 2-4 1G (círculo) y 1H (rectángulo), donde 1G se observa en a) con una microestructura característica de la “zonas muertas” cercanas a los dados de forja industriales de tamaño de grano no uniforme ASTM 6.5 ALA 2.5, en contraste d) exhibe la muestra 1H cercana al flujo de deformación con un porcentaje de grano más fino ASTM 20%11, 80%7 ALA 4, ambas antes del TT DP718. Por otro lado, 1G y 1H manifiestan un crecimiento de grano después del TT DP718, ASTM 60%3, 40% 4 ALA 2 y ASTM 70%3, 30%4, respectivamente, en ambas muestras se aprecia la formación de la fase delta δ , inclusive dentro de lo que se aprecia como maclas, como se observa en f).

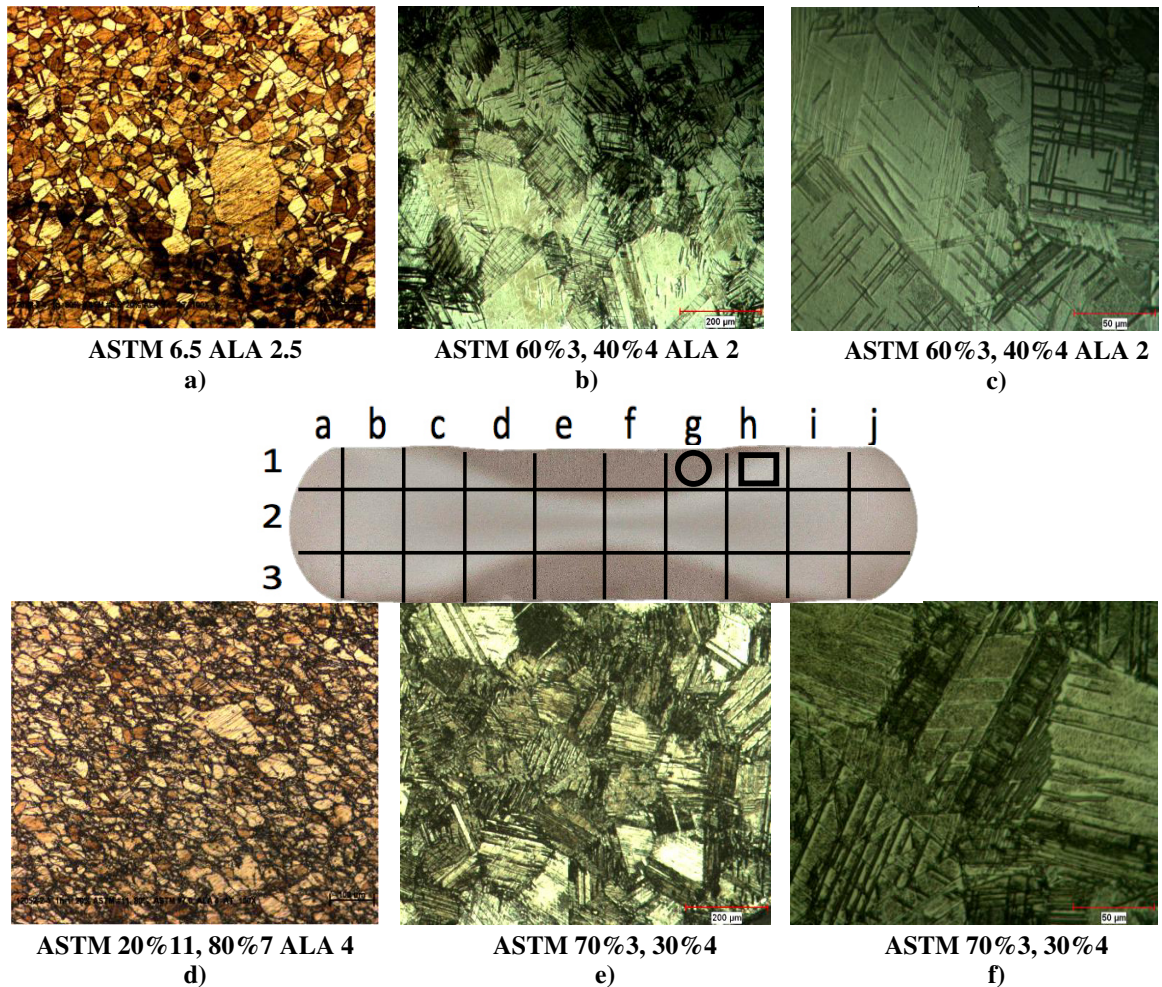


Figura 9.1.4. Imágenes metalográficas vía OM, a), b) y c) pertenecen a la muestra 2-4 1G (círculo), antes del TT DP718 100X, después del TT DP718 100X y después de TT DP718 400X, respectivamente. d), e) y f), pertenecen a la muestra 2-4 1H (rectángulo), antes del TT DP718, después del TT DP718 100X y después de TT DP718 400X, respectivamente.

A diferencia de las muestras anteriores correspondientes a la zona rotulada como fila 1 que se encuentran en una zona donde pueden o no ubicarse en el flujo de deformación, 2A y 2J es seguro que se ubiquen dentro del flujo, sin embargo, no se encuentran en la zona con mayor concentración de deformación (zona central de la laja) y por lo tanto es factible que posean una microestructura con un tamaño de grano más fino y no uniforme.

Las muestras 2A con un tamaño de grano uniforme ASTM 10 y 2J no uniforme ASTM 80%9, 20%8 ALA 6 de la laja 2-3 antes del TT DP718, se presentan en a) y d), respectivamente, de la Figura 9.1.5, ambas muestran exhiben un aumento de tamaño de grano después del TT DP718 de ASTM 3 ALA 1 y ASTM 4 ALA 2, a) 2A y d) 2J,

respectivamente y presencia de maclas de recocido distribuidas en las dos muestras, en f) se observa claramente la líneas dentro de las maclas que hacen alusión a la fase δ .

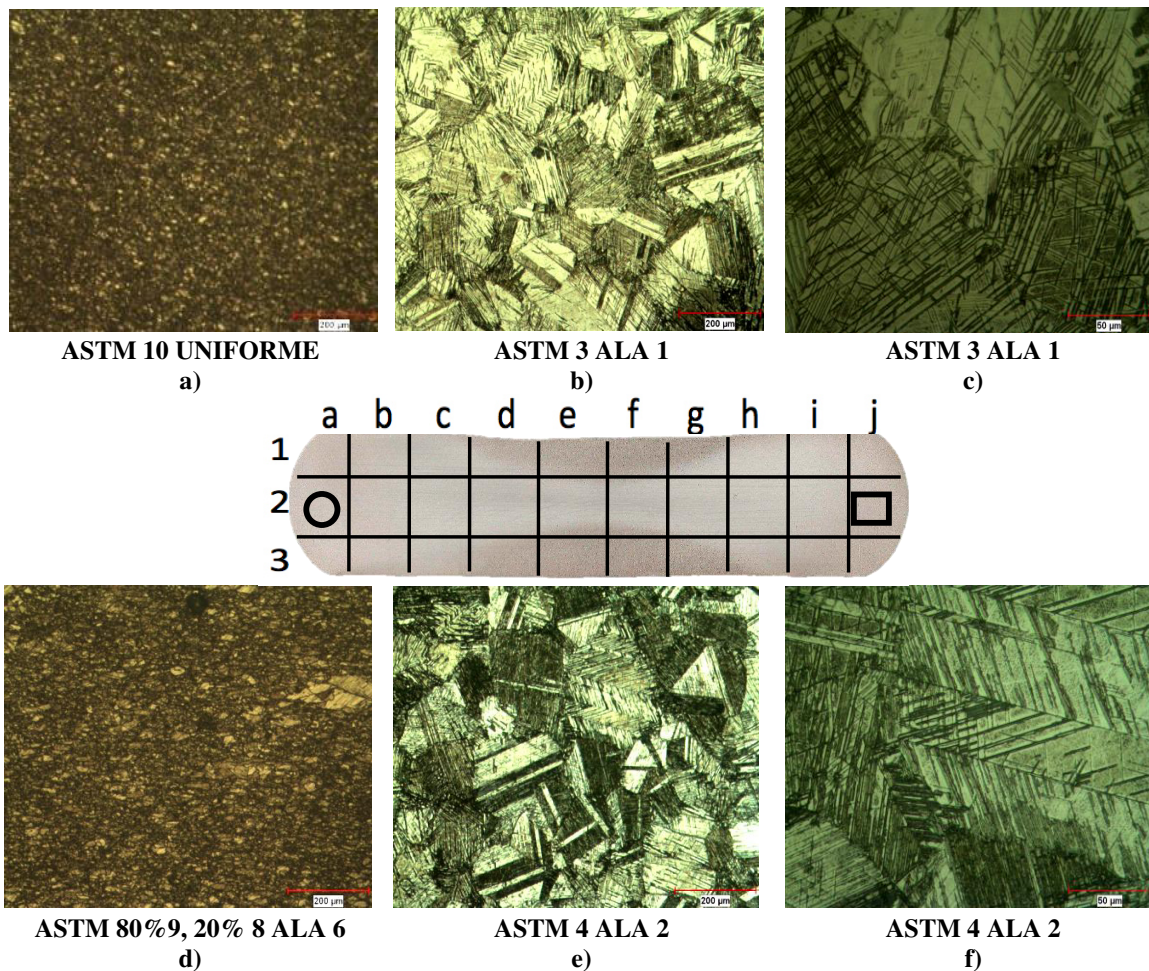


Figura 9.1.5. Imágenes metalográficas vía OM, a), b) y c) pertenecen a la muestra 2-3 2A (círculo), antes del TT DP718 100X, después del TT DP718 100X y después de TT DP718 400X, respectivamente. d), e) y f), pertenecen a la muestra 2-3 2J (rectángulo), antes del TT DP718, después del TT DP718 100X y después de TT DP718 400X, respectivamente.

La Figura 9.1.6, presenta las metalografías de las muestras 2A y 2J de la laja 2-4, a) y d) exhiben un tamaño de grano ASTM 80%8, 20%7 ALA 3 y ASTM 30%11, 70% 7.5 ALA 3.5 pertenecientes a 2A y 2J respectivamente, con una deformación industrial de un paso, lo cual pone de manifiesto la influencia en la microestructura de los procesos termomecánicos anteriores al TT DP718, es decir, la laja 2-3 con dos pasos de deformación industrial presentan un grano más fino y “uniforme” que la laja 2-4 con solo un paso, que a la postre, son un punto de partida significativo para la microestructura después del TT DP718, como se puede observar en b) 2A y e) 2J que muestran un tamaño de grano ASTM 60%3, 40% 4 ALA 2 y ASTM 10 ALA 7, respectivamente y presencia de la fase delta δ , sin embargo, f)

pone a la vista que el crecimiento cruzado de la fase δ como una estructura δ Widmanstätten a través y en límites de grano, impiden la libre medición de los límites de grano y se superponen a estos.

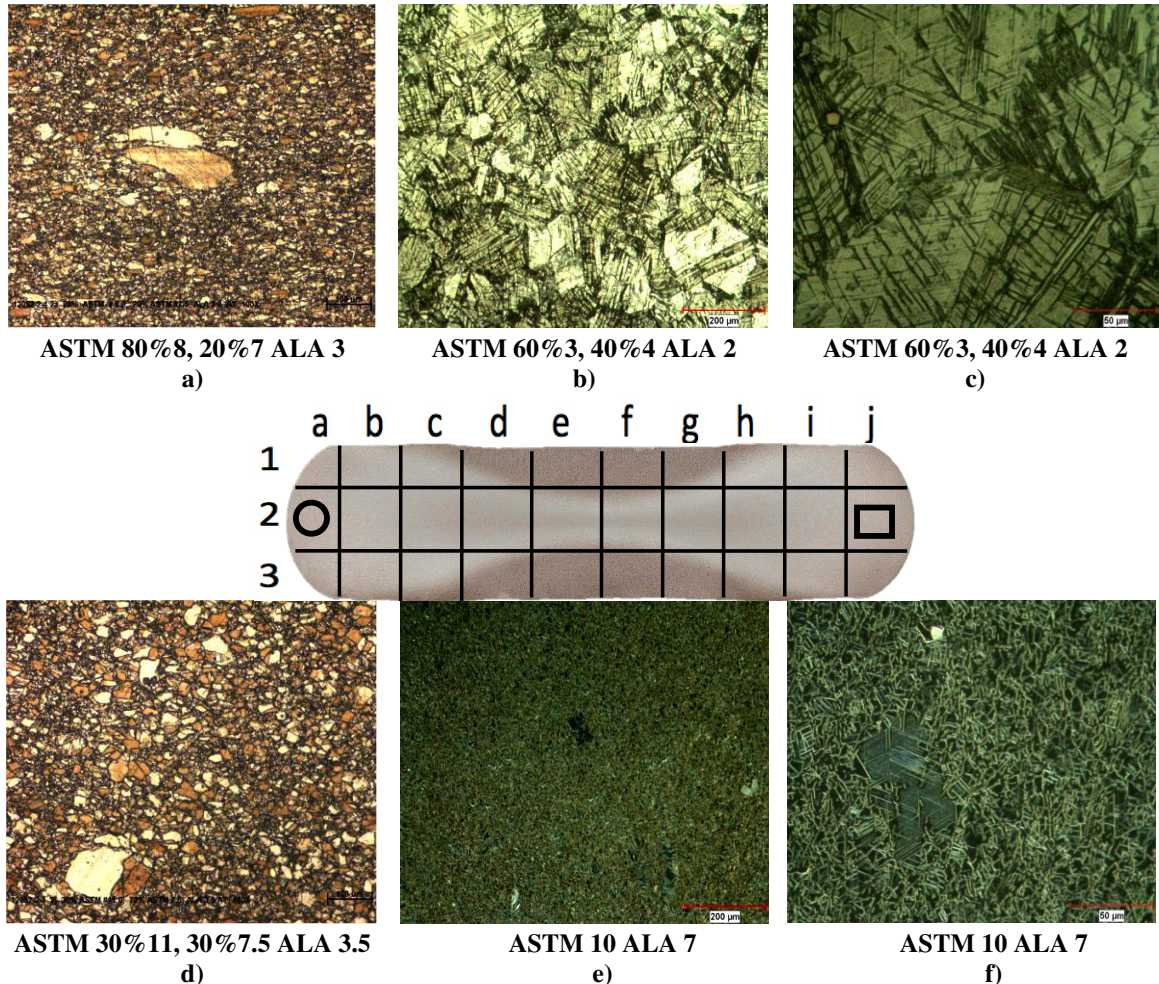


Figura 9.1.6. Imágenes metalográficas vía OM, a), b) y c) pertenecen a la muestra 2-4 2A (círculo), antes del TT DP718 100X, después del TT DP718 100X y después de TT DP718 400X, respectivamente. d), e) y f), pertenecen a la muestra 2-4 2J (rectángulo), antes del TT DP718, después del TT DP718 100X y después de TT DP718 400X, respectivamente.

La Figura 9.1.7 exhibe las metalografías de la evolución microestructural de 1H y 1I; a) y d) presentan un tamaño de grano muy similar no uniforme ASTM 40%11, 60%8 ALA 5 y ASTM 30%11, 70%8 ALA 5 antes del tratamiento DP718 correspondientes a 1H y 1I respectivamente, b) a 100X y c) a 400X muestran un aumento de tamaño de grano hasta ASTM 4 ALA 3, así como, e) presenta un tamaño de grano aparente de ASTM 9 ALA 7 y en f) de manera muy similar a la Figura 9.1.6, el crecimiento cruzado de la fase δ como una

estructura δ Widmanstätten a través y en límites de grano, se superponen a los granos e impiden su libre medición.

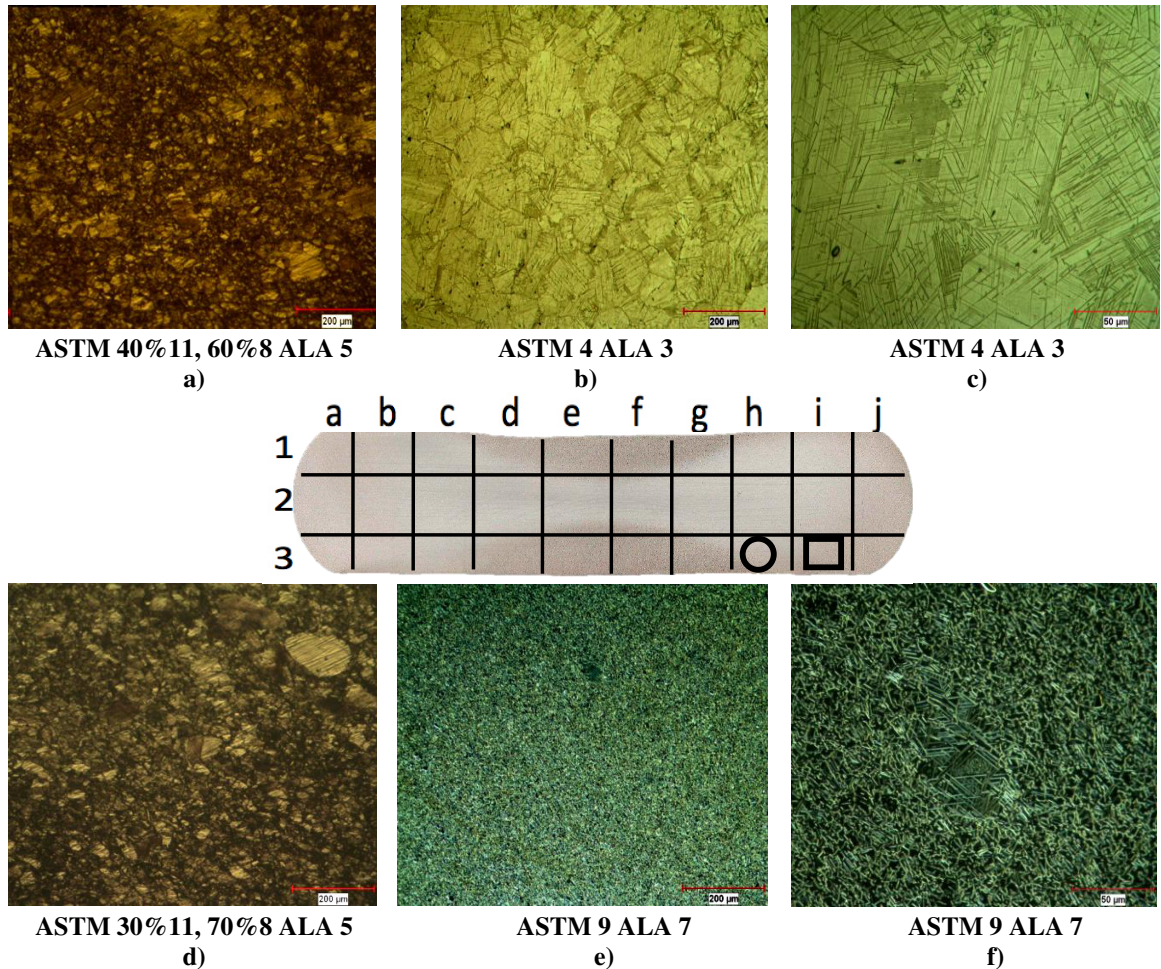


Figura 9.1.7. Imágenes metalográficas vía OM, a), b) y c) pertenecen a la muestra 2-3 3H (círculo), antes del TT DP718 100X, después del TT DP718 100X y después de TT DP718 400X, respectivamente. d), e) y f), pertenecen a la muestra 2-3 3I (rectángulo), antes del TT DP718, después del TT DP718 100X y después de TT DP718 400X, respectivamente.

De forma similar a las mayoría de las muestras pasadas, las muestras 3G y 3H manifiestan un crecimiento de grano después del TT DP718 como se aprecia en la Figura 9.1.8, a) para 3G presenta un tamaño de grano ASTM 6.5 ALA 2 antes del TT DP718 y b) 100X y c) 400X, muestran un crecimiento hasta ASTM 40%5, 60% ALA 4 después del TT DP718. Para la muestra 3H d) exhibe un tamaño de grano ASTM 10%11, 90%6 ALA 3 antes del TT DP718 y en e) 100X y f) 400X, presentan un aumento hasta 4 ALA 3. Ambas muestras con concentración de fase δ Widmanstätten.

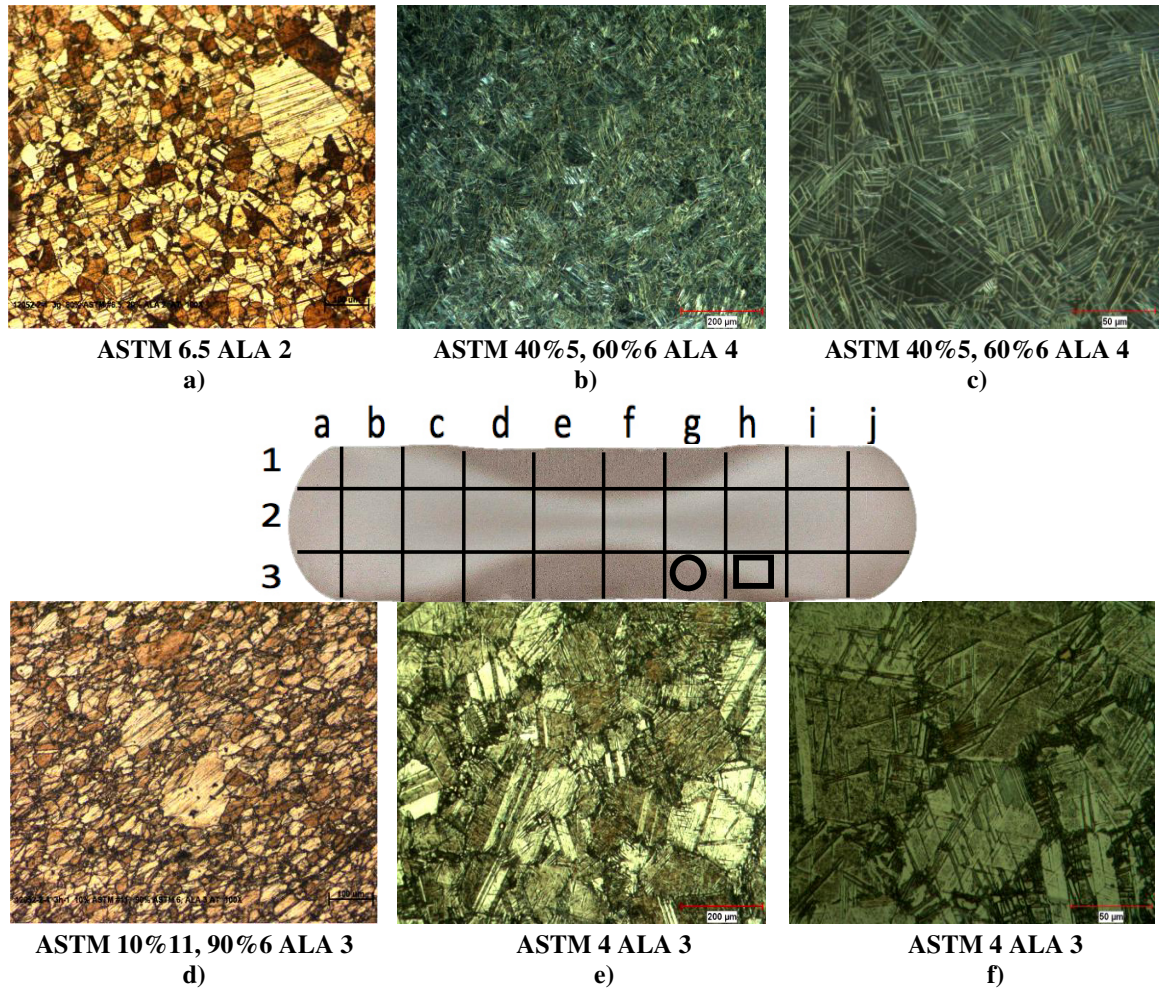


Figura 9.1.8. Imágenes metalográficas vía OM, a), b) y c) pertenecen a la muestra 2-4 3G (círculo), antes del TT DP718 100X, después del TT DP718 100X y después de TT DP718 400X, respectivamente. d), e) y f), pertenecen a la muestra 2-4 3H (rectángulo), antes del TT DP718, después del TT DP718 100X y después de TT DP718 400X, respectivamente.

De manera comparativa se presentan las metalografías de las muestras 3C y 3D de las lajas 2-3 y 2-4 sin TT DP718 en la

Figura 9.1.9 y en la

Figura 9.1.10, respectivamente. En a) y b) de la

Figura 9.1.9 se presenta la muestra 3C de la laja 2-3 con un tamaño de grano ASTM 80%7, 20%10 ALA 5 y en c) y d) se observa la muestra 3D con un tamaño de grano ASTM 7 ALA 5, ambas únicamente deformación industrial a dos pasos, sin embargo, claramente se observa la ausencia de la fase delta δ Widmanstätten y la poca presencia de maclas.

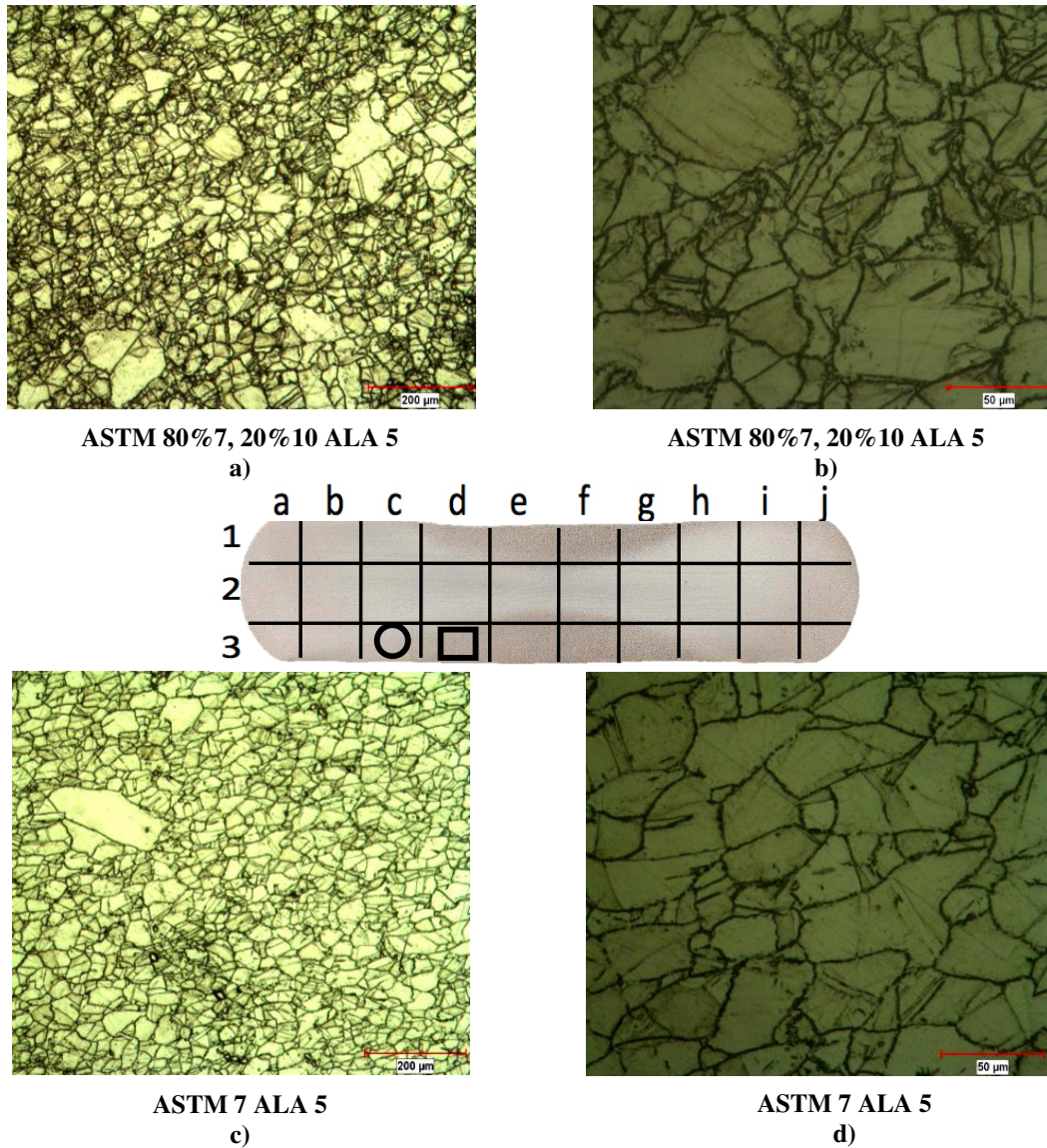


Figura 9.1.9. Imágenes metalográficas vía OM, a) 100X y b) 400X pertenecen a la muestra 2-3 3C (círculo), c) 100X y d) 400X, pertenecen a la muestra 2-3 3D (rectángulo). Ambas sin TT DP718

Por otro lado a) y b) de la

Figura 9.1.10, exhiben las metalografías de la muestra 3C de la laja 2-4 con un tamaño de grano ASTM 70%7, 30%10 y una estructura visiblemente deformada que sigue la dirección de deformación y granos recristalizados en forma de collar alrededor de los granos deformados, esto probablemente por encontrarse en el paso del flujo de deformación, c) y d) por su parte, presentan la muestra 3D con un tamaño de grano ASTM 7 ALA 5 sin un sentido de deformación aparente, ninguna de las dos muestras presentan concentración aparente de la fase δ Widmanstätten. Una vez más queda de manifiesto la

influencia que tiene el flujo de deformación en las microestructuras adyacentes o dentro del flujo.

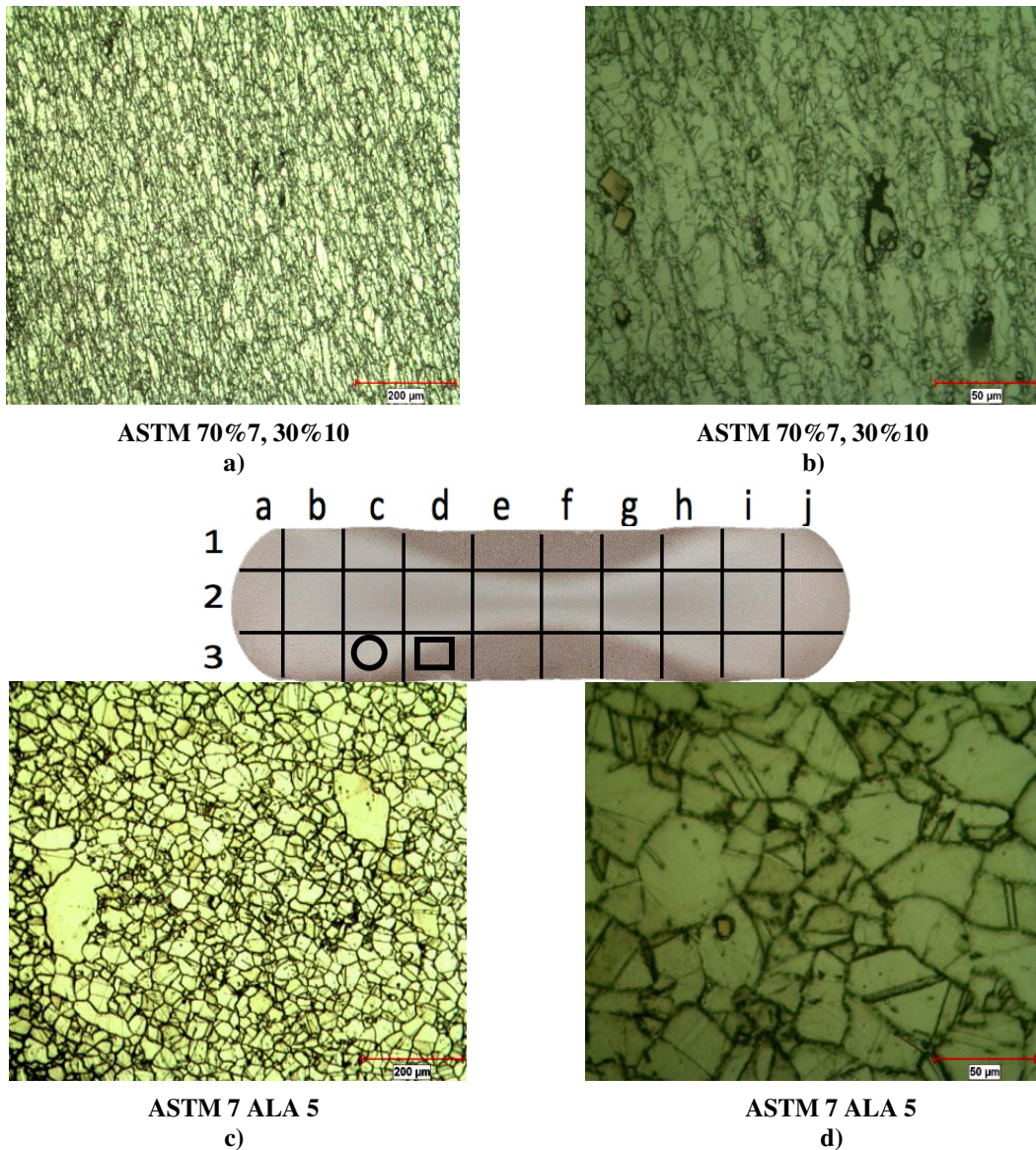


Figura 9.1.10. Imágenes metalográficas vía OM, a) 100X y b) 400X pertenecen a la muestra 2-4 3C (círculo), c) 100X y d) 400X, pertenecen a la muestra 2-4 3D (rectángulo). Ambas sin TT DP718

9.2 Ensayos mecánicos de compresión en caliente

La Figura 9.2.1 muestra las imágenes metalográficas de 1C y 1D después de la compresión en caliente a 1020 y 960°C respectivamente, a) a 100X y b) a 400X presentan un tamaño de grano ASTM 90% 4, 10% 8 que es menor al medido con solo tratamiento DP718 y una menor concentración de maclas en la zona 1C, así también, d) a 100X y e) a

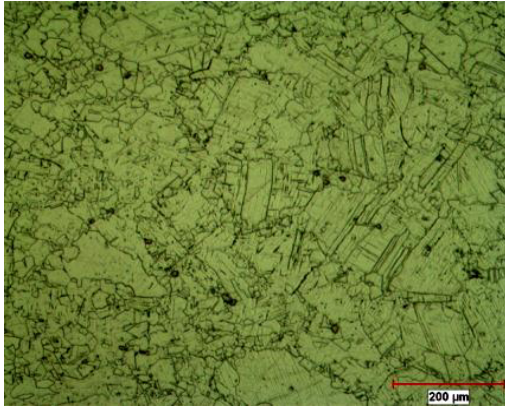
400X muestran una reducción en el tamaño de grano a ASTM 70%4, 30%5 de la región 1D.

Ambas probetas mostraron reducción de tamaño de grano a pesar de haber sido deformadas a una velocidad de $0.001s^{-1}$, y estar expuestas a temperaturas elevadas durante todo el tiempo del ensayo, este comportamiento indica que la presencia de la fase delta sobre todo en los límites de grano tiene un efecto de anclaje en el crecimiento de grano durante la deformación en caliente de la IN718, esto es consistente con resultados reportados [17].

Las curvas de esfuerzo verdadero-deformación verdadera en c), presentan un comportamiento de pico simple, que hace alusión a la recristalización dinámica, en a) y b) correspondiente a 1C se observan granos recristalizado de collar y una disolución de la fase delta debido al tiempo que tarda el ensayo a la temperatura de $1020^{\circ}C$ que esta por arriba de la temperatura de delta solvus que se ha reportado alrededor de $1000^{\circ}C$ [1,46], d) y e) propias de 1D, presentan una mayor concentración de la fase delta en los límites de grano en lugar de granos de collar a diferencia de 1C.

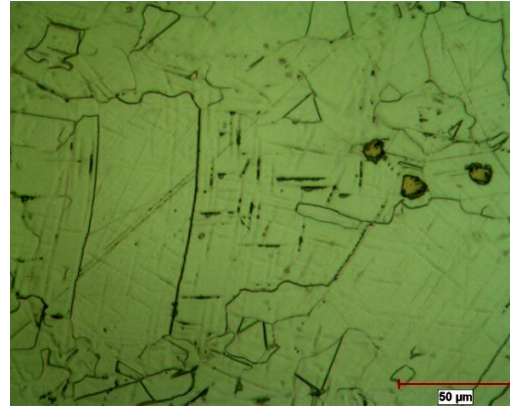
Sin embargo, la curva referente a 1D deformada a $960^{\circ}C$ reporta un comportamiento poco común, donde en primera instancia, se observa un trabajo de endurecimiento que apunta a la lenta velocidad de deformación y al lento movimiento de dislocaciones que al chocar con los obstáculos como límites de grano y la fase δ (que se encuentra por debajo de la temperatura de delta δ solvus y mantiene una alta concentración) produce un incremento en el esfuerzo por la alta acumulación de energía permitiendo la nucleación de nuevos granos recristalizados, viéndose reflejado en un decremento del esfuerzo hasta alcanzar la estabilidad y después una caída que sugiere el crecimiento de algunos nuevos granos recristalizados.

En contraste, la curva referente a 1C (deformada arriba de delta δ solvus y con menos concentración de la fase delta δ), muestra un trabajo de endurecimiento hasta la saturación y un decremento paulatino debido a la recristalización hasta alcanzar la estabilidad.



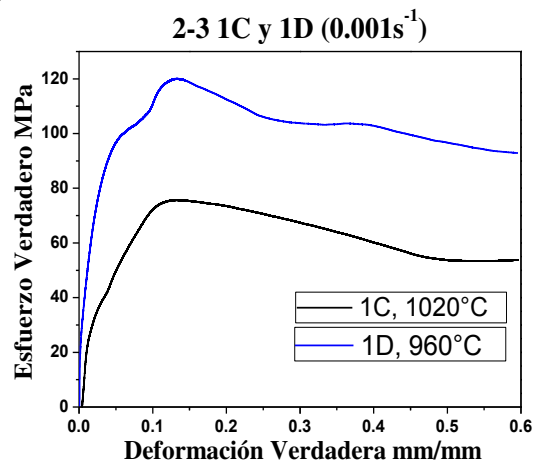
ASTM 90%4, 10%8, 100X

a)

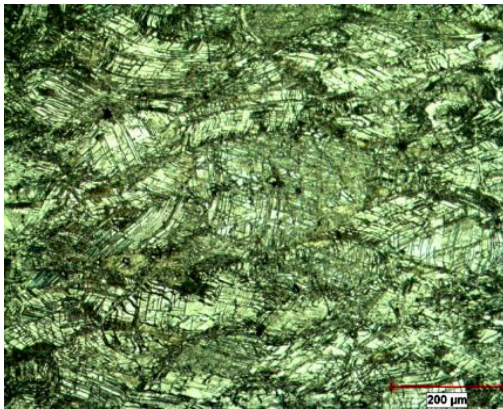


ASTM 90%4, 10%8, 400X

b)

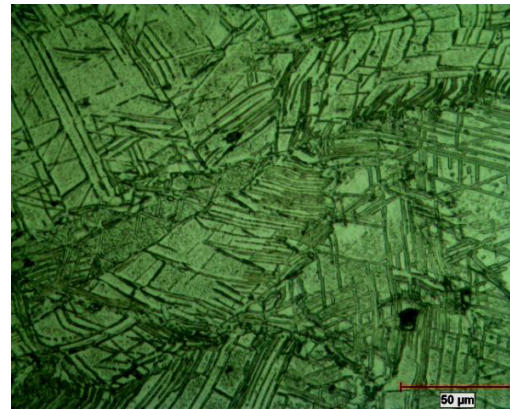


c)



ASTM 70%4, 30%

d)



ASTM 70%4, 30%

e)

Figura 9.2.1. Imágenes metalográficas vía OM, a) y b) pertenecen a la muestra 2-3 1C, después del TT DP718 con deformación, 100X y 400X, respectivamente. d) y e), pertenecen a la muestra 2-3 1D, después del TT DP718 con deformación, 100X y 400X, respectivamente, c) Gráfica Esfuerzo Verdadero – Deformación Verdadera

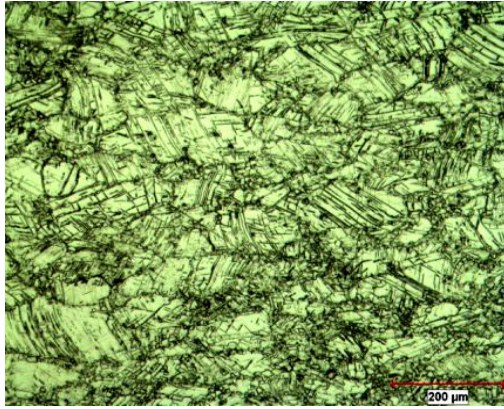
La disminución en el tamaño de grano es consistente en las zonas 1H y 1I, como se observa en la Figura 9.2.2, en a) y d) se exponen las mediciones de ASTM 60% 4, 30% 5,

10% 10 y ASTM 60% 4, 10% 5, 30% 10, respectivamente, la probeta deformada de la zona II a 960°C contiene una mayor concentración de fase δ deformada en los límites de grano que en la zona 1H deformada a 1020°C y un perfil de grano deformado en dirección de la deformación, ambas zonas presentan concentración de maclas y granos recristalizados de collar en los límites de grano.

La deformación se llevó a cabo a una velocidad de 0.01s^{-1} y ambas curvas presentan comportamiento común de pico simple como lo muestra c) donde se observa claramente la relación del esfuerzo que incrementa cuando aumenta la velocidad de deformación y cuando disminuye la temperatura de deformación [8,10], no obstante, se observa una marcada diferencia en el porcentaje de recristalización que presenta cada curva debido a la temperatura de compresión de cada ensayo que afecta directamente también al acumulado de la fase δ .

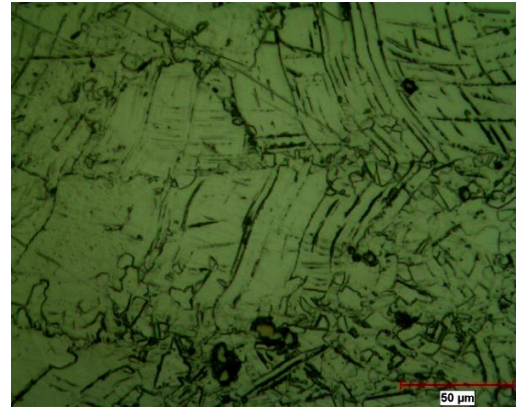
Las muestras 2A y 2J de la laja 2-3 presentadas en la Figura 9.2.3, exhiben una microestructura muy similar con un tamaño de grano ASTM 70%4, 30%5, solo un poco más fina que después del TT DP718 (véase la Figura 9.1.5), donde se observa una gran concentración de fase delta δ Widmanstätten aún después de la deformación en caliente en ambas muestras, esto sugiere que a pesar que la muestra 2A se deformó a 1020°C arriba de delta solvus, el tiempo que tarda el ensayo no es suficiente para disolver la fase delta δ .

Las curvas esfuerzo verdadero–deformación verdadera presentan un comportamiento de pico simple típico de las superaleaciones y de los metales con baja SFE, que insinúa recristalización dinámica en lugar de recuperación y un esfuerzo máximo superior al alcanzado por las muestras pasadas que son dependientes de la velocidad y temperatura de deformación, como se puede observar en c).



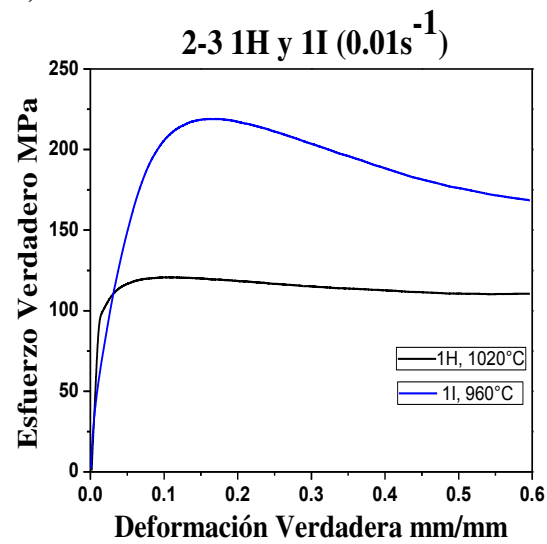
ASTM 60%4, 30%5 10%10, 100X

a)

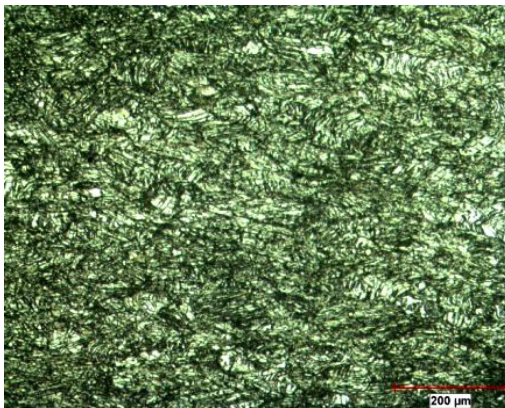


ASTM 60%4, 30%5 10%10, 400X

b)

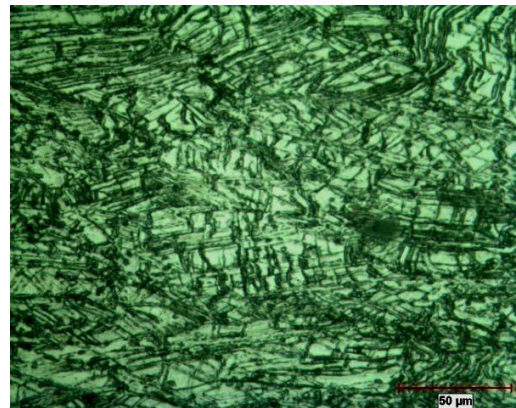


c)



ASTM 60%4, 40%5, 100X

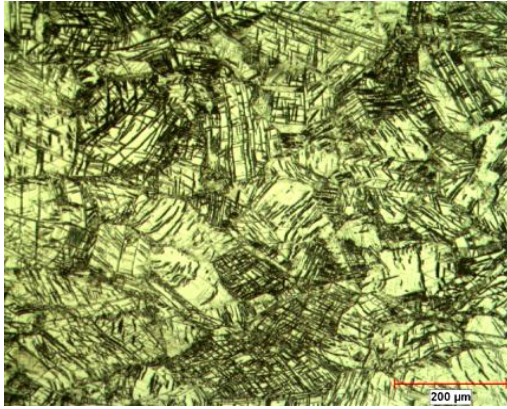
d)



ASTM 60%4, 40%5, 400X

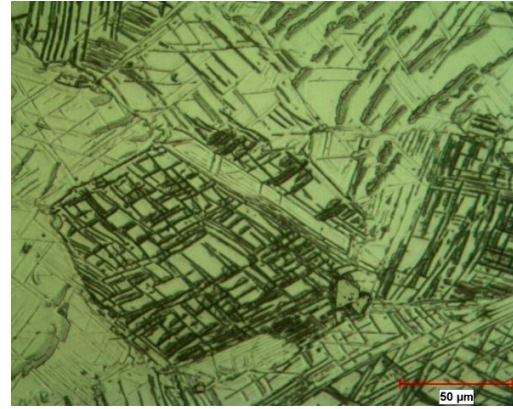
e)

Figura 9.2.2. Imágenes metalográficas vía OM, a) y b) pertenecen a la muestra 2-3 1H, después del TT DP718 con deformación, 100X y 400X, respectivamente. d) y e), pertenecen a la muestra 2-3 1I, después del TT DP718 con deformación, 100X y 400X, respectivamente, c) Gráfica Esfuerzo Verdadero – Deformación Verdadera



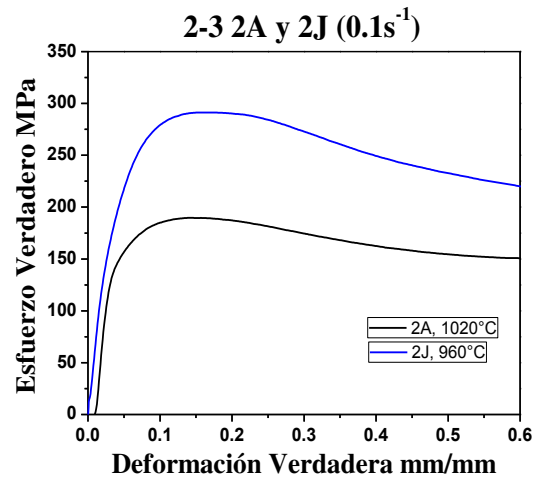
ASTM 70%4, 30%5, 100X

a)

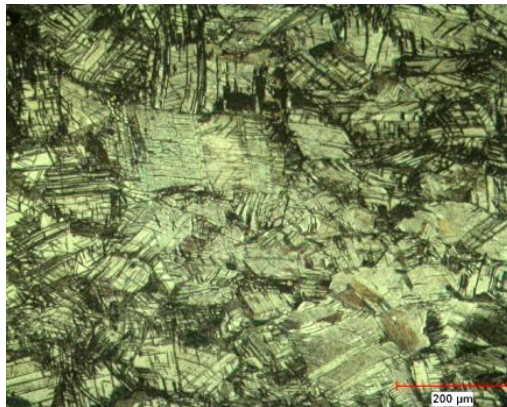


ASTM 70%4, 30%5, 400X

b)

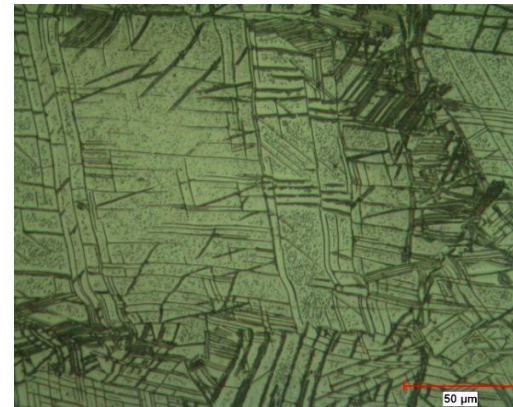


c)



ASTM 70%4, 30%5, 100X

d)



ASTM 70%4, 30%5, 400X

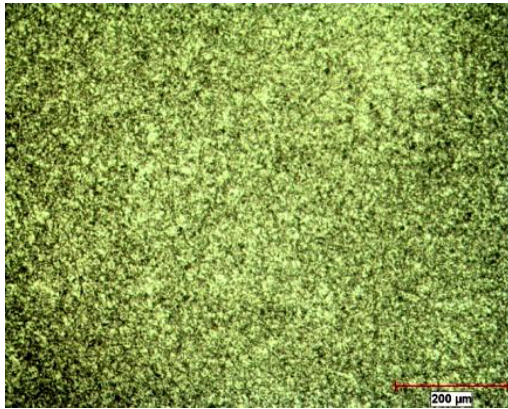
e)

Figura 9.2.3. Imágenes metalográficas vía OM, a) y b) pertenecen a la muestra 2-3 2A, después del TT DP718 con deformación, 100X y 400X, respectivamente. d) y e), pertenecen a la muestra 2-3 2J, después del TT DP718 con deformación, 100X y 400X, respectivamente, c) Gráfica Esfuerzo Verdadero – Deformación Verdadera

Las muestras 3C y 3D fueron ensayadas sin TT DP718 previo y se presentan a modo de comparación en la Figura 9.2.4, a) 3C exhibe un tamaño ASTM 10 uniforme y d) 3D un tamaño ASTM 90%7, 10% 10, ambas con cierto porcentaje de granos recristalizados en los límites de grano sobre todo 3D y ausencia de visible de la fase delta δ .

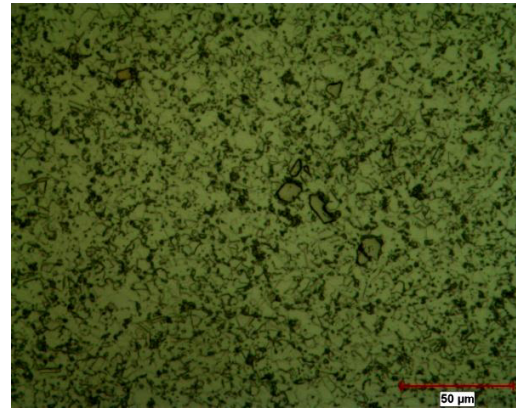
Las curvas de esfuerzo verdadero–deformación verdadera se pueden observar en c), donde se aprecia un comportamiento distinto de cada muestra debido a los parámetros de deformación, es decir, 3C deformada a 960°C y 0.01s^{-1} alcanza un valor máximo de esfuerzo superior alrededor de 100Mpa en comparación de la muestra 3D deformada a 1020°C y 0.001s^{-1} , pero menor que la muestra 1I (ver la Figura 9.2.2) con las mismas condiciones de deformación, esto apunta a la influencia de la saturación de la fase delta δ que eleva la resistencia interna del material a ser deformado y se refleja en el aumento de el esfuerzo verdadero, por otro lado, el comportamiento de 1I de pico simple en comparación de 3C, sugiere que el contenido de fase delta δ puede promover la recristalización dinámica durante el ensayo.

Sin embargo, la muestra 3D presenta un comportamiento peculiar similar al de la primera parte de la curva de la muestra 1D (véase la Figura 9.2.1) aunque con diferencias muy marcadas, esto es, la muestra 1D se deformó a la misma velocidad pero a 960°C incrementando el esfuerzo máximo verdadero en comparación con 3D, asimismo, se observa que el movimiento de dislocaciones en la primera parte de la curva antes de incrementar nuevamente el esfuerzo, es mucho más prolongada hasta alcanzar una deformación aproximada de 0.15 en comparación de 0.05 de 1D, debido a la lenta velocidad del ensayo y sobre todo a la elevada temperatura de 1020°C la cual afecta directamente a la resistencia del material a ser deformado y permite una mayor libertad de movimiento de las dislocaciones, conjuntamente, un incremento de esfuerzo se ve reflejado al alcanzar una deformación de 0.25 probablemente producido por el choque de las dislocaciones con obstáculos como límites de grano y precipitados γ' , γ'' y δ que no se distinguen en las metalografías vía OM, no obstante, la curva no presenta una caída de esfuerzo como 1D, que señala la ausencia de saturación de la fase delta δ y por lo tanto, una menor acumulación de energía para promover suficiente recristalización dinámica observable en la curva.



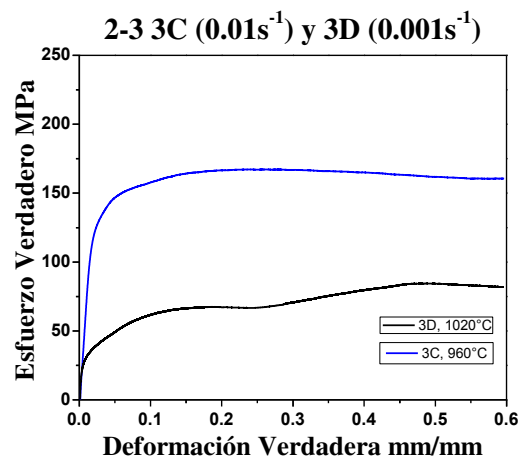
ASTM 10 UNIFORME, 100X

a)

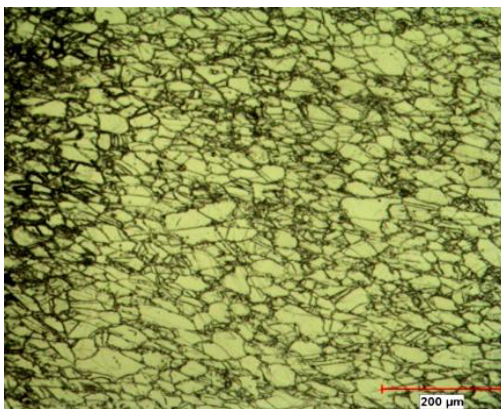


ASTM 10 UNIFORME, 400X

b)

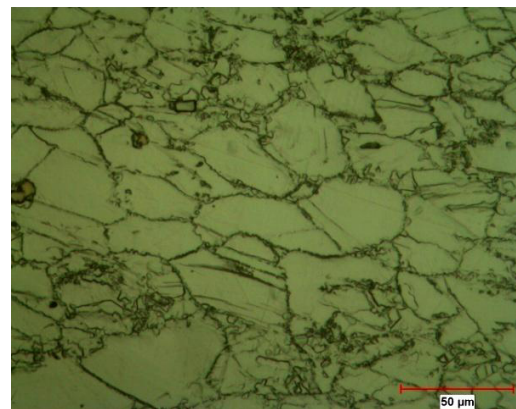


c)



ASTM 90%7, 10%10, 100X

d)



ASTM 90%7, 10%10, 400X

e)

Figura 9.2.4. Imágenes metalográficas vía OM, a) y b) pertenecen a la muestra 2-3 3C, después del TT DP718 con deformación, 100X y 400X, respectivamente. d) y e), pertenecen a la muestra 2-3 3D, después del TT DP718 con deformación, 100X y 400X, respectivamente, c) Gráfica Esfuerzo Verdadero – Deformación Verdadera

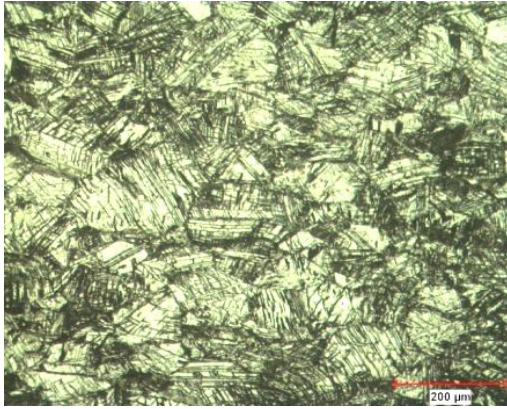
Después de la deformación a $960^{\circ}C$, 3H manifiesta nuevamente una disminución en el tamaño de grano ASTM 50%4, 40%5, y una gran concentración de la fase δ como lo

muestra a) en la Figura 9.2.5, por su parte, 3I deformada a 1020°C presenta un tamaño de grano ASTM 40%6, 60% 7 ALA 5 y en apariencia una menor concentración de la fase δ , ambas probetas deformadas a una velocidad de $1s^{-1}$.

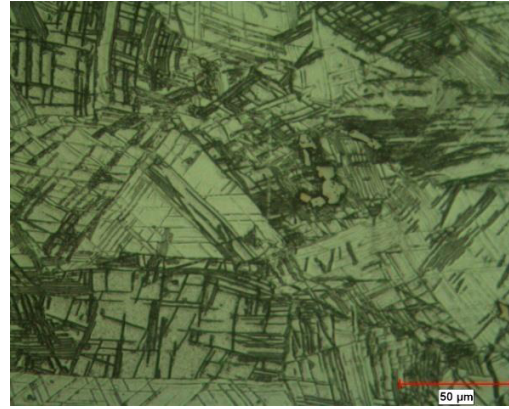
Las curvas tienen un comportamiento muy similar a las curvas de las zonas 1H y 1I, con la diferencia de alcanzar valores de esfuerzo máximo superiores alrededor de 100MPa, cabe señalar que el pico de deformación correspondiente al pico de esfuerzo decrece conforme decrece la velocidad de deformación [15]. Ambas zonas muestran granos recristalizados en su mayoría de collar en los límites, sin embargo d) y e) de la zona 3I presentan un mayor porcentaje de granos recristalizados con una menor concentración aparente de la fase delta δ .

Las muestras 2-4 1C y 1D se observan en la Figura 9.2.6, a) 1C presenta un tamaño de grano más fino después del ensayo de compresión en caliente ASTM 60%6, 40%9 ALA5, donde se aprecia una menor concentración de la fase delta δ y granos recristalizados de collar en los límites de grano, por otra parte, d) 1D exhibe un tamaño de grano ASTM 60%6, 30%7 ALA 5 y una densidad mayor de fase delta δ que es consistente con los resultados observados en las muestras 2-3 1C y 1D de la Figura 9.2.1 al tener los mismos parámetros de deformación.

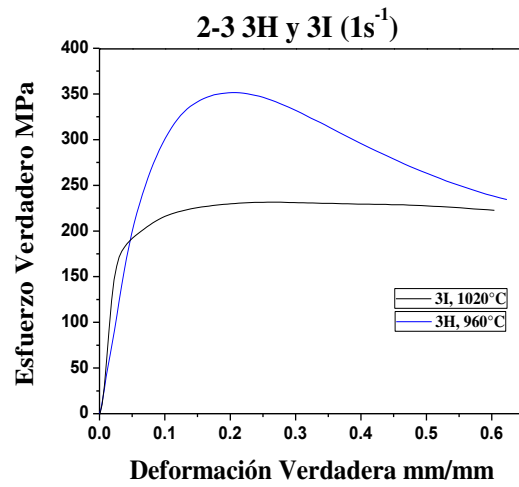
El comportamiento de las curvas esfuerzo verdadero–deformación verdadera, presentadas en c) también son consistentes con las curvas de la muestras 2-3 1C y 1D ya que fueron deformadas con los mismos parámetros, esto hace pensar que el historial termomecánico anterior al TT DP718, no influye en el comportamiento del material reflejado en las curvas, pero si en el tamaño de grano después de la deformación industrial y que a su vez afecta en el tamaño de grano después del TT DP718.



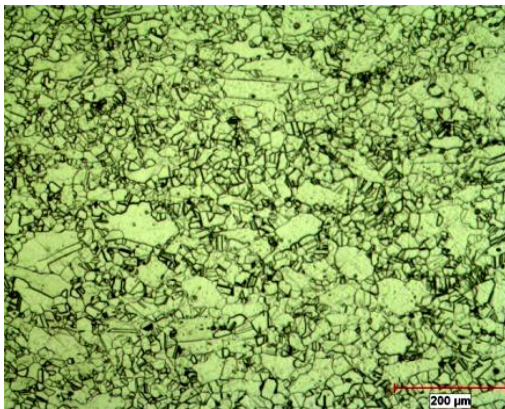
ASTM 60%4, 40%5, 100X
a)



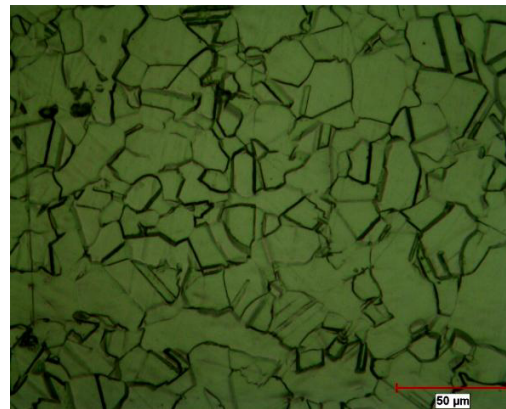
ASTM 60%4, 40%5, 400X
b)



c)

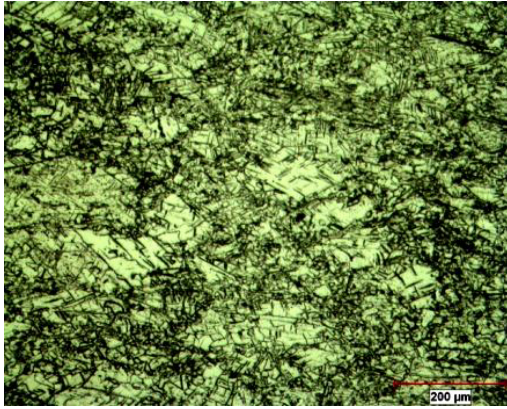


ASTM 40%6, 60%7 ALA 5, 100X
d)



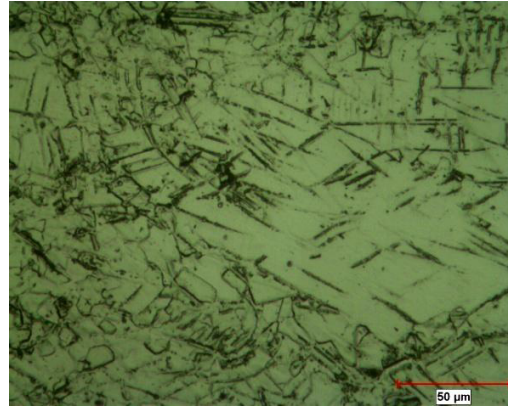
ASTM 40%6, 60%7 ALA 5, 400X
e)

Figura 9.2.5. Imágenes metalográficas vía OM, a) y b) pertenecen a la muestra 2-3 3H, después del TT DP718 con deformación, 100X y 400X, respectivamente. d) y e), pertenecen a la muestra 2-3 3I, después del TT DP718 con deformación, 100X y 400X, respectivamente, c) Gráfica Esfuerzo Verdadero – Deformación Verdadera



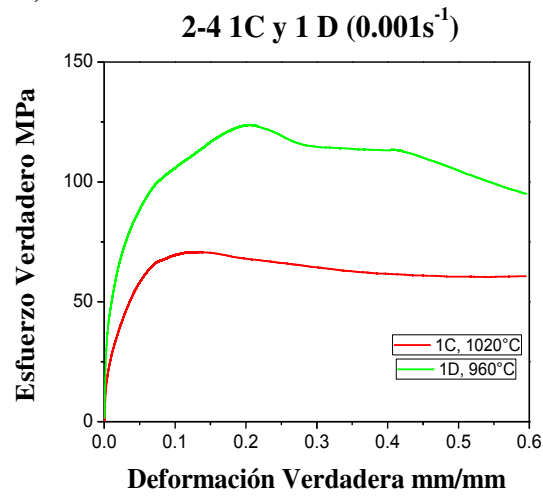
ASTM 60%6, 40%9 ALA 5, 100X

a)

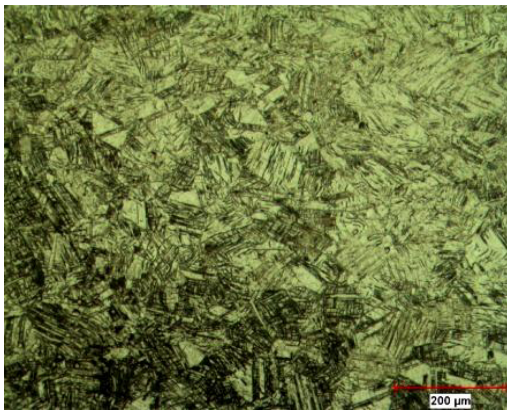


ASTM 60%6, 40%9 ALA 5, 400X

b)

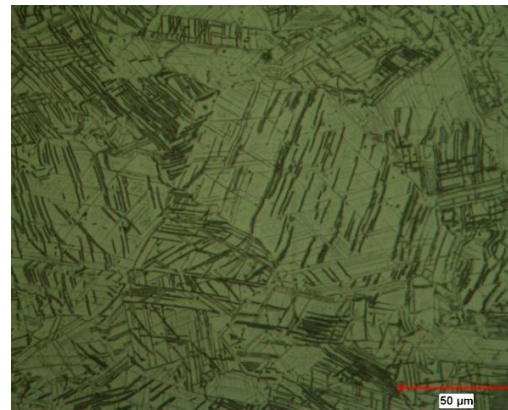


c)



ASTM 70%6, 30%7 ALA 5, 100X

d)



ASTM 70%6, 30%7 ALA 5, 400X

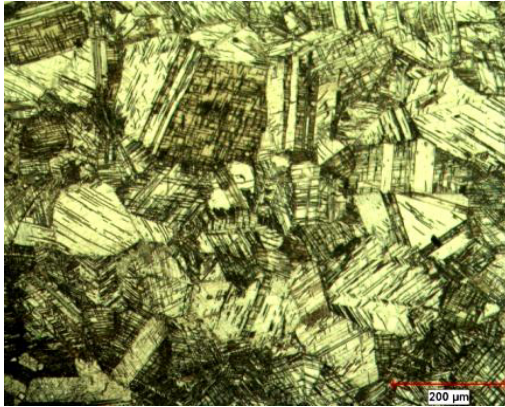
e)

Figura 9.2.6. Imágenes metalográficas vía OM, a) y b) pertenecen a la muestra 2-4 1C, después del TT DP718 con deformación, 100X y 400X, respectivamente. d) y e), pertenecen a la muestra 2-4 1D, después del TT DP718 con deformación, 100X y 400X, respectivamente, c) Gráfica Esfuerzo Verdadero – Deformación Verdadera

La Figura 9.2.7 presenta las imágenes metalográficas de las muestras 2-4 2A y 2J donde en a) se puede observar la muestra 2A con un tamaño de grano ASTM 60%3, 40%4 ALA 2 muy similar al grano medido antes de la deformación (ver la Figura 9.1.6), en a) y b) se observa la presencia de bandas intercruzadas de la fase delta δ Widmanstätten en los límites de grano y a través de ellos incluso dentro de las maclas, por su parte, 2J presenta una microestructura visiblemente más fina que 2A con un tamaño de grano ASTM 70%7, 30%9 ALA 6 y concentración de la fase delta δ deformada como se aprecia en d) y e).

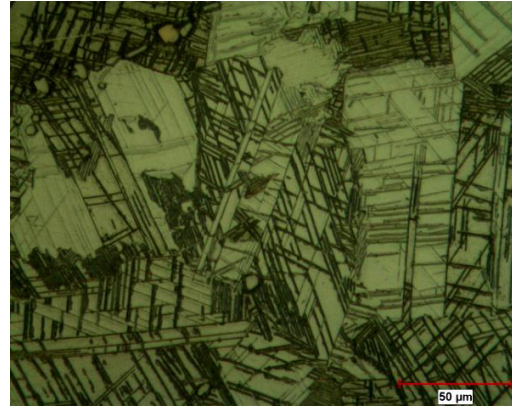
Las curvas esfuerzo verdadero–deformación verdadera presentadas en c) manifiestan un comportamiento de pico simple muy similar a las curvas de las muestras 2-3 2A y 2J, con la diferencia que 2-4 2A alcanza un esfuerzo máximo verdadero alrededor de 50 MPa más que la muestra 2-3 2A con las mismas condiciones de deformación, esto señala a la visible diferencia en la microestructura en ambas muestras, es decir, la muestra 2-4 2A presenta un tamaño de grano más fino que la muestra 2-3 2A, lo cual afecta al libre movimiento de las dislocaciones durante la deformación que al toparse con más límites de grano, así como, con la presencia de la fase delta δ en los límites de grano que sirven como obstáculos, aumentan la resistencia interna del material a deformarse y esto a su vez aumenta el esfuerzo medido en las curvas de flujo del esfuerzo verdadero.

Las muestras 2-4 1G y 1H se presentan en a) y d) de la Figura 9.2.8, con tamaños de grano ASTM 70%3, 30%4 ALA 2 y ASTM 70% 4, 30%5 ALA 3, respectivamente, ambas muestras exhiben un leve refinamiento después de la deformación (véase la Figura 9.1.4), sin embargo, la muestra 1G deformada a 960°C presenta una microestructura con granos notoriamente deformados y presencia de la fase delta δ en límites de grano también deformada como se aprecia en b), no obstante, la muestra 1H deformada a 1020°C no exhibe granos en apariencia deformados pero si una gran concentración de fase delta δ dentro y sobre todo en límites de grano. Por su parte las curvas de flujo de deformación presentan un comportamiento de pico simple que sugiere que el fenómeno de recristalización dinámica está presente y un esfuerzo máximo verdadero muy similar a las curvas de las muestras 2-3 1H y 1I con las mismas condiciones de deformación.



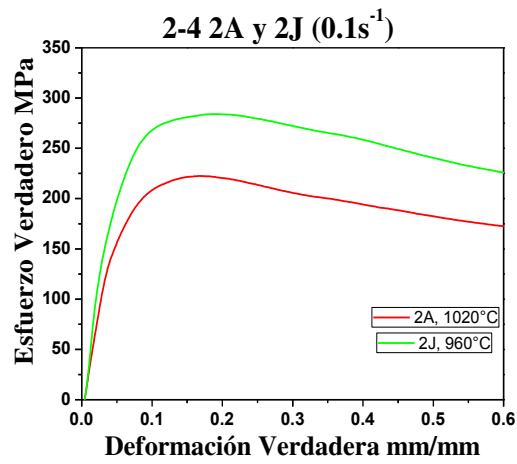
ASTM 60%3, 40%4 ALA 2, 100X

a)

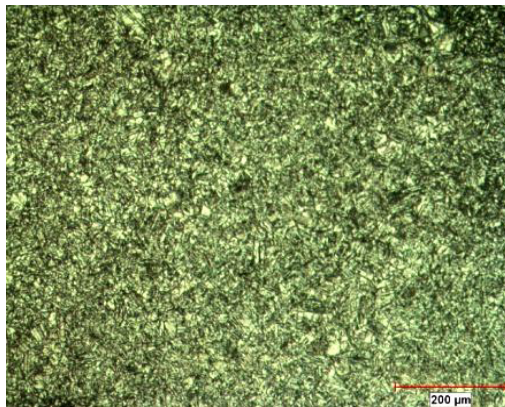


ASTM 60%3, 40%4 ALA 2, 400X

b)

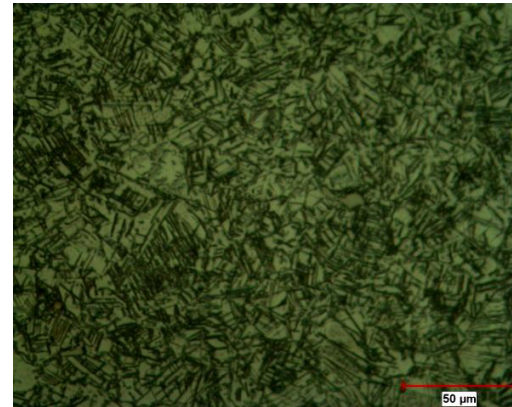


c)



ASTM 70%7, 30%9 ALA 6, 100X

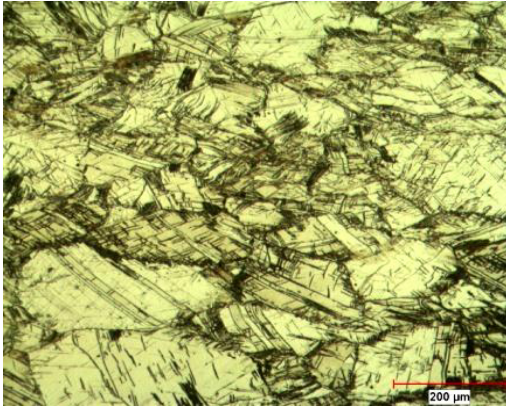
d)



ASTM 70%7, 30%9 ALA 6, 400X

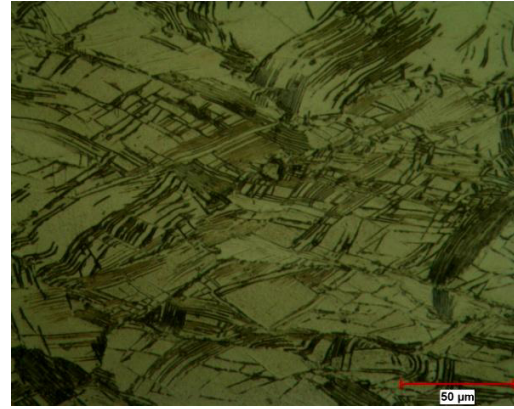
e)

Figura 9.2.7. Imágenes metalográficas vía OM, a) y b) pertenecen a la muestra 2-4 2A, después del TT DP718 con deformación, 100X y 400X, respectivamente. d) y e), pertenecen a la muestra 2-4 2J, después del TT DP718 con deformación, 100X y 400X, respectivamente, c) Gráfica Esfuerzo Verdadero – Deformación Verdadera



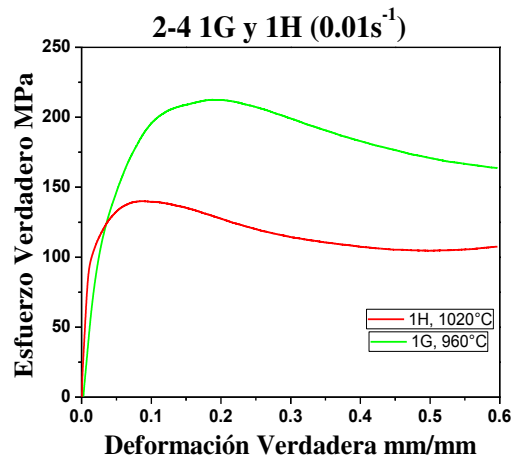
ASTM 70%3, 30%4 ALA 2, 100X

a)

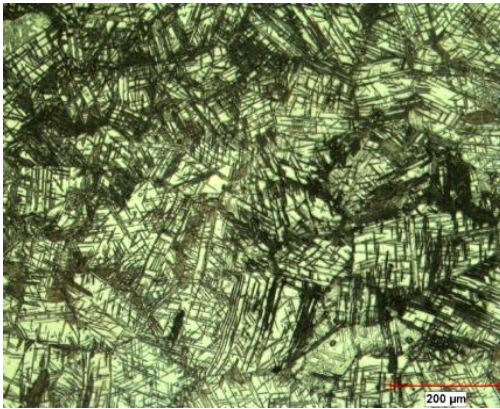


ASTM 70%3, 30%4 ALA 2, 400X

b)

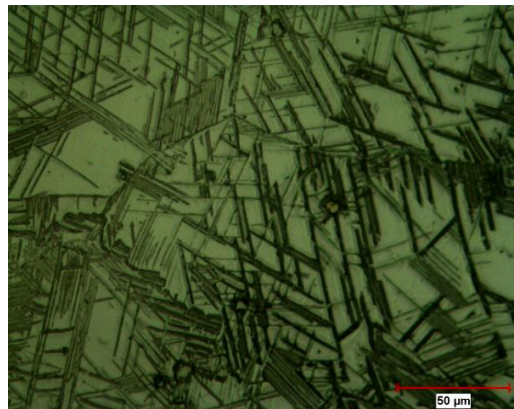


c)



ASTM 70%4, 30%5 ALA 3, 100X

d)



ASTM 70%4, 30%5 ALA 3, 400X

e)

Figura 9.2.8. Imágenes metalográficas vía OM, a) y b) pertenecen a la muestra 2-4 1G, después del TT DP718 con deformación, 100X y 400X, respectivamente. d) y e), pertenecen a la muestra 2-4 1H, después del TT DP718 con deformación, 100X y 400X, respectivamente, c) Gráfica Esfuerzo Verdadero – Deformación Verdadera

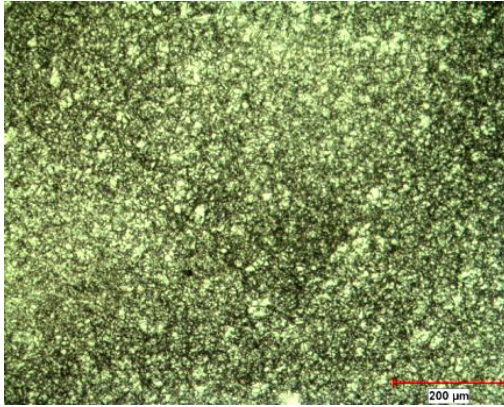
Las muestras 2-4 3C y 3D sin TT DP718, son presentadas en la Figura 9.2.9, a) y b) exhiben las imágenes metalográficas de 3C donde se observa una microestructura con granos sin tanta deformación aparente y más finos que antes del ensayo de compresión en caliente (véase la

Figura 9.1.10) con un tamaño de grano ASTM 10 ALA 8 y la ausencia de la fase delta δ . Por otra parte, la muestra 3D presenta un tamaño de grano ASTM 60%7, 40%9 ALA 5 y también un refinamiento después del ensayo y ausencia visible de la fase delta δ .

Conjuntamente c) presenta las curvas obtenidas después del ensayo, en las cuales se puede observar un comportamiento muy parecido al de las muestras 2-3 3C y 3D con las mismas condiciones de deformación, sin embargo, la muestra 2-4 3C deformada a 960°C muestra un esfuerzo máximo verdadero inferior al de la muestra 2-3 3C alrededor de 50 Mpa, esto sugiere que el historial de trabajo termomecánico industrial de solo un paso de deformación, puede influenciar el comportamiento del material en el ensayo, es decir, en la ausencia del TT DP718 el material permanece con la microestructura final después de la deformación industrial a un paso, con granos deformados y energía almacenada como se aprecia en la

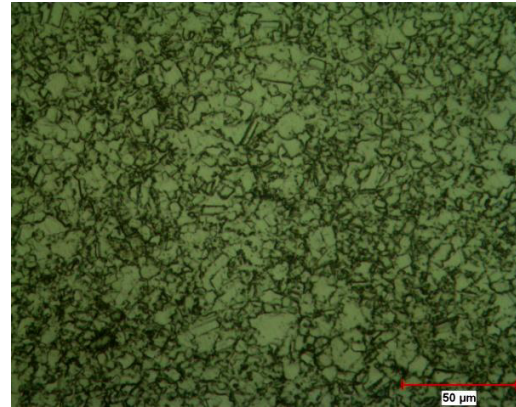
Figura 9.1.10, sin embargo, al ser sometido al ensayo de compresión en caliente existe una relevación de esfuerzos debido al incremento de la temperatura y que al momento de la deformación permite que las dislocaciones se muevan más fácilmente a comparación de la muestra 2-3 3C, que fue deformada a dos pasos y que equivale también a dos procesos de calentamiento en el cual existe relevación de esfuerzos antes del ensayo de compresión en caliente final.

Por otro lado, las muestras 2-3 3D y 2-4 3D se comportan de manera muy similar alcanzando valores de esfuerzo máximo verdadero alrededor de 75 Mpa, aún con un historial termomecánico diferente previo al ensayo final, sin embargo, cabe señalar que las condiciones de deformación de 1020°C y 0.001s⁻¹, influyen directamente, esto es, la temperatura de deformación es mayor y la velocidad de deformación es menor que en la muestra 3C, por lo cual, el tiempo del ensayo aumenta y permite la relevación de esfuerzo, el reacomodo y mayor libertad de movimiento de las dislocaciones en ambas muestras.



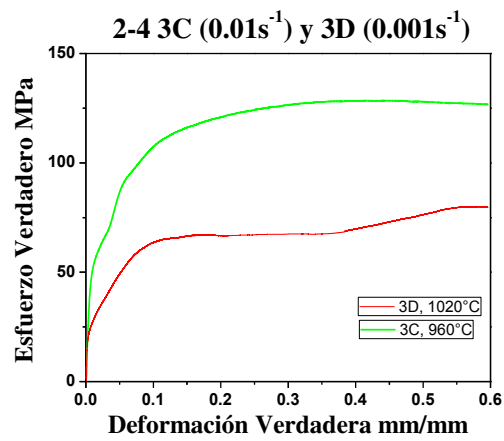
ASTM 10 ALA 8, 100X

a)

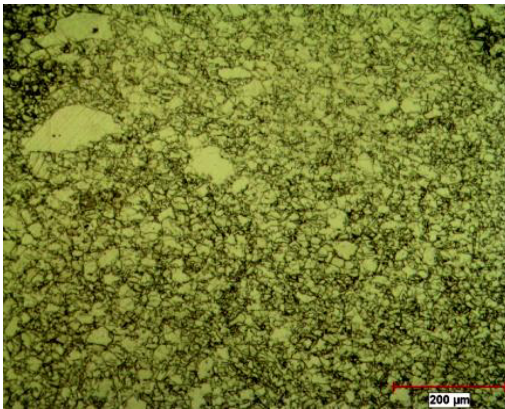


ASTM 10 ALA 8, 400X

b)



c)



ASTM 60%7, 40%9 ALA 5, 100X

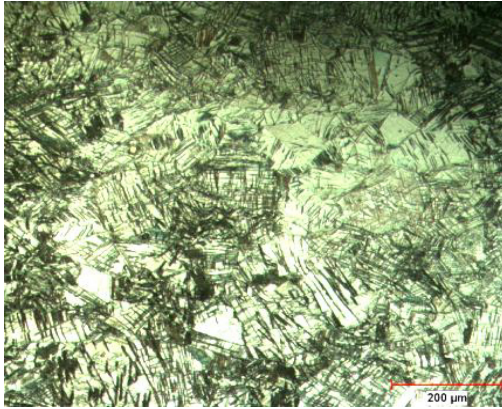
d)



ASTM 60%7, 40%9 ALA 5, 400X

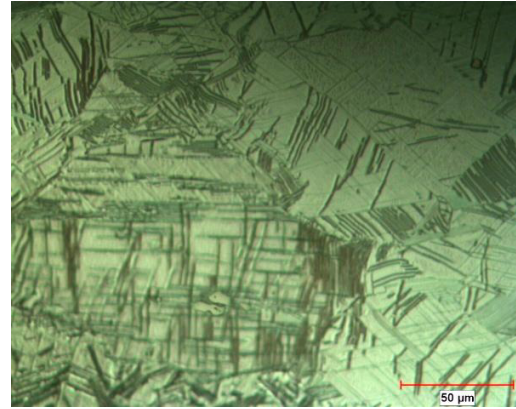
e)

Figura 9.2.9. Imágenes metalográficas vía OM, a) y b) pertenecen a la muestra 2-4 3C, después del TT DP718 con deformación, 100X y 400X, respectivamente. d) y e), pertenecen a la muestra 2-4 3D, después del TT DP718 con deformación, 100X y 400X, respectivamente, c) Gráfica Esfuerzo Verdadero – Deformación Verdadera



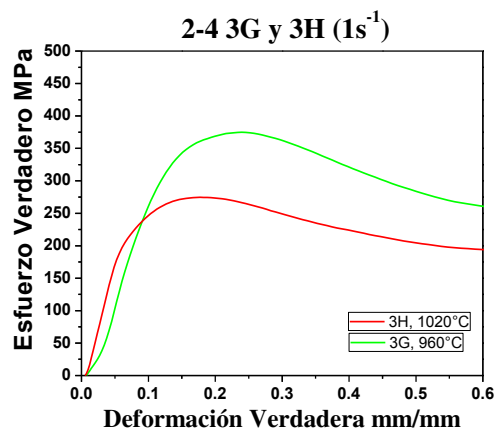
ASTM 40%5, 60%4 ALA 3, 100X

a)

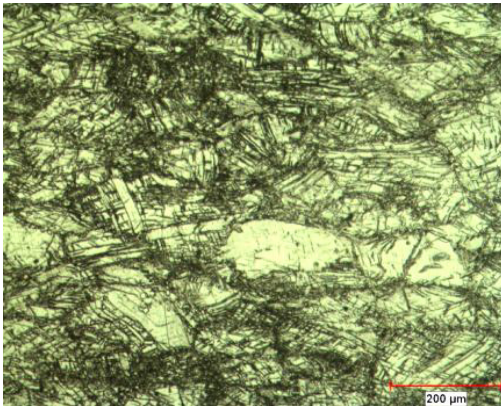


ASTM 40%5, 60%4 ALA 3, 400X

b)

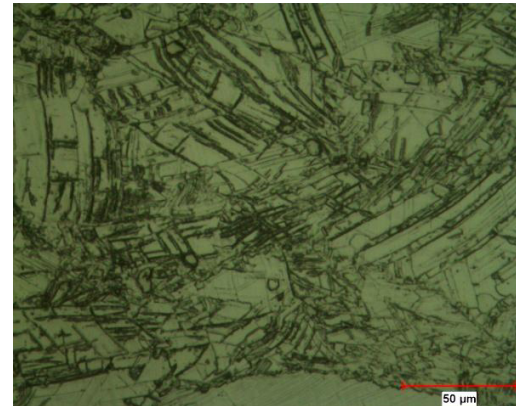


c)



ASTM 80%4, 20 %10, 100X

d)



ASTM 80%4, 20 %10, 400X

e)

Figura 9.2.10. Imágenes metalográficas vía OM, a) y b) pertenecen a la muestra 2-4 3G, después del TT DP718 con deformación, 100X y 400X, respectivamente. d) y e), pertenecen a la muestra 2-4 3H, después del TT DP718 con deformación, 100X y 400X, respectivamente, c) Gráfica Esfuerzo Verdadero – Deformación Verdadera

La Figura 9.2.10 exhibe las microestructuras de las muestras 2-4 3G y 3H con tamaños de grano ASTM 40%5, 60%4 ALA3 y ASTM 80%4, 20%10 en a) y d), respectivamente,

donde en ambas muestras se aprecia una concentración de la fase delta δ dentro y sobre todo en los límites de grano, en c) se puede observar el comportamiento de las curvas de fluencia con un comportamiento de pico simple y un valor de esfuerzo máximo verdadero muy similar al de las muestras 2-3 3G y 4H con los mismos criterios de ensayo mecánico de deformación en caliente.

La relación que encuentra la velocidad y temperatura de deformación con el esfuerzo verdadero se puede apreciar en la Figura 9.2.11 y la Figura 9.2.13, donde se observa que, a medida que incrementa la velocidad de deformación también aumenta el esfuerzo máximo verdadero, sin embargo, cuando aumenta la temperatura de deformación también decrece el esfuerzo.

Por otro lado la Figura 9.2.12 y la Figura 9.2.14 presentan el comparativo de la deformación pico y se puede apreciar que los valores de deformación pico más elevados son los alcanzados por las muestras deformadas a 960°C con excepción de la muestra 3I de la laja 2-3, que presenta un comportamiento en la curva de fluencia muy similar al de la muestra 3C de las lajas 2-3 y 2-4 sin TT DP718, que no muestran un pico simple sino un comportamiento asociado con la recuperación dinámica.

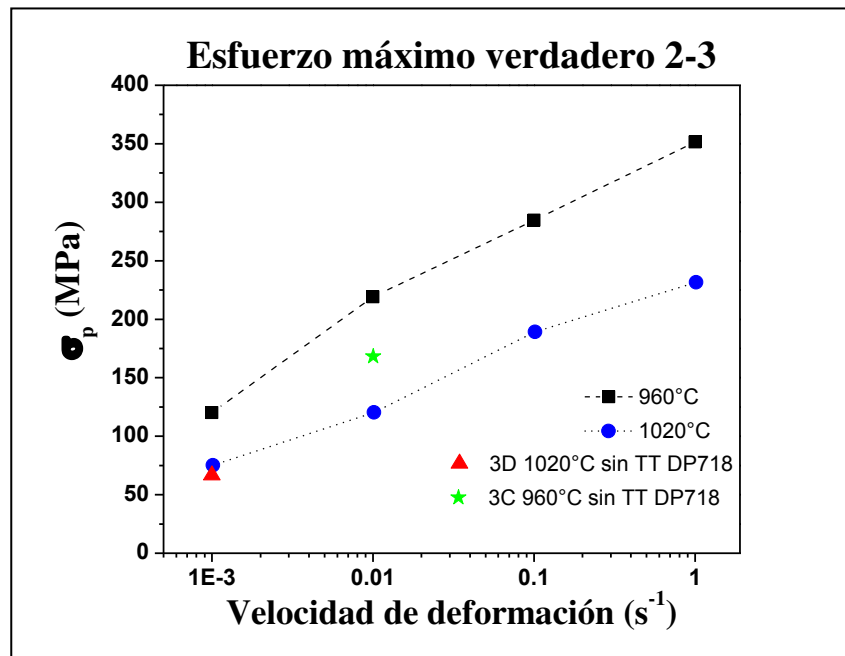


Figura 9.2.11. Comparativa de esfuerzos máximos verdaderos de la laja 2-3

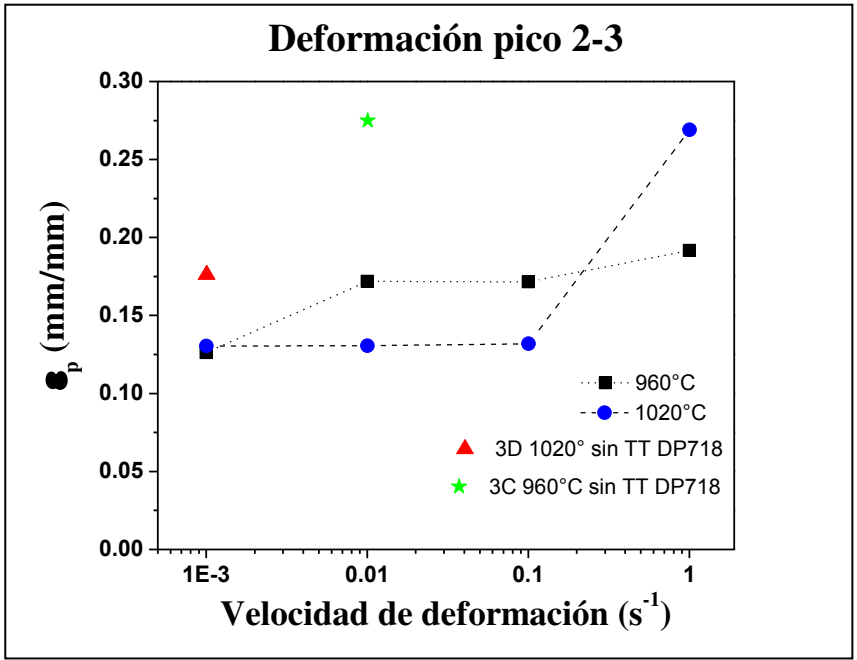


Figura 9.2.12. Comparativo de deformaciones pico de la laja 2-3

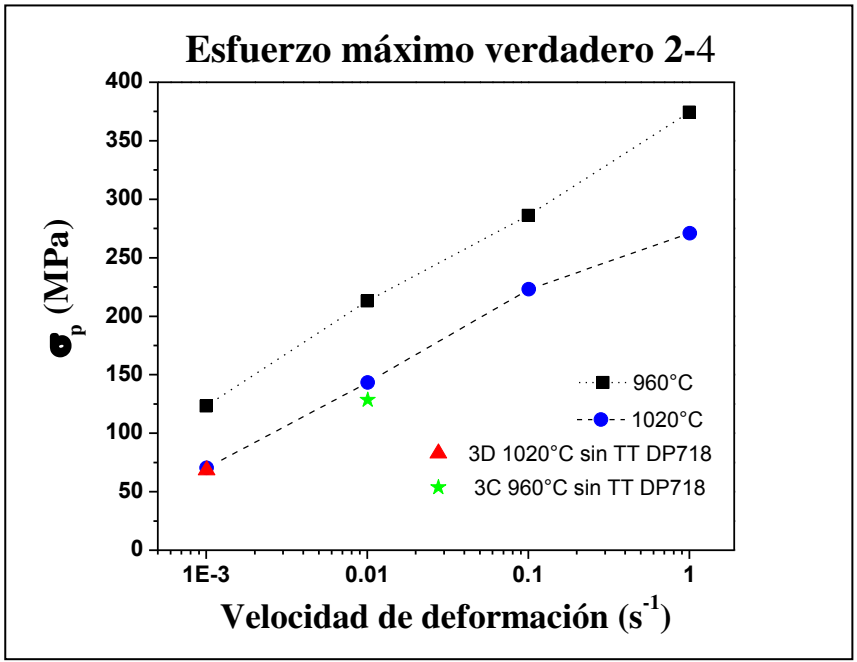


Figura 9.2.13 Comparativa de esfuerzos máximos verdaderos de la laja 2-4

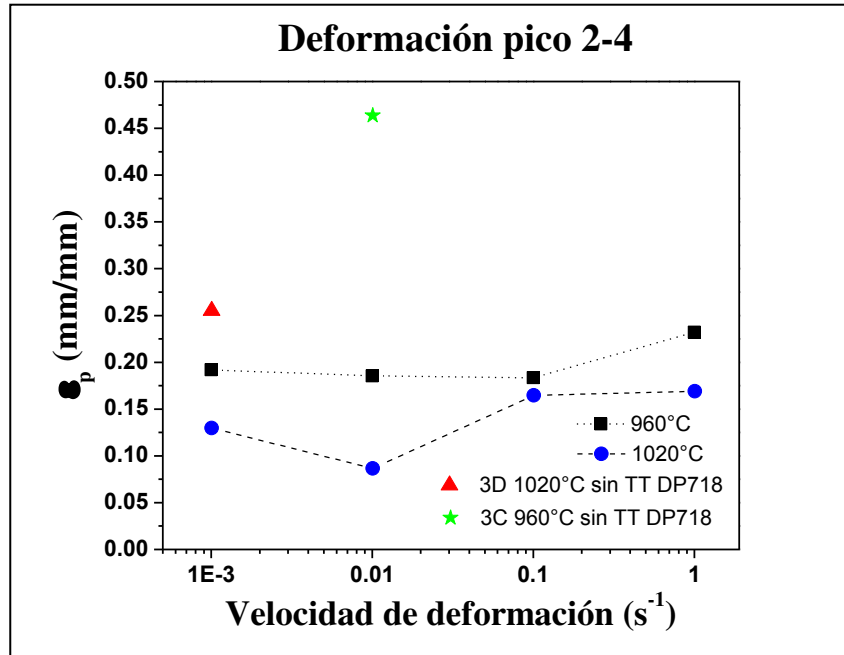


Figura 9.2.14. Comparativo de deformaciones pico de la laja 2-4

9.3 Microscopía electrónica de barrido

Las muestras fueron microanalizadas vía espectrómetro de dispersión de energía (EDX) para obtener un análisis semicuantitativo de algunas partículas, así mismo, relacionando la cantidad de niobio y níquel con respecto a la estequiometría de la fase delta δ (Ni_3Nb) para corroborar su presencia. El porcentaje en peso del Níquel y Niobio de las lajas 2-3 y 2-4 de las partículas analizadas señaladas con elipses y círculos en las figura de SEM (más adelante), se presentan en la Tabla 9 y Tabla 10, respectivamente.

Tabla 9. Microanálisis semicuantitativo EDX de Ni y Nb de la laja 2-3

Muestra	Ni % peso	Nb % peso
1C	51.65	15.8
1D	51.36	22.83
1H	55.1	10.11
1I	53.36	14.57
3H	58.57	19.26
3I	58.43	13.73

Tabla 10. Microanálisis semicuantitativo EDX de Ni y Nb de la laja 2-4

Muestra	Ni % peso	Nb % peso
1C	51.57	5.82
1D	52.49	4.3
1G	59.38	13.18
1H	58.8	12.27
3G	51.4	5.84
3H	34.82	22.18

El tiempo prolongado y la temperatura de ensayo 1020°C, por encima de delta solvus a una velocidad de $0.001s^{-1}$ influyen directamente en la disolución de la fase delta δ como se observa en la Figura 9.3.1 que pertenece a las muestras 2-3 1C y 1D, 1C en a) y b) presentan la poca concentración de fase delta δ después del ensayo, sin embargo, 1D en c) y d) muestran la aún gran concentración bandas δ Widmanstätten con 18.55% de fracción volumétrica obtenida por medio de un método de intersección con imágenes metalográficas SEM [5, 124] después de la deformación, el recuadro en c) muestra las fracturas de la fase δ ocasionadas por la deformación [18].

Las muestras 2-4 1C y 1D son presentadas por la Figura 9.3.2, donde se observa una similitud con las muestras 2-3 1C y 1D, en la concentración de fase delta δ después del ensayo, a) y b) muestran la disolución de la fase delta δ debido a la temperatura de deformación arriba de delta solvus, sin embargo, c) y d) presentan un crecimiento cruzado de bandas delta δ Widmanstätten y una vez más las fracturas y disolución de la fase delta δ en el recuadro y la flecha, respectivamente.

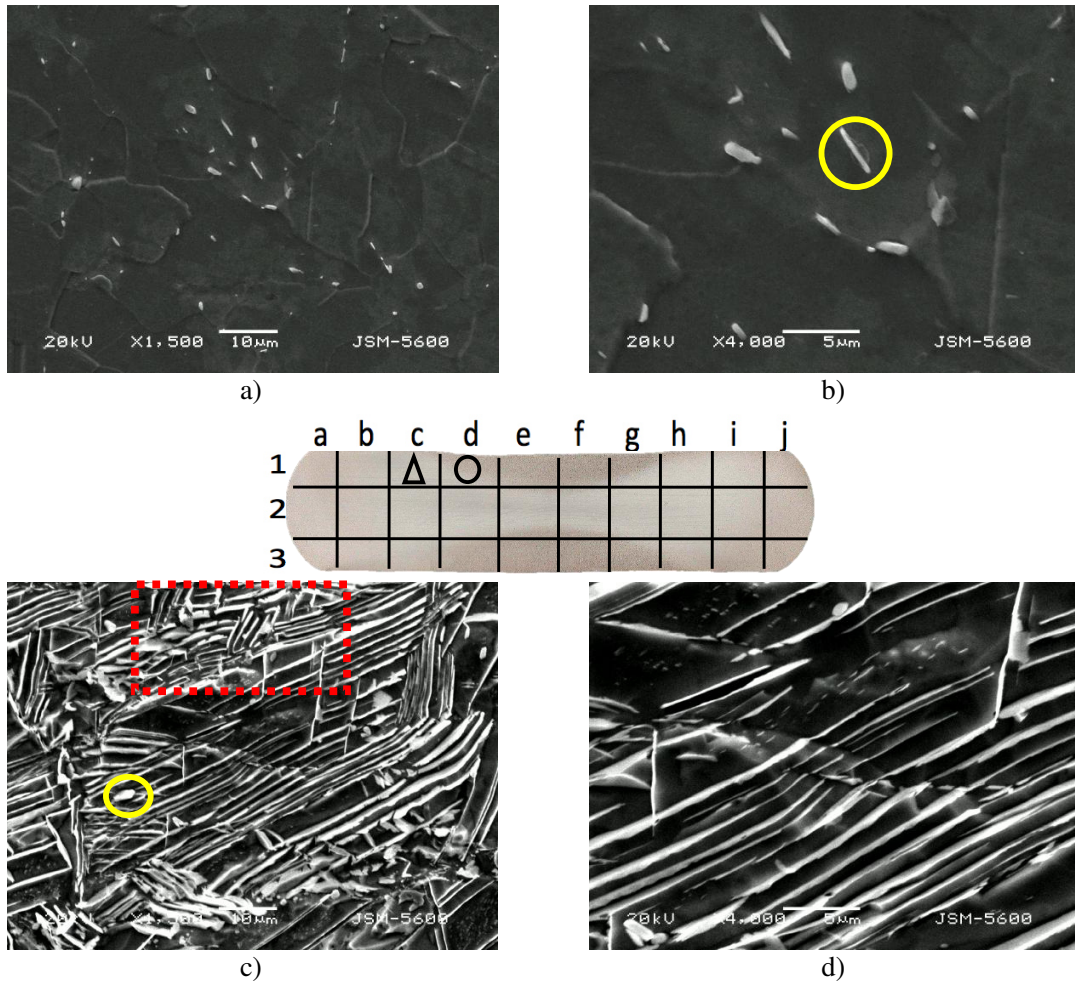


Figura 9.3.1. Imágenes metalográficas vía SEM, a) y b) pertenecen a la muestra 2-3 1C (triángulo) después del TT DP718 con deformación, 1500X y 4000X, respectivamente, c) y d) pertenecen a la muestra 2-3 1D (círculo) después del TT DP718 con deformación, 1500X y 4000X, respectivamente.

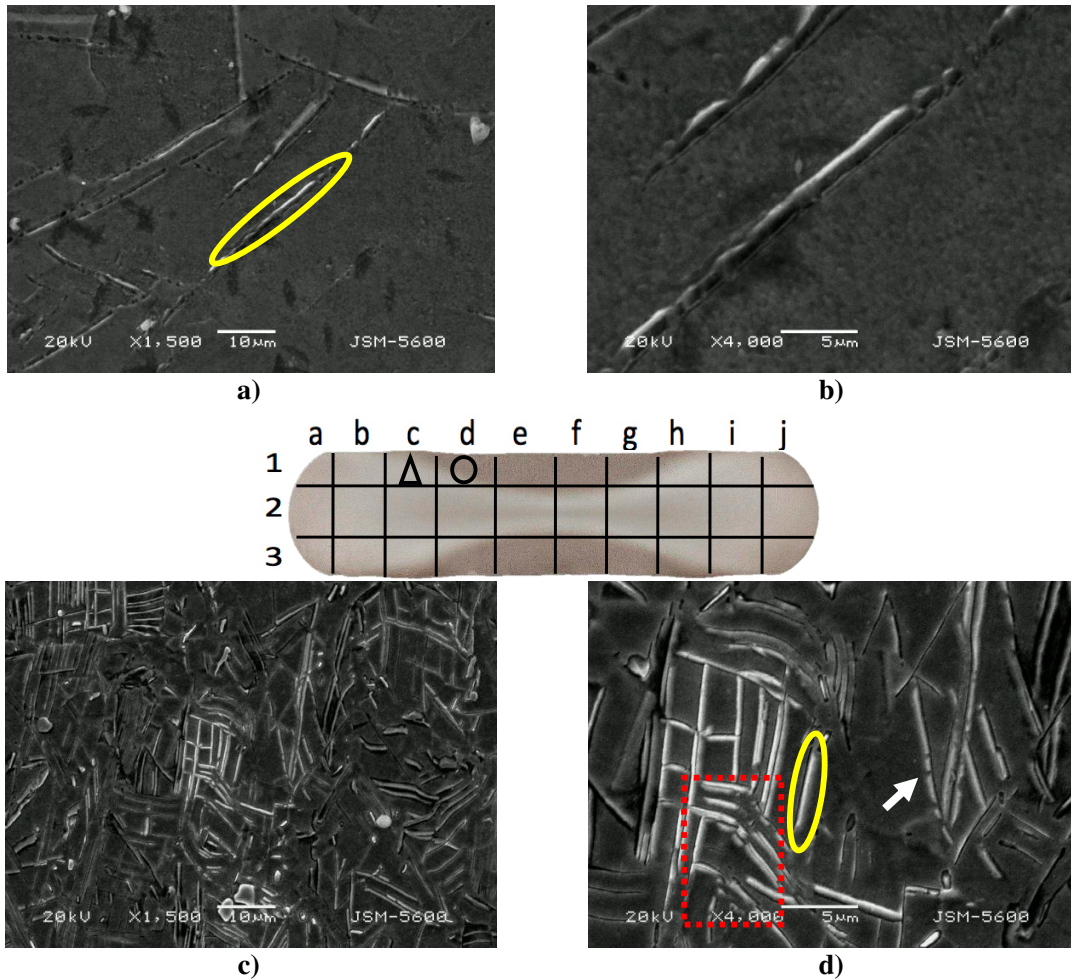


Figura 9.3.2. Imágenes metalográficas vía SEM, a) y b) pertenecen a la muestra 2-4 1C (triángulo) después del TT DP718 con deformación, 1500X y 4000X, respectivamente, c) y d) pertenecen a la muestra 2-4 1d (círculo) después del TT DP718 con deformación, 1500X y 4000X, respectivamente

De acuerdo con lo anterior, el tiempo de exposición del material en el ensayo a la temperatura 1020°C arriba de delta δ solvus interviene en la cantidad de fase delta δ presente en el material después de la deformación a 0.01s^{-1} como lo muestra la Figura 9.3.3, donde 1H en a) y b) se observa claramente el cruzamiento de la fase δ como estructura Widmanstätten y una concentración mayor de la fase delta δ que en la muestra de la zona 1C, pero menor que en la muestra de la zona 1I con una fracción volumétrica de 11.89% como se aprecia en c) y d), las flechas en la imágenes señalan la grietas ocasionadas tanto por la deformación como por la disolución de la fase δ [18].

Por otra parte las muestra 2-4 1G y 1H presentadas en la Figura 9.3.4, muestran una mayor densidad de fase delta δ , 1G en a), se puede observar el cruzamiento de las bandas delta δ como estructura Widmanstätten y la deformación de las bandas delta δ como se

señala en el recuadro y 1H en c) se observa como la estructura Widmanstätten de bandas delta δ pueden localizarse preferencialmente en los límites de grano pero también a través de estos, el recuadro señala la disociación de las bandas delta δ debido a las fracturas causadas por la deformación y a la disolución causada por la temperatura.

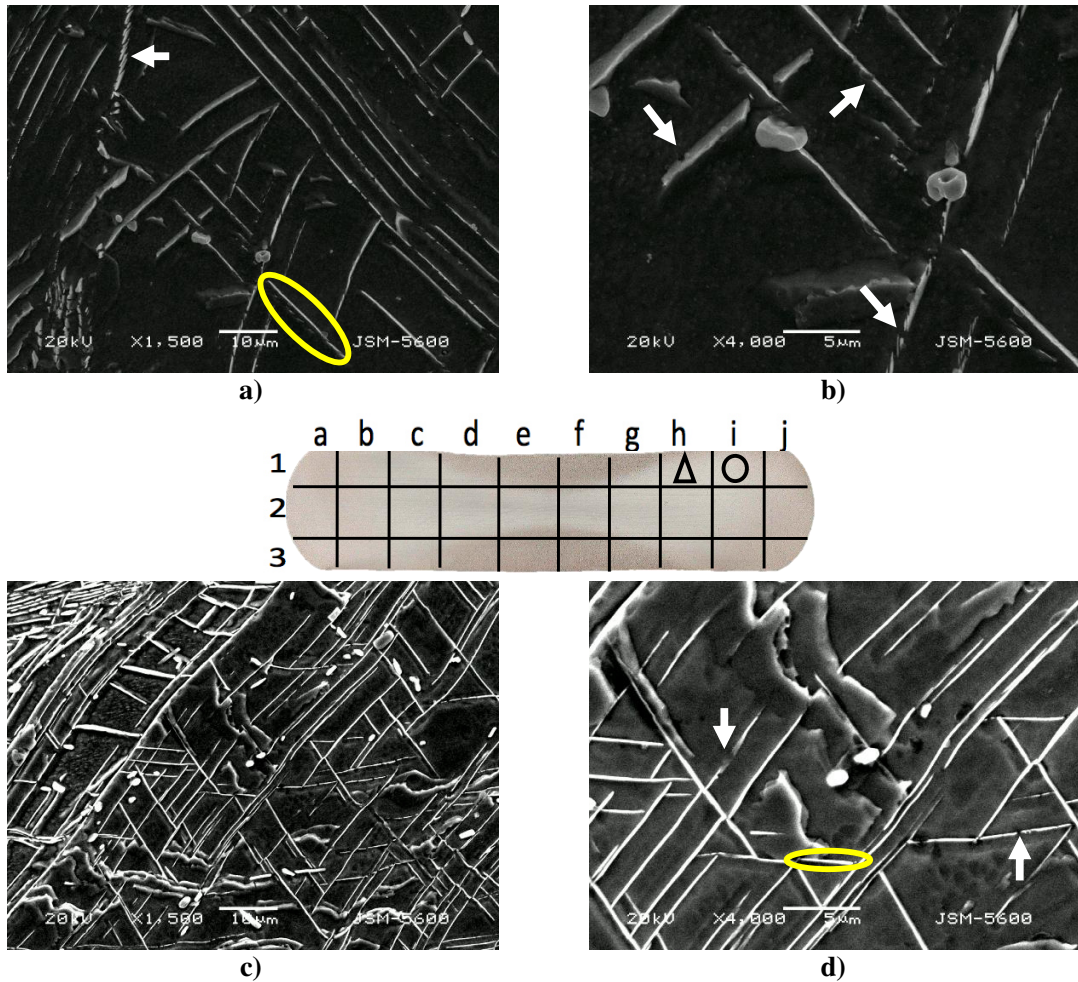


Figura 9.3.3. Imágenes metalográficas vía SEM, a) y b) pertenecen a la muestra 2-3 1H (triángulo) después del TT DP718 con deformación, 1500X y 4000X, respectivamente, c) y d) pertenecen a la muestra 2-3 1I (círculo) después del TT DP718 con deformación, 1500X y 4000X, respectivamente

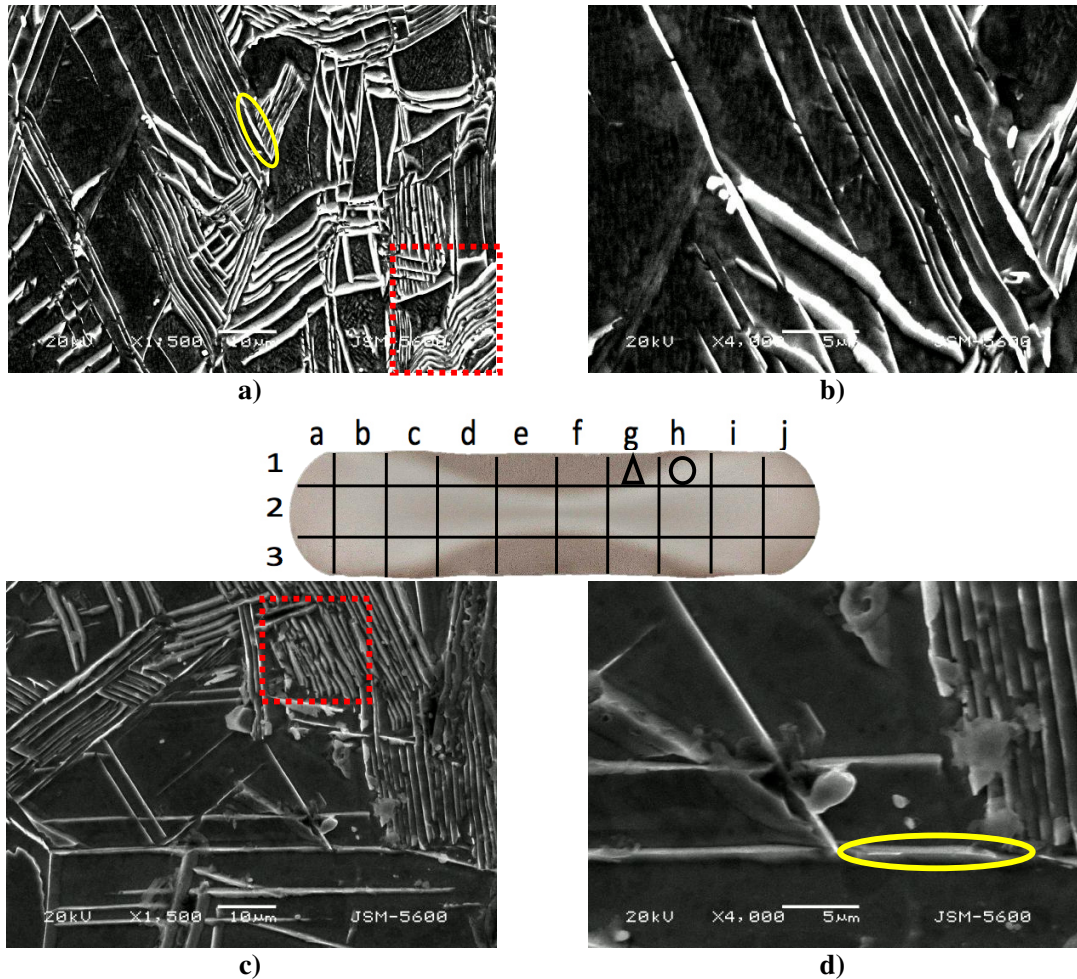


Figura 9.3.4. Imágenes metalográficas vía SEM, a) y b) pertenecen a la muestra 2-4 1G (triángulo) después del TT DP718 con deformación, 1500X y 4000X, respectivamente, c) y d) pertenecen a la muestra 2-4 1H (círculo) después del TT DP718 con deformación, 1500X y 4000X, respectivamente

El tiempo que dura la deformación a $1s^{-1}$ y a $1020^{\circ}C$ no es suficiente para disolver gran parte de la fase δ de la zona 3I, como se exhibe en la Figura 9.3.5 perteneciente a la laja 2-3, en c) y d) se aprecia notoriamente la presencia de la fase delta δ que no era perceptible en c) y d) de la Figura 9.2.5, por lo tanto, esto sugiere que la fase delta δ como estructura Widmanstätten promueve la recristalización a temperaturas por debajo de delta δ solvus y en este caso a velocidades de deformación elevadas aun por arriba de la temperatura de delta δ solvus como se observa en la Figura 9.2.5. De la misma manera las muestras de las zonas 3G y 3H de la laja 2-4 presentan una gran concentración de la fase delta δ y hacen hincapié a la relación del tiempo de exposición de las muestras a la temperatura de ensayo, el cual no es suficiente para disolver la fase delta δ como se puede apreciar en la Figura 9.3.6.

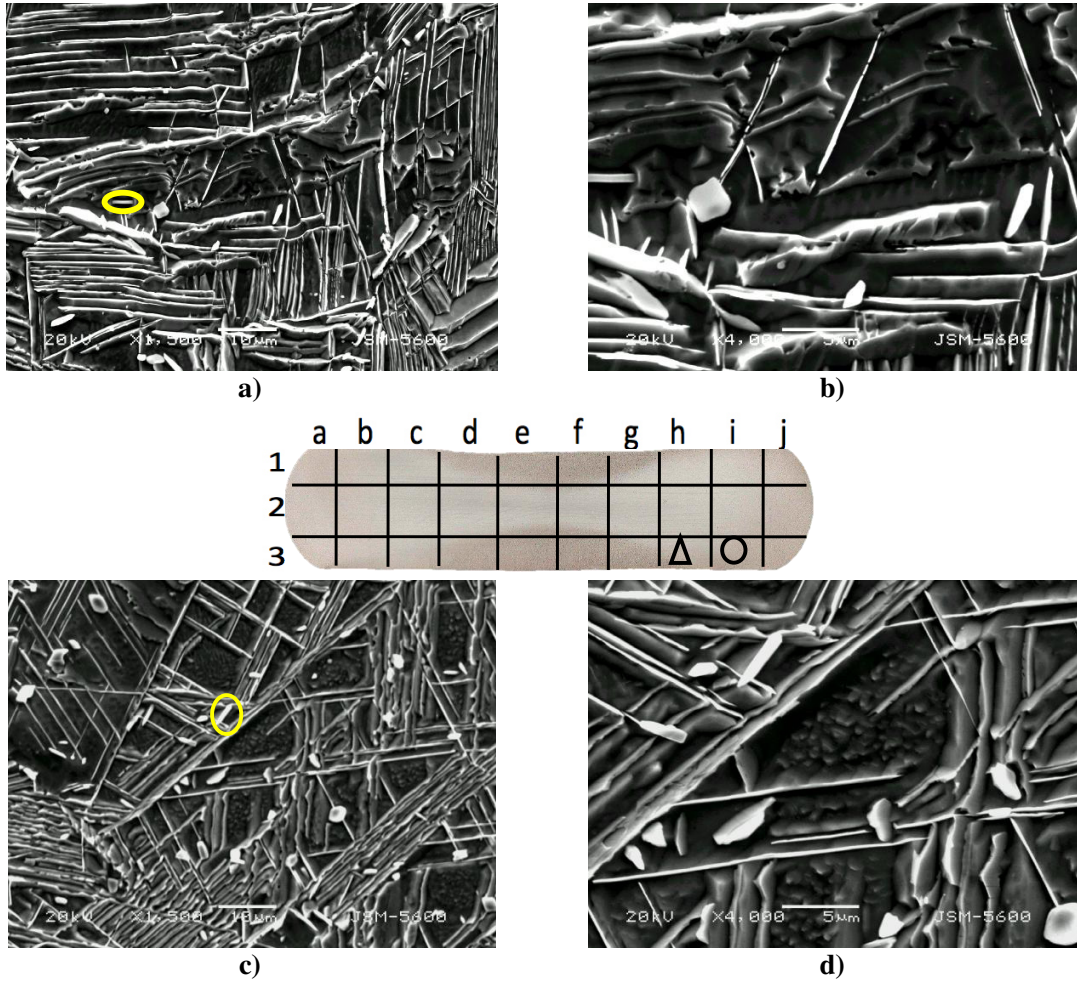


Figura 9.3.5. Imágenes metalográficas vía SEM, a) y b) pertenecen a la muestra 2-3 3H (triángulo) después del TT DP718 con deformación, 1500X y 4000X, respectivamente, c) y d) pertenecen a la muestra 2-3 3I (círculo) después del TT DP718 con deformación, 1500X y 4000X, respectivamente.

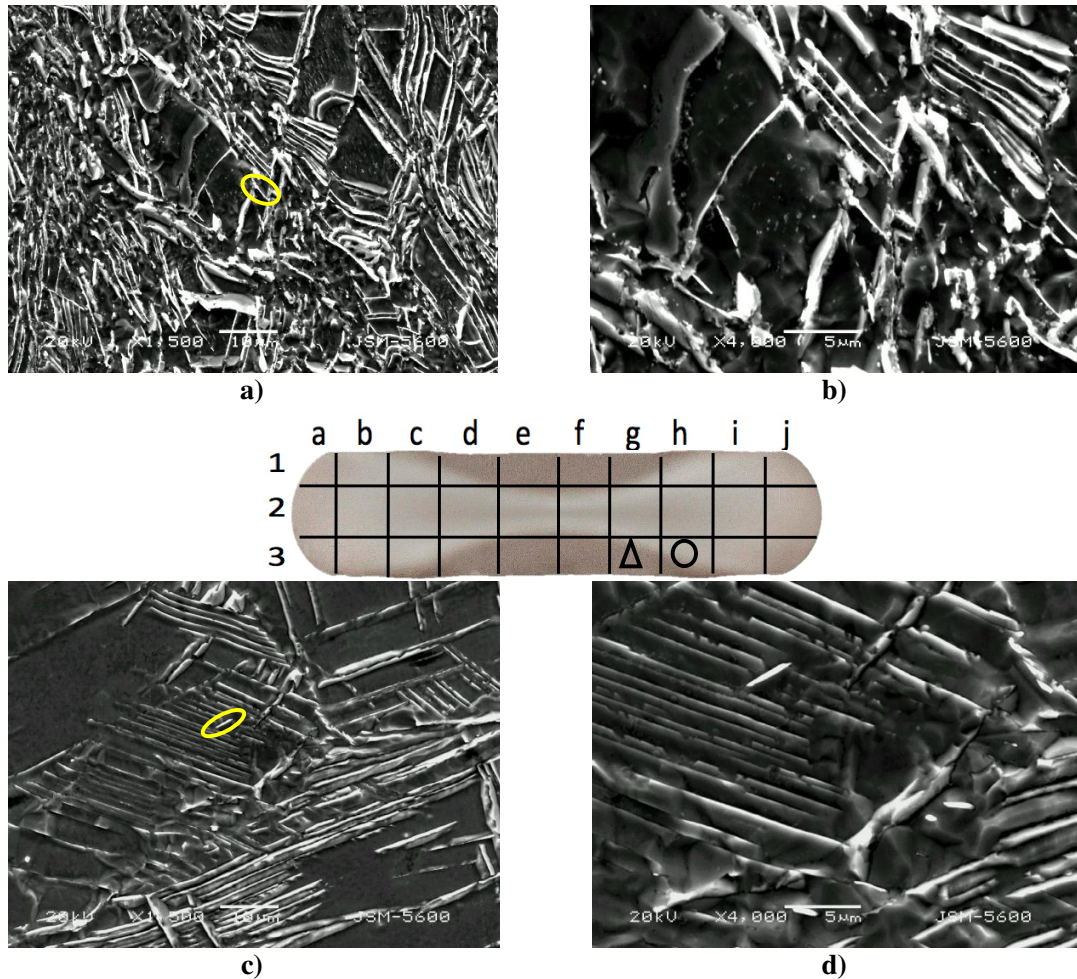


Figura 9.3.6. Imágenes metalográficas vía SEM, a) y b) pertenecen a la muestra 2-4 3G (triángulo) después del TT DP718 con deformación, 1500X y 4000X, respectivamente, c) y d) pertenecen a la muestra 2-4 3H (círculo) después del TT DP718 con deformación, 1500X y 4000X, respectivamente.

9.4 Dureza

Las durezas medidas después del TT DP718 se presentan en la

Figura 9.4.1, donde se puede observar que las muestras de la laja 2-3 (señaladas con cuadro) deformadas industrialmente a dos pasos antes del TT DP718, en su mayoría, encuentran valores superiores de Microdurezas, que las medidas obtenidas de la laja 2-4 (señaladas con estrella), lo cual es consistente con los resultados obtenidos de los ensayos mecánicos de compresión en caliente, en los cuales los valores máximos alcanzados fueron las muestras de la laja 2-3, esta conjetura se observa claramente en las durezas medidas de las muestras 3C y 3D de las lajas 2-3 y 2-4 (dentro del recuadro) sin TT DP718 y con solo la deformación industrial a dos pasos y a un paso, respectivamente.

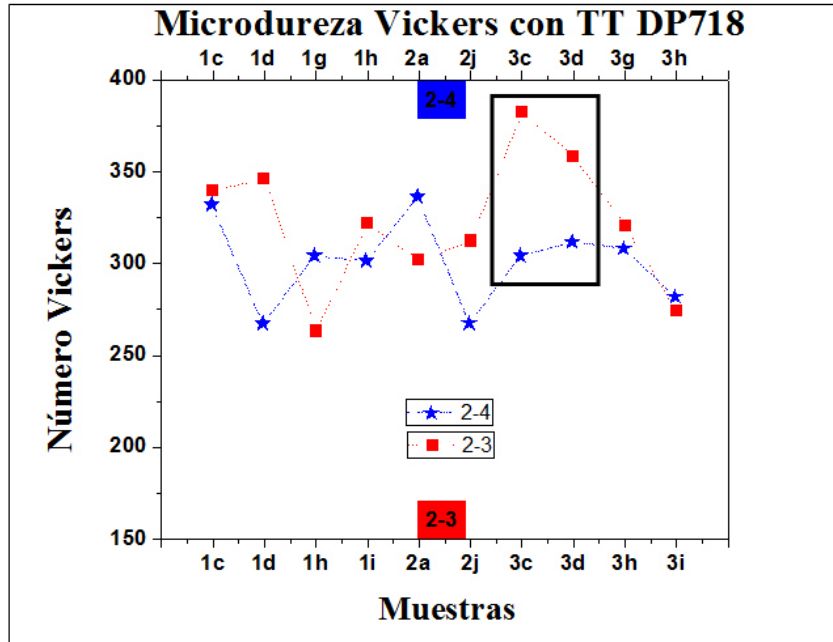


Figura 9.4.1. Microdurezas Vickers, comparativo de las lajas 2-3 y 2-4

La temperatura y velocidad de deformación influyen directamente en la dureza del material, siendo mayores las durezas medidas de las muestras deformadas a 960°C y a 0.1s^{-1} de velocidad de deformación (con excepción de la muestra 2-3 2J sombreada en la Tabla 11), como se aprecia en la

Figura 9.4.2 y la Tabla 11, pertenecientes a la laja 2-3 y en la

Figura 9.4.3 y la Tabla 12, pertenecientes a la laja 2-4, esto sugiere que la temperatura 1020°C arriba de delta solvus independientemente del tiempo de duración del ensayo, afecta en la concentración de la fase δ y maclas que funcionan como obstáculos de las dislocaciones y del movimiento de los límites de grano, que se refleja en la disminución de dureza de las probetas deformadas a la misma velocidad [123].

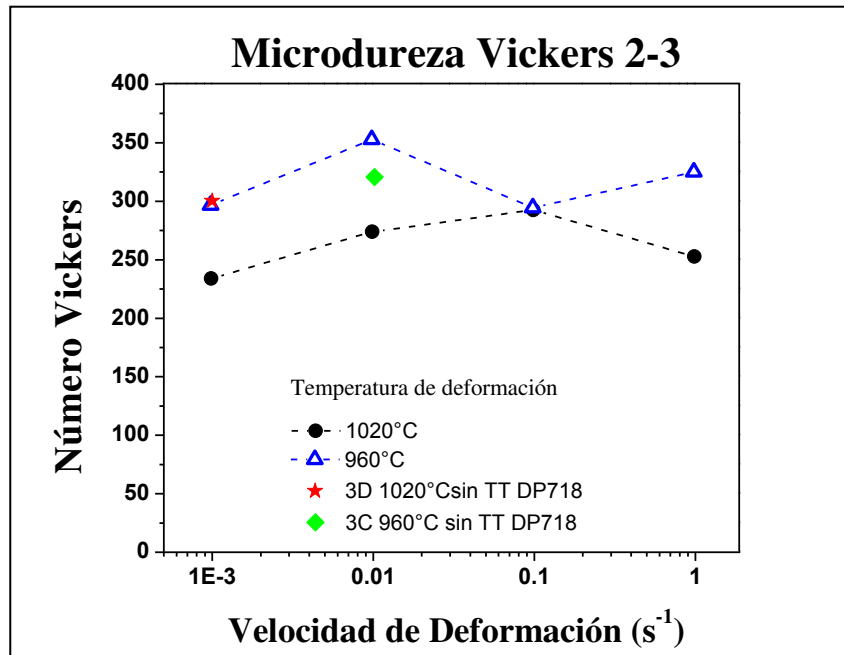


Figura 9.4.2. Microdurezas Vickers, comparativo de promedios de microdurezas a diferentes velocidades de deformación y temperaturas de deformación de la pieza 2-3

Tabla 11. Microdurezas Vickers de las muestras deformadas de la laja 2-3

Probetas	Velocidad de deformación s ⁻¹	Temperatura de deformación °C	Microdurezas Vickers
1C	0.001	1020	233.4
1D		960	296.6
1H	0.01	1020	273.4
1I		960	352.8
2A	0.1	1020	291.8
2J		960	294.4
3I	1	1020	252.2
3H		960	325

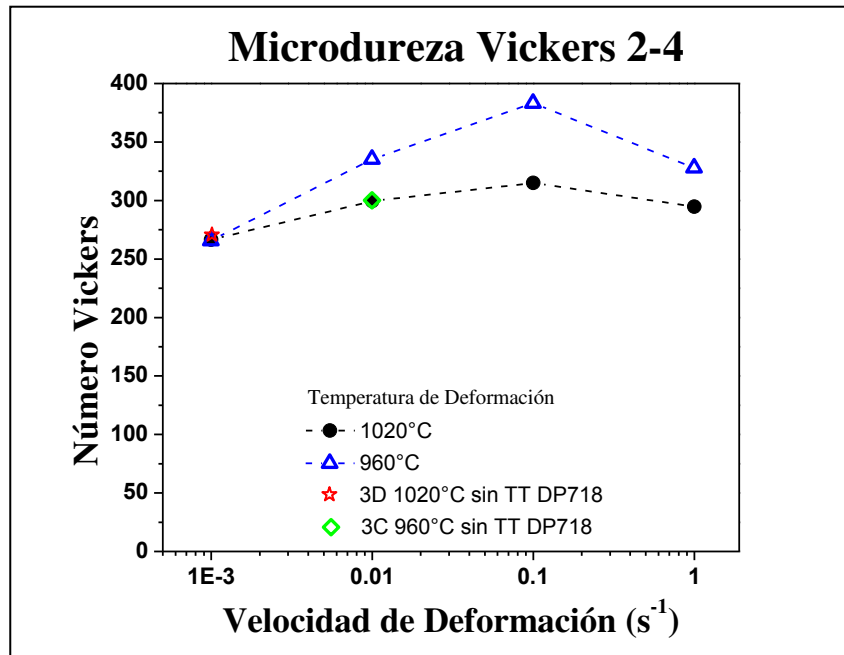


Figura 9.4.3 Microdurezas Vickers, comparativo de promedios de microdurezas a diferentes velocidades de deformación y temperaturas de deformación de la pieza 2-4

Tabla 12. Microdurezas Vickers de las muestras deformadas de la laja 2-4

Probetas	Velocidad de deformación s ⁻¹	Temperatura de deformación °C	Microdurezas Vickers
1C	0.001	1020	266.6
1D		960	266.2
1H	0.01	1020	299.4
1G		960	336
2A	0.1	1020	315
2J		960	383
3H	1	1020	294.8
3G		960	328.6

10 Resultados y discusión de la caracterización EBSD

10.1 Morfología y tamaño de grano

Las geometrías irregulares que son típicas de los granos en algunos materiales hacen que la forma del grano sea un parámetro difícil de describir sin ambigüedades. Esto es especialmente cierto debido a la falta de elementos descriptores generales de forma, en la que la mayoría de las formas implican la combinación de grupos de parámetros de tamaño para generar un valor sin unidades. Ejemplos de posibles descriptores de forma incluyen: longitud/anchura (relación de aspecto), área/zona convexa (solidez) y la longitud/longitud de fibra (rizo). Una práctica común es ajustar un elipsoide (o elipse en 2D) para el grano. Si bien hay objeciones obvias a la representación elipsoide (principalmente la falta de empaquetamiento denso), el elipsoide ha sido aceptada como una de las normas actuales. Otros polígonos de empaquetamiento denso (es decir, el poliedro de Kelvin) no llenan el espacio, pero generan cuestiones específicas relativas a sus distribuciones de tamaño y número de vecinos.

Es importante señalar que la investigación adicional de los conjuntos de datos 3D puede probablemente conducir a medidas más sofisticadas de la forma del grano. Sin embargo, en la actualidad, la representación elipsoide ha sido seleccionada como un punto de partida y se ha intentado la medición de los errores asociados.

Además de la forma de los granos, el número de vecinos más cercanos es otro ejemplo de un parámetro que no se puede determinar directamente a partir de mediciones en 2D, pero se determina fácilmente en 3D. La identificación de los granos (ID), que se asignan durante el proceso de segmentación y mapeo de la imagen como se describió en el capítulo 6, permiten que este proceso se puede automatizar fácilmente. Aquí, todos los píxeles volumétricos (vóxel) que pertenecen a un grano son revisados para ver si es perteneciente a un grano dado o no. Se comprueban los ID de grano de cada vóxel en vecindad. Si un vóxel vecino tiene una ID diferente (es decir, pertenece a un grano diferente), entonces los dos granos son vecinos [62].

El análisis de tamaño de grano con EBSD utiliza los cambios en la orientación cristalográfica entre puntos vecinos de la cuadrícula, mayor que un mínimo definido, típicamente de 10°, para determinar la posición de los límites de grano. Ya que la fase y orientación es conocida en cada punto indexado de la cuadrícula, se conoce la ubicación exacta y el carácter de cada límite de grano. De este modo, ciertos tipos de límites de grano, como maclas o los límites LAB pueden ser incluidos o excluidos, a criterio del analista.

El análisis clásico de intercepción de grano lineal puede ser realizado por el software de procesamiento de datos en el mapa de cuadrículas o utilizando escaneo de líneas dedicadas. El escaneo de líneas dedicadas permiten un gran número de segmentos de grano que se incluirán en el análisis utilizando un tiempo de trabajo EBSD relativamente corto (<1 h). La determinación del área de grano a partir de mapas EBSD es un método de análisis más completo para el tamaño y forma de grano. En este caso, el software determina la posición de todas las fronteras de grano, de nuevo usando los criterios especificados por el operador y calcula una serie de características de cada grano, incluyendo el área, diámetro del círculo equivalente, la relación de aspecto o forma (de una elipse ajustada) y el número de vecinos [84].

Además el volumen de grano se puede calcular simplemente sumando el número de voxels que se asignan a cada grano. Cada vóxel ha asociado un volumen dado por:

$$V_{vóxel} = \delta \varepsilon^2 \quad \text{Ecuación 10.1.1}$$

Donde δ es el espesor de corte y ε es el tamaño del paso del mapa EBSD 2D. El volumen de grano se calcula por:

$$V_{grano} = N_V V_{vóxel} \quad \text{Ecuación 10.1.2}$$

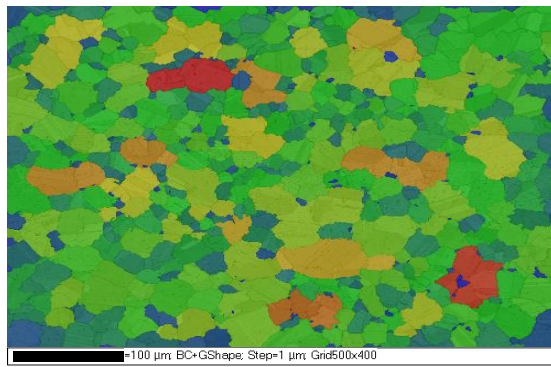
Donde N_V es el número de voxels en el grano. Además de medir el volumen de grano verdadero, el radio de la esfera equivalente (ESR) se puede calcular. La distribución de ESR es útil para la comparación con las descripciones clásicas de tamaño de grano (o radio), que a menudo involucra alguna extrapolación a partir de 2D [62].

La forma de grano encuentra una relación directa con el número de vecinos que los circundan, la Figura 10.1.1 presenta los resultados de EBSD de la muestra 2-4 1D inicial

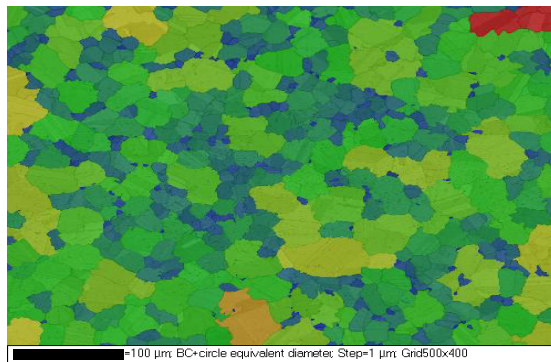
con TT DP718 únicamente (véase capítulo 8.3) sin ensayo mecánico de compresión en caliente, las Figura 10.1.1 a) y d) exhiben una imagen mapa de orientación (OIM) de la forma de grano de un área mallada de 500 X 400 μm y una gráfica de “Número de granos vecinos vs Relación de frecuencia en %”, respectivamente, donde se observa una distribución de granos en su mayoría de color verde con una forma cuasi-equiaxial homogénea sin deformación e integran una vecindad de 4 a 8 granos entre ellos, los granos de color amarillo más grandes se encuentran en menor proporción con más de 9 hasta 14 vecinos aproximadamente y granos ALA de color rojo con una vecindad mayor a los 15 granos en una frecuencia mucho menor.

El número de vecinos en el análisis de forma de grano en 2D es una manera primaria de identificación del tamaño de grano que da una perspectiva de la distribución de la microestructura y la pauta para el análisis de fenómenos como recristalización y tipo de límites de grano como se verá más adelante. Las Figura 10.1.1 b) y e) presentan una OIM de diámetro círculo equivalente y gráfica “Diámetro círculo equivalente en μm vs Relación de frecuencia en %”, respectivamente, en las cuales se aprecia una distribución mayor de los granos de tonalidad verde con un diámetro mayor a 20 μm y menor de 50 μm y en menor medida se observan los granos de tonalidad amarillo y rojo con diámetros mayores a 50 μm , no obstante, la concentración de frecuencias de granos de tonalidad azul con diámetros menores de 20 μm es mayor a todas, donde se observa un pico en la frecuencia de granos con diámetros de 1 μm aproximadamente, sin embargo, esto no quiere decir que la microestructura se forme en su mayoría con granos finos pero advierte los fenómenos de nucleación y recristalización debido al historial termomecánico industrial y tratamientos térmicos previos.

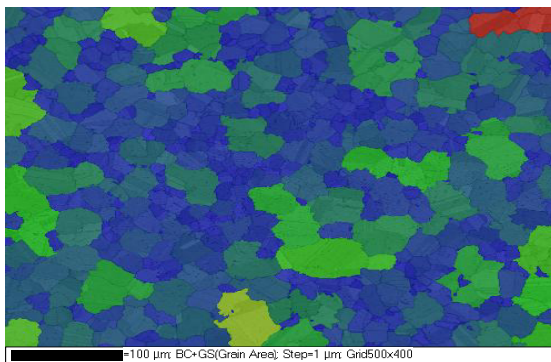
El área de grano en μm^2 se observa en la Figura 10.1.1 c) y f) donde se aprecia una gran concentración de granos de tonalidad azul menores a 2000 μm^2 aproximadamente, que es consistente con la concentración de granos de diámetro equivalente menor a 50 μm observados en las Figura 10.1.1 b) y e) y en menor concentración los granos de tonalidad verde, amarillo y rojo mayores a 50 μm .



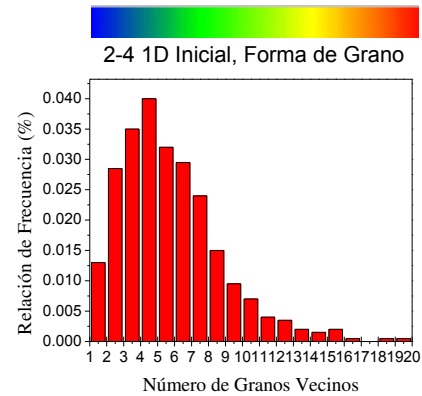
a) Forma de grano



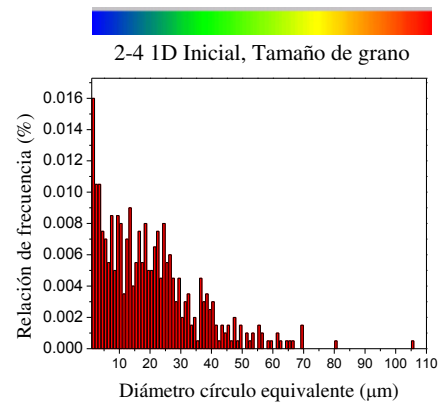
b) Diámetro círculo equivalente



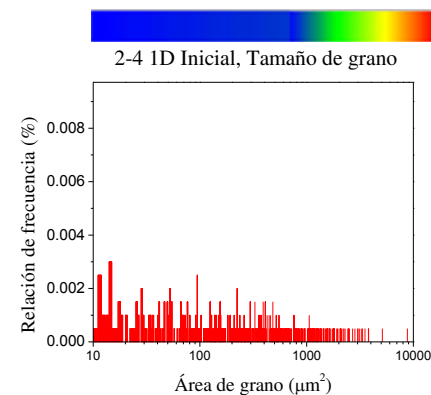
c) Área de grano



d)



e)



f)

Figura 10.1.1. Resultados EBSD de la muestra 2-4 1D inicial después de TT DP718 sin ensayo mecánico de compresión en caliente, a) y d) Forma de grano y gráfica “Relación de frecuencia en % vs Número de granos vecinos” respectivamente, b) y e) Diámetro círculo equivalente y gráfica “Relación de frecuencia en % vs Diámetro círculo equivalente (μm)”, respectivamente, c) y f) Área de grano y gráfica log10 “Relación de frecuencia en % vs Área de grano (μm^2)”, respectivamente

Por otro lado, la Figura 10.1.2 a) y d) presentan la muestra 2-4 1D con el proceso DP718 completo TT y deformación en caliente con una velocidad de 0.001s^{-1} y 960°C de temperatura de deformación, donde se observa la forma de grano y exhiben una distribución en su mayoría de granos con una vecindad de menos de 8 granos y un pico en la gráfica que alcanza alrededor de 0.5 en la relación de frecuencia en % de granos con 4 y 5 granos adyacentes de tonalidad azul, que en comparación a la muestra 2-4 1D inicial

existe un marcado crecimiento en la frecuencia de granos con esta apariencia y con este números de granos vecinos.

El tamaño de grano sufrió variaciones como era de esperarse al observar el aumento de frecuencia en los granos con una vecindad menor a 8, la frecuencia de granos de tonalidad azul con diámetro equivalente de 4-5 μm alcanzan el pico más alto arriba de 0.5, no obstante, los granos de tonalidad verde, amarillo y rojo con un diámetro equivalente mayor a 10 μm y una frecuencia por debajo de 0.05 se observan distribuidos y circundados por los granos de tonalidad azul en toda la OIM como se puede observar en las Figura 10.1.2 b) y e).

El área de grano presenta una concentración de frecuencias de granos de tonalidad azul de menos de 15 μm^2 cerca de 0.2 como se puede ver en las Figura 10.1.2 c) y f), se observa un marcado aumento en la cantidad de granos de estas dimensiones en comparación de la muestra 2-4 1D inicial y es notorio que la deformación en caliente influencia el cambio microestructural provocando la nucleación de nuevos granos en las fronteras de grano y que el tiempo que tarda el ensayo de compresión a 960°C también permite la recristalización y crecimiento de algunos granos grandes deformados.

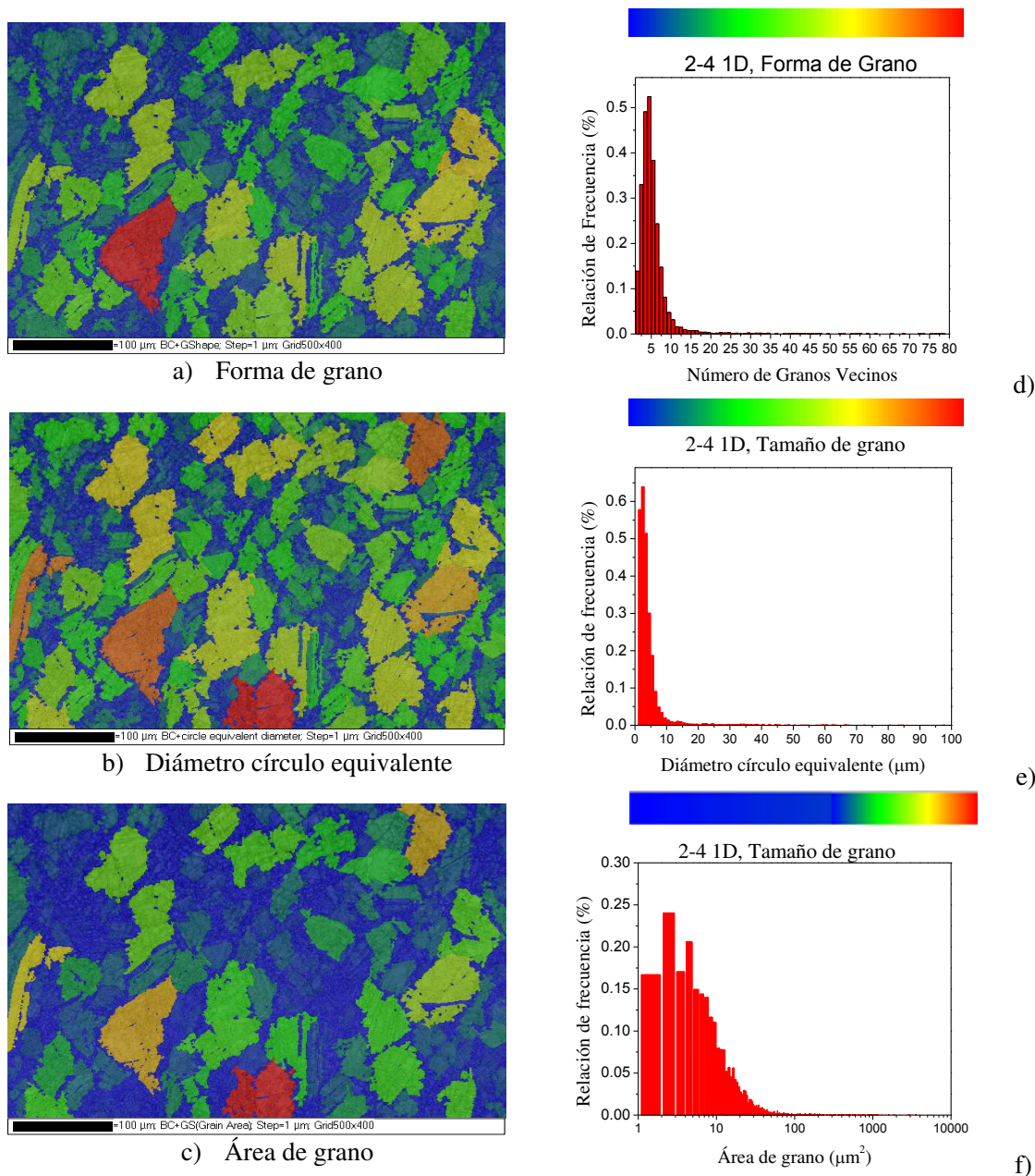
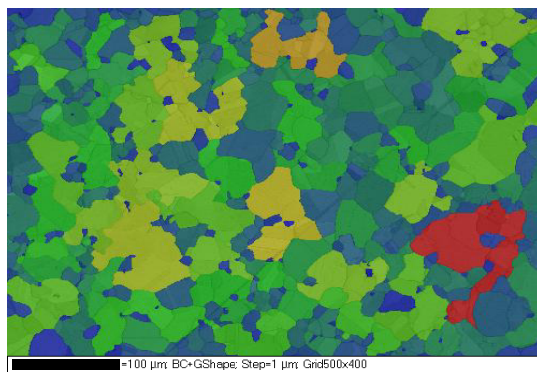


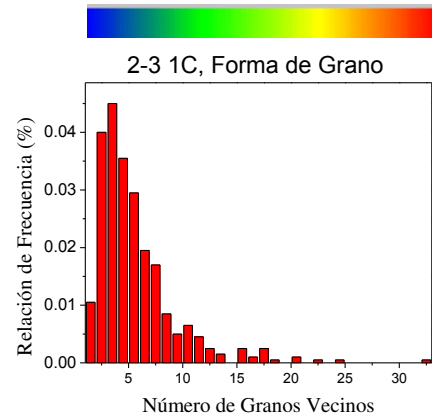
Figura 10.1.2. Resultados EBSD de la muestra 2-4 1D después de TT DP718 con ensayo mecánico de compresión en caliente, a) y d) Forma de grano y gráfica “Relación de frecuencia en % vs Número de granos vecinos” respectivamente, b) y e) Diámetro círculo equivalente y gráfica “Relación de frecuencia en % vs Diámetro círculo equivalente (μm)”, respectivamente, c) y f) Área de grano y gráfica log10 “Relación de frecuencia en % vs Área de grano (μm^2)”, respectivamente

La muestra 2-3 1C con DP718 completo con deformación a una velocidad de 0.001s^{-1} y 1020°C de temperatura de deformación es presentada por la Figura 10.1.3 en a) y d) se observa una microestructura en apariencia de forma más homogénea, que en su mayoría comprende granos con menos de 12 vecinos (de tonalidad azul y verde) y en menor medida granos con más de 15 granos próximos. El diámetro de círculo equivalente menores a 40

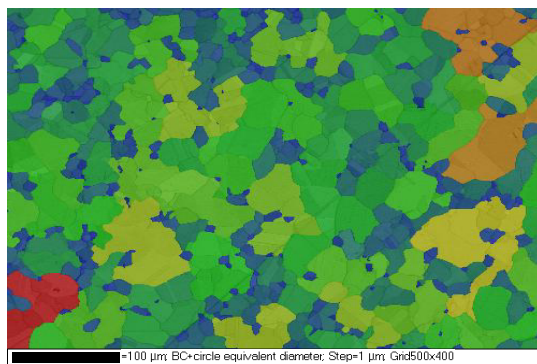
μm tienen una mayor distribución de frecuencia y se aprecian en los granos de tono azul y verde de las Figura 10.1.3 b) y e) y comprenden un área de grano menor a $1200 \mu\text{m}^2$ en su mayoría con granos de tonalidad azul en las Figura 10.1.3 c) y f). La exposición de la muestra a 1020°C en el tiempo que dura el ensayo de compresión influye directamente en la morfología de los granos provocando una apariencia de forma más homogénea que la muestra 2-4 1D con la misma velocidad de deformación pero a temperatura de 960°C .



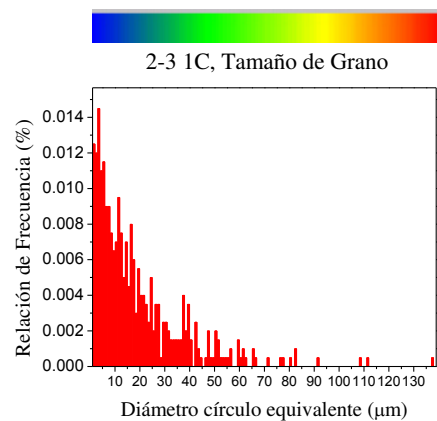
a) Forma de grano



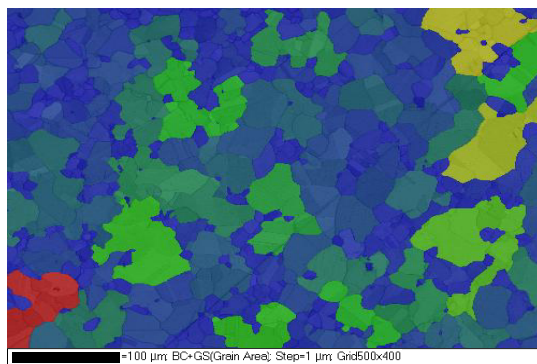
d)



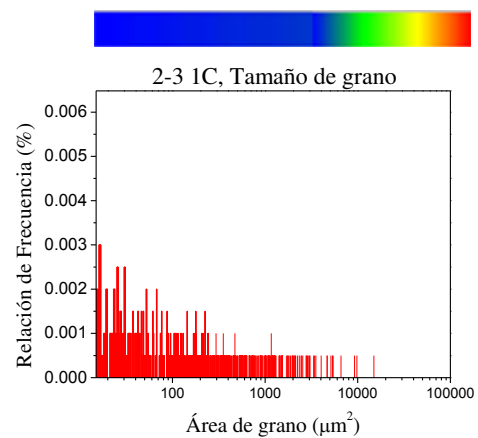
b) Diámetro círculo equivalente



e)



c) Área de grano



f)

Figura 10.1.3. Resultados EBSD de la muestra 2-3 1C después de TT DP718 con ensayo mecánico de compresión en caliente, a) y d) Forma de grano y gráfica “Relación de frecuencia en % vs Número de granos vecinos”

respectivamente, b) y e) Diámetro círculo equivalente y gráfica “Relación de frecuencia en % vs Diámetro círculo equivalente (μm)”, respectivamente, c) y f) Área de grano y gráfica \log_{10} “Relación de frecuencia en % vs Área de grano (μm^2)”, respectivamente

Las Figura 10.1.4 a) y d) exponen la forma de grano de la muestra 2-3 1H con DP718 con deformación en caliente a una velocidad de 0.01s^{-1} y 1020°C de temperatura de deformación, donde se puede observar que la mayoría de frecuencias de número de granos vecinos es menor a 10 en tonalidad azul y la presencia de granos con hasta 120 vecinos en color rojo con una mínima frecuencia, por su parte las Figura 10.1.4 b), c), e) y f) manifiestan el tamaño de grano en diámetro equivalente y área de grano, donde se observa gran concentración de frecuencias de granos con un diámetro menor a $10\ \mu\text{m}$ y un área menor de $100\ \mu\text{m}^2$, sin embargo también se observa la presencia de granos con diámetros de 15 a $75\ \mu\text{m}$ y un área de 500 a $5000\ \mu\text{m}^2$ en una frecuencia mucho menor y una mínima frecuencia de granos de hasta $180\ \mu\text{m}$ y un área de $10000\ \mu\text{m}^2$. Nuevamente el trabajo termomecánico tiene una directa inferencia en la morfología y tamaño de grano, la velocidad de deformación de 0.01s^{-1} es mayor que la velocidad de la muestra 2-3 1C de 0.001s^{-1} , por lo tanto promueve la nucleación dinámica de nuevos granos en los límites de grano y el tiempo que el material es expuesto durante el ensayo de compresión a la temperatura de 1020°C es mucho menor, por lo que no es suficiente para que los granos más grandes existentes sigan creciendo y los nuevos granos nucleados dinámicamente crezcan aun si la temperatura es lo suficientemente elevada.

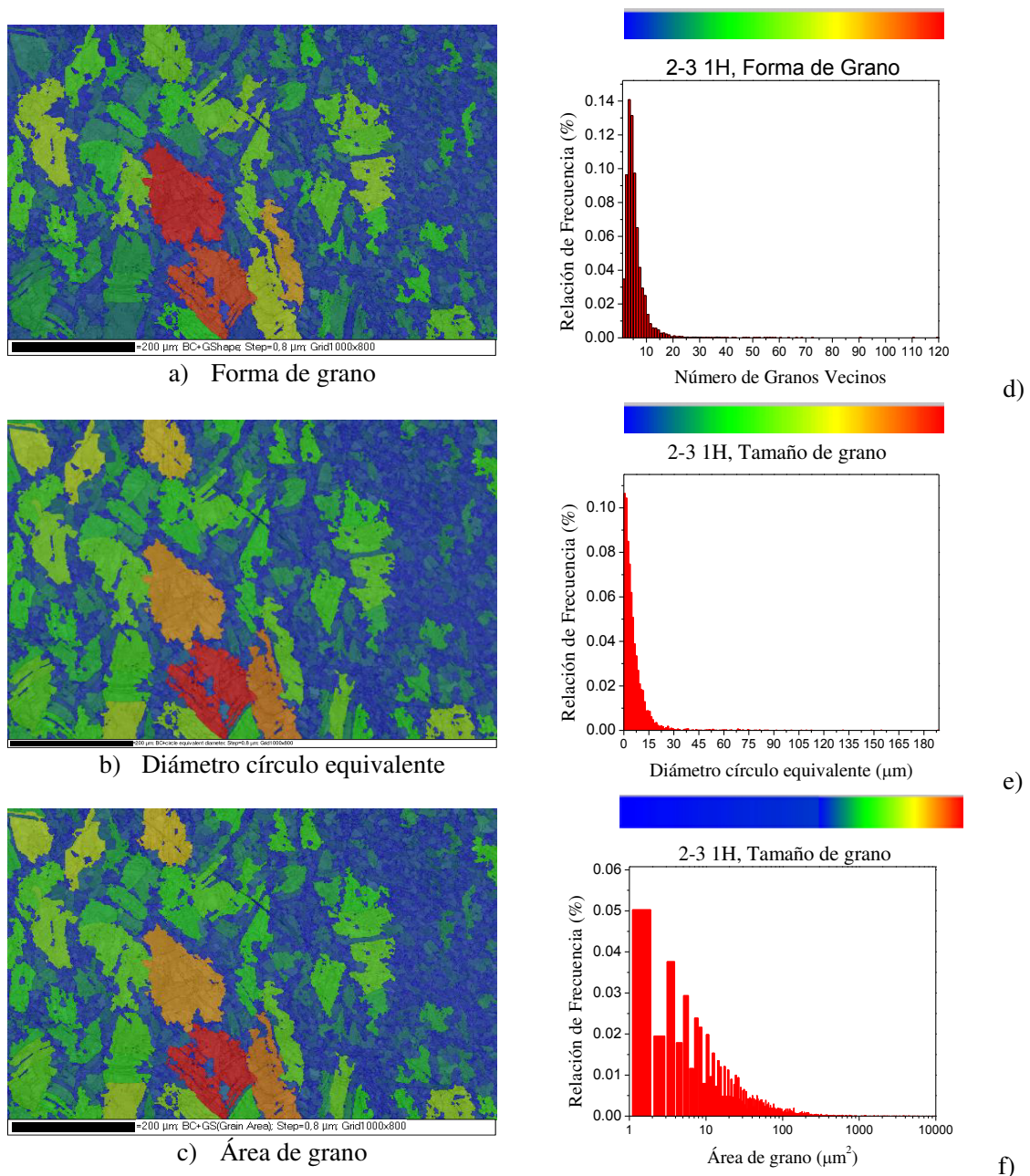
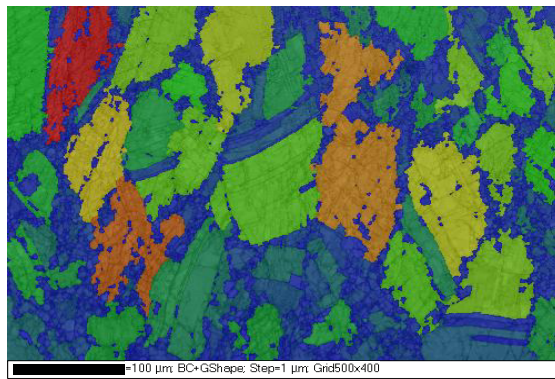


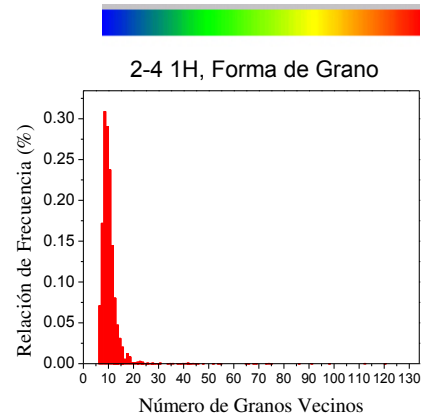
Figura 10.1.4. Resultados EBSD de la muestra 2-3 1H después de TT DP718 con ensayo mecánico de compresión en caliente, a) y d) Forma de grano y gráfica “Relación de frecuencia en % vs Número de granos vecinos” respectivamente, b) y e) Diámetro círculo equivalente y gráfica “Relación de frecuencia en % vs Diámetro círculo equivalente (μm)”, respectivamente, c) y f) Área de grano y gráfica log10 “Relación de frecuencia en % vs Área de grano (μm^2)”, respectivamente

La forma de grano de la muestra 2-4 1H con deformación en caliente a una velocidad de 0.01s^{-1} y 1020°C , se observa en las Figura 10.1.5 a) y d), se puede advertir la alta frecuencia de los granos de tonalidad azul con 5 a 10 vecinos, que rodean a los granos mas grandes deformados e incluso a través de ellos en forma de maclas. El tamaño de grano se puede apreciar en las Figura 10.1.5 b), c), e) y f) donde la frecuencia más alta de diámetro

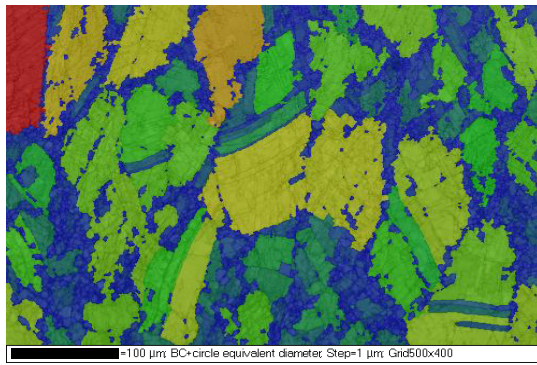
equivalente es $10\mu\text{m}$ y la mayor concentración de frecuencias de área de grano es menor a $100\mu\text{m}^2$, así como, los granos de color amarillo y rojo con un diámetro equivalente superior a $75\mu\text{m}$ y un área de grano por encima de $4000\mu\text{m}^2$.



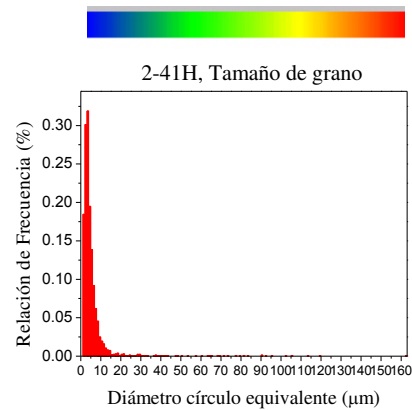
a) Forma de grano



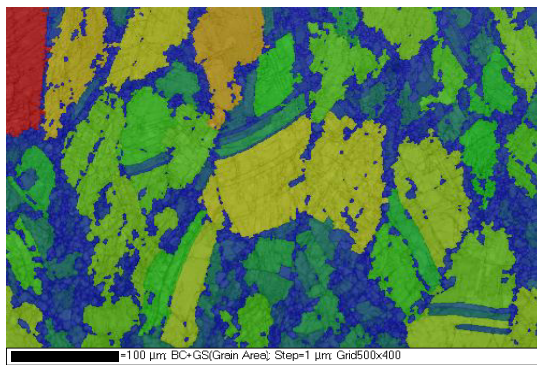
d)



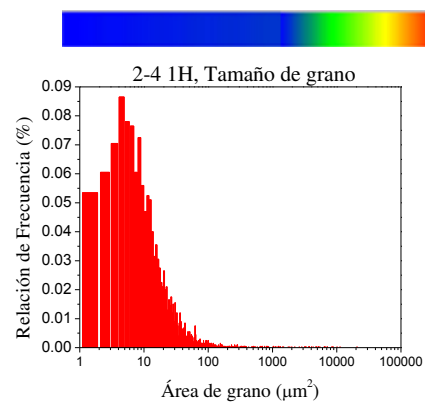
b) Diámetro círculo equivalente



e)



c) Área de grano



f)

Figura 10.1.5. Resultados EBSD de la muestra 2-4 1H después de TT DP718 con ensayo mecánico, a) y d) Forma de grano y gráfica “Relación de frecuencia en % vs Número de granos vecinos” respectivamente, b) y e) Diámetro círculo equivalente y gráfica “Relación de frecuencia en % vs Diámetro círculo equivalente (μm)”, respectivamente, c) y f) Área de grano y gráfica log10 “Relación de frecuencia en % vs Área de grano (μm^2)”, respectivamente

10.2 Fracción recrystalizada

EBSD es de gran ayuda en la caracterización de la fracción recrystalizada al identificar los granos y sub-granos dependiendo de su desorientación mínima en grados, en este caso el parámetro asignado de la desorientación mínima para separar a los sub-granos es de 2° y para separar a los granos es de 8° .

La Figura 10.2.1 presenta la fracción recrystalizada de la muestra 2-4 1D inicial después del TT DP718 sin deformación, donde se observa claramente una gran mayoría de granos recrystalizados aproximadamente de 95% de frecuencia y un 5% de granos subestructurados, debido a la ausencia de deformación después del TT DP718 prácticamente no hay granos deformados.

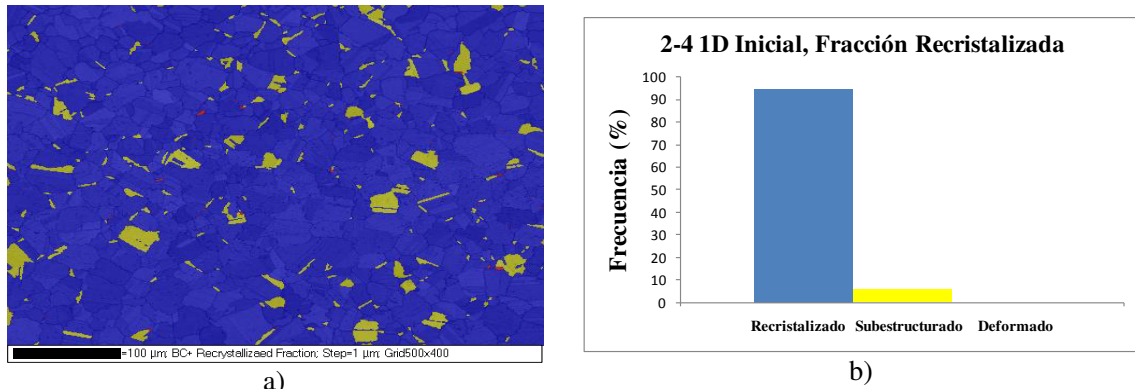


Figura 10.2.1. Resultados EBSD fracción recrystalizada de la muestra 2-4 1D inicial después de TT DP718 sin ensayo mecánico de compresión en caliente, a) OIM de Fracción recrystalizada, b) Gráfica "Frecuencia vs Grano Recrystalizado-Subestructurado-Deformado"

Sin embargo, la muestra 2-4 1D con deformación en caliente a una velocidad de $0.001s^{-1}$ y $960^\circ C$ de temperatura de deformación presenta un porcentaje aproximado de 60% de granos deformados y un 20% de granos recrystalizados y subestructurados como se puede observar en la Figura 10.2.2, los granos en color azul revelan la topología típica de microestructuras parcialmente recrystalizadas, en el que los granos iniciales están rodeados de collares de granos recrystalizados. Tal topología lleva a suponer que los mecanismos de recrystalización de la IN718 pertenecen a la categoría de discontinua (o clásica) recrystalización dinámica que se basa en una secuencia de endurecimiento por deformación-almacenamiento de energía que conduce a la nucleación de nuevos granos en los límites de grano inicial [67].

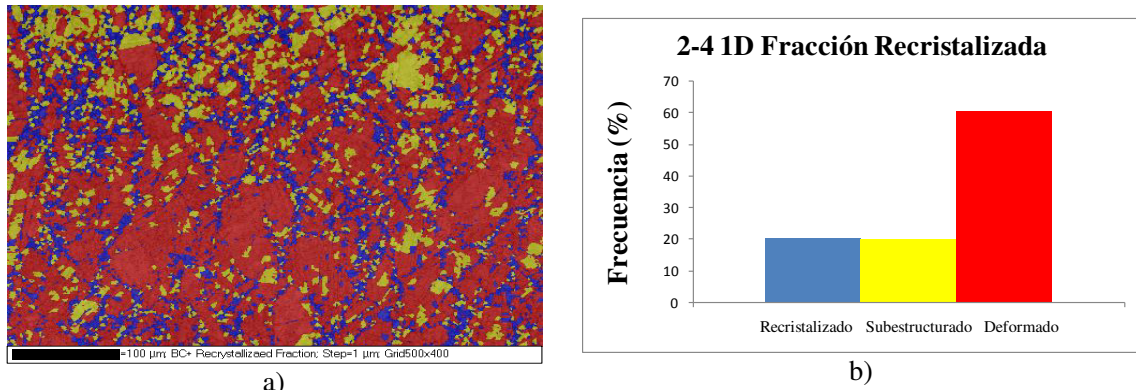


Figura 10.2.2. Resultados EBSD fracción recristalizada de la muestra 2-4 1D después de TT DP718 con ensayo mecánico de compresión en caliente, a) OIM de Fracción recristalizada, b) Gráfica “Frecuencia vs Grano Recristalizado-Subestructurado-Deformado

Por otro lado en la Figura 10.2.3 se observa la muestra 2-3 1C deformada a 1020°C y 0.001s⁻¹ con un porcentaje mayor del 80% de granos recristalizados y 20% aproximadamente de granos sub-estructurados, sin presencia de granos deformados, aunque la velocidad de deformación de 0.001s⁻¹ es la misma que la muestra 2-4 1D, es aparente que el tiempo que tarda la muestra sometida a una mayor temperatura de deformación de 1020°C es suficiente para promover la recristalización de los granos deformados y la energía almacenada después del endurecimiento debido a la velocidad de deformación no es lo suficientemente elevada para originar la nucleación de nuevos granos recristalizados en los límites de grano.

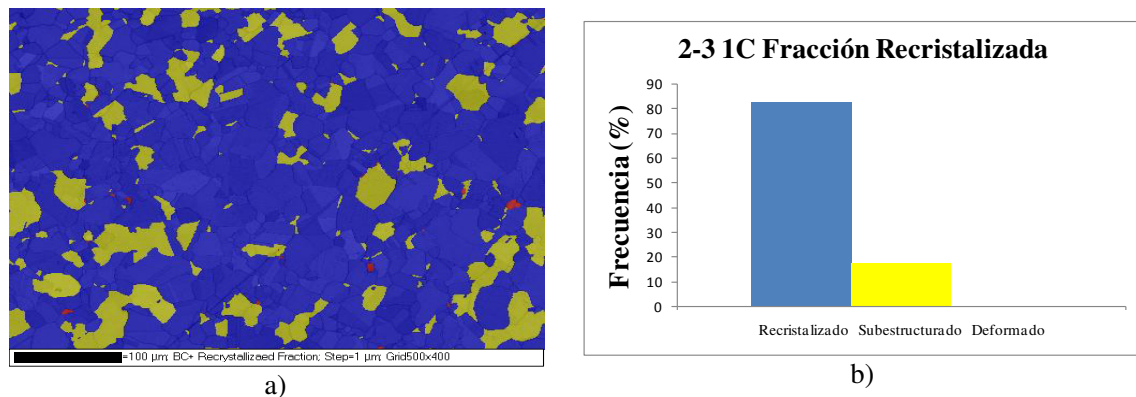


Figura 10.2.3. Resultados EBSD fracción recristalizada de la muestra 2-3 1C después de TT DP718 con ensayo mecánico de compresión en caliente, a) OIM de Fracción recristalizada, b) Gráfica “Frecuencia vs Grano Recristalizado-Subestructurado-Deformado

En contraste con lo anterior, la Figura 10.2.4 y la Figura 10.2.5 exhiben los resultados de la fracción recristalizada de las muestras 2-3 1H y 2-4 1H, respectivamente, ambas deformadas a 0.01s⁻¹ y 1020°C, sin embargo, la muestra 2-3 1H presenta un porcentaje de

granos recristalizados de 45% y alrededor de 15% de granos deformados, en comparación al 20% de granos recristalizados aproximadamente y al 45% de granos deformados de la muestra 2-4 1H con las mismas condiciones de deformación, esto puede ser imputable al historial termomecánico industrial al cual fueron sometidos antes del proceso DP718 completo, es decir, la muestra 2-3 1H con dos pasos de deformación industrial de 1000°C y 980°C presentó una microestructura más fina y con granos ALA menos grandes antes y después del DP718 que la muestra 2-4 1H con un solo paso de deformación industrial a 980°C (véanse los capítulos 8.2 y 9.1).

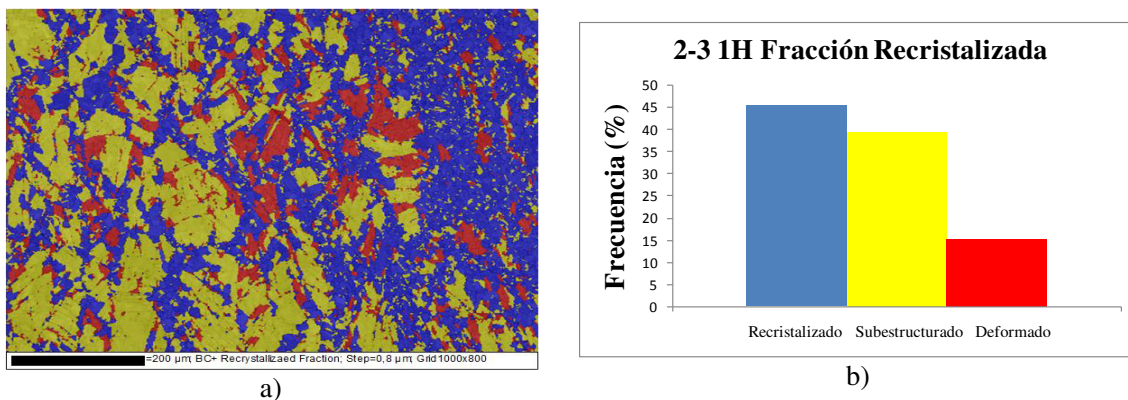


Figura 10.2.4. Resultados EBSD fracción recristalizada de la muestra 2-3 1H después de TT DP718 con ensayo mecánico de compresión en caliente, a) OIM de Fracción recristalizada, b) Gráfica “Frecuencia vs Grano Recristalizado-Subestructurado-Deformado

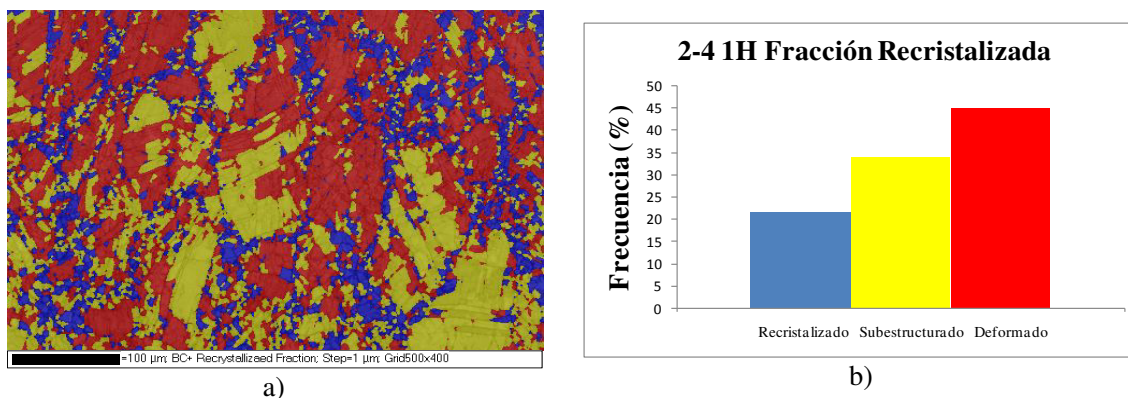


Figura 10.2.5. Resultados EBSD fracción recristalizada de la muestra 2-4 1H después de TT DP718 con ensayo mecánico de compresión en caliente, a) OIM de Fracción recristalizada, b) Gráfica “Frecuencia vs Grano Recristalizado-Subestructurado-Deformado

Esto sugiere que la recristalización comienza predominantemente en los puntos de límite de los granos. Aunque la recristalización comienza, por supuesto, con la formación de granos individuales aislados, estos granos no permanecen aislados, sino que representan núcleos para su posterior recristalización a lo largo de límites de grano preferenciales HAB,

y pronto se forman de redes cerradas que resultan en la estructura collar conocida. De esta manera, el collar está formado por una fusión de cúmulos de granos recristalizados, no por granos individuales completamente aislados, finalmente llegando a ser tan densa que comienzan a tocarse. Estos granos recristalizados aparecen a lo largo de límites “normales” y HAB y no en las maclas [76, 102]. Sin embargo, al centrarse en los núcleos de grano recristalizado de la IN718 se aprecia que aparecen no sólo en los límites de grano de los granos iniciales, sino también en el interior de los granos deformados. Esto es imposible para la recristalización dinámica discontinua, ya que necesita un límite de grano inicial para la generación de nuevos núcleos, por lo tanto, otro mecanismo de nucleación parece ser responsable, estas observaciones llevan a creer que una forma de recristalización llamada recristalización continua se produce, pero de una manera más localizada que la habitual debido a que la energía de falla de apilamiento SFE no es lo suficientemente alta como para permitir una recuperación eficiente [67,69].

10.3 Límites de grano (Ángulo alto HAB y bajo LAB)

El límite de grano (GB) puede ser dibujado entre píxeles en el mapa donde hay un cambio de la orientación interpixel mayor que el mínimo definido, por lo general 2-5° esto es debido a que la resolución angular de la técnica se limita a ~0.5° en el mejor acercamiento. Por lo general, los límites de grano con desorientaciones entre 2° y 10° se consideran sub-granos o límites LAB, mientras que los límites con desorientaciones > 10° se consideran límites HAB aleatorios. Esta herramienta permiten porcentajes de límites de grano en cada categoría para ser comparados y los mapas de este componente permiten la concentración y distribución de los límites LAB que se determinen. Si los píxeles vecinos son de diferentes fases, los límites de fase se pueden mostrar en su lugar [84].

La

Figura 10.3.1 presenta los límites de grano de la muestra 2-4 1D inicial, donde se observa la presencia en mayor cantidad de granos HAB >15° de desorientación y un porcentaje de 45% aproximadamente de granos con 60° de desorientación típica de las maclas de recocido que se pueden ver claramente en la OIM de color negro, esto debido a que la muestra 2-4 1D inicial solo fue sometida a TT DP718, en contraste, la Figura 10.3.2 exhibe la muestra 2-4 1D deformada a $0.001s^{-1}$ y 960°C donde claramente se observa una

dramática disminución en los granos con 60° de desorientación y un aumento en los granos LAB $<15^\circ$ de desorientación en color verde y rojo, esto sugiere una estrecha relación de la temperatura y la deformación con la desorientación de los límites de grano, la mayoría de los límites de color verde se encuentran dentro de los granos identificados como granos deformados y sub-estructurados como se observó en la fracción recrystalizada.

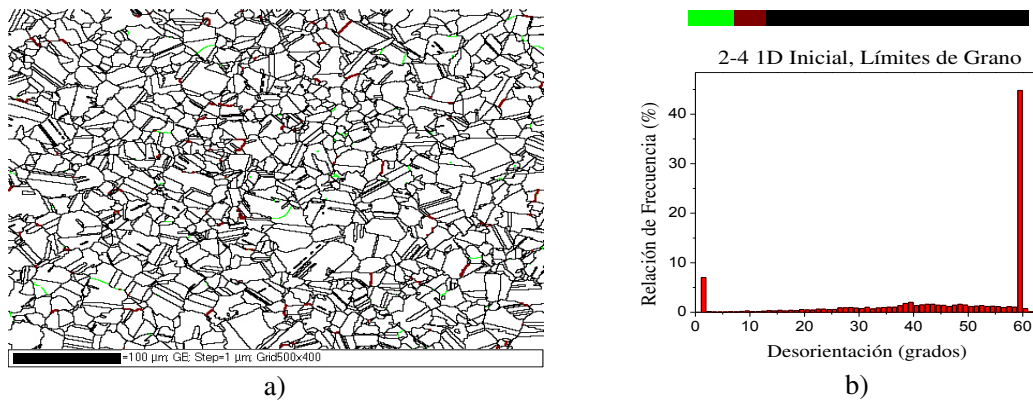


Figura 10.3.1. Resultados EBSD Límites de grano de la muestra 2-4 1D inicial después de TT DP718 sin ensayo mecánico de compresión en caliente, a) OIM de Límites de Grano, b) Gráfica “Relación de Frecuencia vs Desorientación”

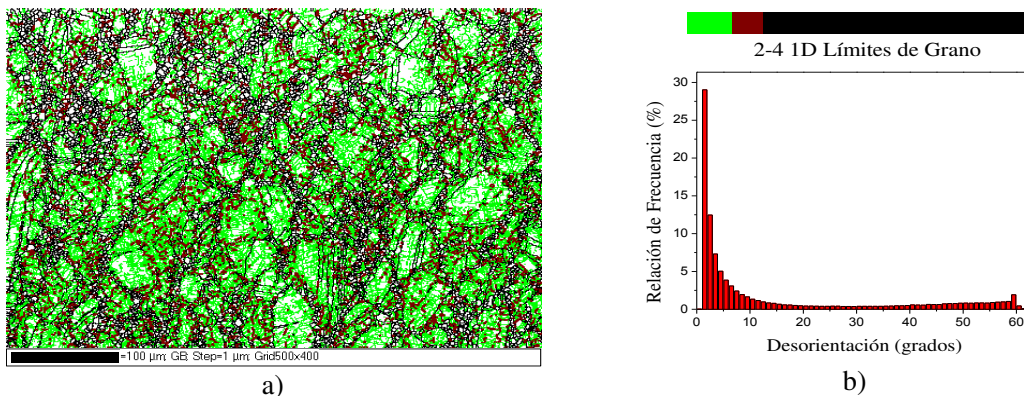


Figura 10.3.2. Resultados EBSD Límites de grano de la muestra 2-4 1D después de TT DP718 con ensayo mecánico de compresión en caliente, a) OIM de Límites de Grano, b) Gráfica “Relación de Frecuencia vs Desorientación”

Por otro lado, un aumento en la temperatura de deformación hasta 1020°C con la misma velocidad de 0.001s^{-1} velocidad de 0.001s^{-1} como en la muestra 2-3 1C incrementa el porcentaje de límites de grano HAB y sobre todo en grano HAB y sobre todo en límites de 60° de desorientación, también se aprecia un aumento en el porcentaje de aumento en el porcentaje de relación en los límites LAB $<5^\circ$, sin embargo, esto es debido a una línea recta verde con una tendencia marcada que cruza la OIM, la cual es una línea de pulido obvia que viene pulido obvia que viene desde la preparación metalográfica como se puede ver en la

Figura 10.3.3.

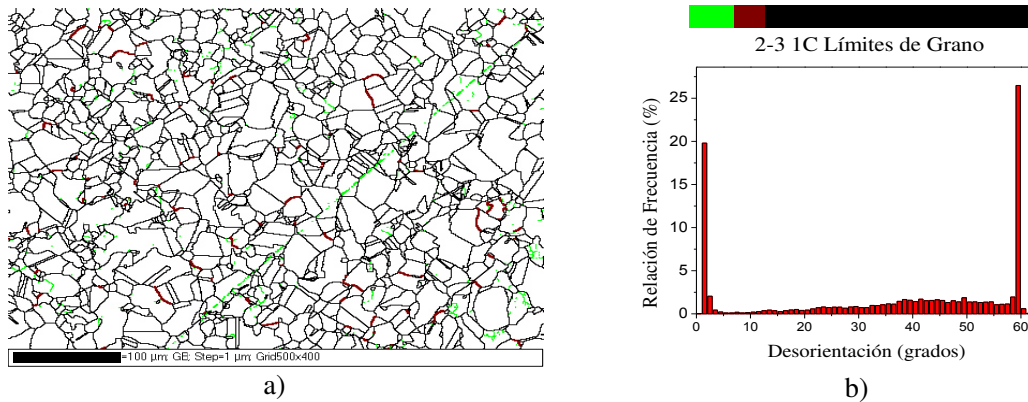


Figura 10.3.3. Resultados EBSD Límites de grano de la muestra 2-3 1C después de TT DP718 con ensayo mecánico de compresión en caliente, a) OIM de Límites de Grano, b) Gráfica “Relación de Frecuencia vs Desorientación”

La Figura 10.3.4 y la

Figura 10.3.5 presentan las frecuencias de los límites de grano de las muestras 2-3 1H y 2-4 1H, respectivamente, deformadas a $0.01s^{-1}$ y $1020^{\circ}C$, donde se puede observar de nueva cuenta un aumento en el porcentaje de límites LAB dentro de los granos deformados y sub-estructurados y una disminución en los granos HAB. Esto evidencia que al aumentar la velocidad de deformación aun a la temperatura de $1020^{\circ}C$ los límites LAB tienden a incrementarse, es decir, el aumento de los límites HAB se relaciona directamente con el aumento de la temperatura y la disminución de la velocidad de deformación.

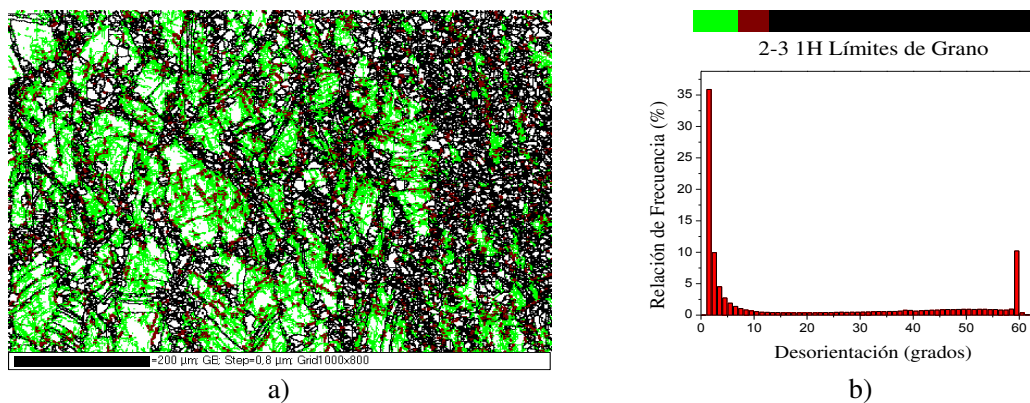


Figura 10.3.4. Resultados EBSD Límites de grano de la muestra 2-3 1H después de TT DP718 con ensayo mecánico de compresión en caliente, a) OIM de Límites de Grano, b) Gráfica “Relación de Frecuencia vs Desorientación”

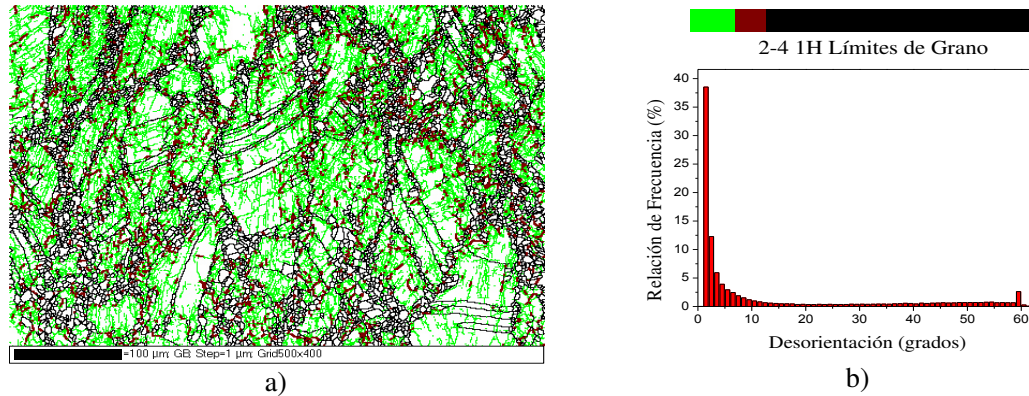


Figura 10.3.5. Resultados EBSD Límites de grano de la muestra 2-4 1H después de TT DP718 con ensayo mecánico de compresión en caliente, a) OIM de Límites de Grano, b) Gráfica “Relación de Frecuencia vs Desorientación”

El aumento en la temperatura o la disminución en la velocidad de deformación influyen directamente en la formación de límites HAB, sin embargo, la desorientación aumenta con la deformación, donde los sub-granos son desorientados progresivamente. Después de una deformación aproximadamente de 0.5, las distribuciones en desorientación alcanzan un estado estacionario, probablemente relacionado con un equilibrio entre el endurecimiento por deformación y la recuperación dinámica, particularmente dentro de las zonas afectadas con heterogeneidad de deformación, donde los límites de grano HAB aparecen primero. La estructura es capaz de disipar la energía y dar cabida a la incompatibilidad entre la deformación granos vecinos [67, 69], lo que sugiere una indicación de la disociación de los límites originales HAB y la generación de dislocaciones en altas velocidades de deformación. La frecuencia de los límites LAB disminuye gradualmente transformándose a límites de tamaño de ángulo medio o límites HAB para eliminar la energía almacenada con velocidades de deformación inferiores [102].

10.4 Límites especiales CSL y maclas

El análisis EBSD puede determinar la relación de orientación completa en un límite de grano y por tanto, más información que el ángulo de desorientación, que se discutió en la sección anterior. Por ejemplo, es posible detectar y medir los límites que tienen relaciones especiales de orientación, tales como límites de sitio de coincidencia de red (CSL) en la que hay una buena coincidencia atómica a través del límite y una fracción significativa de los sitios de átomos comunes a ambos cristales. El recíproco de la relación de sitios de átomos

que son comunes a ambos cristales (sitios de coincidencia) a los sitios de red se denota por la letra griega Σ .

El parámetro Σ es la relación de volumen de la celda unitaria de la CSL a la de la red cristalina o equivalentemente, Σ es la densidad recíproca de sitios coincidentes. Por ejemplo, si 1 en 3 sitios de red coinciden, esto se describe como una relación $\Sigma 3$. La superficie real del límite de grano se realiza como un plano que se extiende a través de la CSL [82], por ejemplo, en una frontera macla en un material FCC, un tercio de los sitios de red son comunes a ambos cristales y por lo tanto este es un límite $\Sigma 3$. Con el fin de determinar si un límite medido puede ser clasificado como un límite de CSL, algún criterio en cuanto a la desviación permisible de la relación exacta de orientación debe ser utilizado, y el criterio Brandon se utiliza más comúnmente. Esto indica que la desorientación máxima permisible ($\Delta\theta$) de la relación CSL exacta es:

$$\Delta\theta = \theta_m \Sigma^{-1/2} \qquad \text{Ecuación 10.4.1}$$

Donde θ_m es el ángulo máximo de desorientación para un límite LAB (normalmente 15°). Así, para un límite de LAB ($\Sigma 1$), $\theta = 15^\circ$ y para un límite $\Sigma 3$, $\theta = 8.7^\circ$ [80].

Los límites CSL se pueden caracterizar usando funciones de distribución de desorientación (MDF). Un MDF describe la desorientación de un límite de grano en términos de un eje de rotación que los dos granos tienen en común y la rotación sobre el eje para las dos redes en coincidencia (un par de ejes/ángulo) [103].

La fracción de límites CSL puede aumentar con la recristalización y tienen relativamente poca energía y movilidad, la Figura 10.4.1 presenta los límites CSL de la muestra 2-4 1D inicial, donde se observa un gran porcentaje aproximado de 46% de límites $\Sigma 3$ de maclas de recocido, donde los límites maclas coherentes más comunes que se encuentran en el plano $\{111\}$ tienen energías y movilidades muy inferiores a los límites maclas incoherentes en otros planos; por ejemplo: plano $\{110\}$ con 70° y 109.47° de desorientación [104], lo que lleva esto a su hábito planar característico y tiene una desorientación de 60° alrededor de un eje $\{111\}$, que es una relación $\Sigma 3$ [80].

Por otro lado $\Sigma 9$ con 38.94° y 141.06° de desorientación alrededor de un plano eje $\{110\}$ más comunes, es el segundo límite con más presencia con un porcentaje aproximado de 2% en la muestra 2-4 1D con únicamente TT DP718, esto es consistente con los resultados anteriores y sitúa de manifiesto la gran presencia de maclas formadas durante el TT DP718 en una microestructura prácticamente recristalizada con muy poco porcentaje de granos subestructurados y libre de deformación después del TT.

Durante la migración de los límites, las interacciones ocurren predominantemente entre los límites $\Sigma 3$ preexistentes dando lugar a múltiples maclas y la interacción que se produce con frecuencia entre dos maclas preexistentes resulta en un límite $\Sigma 9$ según la relación $\Sigma 3 + \Sigma 3 = \Sigma 9$. Cuando un límite $\Sigma 9$ generado de esta manera se encuentra con otra frontera $\Sigma 3$, el resultado es un nuevo límite $\Sigma 3$ o un $\Sigma 27$ de acuerdo con la relación $\Sigma 3 + \Sigma 9 = \Sigma 3$ o $\Sigma 3 + \Sigma 9 = \Sigma 27$, respectivamente. Sin embargo, a partir de estadísticas de límites $\Sigma 3$, $\Sigma 9$ y $\Sigma 27$ en varias microestructuras, se infiere que $\Sigma 3 + \Sigma 9 = \Sigma 3$ se produce con más frecuencia que $\Sigma 3 + \Sigma 9 = \Sigma 27$ [105-111].

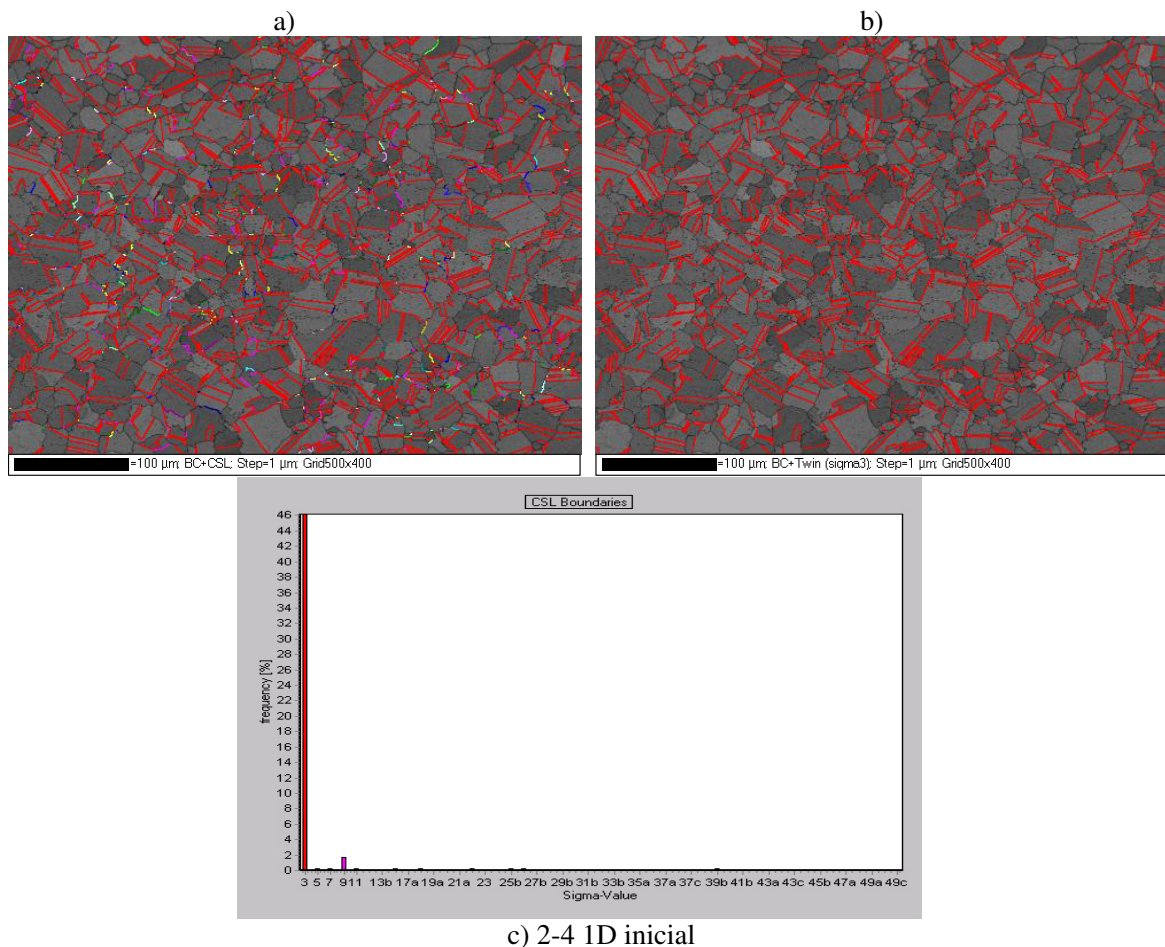


Figura 10.4.1. Resultados EBSD límites CSL de la muestra 2-4 1D inicial después de TT DP718 sin ensayo mecánico de compresión en caliente, a) OIM de Límites de Grano CSL, b) OIM Límites Maclas, c) Gráfica “Frecuencia vs Valor de Sigma”

La muestra 2-4 1D con deformación a $0.001s^{-1}$ y $960^{\circ}C$ se presenta en la Figura 10.4.2 donde se puede observar una disminución notoria en el porcentaje de maclas $\Sigma 3$ con un 3.5% aproximadamente en comparación a la muestra 2-4 1D inicial con 46%, por otro lado, se puede distinguir la presencia de límites CSL $\Sigma 9$, $\Sigma 11$ y $\Sigma 19a$ con 38.94° , 50.48° y 26.53° de desorientación, respectivamente, alrededor de un plano preferencial comúnmente de $\{110\}$, sin embargo, se puede advertir también la presencia de $\Sigma 7$ y $\Sigma 21a$ con 38.21° y 21.79° de desorientación, respectivamente, alrededor del mismo plano preferente de $\Sigma 3$ $\{111\}$ y otros límites CSL aleatorios. Los límites maclas $\Sigma 3$ decrecen con la deformación como se aprecia en la microestructura parcialmente recrystalizada y en su mayoría deformada y sub-estructurada de la muestra 2-4 1D.

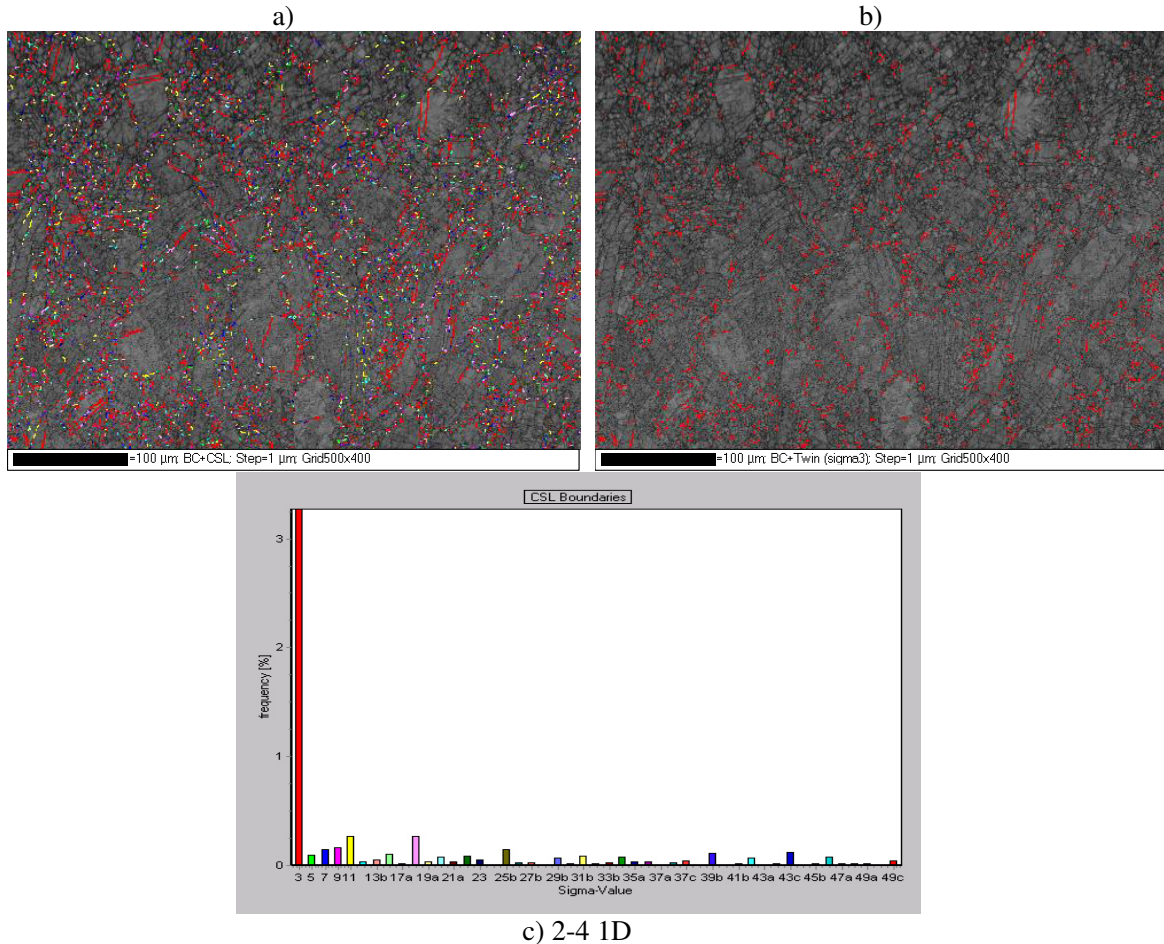


Figura 10.4.2. Resultados EBSD límites CSL de la muestra 2-4 1D después de TT DP718 con ensayo mecánico de compresión en caliente, a) OIM de Límites de Grano CSL, b) OIM Límites Maclas, c) Gráfica “Frecuencia vs Valor de Sigma”

La Figura 10.4.3 presenta la muestra 2-3 1C deformada a 1020°C y 0.001s^{-1} con un porcentaje mayor del 28% de límites maclas $\Sigma 3$ y 2% de límites CSL $\Sigma 9$ aproximadamente, estos últimos se encuentran en su mayoría en límites de granos sub-estructurados (límites CSL color morado). Sin presencia de granos deformados y una mayoría de granos recrystalizados como se pudo observar en el capítulo 10.2, la presencia de maclas $\Sigma 3$ aumenta, aunque la velocidad de deformación de 0.001s^{-1} es la misma que la muestra 2-4 1D, la preferencia de formación de los granos con límites CSL aumenta con la cantidad de recrystalización (altas temperaturas y bajas velocidades de deformación) [103], esto sugiere que el tiempo que tarda la muestra sometida a una mayor temperatura de deformación de 1020°C es suficiente para promover la recrystalización de los granos deformados y los límites maclas $\Sigma 3$.

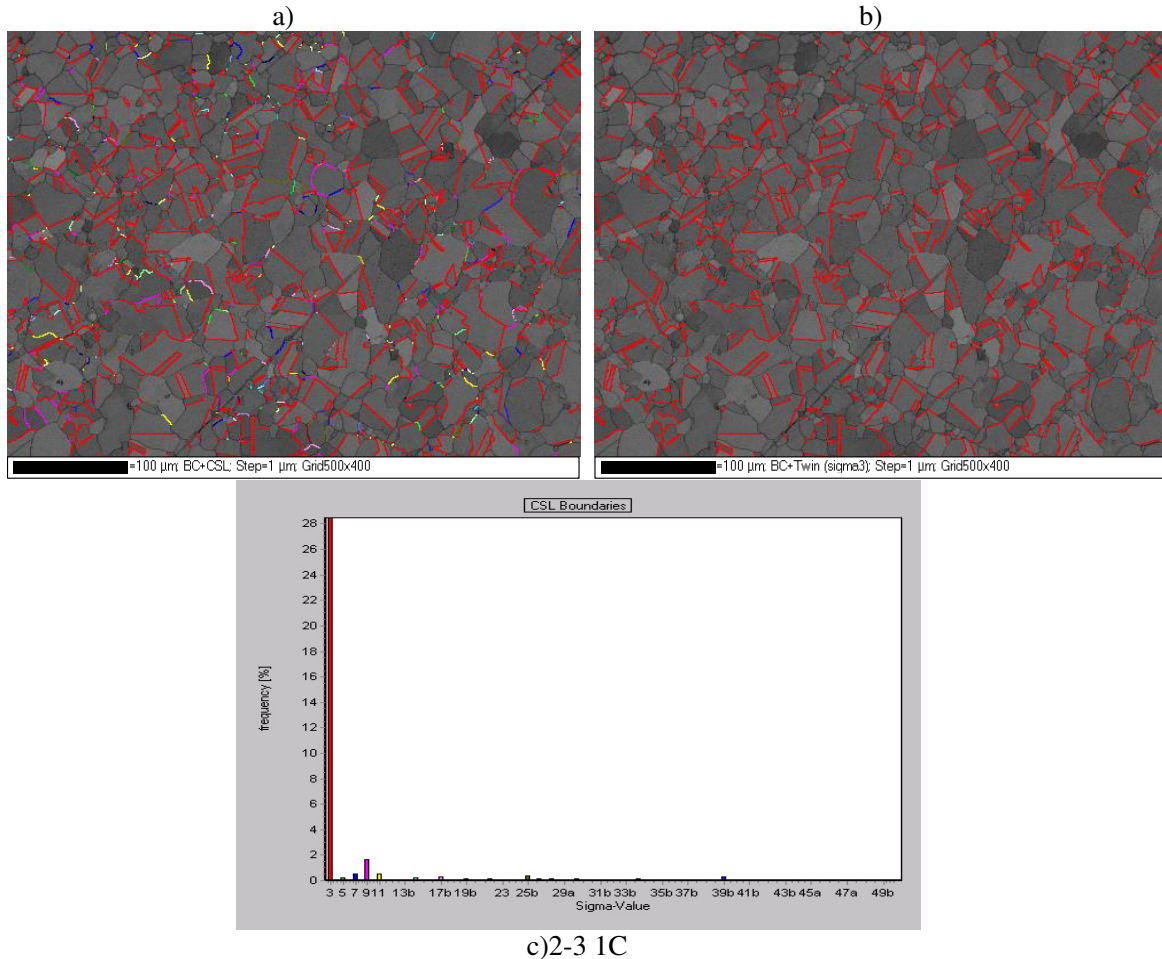


Figura 10.4.3. Resultados EBSD límites CSL de la muestra 2-3 1C después de TT DP718 con ensayo mecánico de compresión en caliente, a) OIM de Límites de Grano CSL, b) OIM Límites Maclas, c) Gráfica “Frecuencia vs Valor de Sigma”

Los límites CSL prefieren bajas velocidades y altas temperaturas de deformación para su formación, no obstante, la muestra 2-3 1H deformada a $0.01s^{-1}$ y $1020^{\circ}C$ presentada en la Figura 10.4.4, exhibe que los límites maclas $\Sigma 3$ y límites CSL $\Sigma 9$ con 11% y 0.5%, respectivamente, son los límites CSL con mayor presencia, a pesar de que la velocidad de deformación aumenta y que se ha observado que el porcentaje de $\Sigma 3$ disminuye con la deformación (Figura 10.4.2), esto debido a que los límites maclas $\Sigma 3$ son desorientados en la deformación debido a la activación de los diferentes sistemas de deslizamiento en los cristales en sus dos lados, por lo tanto los límites maclas $\Sigma 3$ iniciales se transforman progresivamente en límites de grano normales HAB móviles a través del esfuerzo, por lo tanto, la relación de $\Sigma 3$ disminuye en el comienzo de la deformación, pero aumenta con el inicio de la recrystalización. En efecto, los límites maclas se generan debido a la migración

límite de grano móvil que tiene lugar dentro de los granos recristalizados de collar [67, 69, 70, 76, 112, 113].

En contraste, la Figura 10.4.5 presenta la muestra 2-4 1H con las mismas condiciones de deformación a $0.01s^{-1}$ y $1020^{\circ}C$ que la muestra 2-3 1H y en ella se aprecia una microestructura muy similar a la muestra 2-4 1D de la Figura 10.4.2, donde se observa una disminución evidente de los límites maclas $\Sigma 3$ con un 3% aproximadamente y la presencia de límites CSL $\Sigma 9$, $\Sigma 11$ y $\Sigma 19a$ y otros límites CSL aleatorios, esto se podía inferir gracias a las diferencias notables en la microestructura de ambas muestras, es decir, aunque las condiciones de deformación son las mismas, la microestructura presenta un mayor porcentaje de granos deformados y sub-estructurados, por lo cual disminuye el porcentaje de $\Sigma 3$.

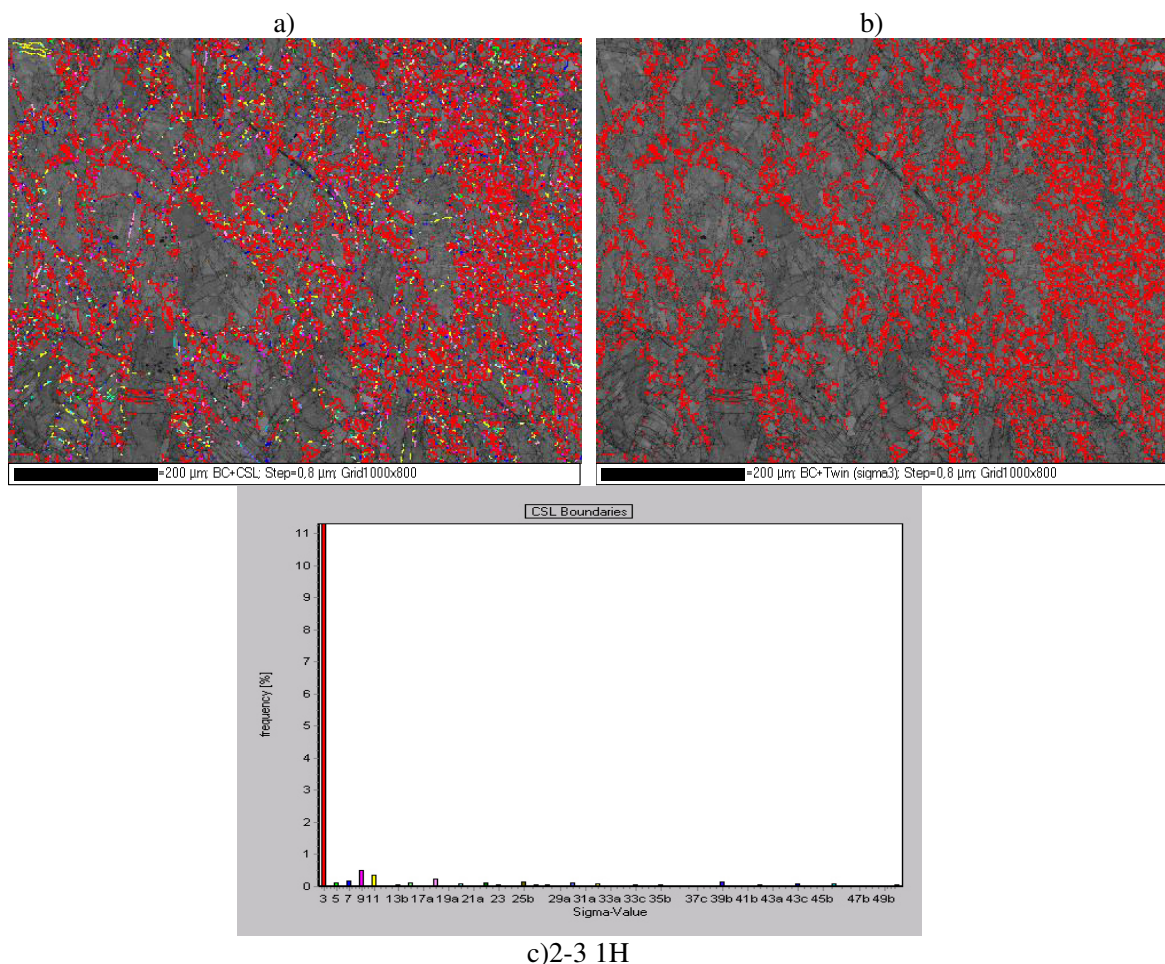


Figura 10.4.4. Resultados EBSD límites CSL de la muestra 2-3 1H después de TT DP718 con ensayo mecánico de compresión en caliente, a) OIM de Límites de Grano CSL, b) OIM Límites Maclas, c) Gráfica “Frecuencia vs Valor de Sigma”

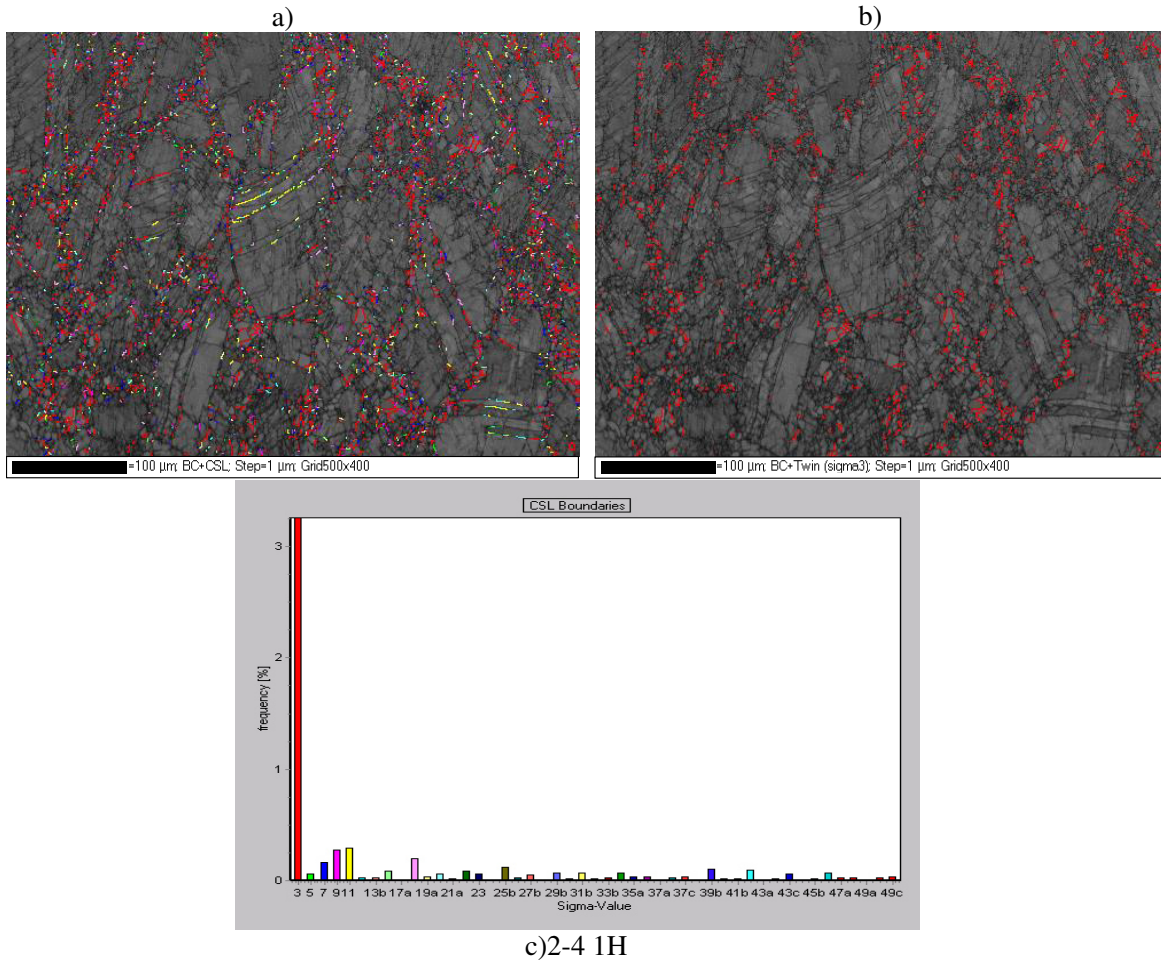


Figura 10.4.5. Resultados EBSD límites CSL de la muestra 2-4 1H después de TT DP718 con ensayo mecánico de compresión en caliente, a) OIM de Límites de Grano CSL, b) OIM Límites Maclas, c) Gráfica “Frecuencia vs Valor de Sigma”

La IN718 tiene una baja SFE y promueve la DRX y con esto la formación de límites maclas $\Sigma 3$ en el recocido durante y después de la deformación plástica, la dependencia de la densidad de límites maclas (ρ , $\Sigma 3$) a la SFE y al tamaño de grano (d) del material puede ser descrita mediante una ecuación simple:

$$\rho = \frac{b}{d} \log \frac{d}{d_0} \quad \text{Ecuación 10.4.2}$$

Donde b es una constante relacionada con el inverso de la SFE del material y d_0 es el tamaño de grano en la que $\rho=0$. Por lo tanto, una baja SFE y el tamaño de grano más pequeño producirían una mayor fracción de los límites de $\Sigma 3$ [77], como se puede apreciar en las muestras 2-3 1H y 2-4 1H.

10.5 Identificación de la fase delta δ

La identificación completa de fase debe incluir dos componentes que identifican la fase única: estructura y la química. Estrictamente hablando, la identificación inequívoca de fase cristalina requiere la determinación de la disposición exacta periódica, atómica de la fase desconocida. Esta es la información contenida en el grupo espacial, parámetros de red, y las ocupaciones químicas de las posiciones atómicas del grupo de espacio para una fase dada [62]. EBSD se puede utilizar para facilitar la identificación de fase basada en EDX, especialmente para las fases fuera de estequiometría y para las fases que tienen composiciones químicas idénticas o similares, pero diferentes estructuras cristalinas [78].

Las mediciones se realizan en lugares individuales en una matriz regular definida por el usuario. En cada punto, se recoge un patrón EBSD, la posición de las bandas en el patrón localizada utilizando rutinas de procesamiento de imágenes y la orientación determinada a partir de la geometría de las bandas. Este procedimiento se realiza sin ninguna intervención del operador. En los materiales multifásicos también es posible diferenciar la fase en cada punto en una exploración OIM. Esto se hace por un punto individual en la exploración realizando el proceso de indexación de cada una de las fases constituyentes y la búsqueda de la fase con la mejor solución para las bandas detectadas en el patrón de difracción.

La diferenciación de fase funciona bien cuando las estructuras cristalinas de los candidatos de fase son relativamente diferentes. Incluso cuando dos fases tienen la misma simetría de un grupo de puntos que se pueden distinguir si los planos de difracción son diferentes. Por ejemplo, una fase cúbica centrada en el cuerpo es relativamente fácil de diferenciarse de una fase cúbica centrada en las caras debido a la singularidad de los ángulos interplanares entre los planos de difracción para cada fase. Una buena aplicación de la diferenciación de fase en EBSD es en muestras donde las fases constituyentes tienen esencialmente la misma composición química, pero varían en estructura cristalográfica. En estos casos, las fases constituyentes no pueden distinguirse por mapas de espectroscopia de dispersión de energía de rayos X estándar (EDX) [114].

En este caso la Fase Delta δ identificada tiene una estequiometría Ni_3Nb y una estructura ortorrómbica, el ortorrómbica, el análisis se llevo a cabo precisando la longitud de red y el grupo espacial con sus respectivas

con sus respectivas posiciones de Wyckoff, los parámetros se presentan en la **Tabla 13**. La Fase gama γ identificada de color azul se cuantificó en 91.1% y la fase delta δ de color amarillo en 8.95% que corresponden a la muestra 2-4 1H después del proceso DP718 con deformación a $0.01s^{-1}$ y $1020^{\circ}C$, donde la fase delta δ se encontró en su mayoría en los límites de grano, sin embargo, también se aprecian a través de los granos y en los límites maclas, como se puede observar en la

Figura 10.5.1. El hecho de que la fase delta δ en su mayoría se encuentre en los límites de grano sugiere un efecto de anclaje y por lo tanto un control del crecimiento de grano durante la deformación en caliente.

Tabla 13. Parámetros estructurales para la fase δ a $25^{\circ}C$: Pmmn (n°59) con $a = 5.114 \text{ \AA}$, $b = 4.244 \text{ \AA}$ y $c = 4.538 \text{ \AA}$ [48].

	Wyckoff	x	Y	z	Ocupación
Ni (1)	2a	0	0	0.3182	1
Ni (2)	4f	0.7494	0	0.8414	1
Nb(1)	2b	0	1/2	0.6513	1

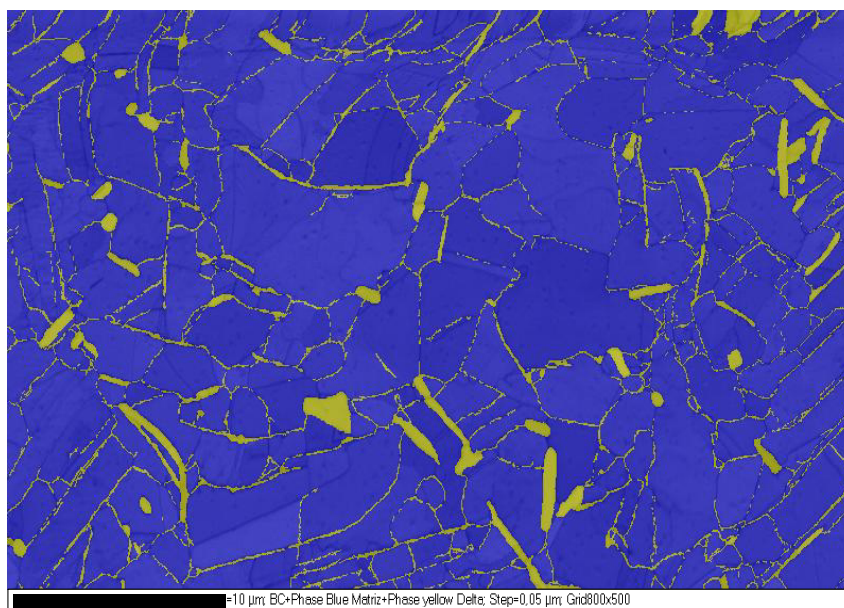


Figura 10.5.1 Identificación de la fase delta δ

10.6 Líneas de kikuchi gama γ y delta δ

Un software especializado puede analizar los patrones de Kikuchi de electrones retrodispersados EBSKP mediante la detección de un número de bandas de Kikuchi utilizando una transformada de Hough optimizada, esta transformada es un artificio matemático que

convierte los bordes de las líneas en puntos de ese espacio y los compara con patrones teóricos de la base de datos del programa. Con la información a priori sobre las fases candidatos bajo el haz de electrones, el software determina todas las orientaciones posibles con cada fase y reporta el mejor ajuste, orientación e identificación de fase. El EBSKP se considera entonces indexado cuando se conocen la fase y su orientación [84, 118].

Para el caso de análisis semi-automatizado de EBSKP, la identificación de las bandas en los patrones es vital para el análisis informático posterior. Mientras que el análisis manual proporciona la más alta precisión final en virtud de proporcionar un mayor control por medio de comparación con un atlas de patrones de Kikuchi [115], la detección automatizada de bandas de Kikuchi es de gran beneficio si un gran número de patrones de difracción se van a analizar. En tales casos, la resolución de la transformada de Hough debe maximizarse para identificar correctamente las posiciones de las bandas.

Una vez que las bandas con alta definición, y patrones bien calibrados se identifican, el ajuste de fase automatizada se puede realizar utilizando una base de datos de diferentes fases. Este método es similar a la indexación automática de una sola fase, excepto que las mejores soluciones para múltiples fases se comparan entre sí para encontrar la mejor identificación [62]. Una vez que se identificó una fase dada, un patrón de EBSKP es ajustado con la orientación correcta y superpuesto sobre el patrón EBSKP desconocido para la comparación [116].

La Figura 10.6.1 presenta la indexación de EBSKP de la fase gama γ en b) y d) y de la fase delta δ en c) y e) de la muestra 2-4 1H con deformación a $0.01s^{-1}$ y $1020^{\circ}C$, con la superposición de EBSKP en azul y amarillo, respectivamente, utilizando por un lado, los parámetros del níquel existentes en la base de datos del software para la fase gama γ y por otro lado, los parámetros de la Tabla 13 para la fase delta δ . Las líneas centrales de las bandas de Kikuchi corresponden a la proyección de los planos de difracción sobre la pantalla de fósforo.

Por lo tanto, cada banda Kikuchi puede ser indexada por los índices de Miller del plano del cristal difractado que la formó. Cada intersección de banda corresponde a la intersección de una dirección de cristal con la pantalla. En particular, las intersecciones de

las bandas de Kikuchi corresponden a la intersección de los ejes de zona en el cristal con la pantalla. Estas intersecciones pueden ser etiquetadas por la dirección del cristal para el eje de zona, que es la dirección común compartida por dos planos del cristal. Un eje de zona $[uvw]$ es siempre perpendicular al plano normal (hkl) que comprende la zona $[11\bar{7}]$.

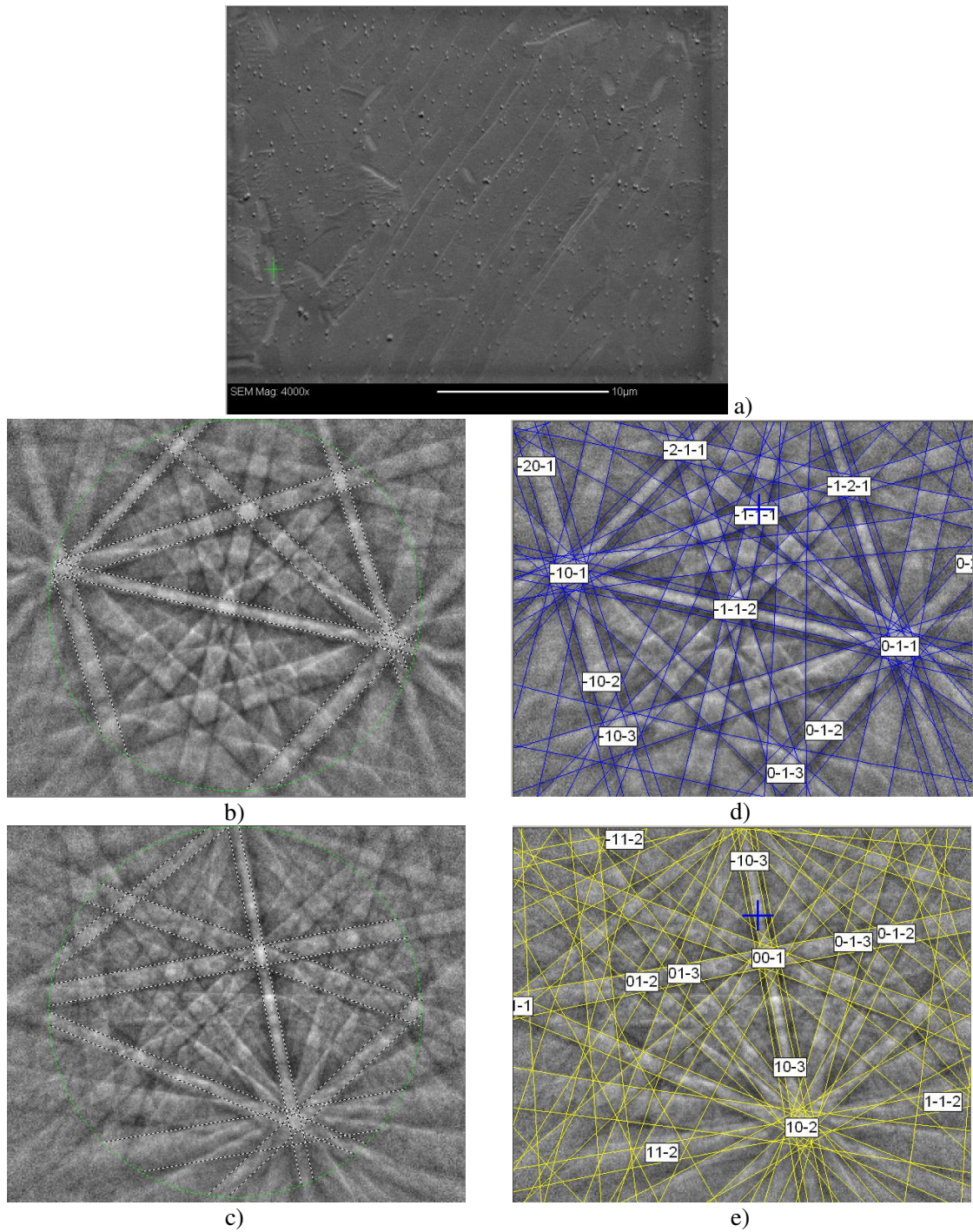


Figura 10.6.1. Indexación de EBSKP de la muestra 2-4 1H con DP718, a) Zona de estudio Imagen SEM, b) y d)

10.7 Figuras de polos

Una figura de polos directa (DPF) es una proyección estereográfica que muestra la distribución de polos, o las normales a los planos, de un plano cristalino específico, usando los ejes de la muestra como ejes de referencia. En el caso de textura aleatoria, los polos se distribuirán uniformemente en la proyección, pero si existe textura como tal, los polos aparecerán alrededor de algunas orientaciones preferenciales, dejando las demás áreas desocupadas como se observa en la

Figura 10.7.1 [61].

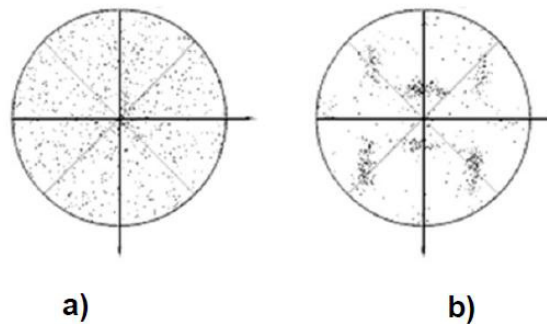


Figura 10.7.1. a) Figura de polos con textura aleatoria b) Figura de polos con textura preferente. Orientación preferencial = textura cristalográfica [63]

En una figura de polo inversa (IPF), los ejes de la esfera de proyección están alineados con las direcciones de cristal. Las direcciones representadas son la proyección estereográfica de direcciones de cristal paralela a ya sea la dirección normal (ND), dirección de laminación (RD) o la dirección transversal (TD) en la muestra. En la OIM de los cristales, el haz de electrones se escanea sobre la muestra en una cuadrícula de puntos y en cada punto se encuentra un patrón de difracción obtenido, una orientación del cristal medido y un color asignado de acuerdo con su posición en la IPF. La simetría del cristal de la muestra determina la forma de la región de la proyección estereográfica utilizada para la IPF. Cualquiera de las direcciones equivalentes cristalográficamente simétricas se pueden asignar a una dirección particular de la muestra, la forma de la IPF es tal que la dirección aparece sólo una vez [117].

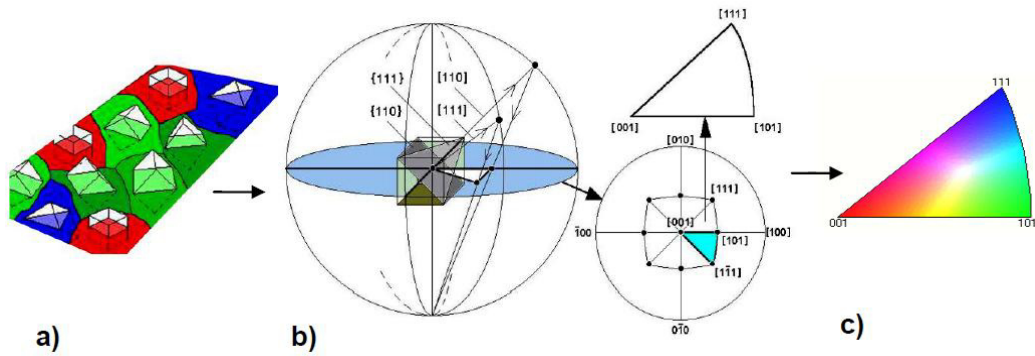


Figura 10.7.2. a). Figura de polo inversa obtenida a través de una proyección estereográfica. b) Figura de polo inversa utilizada por el equipo para la identificación de intensidades c) Representación semántica de las orientaciones del cristal [63,117]

Las DPF son el método más común de presentar datos de textura para materiales tales como láminas de acero, donde la descripción del producto requiere de la especificación de dos direcciones. Para procesos de deformación de gran simetría como la forja uniaxial o ensayos de compresión en caliente que sólo requieren especificar un eje, se puede dar una descripción satisfactoria de la textura por medio de la IPF. Esta figura utiliza un triángulo estereográfico unitario como marco de referencia, en el cual los ejes del cristal son fijados por la IPF, la figura de polo estereográfica puede ser reducida, en donde solo 1/48 de todas las proyecciones estereográficas es requerida, véase la Figura 10.7.2. Ya que no se hace distinción entre familias de direcciones, la IPF es trazada en una porción de la proyección estereográfica, de tal manera que, solo un polo de una familia de polos puede ocurrir en cada área. Los colores en la IPF exponen la frecuencia con la cual un eje de alta simetría en la muestra de estudio coincide con direcciones específicas del cristal [119, 120].

La Figura 10.7.3 muestra las DPF de {100}, {110} y {111} y las IPF respecto a X0, Y0 y Z0 de la fase gama γ en a) y b), respectivamente, tanto en las DPF como en las IPF, es claro que existe una distribución aleatoria de colores que describen las orientaciones cristalográficas, sin embargo en la IPF con respecto a X0 se puede distinguir una aglomeración de color verde y roja que advierte una ligera preferencia por la dirección $\langle 101 \rangle$ y $\langle 001 \rangle$, respectivamente, por lo tanto X0 podría representar el eje transversal de la dirección de deformación.

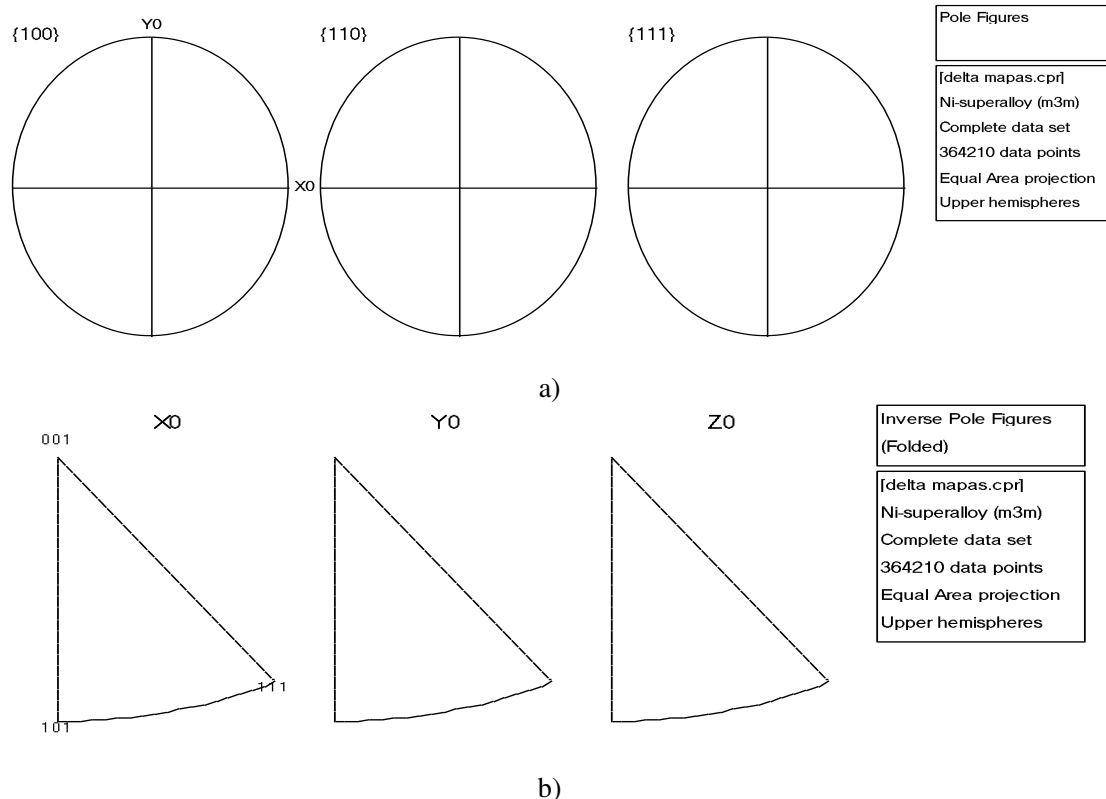


Figura 10.7.3. a) Figura de Polos Directa (DPF) Fase Gama γ , b) Figuras de Polos Inversa (IPF), Fase Gama γ

En la Figura 10.7.4 se muestran los OIM de orientación cristalina del material en a), b) y c), en donde la diferente coloración está relacionada con la orientación cristalina característica de la estructura granular del material. Aunque cada grano se caracteriza por una coloración que define la orientación predominante, se pueden observar diferentes tonalidades que nos indican la presencia de distintas orientaciones dentro de un grano producidas por las numerosas dislocaciones y sub-estructuras producidas en la deformación [121].

En el material deformado la variedad de tonalidades dentro de cada grano es destacable, lo que indica la generación de las subestructuras mencionadas vinculadas al proceso de deformación sobre el material. Este cambio local de las orientaciones cristalinas producidas en el interior de los granos también es observado en las IPF mostradas en la Figura 10.7.4 en d), e) y f) para la fase delta δ respecto a Z0, Y0 y X0, respectivamente, en las que se observa una gran dispersión de orientaciones cristalinas que aumenta con la deformación y una distribución aleatoria en las orientaciones cristalográficas independientemente del eje Z0, Y0 y X0, como se observa en las fases delta δ señaladas de 1 a 4 en la Figura 10.7.4.

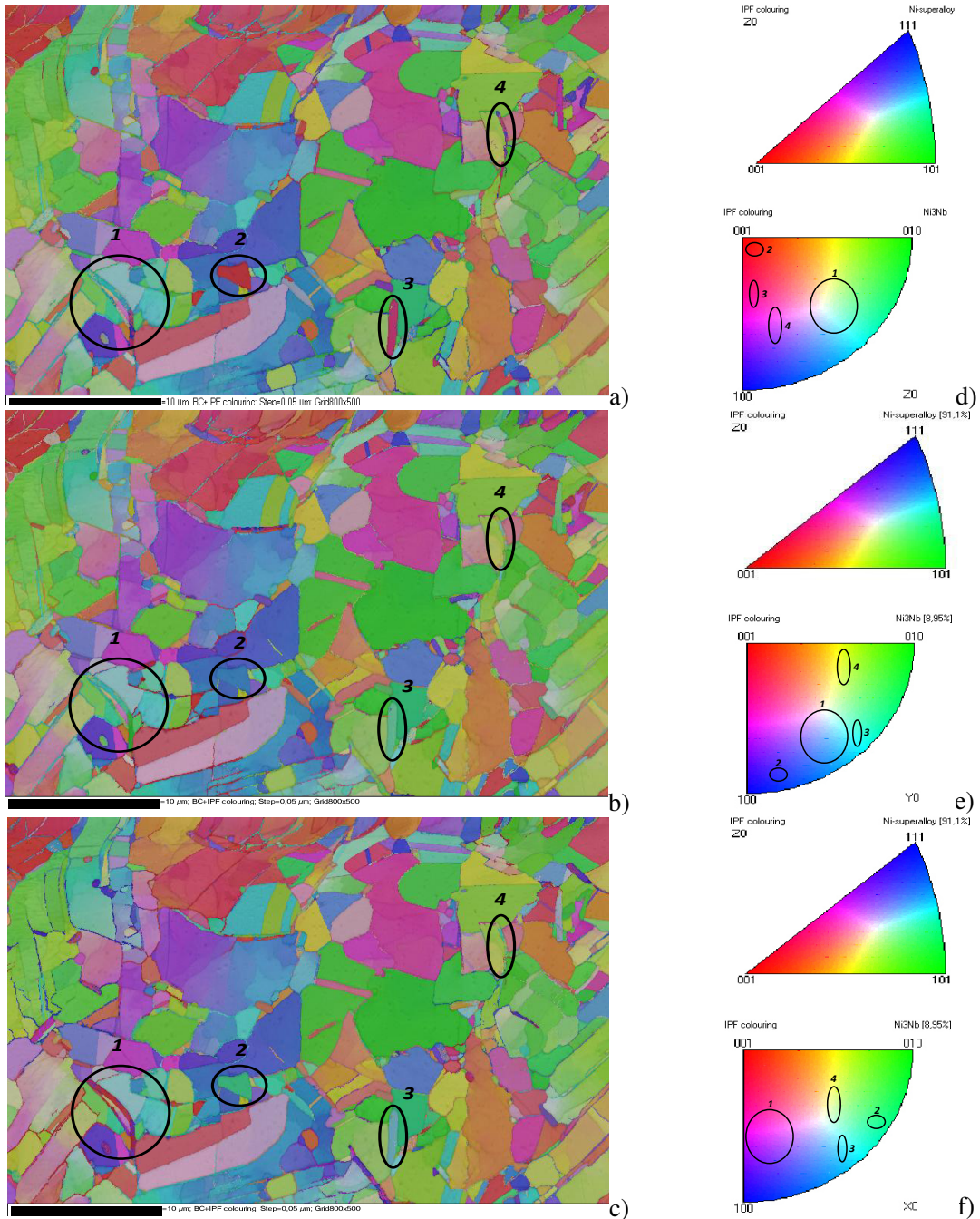


Figura 10.7.4. Figuras de Polos Inversa (IPF). a), b) y c) OIM, d) Fases γ y δ , eje Z0, e) Fase γ eje Z0 y Fase δ eje Y0, f) Fase γ eje Z0 y Fase δ eje X0

10.8 Relación de orientación

La relación de orientación entre dos cristales o dos fases orientadas de manera diferente, es una transformación espacial aplicada a un cristal a fin de que ambas orientaciones tengan coincidencia suponiendo un origen común para ambas redes, esto se consigue mediante una

simple rotación relativa de una red a la otra, que se expresa convenientemente por una matriz de transformación de rotación g^m :

$$\{C_i\} = g^m \{C_j\} \quad \text{Ecuación 10.8.1}$$

Donde C_i y C_j son los sistemas coordinados del cristal. La forma más fácil para describir la rotación de tal matriz es en términos de un eje de rotación $\langle hkl \rangle$ común ó un eje correspondiente a cada fase para ambos sistemas de coordenadas de red y un ángulo de rotación θ (

Figura 10.8.1). Por lo tanto, es común mantener la inclinación de los límites de fases constantes y sólo tener en cuenta la dependencia del ángulo de rotación [122].

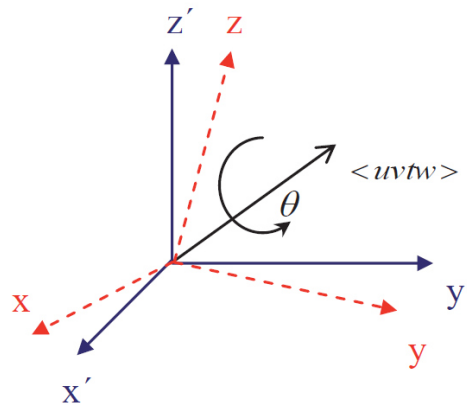


Figura 10.8.1. Rotación alrededor del eje $\langle uvw \rangle$ de ángulo θ coincidencia de los sistemas de coordenadas 1 y 2 [122]

Los límites de fase y el ángulo de desviación en la relación de orientación entre gama γ y delta δ son presentados en la Figura 10.8.2, la relación de orientación entre gama γ y delta δ encontrada y fijada en las familias de plano y direcciones es $\{111\}\gamma // \{110\}\delta$ y $\langle 1-10 \rangle\gamma // \langle 1-11 \rangle\delta$, respectivamente.

Los límites de fase identificados por tres diferentes colores respecto al ángulo de desviación, amarillo $>10^\circ$, verde limón $>20^\circ$ y azul turquesa $>30^\circ$ se muestran en la Figura 10.8.2 b) y c), donde se observan la OIM y la gráfica de relación de orientación con una gran presencia de límites mayores a 30° de color turquesa, en donde, el ángulo más destacado en porcentaje de frecuencia es de 40° .

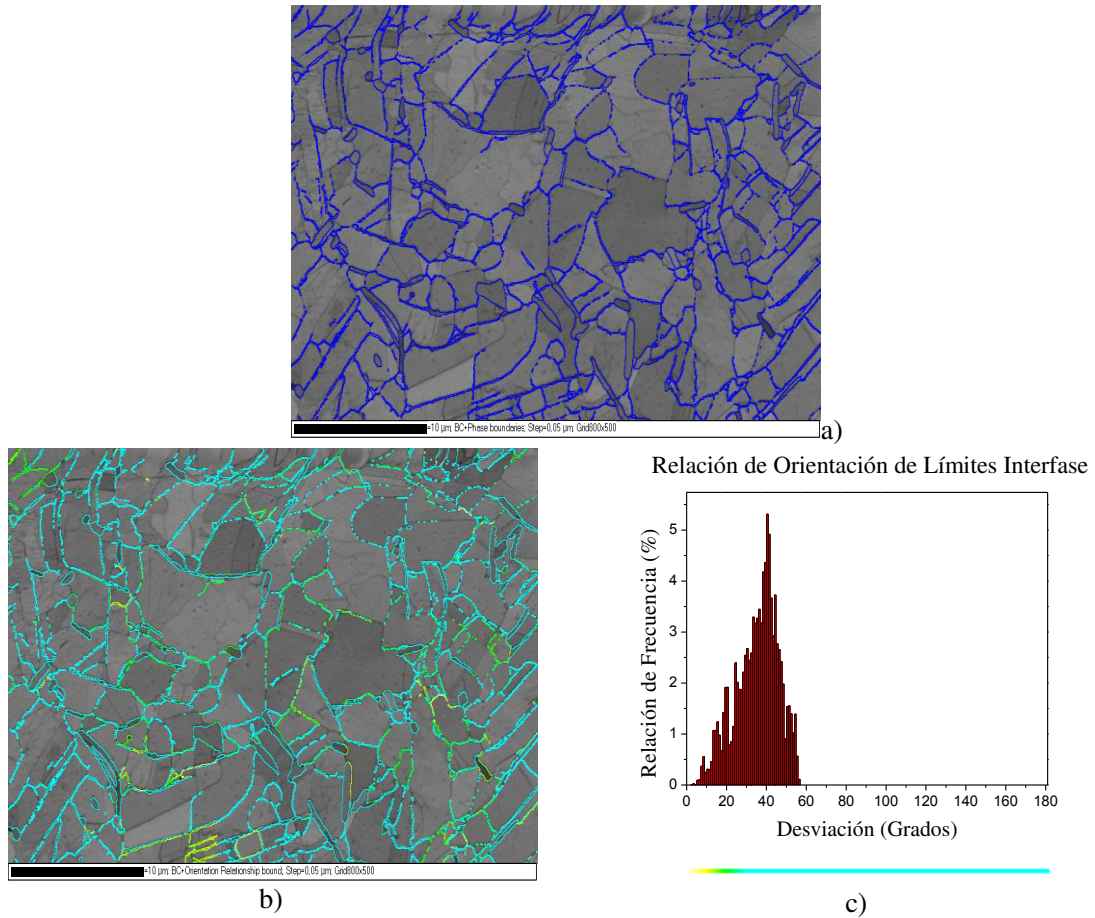


Figura 10.8.2. a) Límites de Fase, b) OIM Relación de Orientación y c) Gráfica “Frecuencia vs Desviación”

Por otro lado, la desorientación de las fases γ y δ , se presentan en la

Figura 10.8.3. El mayor porcentaje de frecuencia del ángulo promedio de desorientación de la fase γ con 0.08%, corresponde a ángulos $<1^\circ$ de color azul, y por su parte, la fase δ presenta un porcentaje mayor de ángulo promedio de desorientación de 12% para $<1^\circ$, esto revela que ambas fases encuentran en su mayoría una relación necesaria de menos de 1° para la transformación de un marco de referencia local de una red cristalina a otra, es decir, es la distancia en el espacio de orientación entre dos orientaciones distintas.

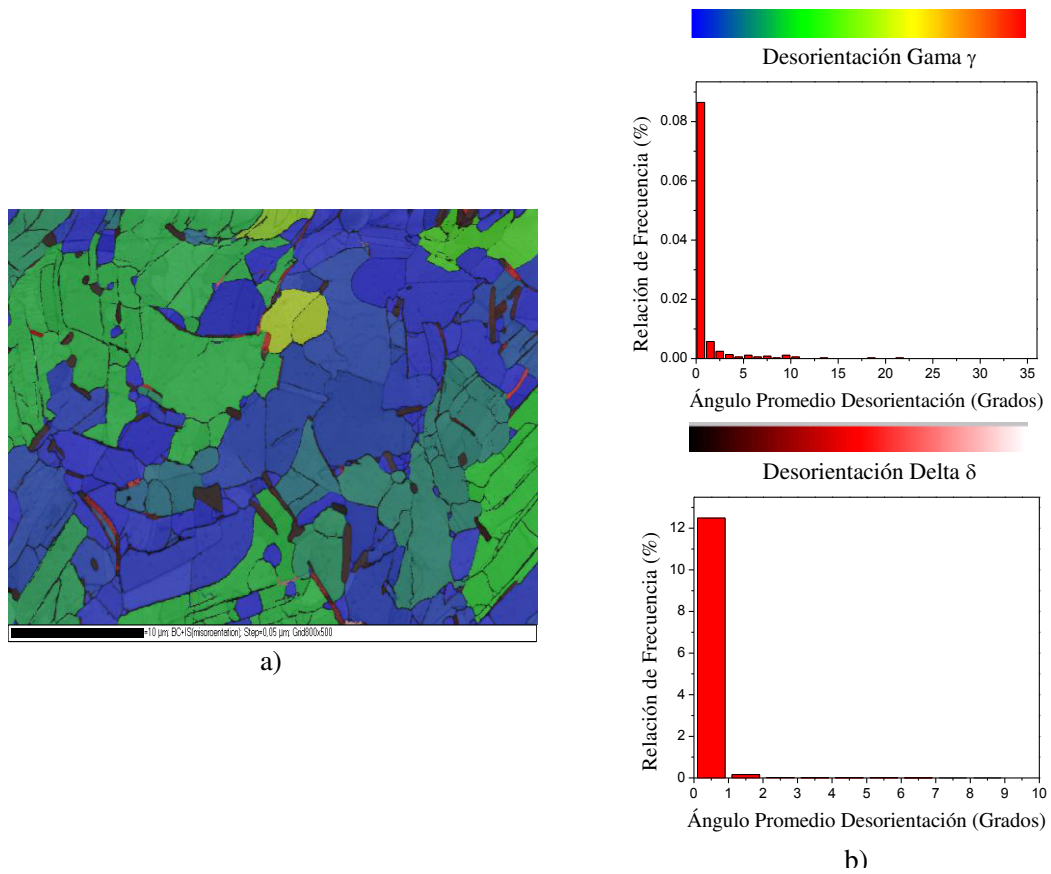


Figura 10.8.3. a) OIM Desorientación, b) Gráfica "Frecuencia vs Ángulo Promedio Desorientación" Gama γ y Delta δ

11 Resultados y caracterización de microscopía electrónica de transmisión TEM

La muestra 2-4 1H fue preparada en rebanada de 0.3 mm de espesor y perforada en rodaja de 3 mm de diámetro. Las rodajas para TEM se desbastaron usando papel de SiC 1200 y el área electrónicamente transparente en la muestra se formó por electro pulido en una Electropolisher 3-Tenupol de doble de chorro de la marca Struers, usando un electrolito que contiene 60% de Metanol y 34% Butil Cellosolve y 6% Perclórico a 60% a -5°C , a un potencial aplicado de 24V y después desbastado por medio de rayo de iones (Ion Milling) por 2 hrs en la Universidad Politécnica de Cataluña, (para más métodos de preparación véase las referencias 135, 137-141, 146, 147) la muestra fue observada en el Microscopio Electrónico de Transmisión, FEI TEM Titan G2 80-300, FEI Company, de la U.A.N.L.

11.1 Campo claro

A continuación se presentan las micrografías de Campo Claro obtenidas en el TEM, la **Figura 11.1.1** presenta una estructura de inter cruzamiento de bandas delta δ Widmanstätten, en forma de agujas, como se ha observado en las diferentes micrografías obtenidas vía OM y SEM y de acuerdo con los resultados presentados por Wang et.al y Chang et.al. [17, 133], en la muestra deformada a 0.01s^{-1} y 1020°C , se puede observar que, a esta velocidad de deformación todavía existen fases delta δ en la matriz en forma de aguja sin disolver y las dislocaciones se han acumulado alrededor de la fases δ (como se verá más adelante), por lo tanto, esto puede servir como otro mecanismo de DRX para delta-procesado de la IN718 a la temperatura de deformación de 1020°C .

Por otro lado, las flechas en la **Figura 11.1.1** indican una discontinuidad en el precipitado de la fase delta δ , que de acuerdo con Moukrane Dehmas et.al [48], las dos áreas observadas sugieren la existencia de dos variantes de la fase δ en un precipitado dado. Tales variantes han sido reportados previamente por J.P. Zhang et al y M. Sundararaman et.al [148, 134] y se describe en términos de la orientación de maclas o estructuras de dominio de oposición de fase. De hecho, las variantes sólo se diferencian por la orientación de la dirección de δ con respecto a la familia de direcciones $\langle 110 \rangle$ de la matriz γ .

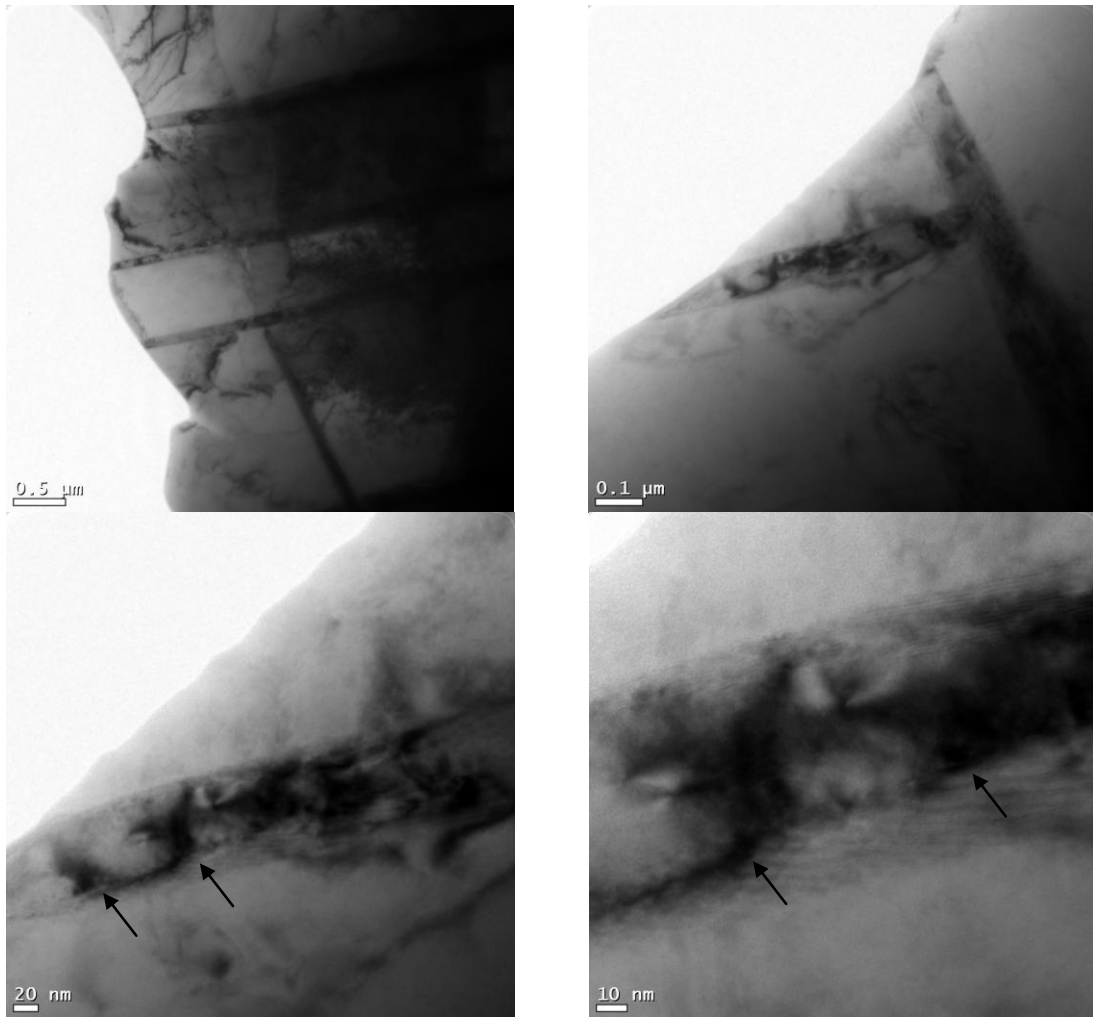


Figura 11.1.1. Imagen de Campo Claro. Fase Delta δ , Intercruzamiento Bandas Delta δ Widmanstätten

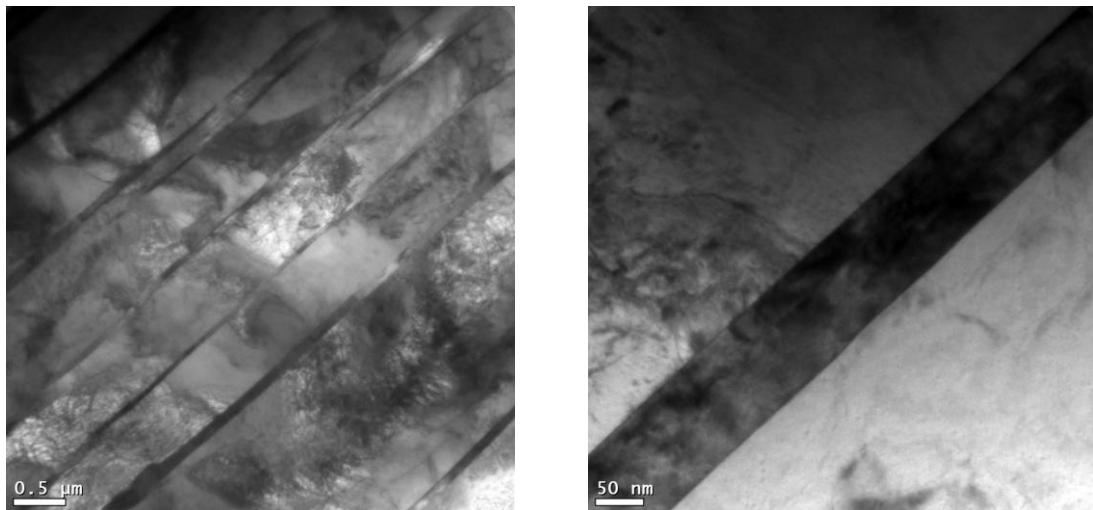


Figura 11.1.2. Imagen de Campo Claro. Fase Delta δ , Bandas Delta δ Widmanstätten

La formación y crecimiento de la fase delta δ , está relacionada con la disminución de la fase γ'' , de acuerdo con J. Dong et.al [132], hay una coexistencia de falla de apilamiento en la fase γ'' en la formación y el crecimiento de la fase delta δ en forma de aguja que crece preferentemente en los límites de granos y en maclas [134, 138], dando la forma de bandas de precipitados delta δ Widmanstätten, como se aprecia en la **Figura 11.1.2**, la muestra deformada reveló una cantidad significativa de actividad de dislocaciones confinados predominantemente dentro de bandas de deformación en la región de la matriz entre las partículas de la fase delta δ [135, 142-144], como se puede observar en la **Figura 11.1.3**.

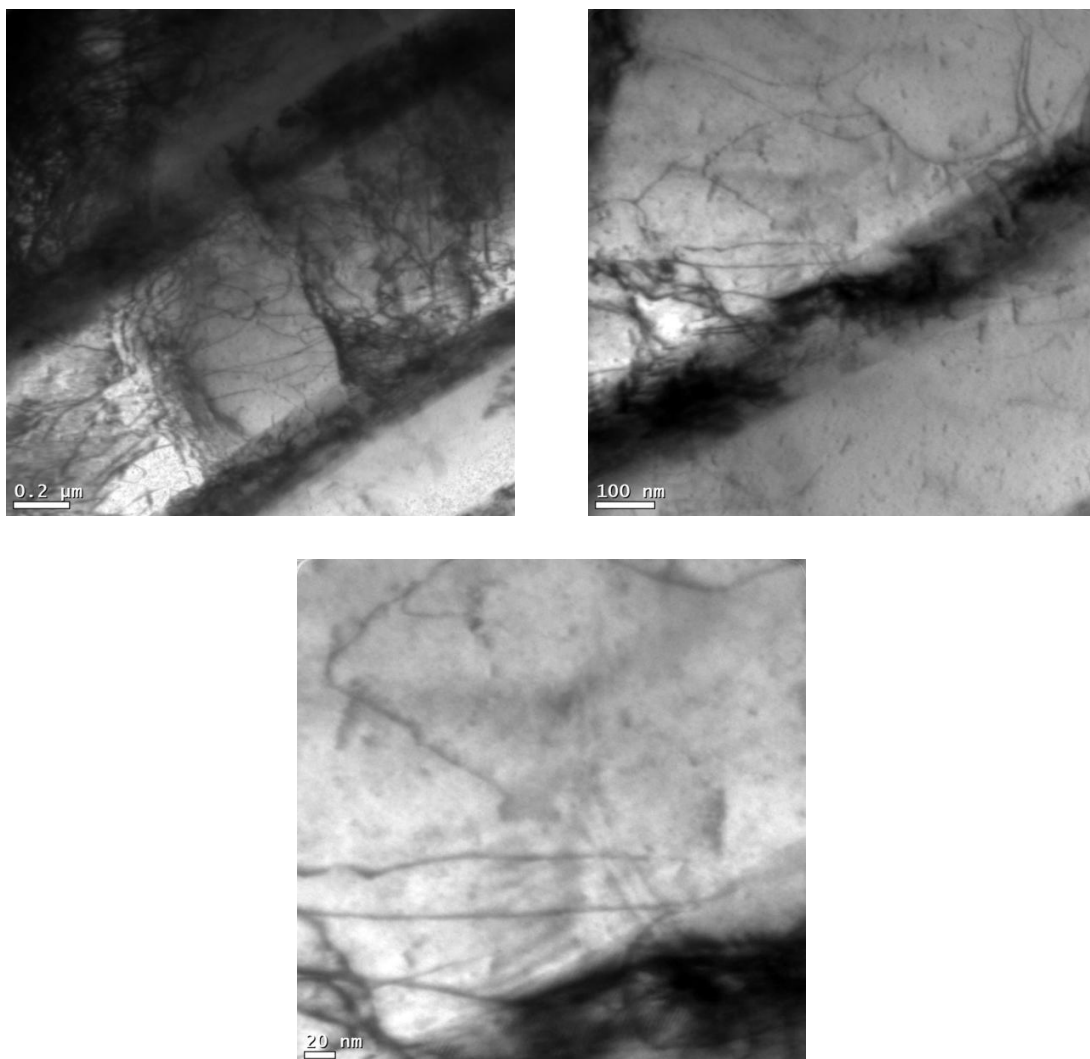


Figura 11.1.3. Imagen de Campo Claro. Fase Delta δ , Bandas Delta δ Widmanstätten, Dislocaciones

11.2 Identificación de patrón de difracción SAD

La Figura 11.2.1 presenta el patrón SAD indexado para un eje de zona $[011]_{\gamma}$, a) muestra las distancias medidas para la indexación de los puntos por medio de las comparaciones de las cartas cristalográficas, b) presenta los puntos indexados del patrón SAD y c) la carta cristalográfica empleada. Por otro lado, la Figura 11.2.2, muestra el patrón SAD indexado para un eje de zona $[11-2]_{\delta}$, a) presenta las distancias medidas para la indexación de los puntos, b) presenta los puntos indexados del patrón SAD y c) la carta cristalográfica empleada.

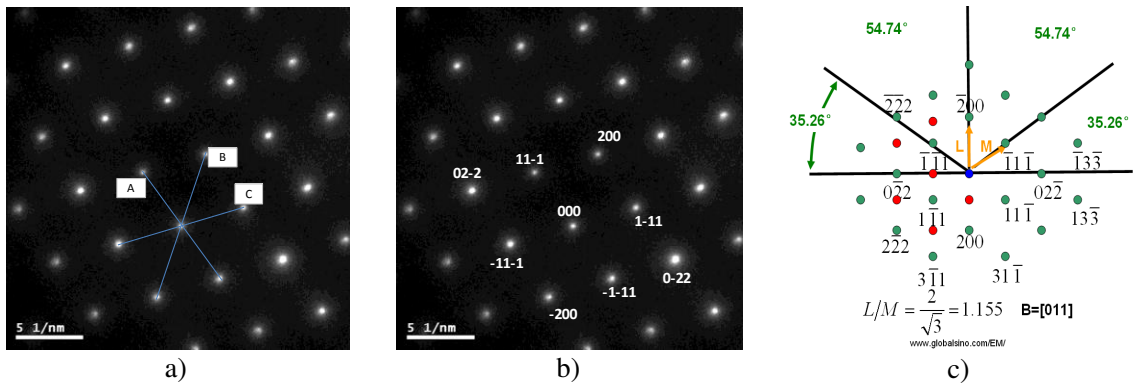


Figura 11.2.1. Patrón de Difracción (SAD), a) cálculo de distancias, b) indexación de puntos, c) carta cristalográfica Gama γ (FCC-cúbica)

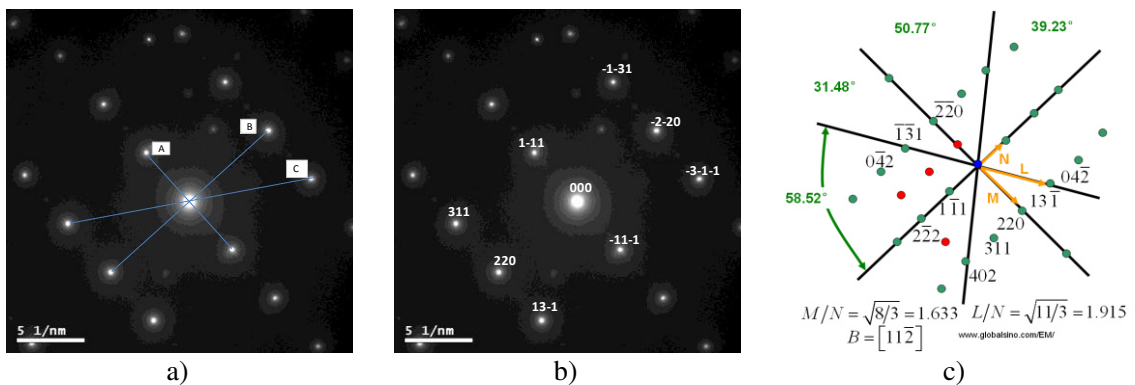


Figura 11.2.2. Patrón de Difracción (SAD), a) cálculo de distancias, b) indexación de puntos, c) carta cristalográfica Delta δ (FCC-ortorrómbica)

Por lo general, la relación orientación de un precipitado se establece como un hecho experimental y la morfología se racionaliza en términos de planos de bajo índice con desfase mínimo. Este modo de análisis es el más común y sigue naturalmente de la determinación experimental de una relación de orientación por difracción de electrones.

Los puntos en los patrones de difracción son reflexiones con factor de estructura distinto de cero que surgen a partir de conjuntos de planos cristalográficos. Un análisis típico busca

una orientación en la que la matriz y el precipitado aparecen simultáneamente en alguna zona de bajo índice, es decir, superpuestos en una imagen de patrón de difracción. Cuando este es el caso, las direcciones de los dos ejes de zona son aproximadamente paralelas.

Si un punto de la matriz γ y de un precipitado coincide dentro de esta zona a lo largo de la misma dirección, los planos cristalográficos correspondientes son paralelos. Por lo tanto es una práctica común para expresar relaciones de orientación en términos de un plano y una dirección en el precipitado que son paralelas a un plano y una dirección en la matriz [149]. Sin embargo, los patrones SAD tanto de γ como de δ (Figura 11.2.1 y Figura 11.2.2) no presentan superposición, por tanto, sugiere que la relación de orientación sería $[011]_{\gamma} // [11-2]_{\delta}$.

Por otra parte, se ha reportado que las relaciones de orientación más comunes entre la matriz γ y el precipitado δ es la relación de las familias de direcciones $\langle 011 \rangle_{\gamma} // \langle 100 \rangle_{\delta}$ [133, 134, 138, 142], sin embargo y de acuerdo con M. Sundararaman et.al [134, 138] una característica notable de la microestructura de las muestras fuertemente deformadas que contienen precipitados γ'' y δ , es la profunda deformación por maclado de estas partículas. La abundancia de las maclas de deformación dentro de ellas, testifican el hecho de que el cizallamiento de los precipitados podría ocurrir fácilmente. Cuando un desplazamiento de $1/6 [11-2]$ se introduce en cada plano (111), se produce una nueva orientación del cristal ordenado DO_{22} correspondiente a γ'' , que es una macla en relación con el cristal original.

En el envejecimiento a temperatura superior a 923 K, las regiones macladas de partículas deformadas de γ'' , son transformadas a la fase delta δ . La secuencia de apilamiento de capa atómica a través de la interfaz de γ'' -macla γ'' , teniendo en cuenta sólo las capas adyacentes a la capa de la interfaz en ambos lados y la capa de la interfaz en sí misma, es C_2, A_1, C_2 , como se muestra en la

Figura 11.2.3 este apilamiento compone el número mínimo de capas necesarias para generar la DO_a , unidad de celda de la fase delta δ . Ya que las regiones de maclas de γ'' tienen interfaces de alta energía con la matriz, núcleos de la fase delta δ inicialmente crecen a expensas de estas regiones (testificado por la desaparición de las reflexiones de maclas de γ'' pero no de las reflexiones de γ'' en los patrones SAD), formando bandas que finalmente consumieron la fase γ'' . Esto es congruente con la relación de orientación propuesta $[011]_{\gamma} // [11-2]_{\delta}$.

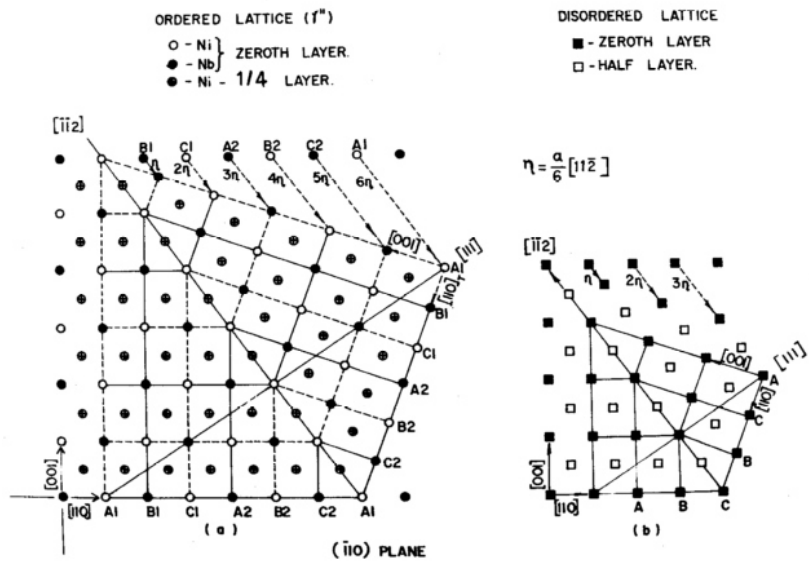


Figura 11.2.3. Ilustraciones esquemáticas que muestran a) $1/6 [112]$ cizallamiento en cada plano (111) que resulta en una verdadera macla cristalográfica de la estructura DO_{22} . (b) El mismo cizallamiento para producir una macla en la estructura de FCC [134, 138]

12 Resultados de ajuste de curvas (Modelización)

12.1 Modelo clásico

De acuerdo con el Capítulo 7.1 la ecuación 7.1.1, es la ecuación clásica que describe el comportamiento de deformación a alta temperatura de los metales en términos de la saturación o tensión estables propuesta por Sellars y Tegart.

12.1.1 Cálculo de parámetros, α , n , Q y A

Acorde con el apartado 7.1.1 se muestran los resultados del cálculo de los parámetros α , n , Q y A necesarios para la modelización de acuerdo a la ecuación 7.1.1 correspondiente al modelo clásico.

α - A partir de las gráficas de la

Figura 12.1.1 y la

Figura 12.1.2 se obtienen los parámetros β_{av} y $n_{1,av}$, siendo los promedios determinados por las pendientes calculadas por las gráficas de regresiones lineales de $\ln \dot{\epsilon}$ Vs σ_p y $\ln \dot{\epsilon}$ Vs $\ln \sigma_p$, respectivamente, así, por medio de la ecuación 7.1.2, el valor de α (esfuerzo inverso que marca el cambio de comportamiento potencial a exponencial MPa⁻¹) es 0.00610416.

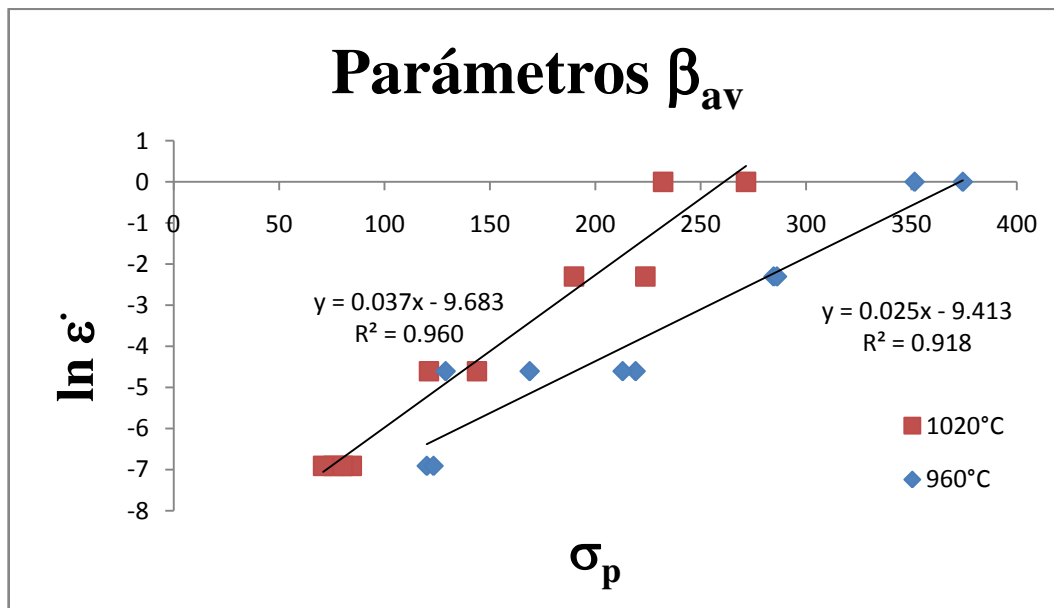


Figura 12.1.1. Gráfica $\ln \dot{\epsilon}$ vs σ_p , Parámetros β_{av}

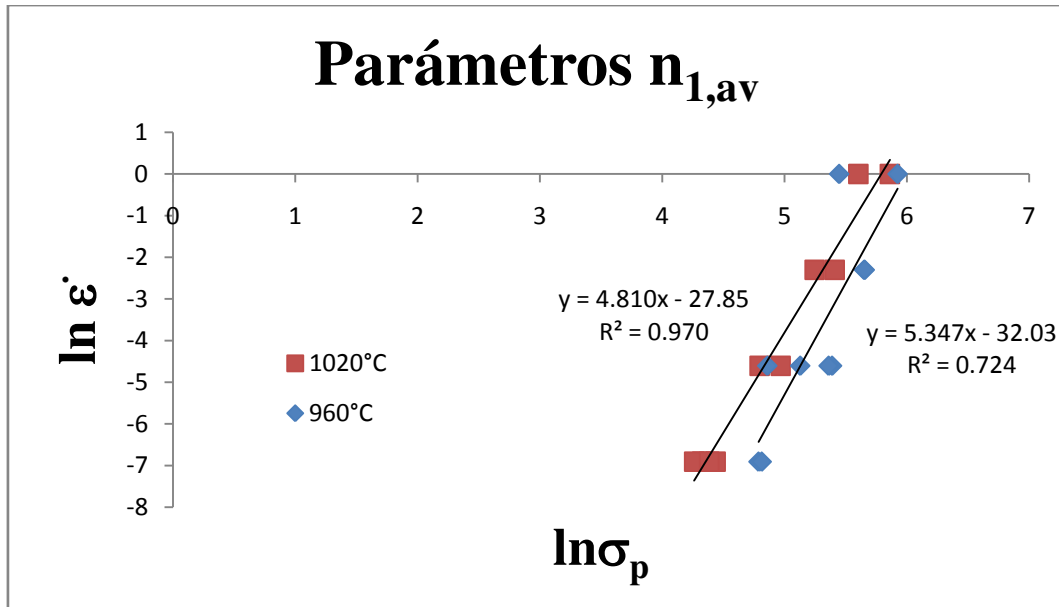


Figura 12.1.2. Gráfica $\ln \dot{\epsilon}$ vs $\ln \sigma_p$, Parámetros $n_{1,av}$

n- El valor del exponente, n , es entonces las pendientes de las líneas de la gráfica $\ln \dot{\epsilon}$ Vs $\ln \sinh(\alpha \sigma_p)$ a diferentes temperaturas de la Figura 12.1.3 y usualmente se considera el valor promedio adimensional, frecuentemente se encuentra entre 1 y 5 [87-89], para este caso n_{av} es 3.882.

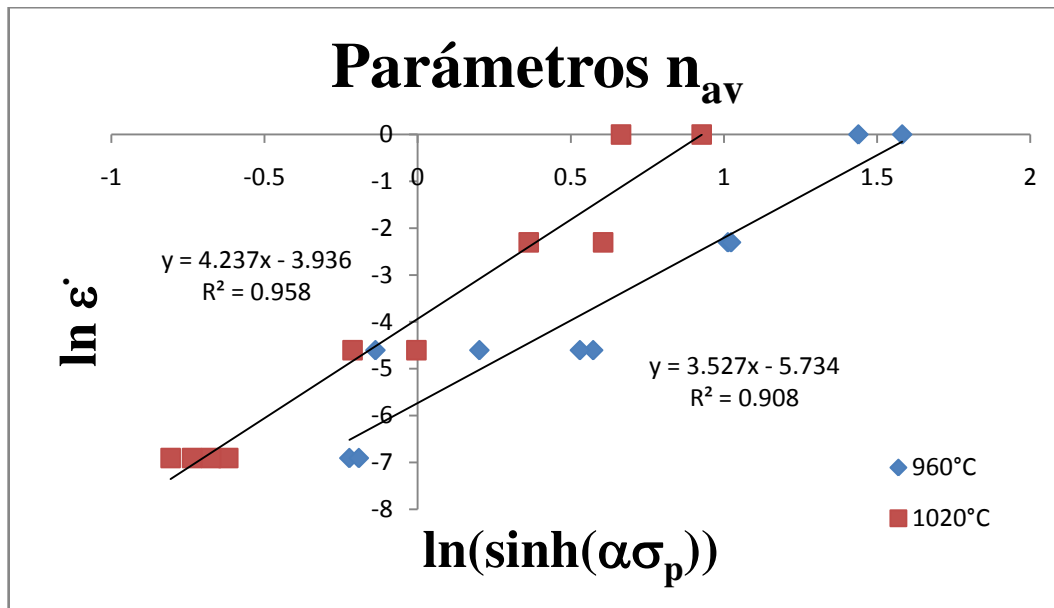


Figura 12.1.3. Gráfica $\ln \dot{\epsilon}$ vs $\ln(\sinh(\alpha \sigma_p))$, Parámetros n_{av}

Q- El cálculo del parámetro S_{av} a partir de la gráfica de Arrhenius entre $\ln[\sinh(\alpha\sigma_p)]$ y $1000/T$ a diferentes velocidades de deformación de la Figura 12.1.4, en conjunto de R (constante universal de los gases) y n_{av} empleando la ecuación 7.1.3, permite el cálculo de la energía de activación aparente, en este caso Q equivale a 460966.945 (J/mol)

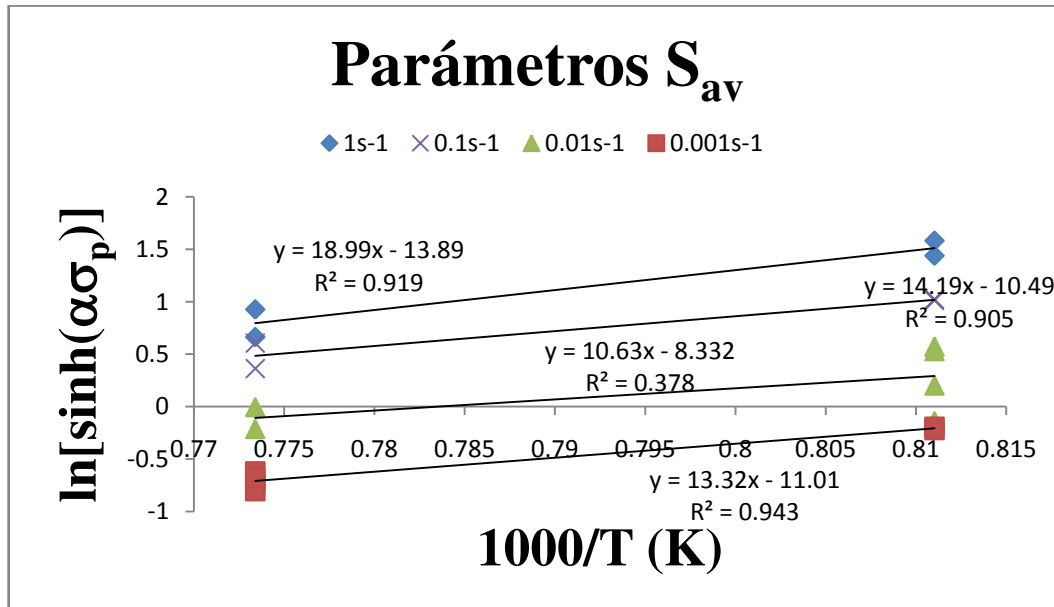


Figura 12.1.4. Gráfica $\ln(\sinh(\alpha \sigma_p))$ vs $1000/T$, Parámetros S_{av}

A- Los parámetros A_p y A_0 es determinado de las gráficas $\ln Z$ Vs $\ln[\sinh(\alpha\sigma_p)]$ y $\ln Z$ Vs $\ln[\sinh(\alpha\sigma_0)]$, como se observa en la Figura 12.1.5 y la Figura 12.1.6, respectivamente, donde el valor de Z cuando $[\sinh(\alpha\sigma_p)=1]$ es tomado como $\ln A$ para el material dado [88], es decir, $\ln A_p=38.93$, por lo tanto, $A_p= 8.0739E+16$, de la misma manera, $\ln A_0=40.3$ y $A_0= 3.1774E+17$.

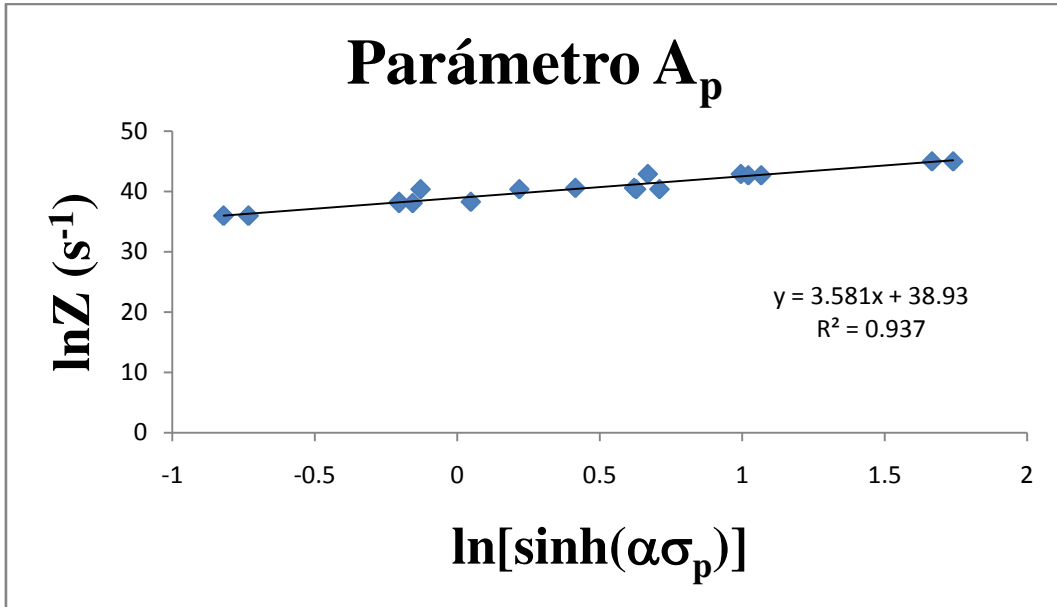


Figura 12.1.5. Gráfica $\ln(\sinh(\alpha\sigma_p))$ vs $\ln Z$, Parámetro A_p

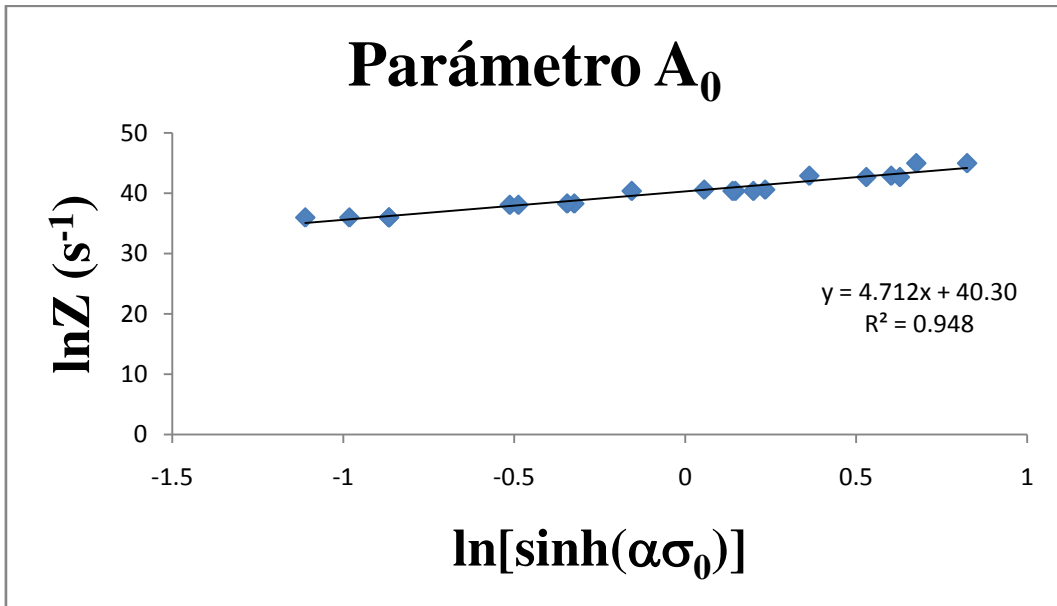


Figura 12.1.6. Gráfica $\ln(\sinh(\alpha\sigma_0))$ vs $\ln Z$, Parámetro A_0

12.2 Trabajo de endurecimiento

Conforme a los apartados 7.2.1 a 7.2.3, la identificación y el cálculo de los parámetros necesarios para ajustar las curvas en la etapa de endurecimiento y restauración dinámica se

obtienen con ayuda de las proyecciones de las derivadas de θ con respecto al esfuerzo σ (para σ_c y σ_{sat}) y con el conjunto de ecuaciones desde la ecuación 7.2.1 a la 7.2.14 (para $r=\Omega$ y $h=u$) a partir del ajuste de la curva por medio del método de mínimos cuadrados.

La Tabla 14. Parámetros de Esfuerzo y Deformación (σ y ϵ) y la Tabla 15 presentan los valores ubicados y calculados de cada parámetro, cabe señalar que en la Tabla 15 se encuentran los parámetros calculados para U_0 , U_{sat} y Ω_0 , Ω_{sat} , esto quiere decir que para U_0 y Ω_0 , se tomaron en cuenta los esfuerzos σ_0 y para U_{sat} y Ω_{sat} , solo se tomaron en cuenta σ_p o σ_{sat} dependiendo del mejor ajuste en la curva, los parámetros resaltados con rojo en ambas tablas pertenecen a las muestras que no fueron sometidas a TT DP718.

En adición los cálculos para la resolución de Ω y U involucran el cálculo de el parámetro μ , que varía con la temperatura de ensayo, así bien, $\mu_{960^\circ C} = 59928.3622$ y $\mu_{1020^\circ C} = 59928.3622$. Por otra parte, las dependencias de la evolución de Ω (velocidad de recuperación), $U(\alpha b)^2$ (velocidad de endurecimiento) y ϵ_p (inicio de la recristalización) con el parámetro Zener-Hollomon Z , para los diferentes ajustes involucrando σ_0 y σ_{sat} , son presentados en las Figuras más adelante. Las constantes del material K y m para Ω , U y ϵ_p , se calcularon por medio del método de mínimos cuadrados y la regresión potencial gráfica de los valores obtenidos con la forma de las ecuaciones 7.2.13 7.2.14.

Tabla 14. Parámetros de Esfuerzo y Deformación (σ y ϵ)

Velocidad de deformación	Temperatura de deformación		Parámetros de Esfuerzo y Deformación (σ y ϵ)						
	1020°C	960°C	σ_p	σ_0	σ_c	σ_{sat}	σ_{ss}	ϵ_p	ϵ_0
0.001	2-3 1C		75.72472	41.35975	73.92625	76	53	0.130885	0.03255
0.001		2-3 1D	120.075	95.47577	118.68517	122	93	0.12623	0.04631
0.001	2-3 3D		67.32613	41.20743	65.84033	70	67	0.17669	0.02686
0.001	2-4 1C		70.90045	41.73966	66.06443	76	60	0.13065	0.02379
0.001		2-4 1D	123.2751	85.22366	119.68816	127	95.14782	0.19193	0.04354
0.001	2-4 3D		69.11468	36.27885	64.88039	70	67	0.25574	0.02365
0.01		2-3 1I	219.15639	198.50473	209.32038	227	168.59947	0.17188	0.8802
0.01	2-3 1H		121.124	111.02045	114.13312	122	110	0.13107	0.02911
0.01		2-3 3C	168.90459	141.82134	166.20372	171	162	0.27537	0.03752
0.01		2-4 1G	213.01112	150.59192	180.90975	239	161	0.18554	0.04985
0.01	2-4 1H		143.90441	124.89533	139.5514	150	108	0.08733	0.0317
0.01		2-4 3C	129.02148	99.88181	109.80611	130	127	0.46459	0.07586
0.1	2-3 2A		189.91531	161.4146	170.69443	197	150.94461	0.13236	0.04523456
0.1		2-3 2J	284.65025	240.91134	245.40789	293	213	0.17151	0.06565
0.1	2-4 2A		223.80298	181.10599	210.23236	226	173	0.16553	0.06212
0.1		2-4 2J	286.25754	225.57823	277.50702	286	227	0.18358	0.05786
1	2-3 3I		232.22905	190.04924	224.23767	233	223.35628	0.26951	0.04587
1		2-3 3H	351.56402	288.732393	312.872742	388	234	0.19174231	0.091597
1		2-4 3G	374.42916	338.640243	315.933592	400	256	0.23224	0.13899
1	2-4 3H		271.54392	229.31288	256.14185	282	189.9919	0.16996	0.07836

Tabla 15. Parámetros Z, U, Ω y K

Velocidad de deformación	Temperatura de deformación		Parámetros					
	1020°C	960°C	Z	U_0	U_{sat}	K_{Avrami}	$\Omega\sigma_0$	$\Omega\sigma_{sat}$
0.001	2-3 1C		4.1959E+15	2.1442E-05	8.0844E-05	1.416	10.6292608	40.0761702
0.001		2-3 1D	3.381E+16	6.8343E-05	0.00021985	0.877	15.7086379	50.5315205
0.001	2-3 3D		4.1959E+15	1.7736E-05	6.8968E-05	0.161	12.3610806	48.0669572
0.001	2-4 1C		4.1959E+15	2.6841E-05	0.0001024	0.599	15.869832	60.5441454
0.001		2-4 1D	3.381E+16	5.0885E-05	0.00018103	0.727	11.3304426	40.3085408
0.001	2-4 3D		4.1959E+15	2.0052E-05	7.1607E-05	-0.36	13.9749162	49.906145
0.01		2-3 1I	3.381E+17	0.00024522	0.00068365	0.834	17.091371	47.6479984
0.01	2-3 1H		4.1959E+16	0.00024173	0.00069124	0.877	55.4632201	158.600255
0.01		2-3 3C	3.381E+17	0.00016899	0.00060448	0.682	20.7557582	74.24243
0.01		2-4 1G	3.381E+17	0.00015781	0.00060756	0.528	9.92183764	38.1998049
0.01	2-4 1H		4.1959E+16	0.00022578	0.00067904	0.906	34.2691519	103.063448
0.01		2-4 3C	3.381E+17	5.0175E-05	0.00017309	0.403	10.6626369	36.7825147
0.1	2-3 2A		4.1959E+17	0.00026324	0.00083161	0.91	23.1643059	73.1779116
0.1		2-3 2J	3.381E+18	0.00034332	0.00124309	0.954	14.3625196	52.0036574
0.1	2-4 2A		4.1959E+17	0.0002619	0.00075927	1.081	18.4154484	53.3879647
0.1		2-4 2J	3.381E+18	0.00045541	0.00129992	1.971	19.9595041	56.9726696
1	2-3 3I		4.1959E+18	0.00033574	0.00033574	0.825	21.1193403	21.1193403
1		2-3 3H	3.381E+19	0.00032052	0.00128926	0.747	7.27082903	29.2463589
1		2-4 3G	3.381E+19	0.00025319	0.00112492	0.892	5.68314429	20.8680605
1	2-4 3H		4.1959E+18	0.00023474	0.00095259	1.068	10.0094501	40.6189684

De acuerdo con Estrin, Mecking y Bergstrom, Ω representa el proceso de restauración dinámica ó probabilidad de movilización y aniquilación de las dislocaciones, la

Figura 12.2.1 y la

Figura 12.2.2 muestran la dependencia de Ω con Z , donde se puede apreciar un comportamiento casi lineal en la disminución de Ω con el aumento de Z , es decir, la probabilidad del proceso de restauración dinámica disminuye cuando aumenta la velocidad de deformación y/o disminuye la temperatura para la IN718. Las constantes del material K y m involucradas en la relación de la ecuación 7.2.14 en conjunto también para los parámetros U y ϵ_p se encuentran en la Tabla 16.

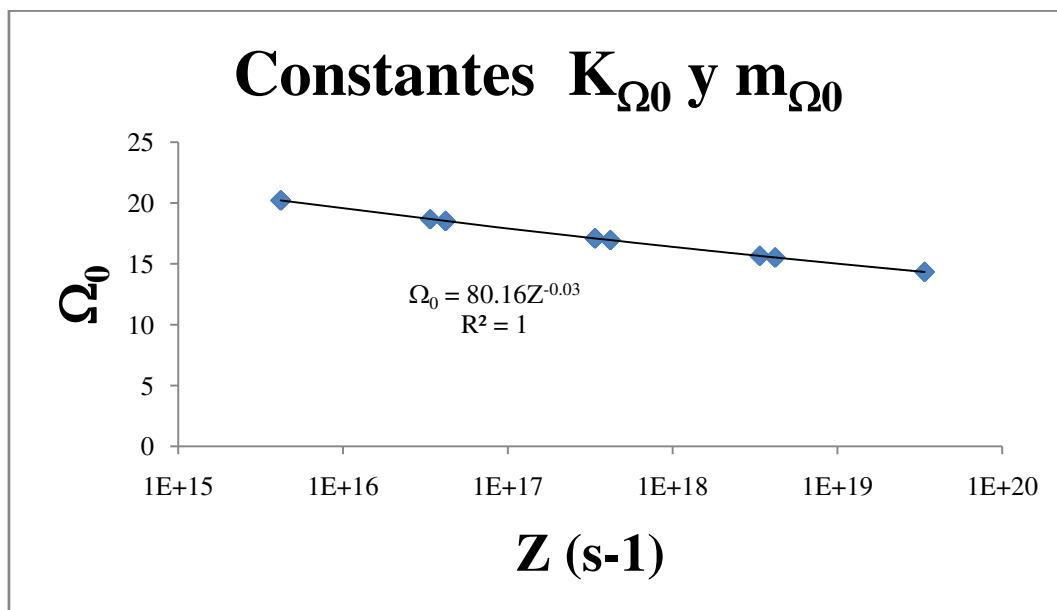


Figura 12.2.1. Dependencia Ω_0 con Z

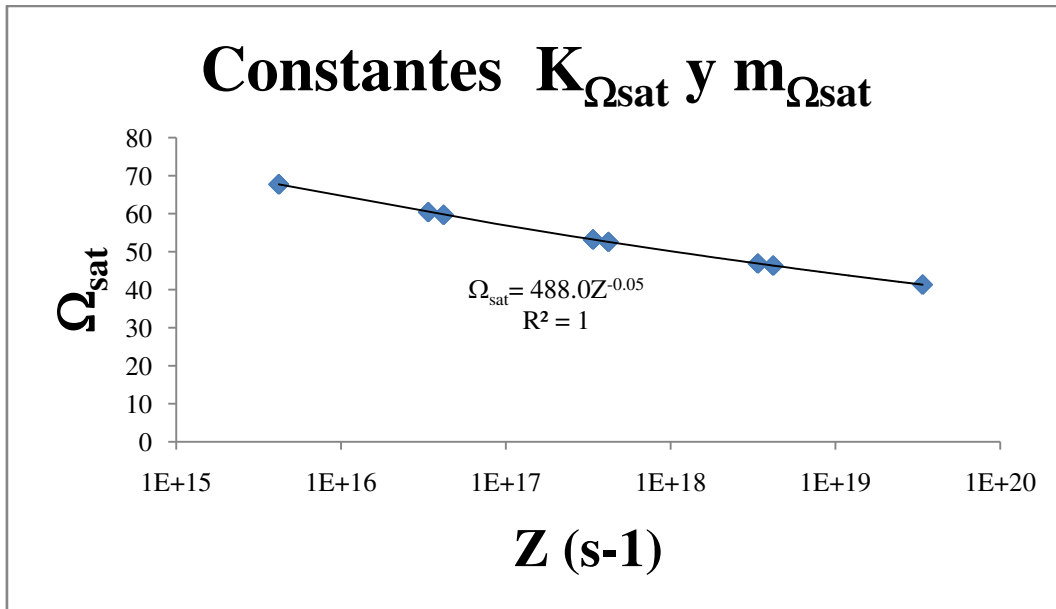


Figura 12.2.2. Dependencia Ω_{sat} con Z

En contraste, la velocidad de endurecimiento representada por U, presenta un comportamiento contrario a Ω con aumento de forma potencial conforme aumenta Z, es decir, la velocidad de endurecimiento aumenta cuando incrementa la velocidad de deformación y/o decrece la temperatura de deformación, como se observa en la

Figura 12.2.3 y la

Figura 12.2.4.

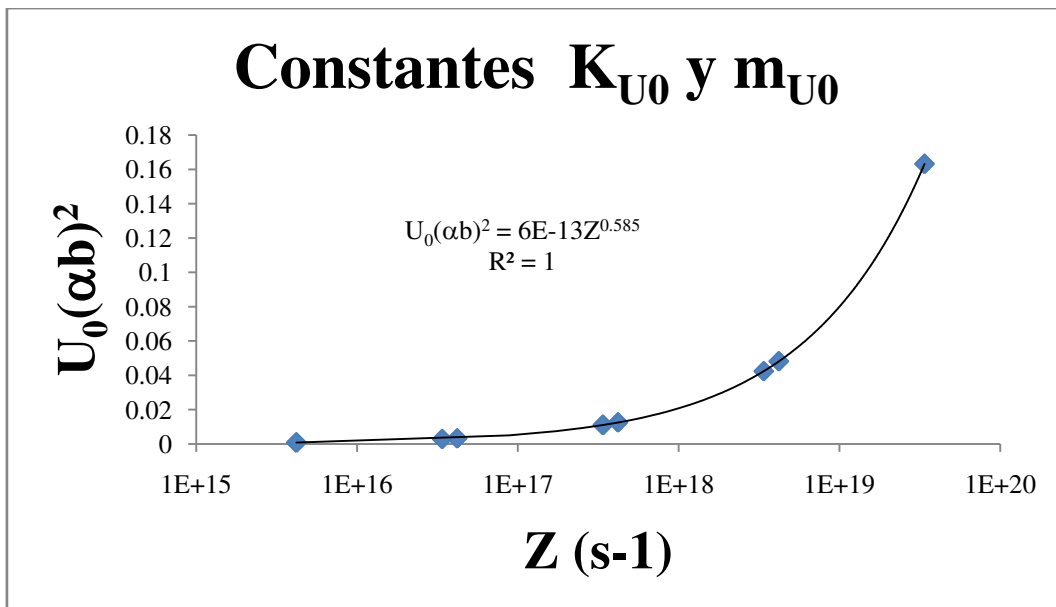


Figura 12.2.3. Dependencia $U_0(\alpha b)^2$ con Z

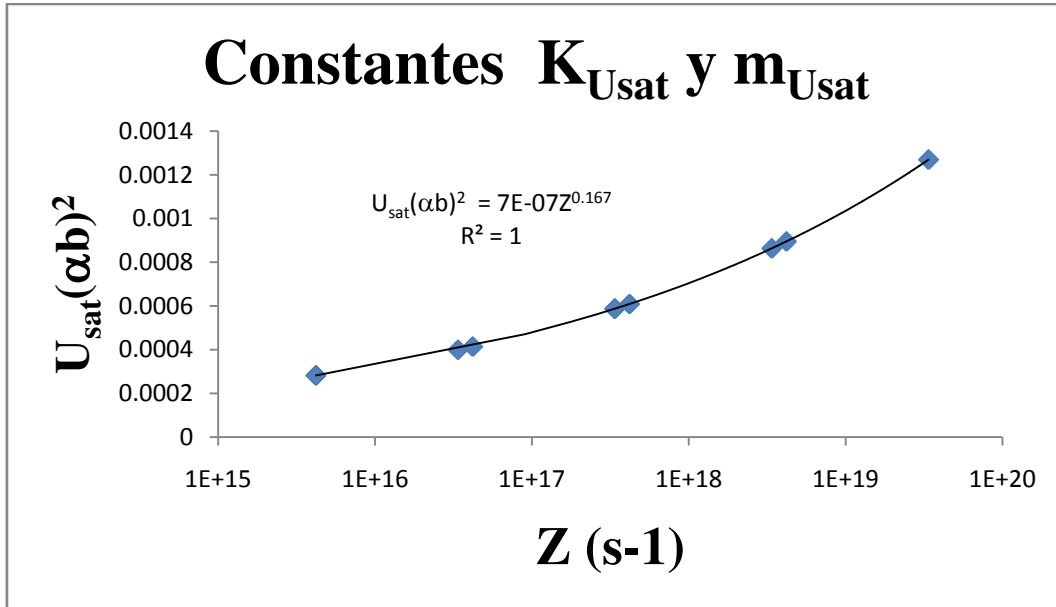


Figura 12.2.4. Dependencia $U_{sat}(\alpha b)^2$ con Z

La deformación pico ϵ_p relacionada con el inicio de la recristalización, disminuye de forma casi lineal con el aumento de Z, esto es, la deformación pico ϵ_p correspondiente a el esfuerzo pico σ_p decrece mientras incrementa la velocidad de deformación y/o disminuye la temperatura de deformación, como se puede observar en la

Figura 12.2.5.

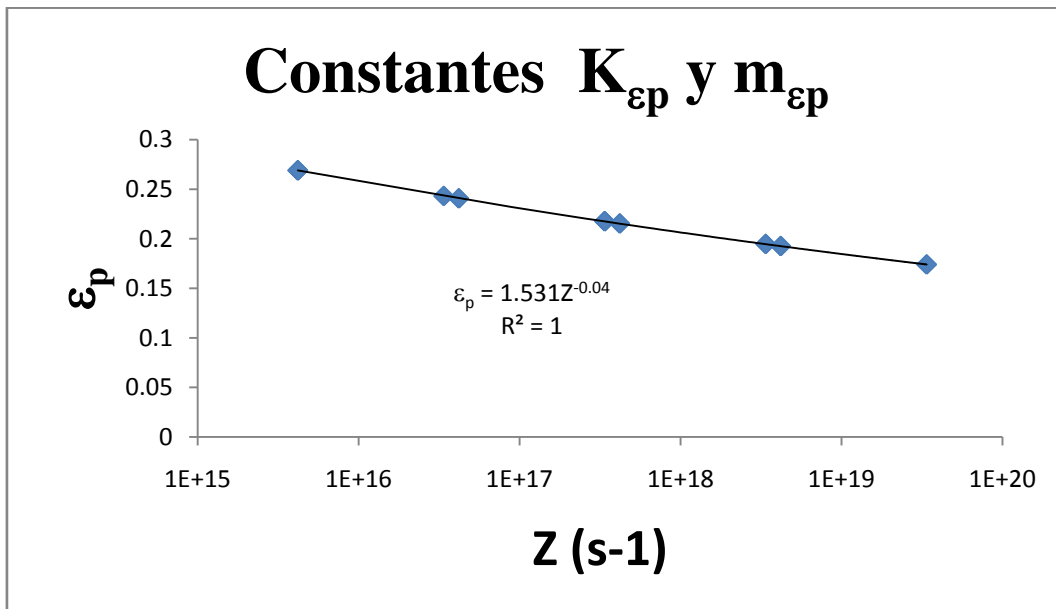


Figura 12.2.5. Dependencia ϵ_p con Z

Tabla 16. Constantes K y m para los parámetros Ω , U y ϵ_p

Parámetros	Constantes	
	K	m
Ω_0	80.1690992	-0.03828958
Ω_{sat}	488.091667	-0.05490773
$U_0(\alpha b)^2$	6.1077E-13	0.5851234
$U_{sat}(\alpha b)^2$	6.8096E-07	0.16746574
ε_p	1.53191005	-0.04835322

Todos los valores para las gráficas se obtuvieron por medio del método de mínimos cuadrados.

12.3 Modelo de Avrami (Fracción recristalizada)

Para la predicción de la cinética de DRX a partir del modelo de Avrami (apartado 7.3), se utilizó el método de la representación doble logarítmica para cada condición por medio de la gráfica $\ln(\ln(1/1 - X))$ Vs $\ln(\varepsilon - \varepsilon_p/\dot{\varepsilon})$, donde, B y K serían el corte en las ordenadas y la pendiente, respectivamente, los valores obtenidos de K_{avrami} se presentan en la Tabla 15. Los valores resaltados en azul no fueron tomados en cuenta para obtener el promedio de K_{avrami} .

La

Figura 12.3.1 presenta la evolución del coeficiente K respecto a Z, en la cual K, parece no tener dependencia en función de Z, el promedio del coeficiente K, normalmente oscila entre 1 y 4, alcanzando valores entre 1-2 para la nucleación de granos recristalizados en límites de grano en forma de collar [20], en este caso el valor promedio K_{avrami} es 0.934, muy cercano a 1, lo que sugiere que la recristalización presente en su mayoría es en los límites de grano.

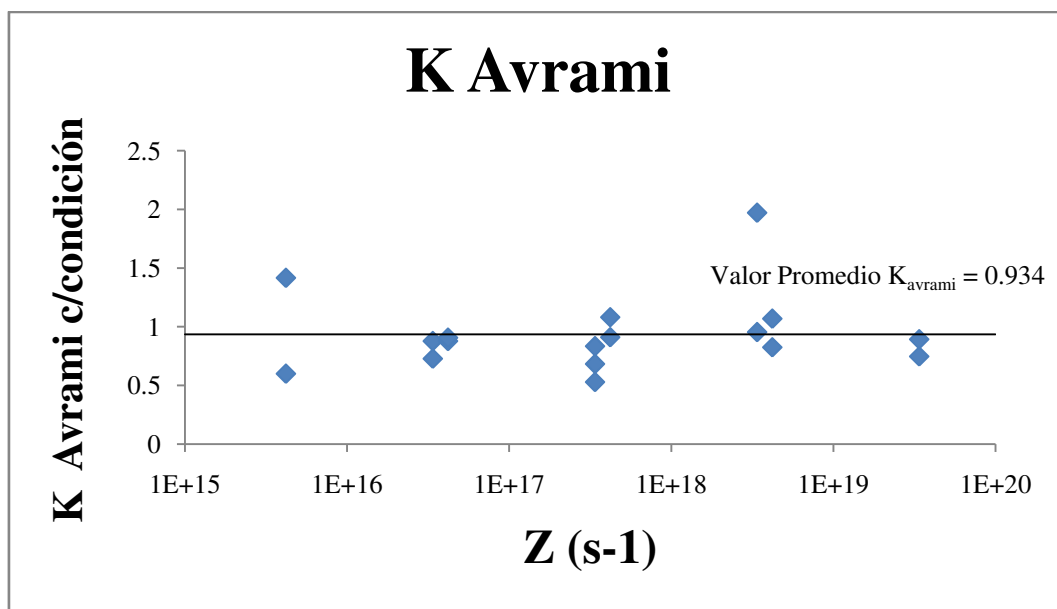


Figura 12.3.1. Evolución de K (Coeficiente de Avrami) con Z

Sin embargo, de acuerdo con las ecuaciones 7.3.7 a la 7.3.10, $t_{50\%}$ está definida con parámetros como $K_{t50\%}$, $n_{t50\%}$ y $Q_{t50\%}$, estos parámetros son calculados por medio del método de mínimos cuadrados, la Tabla 17 muestra estos parámetros para diferentes agrupaciones de ensayo, es decir, se puede utilizar a conveniencia los parámetros de cada agrupación para ajustar la curva, siempre y cuando, la curva pertenezca al grupo de ensayo seleccionado.

Tabla 17. Parámetros $K_{t50\%}$ (B"), $n_{t50\%}$ y $Q_{t50\%}$, para diferentes agrupaciones de ensayos

Ensayos	$K_{t50\%}$	$n_{t50\%}$	$Q_{t50\%}$
Todos	1.1096E-06	0.89505231	124952.849
960°C	2.51E-07	0.88014667	125209.649
1020°C	2.71E-06	0.88014667	125209.649
0.001	5.54E-07	1.18673019	109859.426
0.01	6.28E-05	0.44999994	145637
0.1	5.34E-10	0.5	252430

12.4 Modelo modificado

De acuerdo con J.M. Cabrera, P. Rodríguez-Calvillo [87, 88] y el apartado **¡Error! No encuentra el origen de la referencia.**, mediante la normalización de la velocidad de deformación y el esfuerzo con el coeficiente de difusión y el módulo de Young, la ecuación

clásica (ecuación 7.1.1) puede modificarse con el juego de ecuaciones a partir de la ecuación 7.4.1 a la 7.4.7, la Tabla 18 muestra los valores de los parámetros para alimentar el Modelo Modificado, calculados por medio del método de mínimos cuadrados.

Tabla 18. Parámetros Modelo Modificado

Temperatura de ensayo	Parámetros			
	D(T)	E(T)	α	A
960°C	4.7323E-24	159808.9659	1206.399949	1.00E+20
1020°C	3.8133E-23	155835.266		

12.5 Ajuste definitivo de las curvas de fluencia (Modelización definitiva)

A continuación se resume el conjunto de ecuaciones para el ajuste de la curva, tanto para el modelo clásico, como para el modelo modificado.

El valor de deformación pico relacionado con el inicio de la recristalización esta dado por:

$$\varepsilon_p = 1.53Z^{-0.04} \quad \text{Ecuación 12.5.1}$$

Si solo hay restauración dinámica ($\varepsilon < \varepsilon_p$):

$$\sigma = \sigma_{drv} \sqrt{(1 - e^{-\Omega \varepsilon})} \quad \text{Ecuación 12.5.2}$$

Donde $\sigma_{drv} = \sigma_{sat} = \sigma_p$ (dependiendo del criterio utilizado para cada curva) y Ω vale:

$$\Omega = 4.88.09Z^{-0.055} \quad \text{Ecuación 12.5.3}$$

Y donde σ_{drv} para el modelo clásico vale:

$$\sigma_{drv} = \frac{1}{0.0610416} * \left[\sinh^{-1} \left[\left(\frac{Z}{8.0739E16} \right) \right]^{1/3.882} \right] \quad \text{Ecuación 12.5.4}$$

Y σ_{drv} para el modelo modificado vale:

$$\sigma_{drv} = \frac{E(T)}{1206.399949} * \left[\sinh^{-1} \left(\frac{\dot{\varepsilon}}{D(T)} * \frac{1}{1.00E20} \right)^{1/3.882} \right] \quad \text{Ecuación 12.5.5}$$

A partir del inicio de la recristalización dinámica ($\epsilon > \epsilon_p$):

$$\sigma = \sigma_p - (\sigma_p - \sigma_{ss}) \left[1 - \exp \left[-0.693 \left[\frac{\epsilon - \epsilon_p}{\dot{\epsilon} t_{50\%}} \right]^{k'} \right] \right] \quad \text{Ecuación 12.5.6}$$

Donde $\sigma_{drv} = \sigma_{sat} = \sigma_p$ (dependiendo del criterio utilizado para cada curva).

Y donde σ_{ss} para el modelo clásico vale:

$$\sigma_{ss} = \frac{1}{0.0610416} * \left[\sinh^{-1} \left[\left(\frac{Z}{3.1774E17} \right)^{1/3.882} \right] \right] \quad \text{Ecuación 12.5.7}$$

Y σ_{ss} para el modelo modificado vale:

$$\sigma_{ss} = \frac{E(T)}{1617.712023} * \left[\sinh^{-1} \left(\frac{\dot{\epsilon}}{D(T)} * \frac{1}{1.00E20} \right)^{1/3.882} \right] \quad \text{Ecuación 12.5.8}$$

12.5.1 Comparación de las curvas (Teóricas y experimentales)

A continuación se presentan todas las curvas tanto experimentales como teóricas, separadas en grupos de cuatro respecto a la misma velocidad de deformación. La Figura 12.5.1 presenta las muestras deformadas a $1s^{-1}$, donde se observa que la gráfica teórica modificada, en comparación con la gráfica teórica clásica, es la que más se ajusta en comportamiento y valores de Esfuerzo Verdadero a la gráfica experimental.

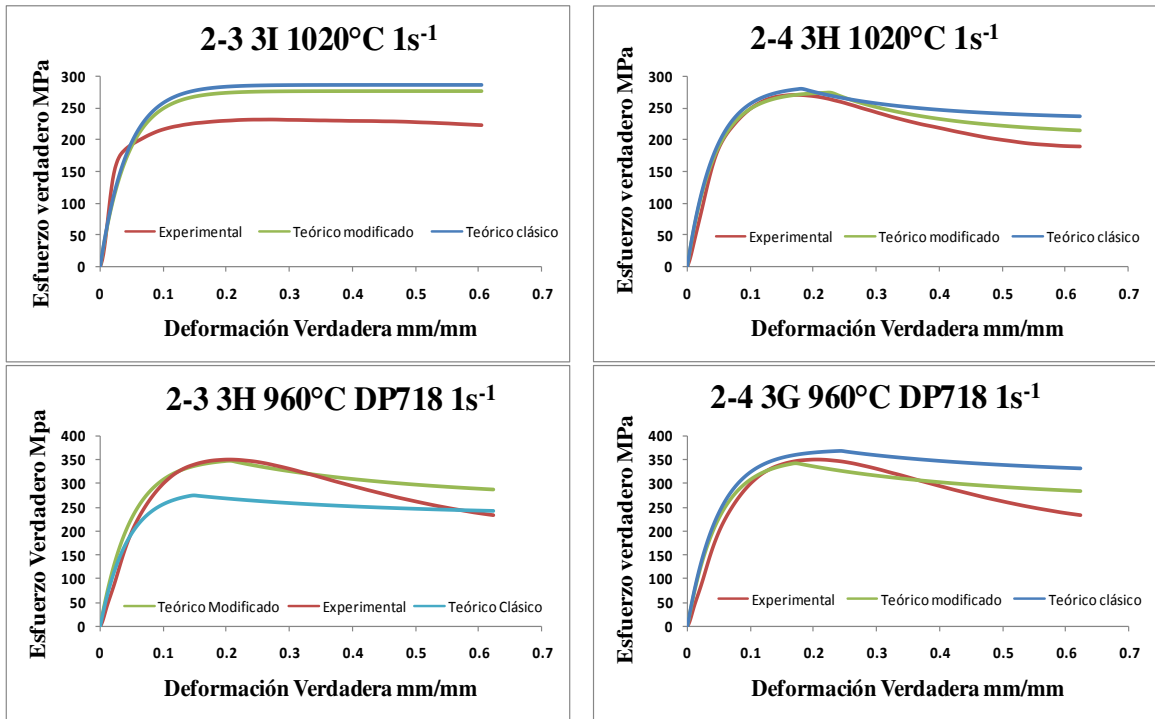


Figura 12.5.1. Comparativa de gráficas experimentales y teóricas, muestras deformadas a 1s⁻¹

Por otra parte, la Figura 12.5.2 exhibe las gráficas de las muestras deformadas a 0.1s⁻¹, donde a diferencia de las gráficas de la Figura 12.5.1, estas parecen ajustarse mejor tanto en comportamiento, como en valores de Esfuerzo Verdadero, sin embargo, la gráfica teórica modificada parece ajustarse nuevamente mejor.

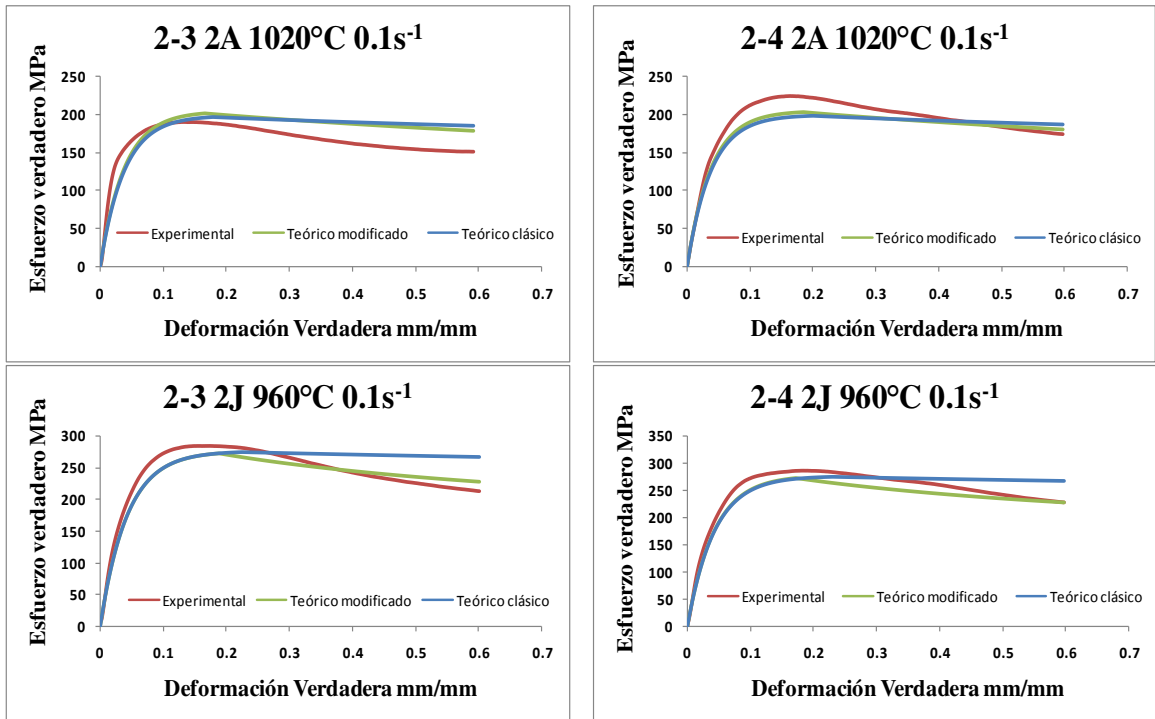


Figura 12.5.2. Comparativa de gráficas experimentales y teóricas, muestras deformadas a $0.1s^{-1}$

La Figura 12.5.3 presenta las gráficas de las muestras deformadas a $0.01s^{-1}$, se puede apreciar la diferencia de comportamiento de ambas gráficas Teóricas con la gráfica experimental, es decir, las cuatro gráficas experimentales presentan un comportamiento de pico simple que sugiere recristalización dinámica, sin embargo, solo las gráficas teóricas modificadas de las muestras 2-3 1H y 2-4 1H, parecen tener un comportamiento similar a sus análogas gráficas experimentales.

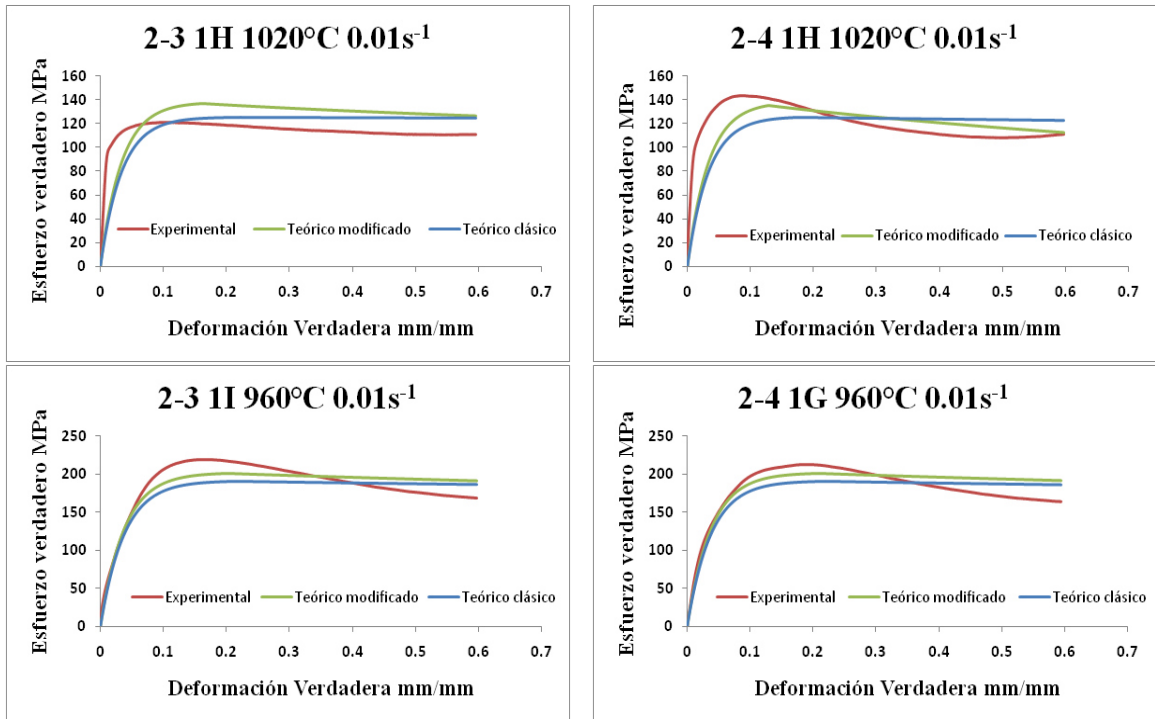


Figura 12.5.3. Comparativa de gráficas experimentales y teóricas, muestras deformadas a 0.01s⁻¹

Las gráficas de las muestras deformadas a 0.001s⁻¹, se presentan en la Figura 12.5.4, donde se observa que a pesar de que el tiempo de duración del ensayo es prolongado y las gráficas experimentales desarrollan un comportamiento peculiar, las gráficas teóricas lucen un ajuste suficientemente aceptable, tanto en comportamiento, como en valores de esfuerzo verdadero, no obstante, las gráficas teóricas modificadas se ajustan un poco mejor, como se puede observar en las muestras 2-3 1D y 2-4 1D.

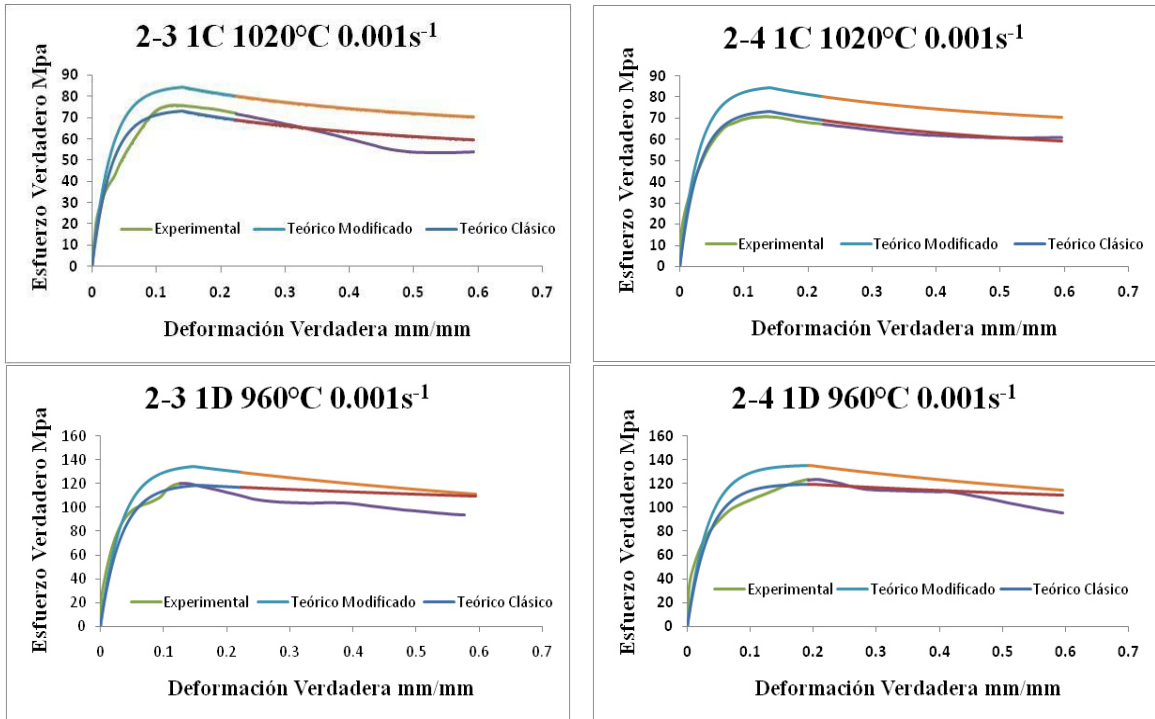


Figura 12.5.4. Comparativa de gráficas experimentales y teóricas, muestras deformadas a $0.01s^{-1}$

Las gráficas de las muestras deformadas sin TT DP718, son presentadas por la Figura 12.5.5, en las cuales se puede observar que las gráficas experimentales de las muestras 2-3 3D y 2-4 3D deformadas a $0.001s^{-1}$, no presentan un comportamiento regular de recuperación o recristalización, por lo tanto, el ajuste de las gráficas teóricas solo siguen el patrón de recuperación y no distingue el patrón del comportamiento de las gráficas experimentales. Sin embargo, las gráficas tanto experimentales como teóricas, de las muestras deformadas a $0.01s^{-1}$, todas desarrollan un comportamiento solo de recuperación.

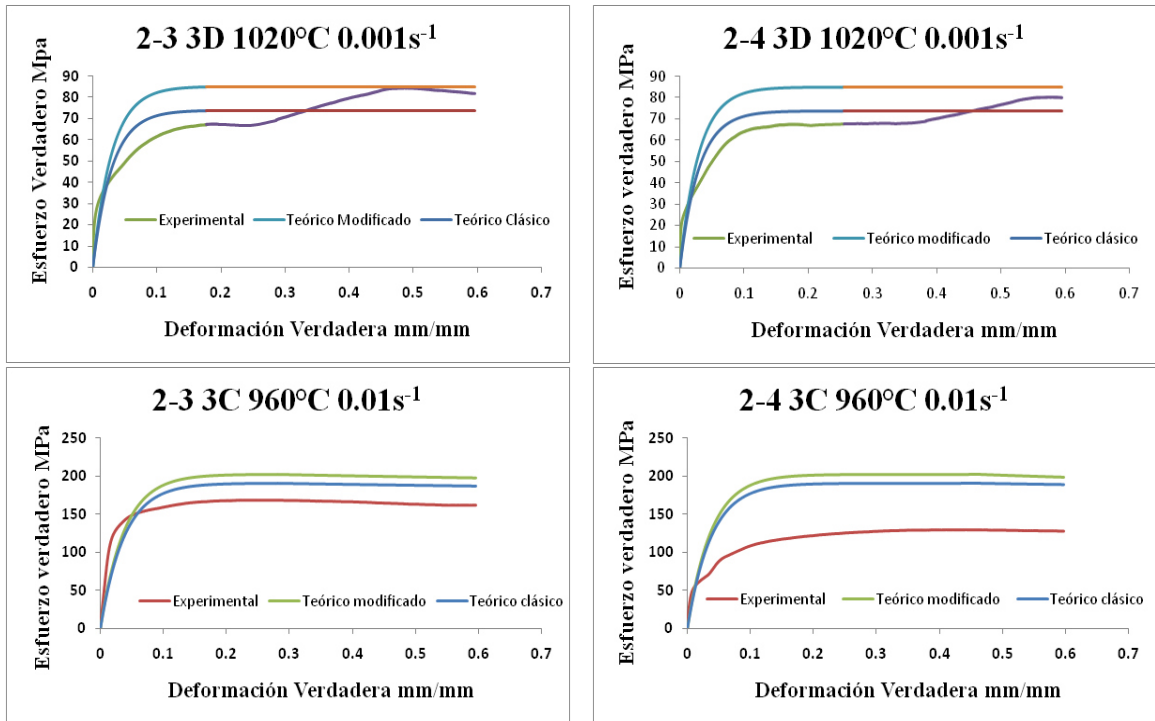


Figura 12.5.5. Comparativa de gráficas experimentales y teóricas, muestras deformadas sin TT DP718 previo

En general, las gráficas teóricas modificadas, presentan un mejor ajuste a las gráficas experimentales en comportamiento y valores de Esfuerzo Verdadero, que las gráficas teóricas clásicas. Sin embargo, ambas gráficas teóricas, presentan limitaciones en el ajuste, esto podría deberse a la poca variedad en el bloque de ensayos, es decir, los parámetros calculados se vieron acotados debido a que los ensayos solo se deformaron a dos temperaturas y cuatro velocidades de deformación. Para mayor información acerca de los diferentes modelos véase [85-103, 125-131, 136, 150].

13 Conclusiones y recomendaciones

Caracterización Microestructural

- ◇ La caracterización metalográfica por microscopía óptica indica un crecimiento del tamaño de grano y la formación de maclas después del tratamiento térmico (DP718) con un control de tamaño de grano después de la deformación en caliente debido a la distribución de la fase δ en los límites de grano.
- ◇ Las curvas de esfuerzo-deformación verdaderas presentan comportamiento típico de las superaleaciones base níquel de pico simple con excepción de la zona 1D de las lajas 2-3 y 2-4, donde, la baja velocidad y la temperatura de deformación debajo de delta solvus juegan un rol importante en la recuperación del material que involucra la interacción de la fase δ como obstáculo en el movimiento microestructural y de las dislocaciones en el trabajo de endurecimiento. Así también la zona 3D de cada laja, esto es, la muestra 1D se deformó a la misma velocidad pero a 960°C incrementando el esfuerzo máximo verdadero en comparación con 3D, debido a la lenta velocidad del ensayo y sobre todo a la elevada temperatura de 1020°C, la cual afecta directamente la resistencia del material a ser deformado y permite una mayor libertad de movimiento de las dislocaciones, no obstante, la curva no presentó una caída de esfuerzo como 1D, que apunta a la ausencia de saturación de la fase delta δ y por lo tanto, una menor acumulación de energía para promover suficiente recristalización dinámica observable en la curva.
- ◇ La temperatura arriba de delta solvus interviene directamente en la evolución microestructural, en la cantidad de granos recristalizados y la dureza alcanzada después del trabajo termomecánico, es decir, los resultados sugieren que la temperatura 1020°C arriba de delta solvus, independientemente del tiempo de duración del ensayo, afectó en la concentración de la fase δ y maclas que funcionaron como obstáculos de las dislocaciones y del movimiento de los límites de grano, lo que se refleja en la disminución de dureza de las probetas deformadas a la misma velocidad, sin embargo, la disolución de la fase δ queda en función del tiempo de duración del ensayo.

- ◇ La caracterización metalográfica por microscopía electrónica de barrido indica la saturación de la fase δ debido al procesamiento de DP718. La presencia de la estructura de bandas δ Widmanstätten y su fragmentación ya sea por disolución ó deformación, sugiere que δ en forma de aguja podría cambiar su morfología a δ fraccionada y uniformemente distribuida en la IN718.
- ◇ La temperatura de deformación al aumentar la velocidad de deformación en un DP718, puede controlar el crecimiento del grano durante la compresión debido a la presencia y distribución de fase δ en límites de grano.

Caracterización EBSD

- ◇ El análisis de forma de grano en 2D dio una perspectiva de la distribución de la microestructura y una pauta para el análisis de fenómenos como recristalización y tipo de límites de grano debido al historial termomecánico y tratamientos térmicos previos. La temperatura de deformación en caliente influencia el cambio microestructural provocando la nucleación en las fronteras de grano a la temperatura debajo de δ solvus. La velocidad de deformación también juega un rol importante en la forma de grano, a menor velocidad, se permite la recristalización y crecimiento de algunos granos grandes deformados.
- ◇ La nucleación de nuevos granos recristalizados comienza predominantemente en los puntos de límite de los granos, aunque la recristalización comienza con la formación de granos individuales aislados, estos granos no permanecen aislados, sino que representan núcleos para su posterior recristalización a lo largo de límites de grano preferenciales. Lo que lleva a suponer que los mecanismos de recristalización del IN718 pertenecen a la categoría de recristalización dinámicadiscontinua (o clásica) que se basa en una secuencia de endurecimiento por deformación - almacenamiento de energía, que conduce a la nucleación de nuevos granos en los límites de grano inicial
- ◇ Es aparente que el tiempo al que se somete la muestra a una temperatura de deformación arriba de δ solvus es suficiente para promover la recristalización de los granos deformados, sin embargo, la energía almacenada después del trabajo de

endurecimiento, depende directamente de la velocidad de deformación, esto quiere decir que, si la velocidad de deformación no es lo suficientemente elevada, la nucleación de nuevos granos recristalizados en los límites de grano, será más difícil y puede que solo recristalicen los granos deformados y sub-estructurados.

- ◇ La temperatura y la velocidad de deformación sugieren una estrecha relación con la desorientación de los límites de grano, una evidencia es que, al aumentar la velocidad de deformación aun a la temperatura por encima de δ solvus, los límites LAB tienden a incrementarse, es decir, el aumento de los límites LAB se relaciona directamente con la disminución de la temperatura y el aumento de la velocidad de deformación.
- ◇ La preferencia de formación de los granos con límites especiales CSL aumenta con la cantidad de recristalización (altas temperaturas y bajas velocidades de deformación), esto sugiere que el tiempo de estancia de la muestra a una mayor temperatura de deformación arriba de δ solvus, es suficiente para promover la recristalización de los granos deformados y los límites maclas $\Sigma 3$, a pesar de que la velocidad de deformación aumente y que el porcentaje de $\Sigma 3$ disminuye con la deformación.
- ◇ Los límites maclas $\Sigma 3$ son desorientados en la deformación, debido a la activación de los diferentes sistemas de deslizamiento en los cristales, por lo tanto, los límites maclas $\Sigma 3$ iniciales se transforman progresivamente en límites de grano normales HAB móviles a través del esfuerzo, entonces, la relación de $\Sigma 3$ disminuye en el comienzo de la deformación, pero aumenta con el inicio de la recristalización, esto quiere decir que, los límites maclas se generan debido a la migración del límite de grano móvil que tiene lugar dentro de los granos recristalizados, por lo tanto, una baja SFE y el tamaño de grano más pequeño producirían una mayor fracción de los límites de $\Sigma 3$
- ◇ En la muestra 2-4 1H, se cuantificó 8.95% de fase δ , después del proceso DP718 con deformación a 0.01s^{-1} y 1020°C . La fase δ se encontró en su mayoría en los límites de grano, pero también se aprecian a través de los granos y sobre todo en límites maclas. El hecho de que la fase δ en su mayoría se encuentre en los límites de grano

sugiere un efecto de anclaje y por lo tanto un control del crecimiento de grano durante la deformación en caliente.

- ◇ En general en las figuras de polos existe una distribución aleatoria de las orientaciones cristalográficas, sin embargo en la IPF con respecto a X0 se puede distinguir una ligera preferencia por las direcciones $\langle 101 \rangle$ y $\langle 001 \rangle$, por lo tanto X0 podría representar el eje transversal de la dirección de deformación.
- ◇ La relación de orientación entre γ y δ encontrada y fijada vía EBSD en las familias de planos y direcciones es: $\{111\}\gamma // \{110\}\delta$ y $\langle 1-10 \rangle\gamma // \langle 1-11 \rangle\delta$, respectivamente. En adición, la desorientación de las fases gama γ y δ encuentran en su mayoría una relación necesaria de menos de 1° para la transformación de un marco de referencia local de una red cristalina a otra, es decir, es la distancia en el espacio de orientación entre dos orientaciones distintas.

Caracterización vía TEM

- ◇ La caracterización vía TEM por medio de campo claro, revela el rol de los precipitados de la fase δ como obstáculos de las dislocaciones, que a su vez son zonas de alta energía y promueven la recristalización dinámica durante el ensayo de compresión.
- ◇ Debido a las condiciones de la muestra 2-4 deformada a $0.01s^{-1}$ y $1020^\circ C$ que suscitan la formación de maclas, esto propone que, el apilamiento de dislocaciones por la deformación compone el número mínimo de capas necesarias para generar la DO_a , unidad de celda de la fase delta δ y ya que las regiones de maclas de γ'' tienen interfaces de alta energía con la matriz, los núcleos de la fase delta δ , inicialmente, pueden crecer a expensas de estas regiones, formando bandas que finalmente consumieron la fase γ'' y formaron la fase delta δ en forma de aguja dando reflexiones en los patrones SAD correspondientes a DO_a o maclas en la FCC.

Ajuste de curvas (Modelización)

- ◇ En el trabajo de endurecimiento: i) el proceso de restauración dinámica Ω , tuvo un comportamiento casi lineal en la disminución de Ω con el aumento de Z, es decir, la

probabilidad del proceso de restauración dinámica disminuye cuando aumenta la velocidad de deformación y/o disminuye la temperatura para la IN718, ii) la velocidad de endurecimiento U , presenta un comportamiento contrario a Ω con aumento de forma potencial conforme aumenta Z , iii) el inicio de la recristalización relacionada con la deformación pico ε_p , disminuye de forma casi lineal con el aumento de Z .

- ◇ Se calculó el conjunto de ecuaciones para el ajuste de la curva, tanto para el modelo clásico, como para el modelo modificado, en general, las gráficas teóricas modificadas, presentan un mejor ajuste a las gráficas experimentales en comportamiento y valores de esfuerzo verdadero, que las gráficas teóricas clásicas.

La IN718 es sensible al historial termomecánico, esto es reflejado en las imágenes metalográficas vía OM, donde se observó que la microestructura inicial antes del TT DP718 depende directamente de la zona analizada, es decir, la microestructura y tamaño de grano dependen directamente de la concentración del flujo de la deformación. Después del TT DP718 aumentaron el tamaño de grano, las maclas de recocido y la fase delta como estructura de bandas δ Widmanstätten.

Después de los ensayos mecánicos de compresión a altas temperaturas se observó en las metalografías una dependencia de la temperatura y la velocidad de deformación, esto es, las muestras deformadas a una temperatura arriba de δ solvus de 1020°C y una baja velocidad de deformación de $0.001s^{-1}$ reflejaron una mayor disolución de la fase δ , esto afecta en el comportamiento de las curvas de fluencia que dependen directamente de la velocidad, la temperatura de deformación y del porcentaje de saturación de la fase δ , es decir, a mayor velocidad y menor temperatura de deformación se alcanzan mayores valores de esfuerzo máximo verdadero, sin embargo, debido a la saturación de la fase δ después del TT DP718, a bajas velocidades de deformación como $0.001s^{-1}$ y temperatura debajo de δ solvus, la curva presentó un comportamiento peculiar y poco común, que reflejó la fuerte presencia de la fase delta δ como estructura de bandas Widmanstätten.

La IN718 tiene una baja SFE, por lo tanto, el comportamiento de las curvas en su mayoría es de pico simple, que hace alusión a la recrystalización dinámica. Las imágenes metalográficas vía SEM después de la deformación mostraron, la segmentación debido a las fracturas de las agujas de la fase δ por la deformación y a la disolución por la temperatura, que hacen alusión a la distribución de la fase δ fragmentada en toda la aleación. La microdureza fue mayor en las muestras de la laja 2-3 deformada industrialmente a un paso, después del TT DP718 y antes de los ensayos mecánicos. Después de los ensayos, la microdureza incrementa en las probetas deformadas a 960°C y a 0.1s^{-1} .

La caracterización vía EBSD después de los ensayos, arrojó que la forma y tamaño del grano dependen directamente de las condiciones de deformación, esto quiere decir que, las bajas velocidades y las altas temperaturas de deformación afectan en la concentración de δ y en la nucleación de nuevos granos recrystalizados en los límites de grano, sin embargo, la fracción recrystalizada depende de varios factores simultáneos, es decir, depende del tamaño de grano relacionado con el historial termomecánico antes y después del TT DP718, de la fracción volumétrica de δ y de las condiciones de temperatura y de velocidad de deformación, así la recrystalización se ve reflejada en el crecimiento de los granos, poca presencia de granos deformados y sub-estructurados a temperaturas elevadas y bajas velocidades de deformación ó en la nucleación de nuevos granos recrystalizados de collar con temperaturas debajo de δ solvus y velocidades más altas de deformación..

Contribución Tecnológica

El DP718 ha demostrado un control sobre la microestructura, obteniendo tamaños de grano inferiores después del ensayo a los conseguidos con solo TT DP718 a pesar de la deformación industrial previa, sin embargo, la IN718 es sensible al historial termomecánico, es decir, se propone la incorporación de un delta procesado antes de la deformación industrial de forja ó en un paso intermedio de deformación, esto es, un TT DP718 antes de la forja a un paso ó un TT DP718 intermedio en una deformación a dos pasos.

Contribución científica

Existen variadas investigaciones acerca de la IN718 y de la fase delta δ , pero el número de investigaciones del Delta procesado es limitado y más en relación con el proceso de conformado industrial de forja, así bien, una de las contribuciones de este trabajo de investigación se encuentra en los resultados obtenidos siguiendo una línea de experimentaciones directamente asociadas con el proceso de forja industrial, no obstante, la contribución más destacable es la identificación de la fase delta δ en la IN718 con un delta-procesado por medio de la técnica de caracterización EBSD, la indexación de la fase delta δ deformada por maclado vía patrones SAD por medio de TEM.

Recomendaciones

- ◇ Es recomendable caracterizar la evolución microestructural de la IN718 bajo un DP718, con diferentes porcentajes de deformación e incrementar la variedad de temperaturas de deformación, haciendo énfasis en la caracterización vía EBSD del tipo de límites de grano a los diferentes porcentajes de deformación y a su vez en la identificación de límites de grano de ingeniería CSL.
- ◇ Es recomendable también realizar lotes de ensayos mecánicos más grandes que involucren diferentes temperaturas y velocidades de deformación, para obtener un ajuste de las curvas más precisas.
- ◇ Es recomendable realizar ensayos de termofluencia para caracterizar el comportamiento de la IN718 sometida a un DP718.

14 Referencias Bibliográficas

[1] Microstructural modeling and thermomechanical analysis of an in718 superalloy during a forging process L.A. Reyes, P.J. Páramo, M.P. Guerrero-Mata, M. de la Garza, V. Páramo, J. Calvo, J.M. Cabrera, Material Characterization and Modelling Proc. 10th Int. Conf. Techn. Plast. (ICTP 2011)

[2] Multiscale microstructure modelling for nickel based superalloys H. C. Basoalto, J. W. Brooks and I. Di Martino, Materials Science and Technology 25 (2009) 221-227

[3] Delta phase in inconel 718: mechanical properties and forging process requirements, Y. Desvallés, M.Bouzidi, F.Boisand, N.Beaude, Superalloys (1994) 718, 625, 706 and Various Derivatives

[4]. Superalloys, A Technical Guide Second Edition Matthew J. Donachie Stephen J. Donachie. (2002)

- [5] Delta phase precipitation in Inconel 718, Saied Azadian¹, Liu-Ying Wei², Richard Warren *Materials Characterization* 53 (2004) 7–16
- [6] Effect of double aging treatment on structure in Inconel 718 alloy, Changzheng Wang, Rongbin Li, *Journal of Materials Science* 39 (2004) 2593–2595
- [7] Heat treatment and fine-blankin Inconel 718, Damir Česnik, VitoslaV Bratuš, Borut kosec, Janez rozman, milan BizJak, *Materials and Geoenvironment*, Vol. 55, No. 2, (2008) pp. 163-172
- [8] Deformation and Recrystallization Behavior during Hot Working of a Coarse-Grain, Nickel-Base Superalloy Ingot Material, S.L. Semiatin, D.S. Weaver, P.N. Fagin, M.G. Glavicic, R.L. Goetz, N.D. Frey, R.C. Kramb, and M.M. Antony, *Metallurgical and Materials Transactions A*, February (2004) 679-693
- [9] Hot forging of a nickel-base superalloy, N.K. Park, I.S. Kim, Y.S. Na, J.T. Yeom, *Journal of Materials Processing Technology* (2001) 98-102
- [10] Dynamic mechanical behaviour and dislocation substructure evolution of Inconel 718 over wide temperature range Woei-Shyan Leea, Chi-Feng Linb, Tao-Hsing Chenc, Hong-Wei Chena *Materials Science and Engineering A* 528 (2011) 6279–6286
- [11] Minigrain Processing OF Nickel –base 718, E. E. Brown, R. C. Boettner, and D. L. Ruckle, Pratt and Whitney Aircraft E. Hartford, Conn. United States Patent No. 3,660,177
- [12] Ultra Fine Grain/Ultra Low Carbon 718, T. Banik, P.W. Keefe, G.E. Maurer, L. Petzold, *Superalloys 718, 625 and Various Derivatives*, The Minerals, Metals & Materials Society, (1991) 913-924
- [13] Ultra Fine Grain Processed UDIMET Alloy 718 for Isothermal Forging, C. A. Petri, T. Deragon, and F. A. Schweizer, Special Metals Corporation, New Hartford, NY and J.J. Schirra, *Superalloys 718, 625 and Various Derivatives*, The Minerals, Metals & Materials Society (1997) 267-277
- [14] Selected properties of anisotropic PWA 1472 D. P. De Luca and T. Watkins, *Superalloys 718, 625 and Various Derivatives*, The Minerals, Metals & Materials Society (1997) 715-718
- [15] Hot working characteristics and dynamic recrystallization of delta-processed superalloy 718 Y. Wang, L. Zhen, W.Z. Shao, L. Yang, X.M. Zhang, *Journal of Alloys and Compounds* 474 (2009) 341–346
- [16] Microstructure evolution of delta-processed IN718 during holding period after hot deformation M. Cheng, H. Y. Zhang, S. H. Zhang, *J Mater Sci* (2012) 47:251–256
- [17] Hot deformation behavior of delta-processed superalloy 718, Y. Wang, W.Z. Shao, L. Zhen, B.Y. Zhang, *Materials Science and Engineering A* 528 (2011) 3218–3227

[18] Deformation characteristics of δ phase in the delta-processed Inconel 718 alloy, H.Y. Zhang, S.H. Zhang, M. Cheng, Z.X. Li, *Materials characterization* 61 (2010) 4 9-5 3

[19] Tensile deformation and fracture characteristics of delta-processed Inconel 718 alloy at elevated temperature Shi-Hong Zhang, Hai-Yan Zhang, Ming Cheng, *Materials Science and Engineering A* 528 (2011) 6253–6258

[20] Estudio y caracterización del comportamiento en caliente de inconel 718, Thomas Amandine Tesis, 2005

[21] ASM Handbook, Special Volume.- Heat Resistant Material.

[22] The Evolution of Wrought Age-Hardenable Superalloys, R.F. Decker , *JOM*, 2006. 32-36

[23] The Superalloys Fundamentals and Applications, Roger C. Reed.

[24] Ciencia e Ingeniería de los Materiales, ASKELAND, 3ra edición.

[25] Nickel Based Superalloys, H. K. D. H. *Bhadeshia university of Cambridge*, 2009.

[26] Relationship between the lattice constant of γ phase and the content of δ phase, γ'' and γ' phases in inconel 718, W.C. Liu, F.R. Xiao and M. Yao, Z.L. Chen, Z.Q. Jiang and S.G. Wang, *Scripta Materialia*, Vol. 37, No. 1, pp. S9-64,1997

[27] Delta phase and deformation fracture behavior of inconel 718 ALLOY, Zhang Yun, Huang Xuebing, Wang Yong, Yu Weicheng, Hu Zhuangqi, *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives (1997)*, 229-236

[28] Manufacturing Technology for Aerospace Structural Materials , F.C. Campbell.

[29] Evaluation of microstructure change and hot workability of high nickel high strength steel using wedge test, Mohammad Habibi Parsa, Mahmoud Nili Ahmadabadi, Hassan Shirazi, Behrang Poorganji, Payam Pournia, 2008.

[30] ASM Handbook Volume 14 .- Forming and Forging.

[31] Constitutive modelling of the nickel base superalloy IN718; Master Thesis, David Gustafsson, 2008.

[32] Materials Science and Engineering, An Introduction, William D. Callister, Jr.

[33] ASM Handbook Volume 8, Mechanical Testing and Evaluation.

[34].Thermo-Mechanical Processing of Metallic Materials , Bert Verlinden, Julian Driver , Indradev Samajdar, Roger D.Doherty, First edition, 2007.

- [35] Mechanical_Metallurgy,_DIETER.
- [36] Effects of dynamic and metadynamic recrystallization on microstructures of wrought IN-718 due to hot deformation, L.X. Zhou, T.N. Baker, 1995.
- [37] Grain growth model of IN718 during holding period after hot deformation, J.M. Zhanga, Z.Y. Gaoa, J.Y. Zhuangb, Z.Y. Zhong, 2000.
- [38] Determinación de las propiedades de una aleación incoloy 909 para aplicación aeroespacial a diferentes condiciones de deformación en caliente , Alejandro Vladimir Lara Mendoza, Tesis Maestría, U.A.N.L., 2009.
- [39] Creep Behavior of Fine Grain, Low Carbon Allvac 718 C. N. Ruiz, S. S. Mysore, L. A. Jackman, R. B. Lal, A. A. Wereszczak, Superalloys 718,625,706 and Various Derivatives, The Minerals, Metals & Materials Society, 1994, 523-534
- [40] Forging of 718 - The importance of T.M.P, N. A. Wilkinson, Superalloy 718-Metallurgy and Applications, The Minerals, Metals & Materials Society, 1989, 119-133
- [41] The Structural Evolution of Superalloy Ingots during Hot Working, Robin M. Forbes Jones and Laurence A. Jackman, JOM, Vol. 51, 1999, 27-31
- [42] Evaluation of the microstructure and mechanical properties of delta processed alloy 718, Carlos Ruiz, Abel Obabueki, and Kathy Gillespie, Superalloys, The Minerals, Metals & Materials, 1992, 33-42
- [43] An evaluation of the forgeability of delta processed UDIMET alloy 718dp, T. Banik, S.O. Mancuso, G.E. Maurer, Superalloys 718,625,706 and Various Derivatives, The Minerals, Metals & Materials Society, 1994, 273-280
- [44] Precipitation of γ'' phase in δ -precipitated Alloy 718 during deformation at elevated temperatures, S.A. Nalawade, M. Sundararaman, J.B. Singh, A. Verma, R. Kishore, Materials Science and Engineering A 527 (2010), 2906–2909
- [45] Effect of the δ delta phase on the hot deformation behavior of Inconel 718, H. Yuan, W.C. Liu, Materials Science and Engineering A 408 (2005) 281–289
- [46] Microstructure Development and Thermal Response of Delta Processed Billet and Bar for Alloy 718, J. L. Russell, M. L. Lasonde, L.A. Jackman, Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives (2005), 363-372

[47] Inconel 718 single and multipass modelling of hot forging J. de Jaeger, D. Solas, T. Baudin, O. Fandeur, J-H. Schmitt and C. Rey, Superalloys 2012: 12th international Symposium on superalloys TMS (The Mineral, Metals & Materials society), 2012, 663-673

[48] TEM Study of High-Temperature Precipitation of Delta Phase in Inconel 718 Alloy, Moukrane Dehmas, Jacques Lacaze, Aliou Niang, and Bernard Viguiier, Hindawi Publishing Corporation, Advances in Materials Science and Engineering, Volume 2011, Article ID 940634, 9 pages

[49] Development of fine-grained structure and the mechanical properties of nickel-based Superalloy 718 Hwa-Teng Lee, Wen-Hsin Hou, Materials Science and Engineering A 555 (2012) 13– 20

[50] Stress relaxation behavior of heat treated Inconel 718, OBapokuty, Z. Sajuri and J. Syarif, Journal of Applied Sciences 12 (9), 2012, 870-875

[51] Mechanical properties of nanostructured nickel based superalloy Inconel 718, Sh. Mukhtarov, A. Ermachenko, 15th International Conference on the Strength of Materials (ICSMA-15) , Journal of Physics: Conference Series 240 (2010)

[52] Heat Treatment Effect on Microstructure and Mechanical Properties of Re-Containing Inconel 718 Alloy, Nader El-Bagoury, Mohamed Ramadan, *Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering*, 2012, 924-930

[53] Grain size control in ring-rolled alloy 718, D.R. Nielsen, S.W. Thompson, C.J. Van Tyne and M.C. Mataya, Superalloys 718,625,706 and Various Derivatives, The Minerals, Metals &Materials Society, 1994, 373-392

[54] Catalytic nucleation of a meta-stable δ phase in phase-seeded under cooled Fe75 Ni25 melts, Y.Z. Chen, X.H.Shi,F.Liu, G.C.Yang,Y.H.Zhou, Progress in Natural Science: Materials International; 22, 2012, 258–262

[55] Effect of the δ phase on the deformation behavior in isothermal compression of superalloy GH4169, K. Wang, M.Q. Li, J. Luo, C. Li, Materials Science and Engineering A 528, 2011, 4723–4731

[56] Effect of serrated grain boundaries on the creep property of Inconel 718 superalloy, An-Chou Yeh, Kang-Wei Lu, Chen-Ming Kuo, Hui-Yun Bor, Chao-Nan Wei, Materials Science and Engineering A 530, 2011, 525–529

[57] Hold-time effect on the thermo-mechanical fatigue crack growth behaviour of Inconel 718, Johan J. Moverare, David Gustafsson, Materials Science and Engineering A 528, 2011, 8660–8670

- [58] Hot deformation behavior of GH4169 superalloy associated with δ phase dissolution during isothermal compression process, Yongquan Ning, M.W. Fu, Xi Chen, *Materials Science and Engineering A* 540, 2012, 164–173
- [59] Some features of anisothermal solid-state transformations in alloy 718, Aliou Niang, Bernard Viguier, Jacques Lacaze, *Materials Characterization* 61, 2010, 525–534
- [60] Characterizing Precipitation Defects in Nickel based 718 Alloy, A. Niang, J. Huez, J. Lacaze and B. Viguier, *Materials Science Forum*, vol. 636-637, 2010, 517-522.
- [61] Principios y aplicaciones de la técnica de difracción de electrones retro-proyectados (EBSD, Electron Back-Scattering Diffraction), *Informador Técnico (Colombia)* Vol. 74, 2010, 64 – 74
- [62] *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*, Adam J. Schwartz, Mukul Kumar, Brent L. Adams, David P. Field, Second Edition, 2009
- [63] Análisis de texturas de una aleación de aluminio AlCu5Mg (206) mediante la técnica EBSD, Diana Lucía López Galindo, Tesis Maestría, U.A.N.L. 2012
- [64] Strains, planes, and EBSD in materials science, Angus J. Wilkinson and T. Ben. Britton, | VOLUME 15, NUMBER 9, 2012
- [65] Electron backscatter diffraction in materials characterization, Dejan Stojakovic, *Processing and Application of Ceramics* 6, 1, 2012, 1–13
- [66] Recent developments in two fundamental aspects of electron backscatter diffraction, K P Mingard, A P Day and P N Queded, *IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering* 55, 2014
- [67] EBSD Investigation and modeling of the microstructural evolutions of superalloy 718 during hot deformation, Jean-Philippe Thomas, Etienne Bauchet, Christian Dumont, Frank Montheillet, *Proceedings of the International Symposium on Superalloys*, TMS (The Minerals, Metals & Materials Society), 2004, 959-968
- [68] A model of continuous dynamic recrystallization S. Gourdet, and F. Montheillet, *Acta Mater.* 51, 2003, 2685-2699
- [69] Dynamic recrystallization of low stacking fault energy metals, Frank Montheillet and Jean-Philippe Thomas, *Metallic Materials with High Structural Efficiency*, 2004, 357–368
- [70] Electron Backscatter Diffraction Analysis of dynamically recrystallized grain structures in a Ni-Cr-Fe base alloy, Young-Sang Na, Jong-Taek Yeom, Nho-Kwang Park, and Jai-Young Lee, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 37A, 2006, 41-47

[71] The Effect of Sheet Processing on the Microstructure , Tensile , and Creep Behavior of INCONEL Alloy 718, C.J. Boehlert, D.S. Dickmann, and N.C. Eisinger, Metallurgical and Materials Transactions A, 37A, 2006, 27-40

[72] Flow behavior and microstructures of superalloy 718 during high temperature deformation, Y.Wang,W.Z. Shao, L. Zhen!, L. Yang, X.M. Zhang, Materials Science and Engineering A, 497, 2008, 479–486

[73] Effects of Tool Wear on Subsurface Deformation of Nickel- based Superalloy, J. M. Zhou, V. Bushlyaa, R. L. Peng, S. Johansson, P. Avdovic , J-E. Stahla, Procedia Engineering 19, 2011, 407 – 413

[74] Grain-boundary precipitation in Allvac 718Plus, E.J. Pickering, H. Mathura, A. Bhowmik, O.M.D.M. Messé, J.S. Barnard, M.C. Hardy, R. Krakow, K. Loehnert, H.J. Stone, C.M.F. Rae, Acta Materialia 60, 2012 2757–2769

[75] The formation of annealing twins, H. Gleiter, Acta Met., 17, 1969, 1421-1428.

[76] Dynamic recrystallization of Ni-base alloys-experimental results and comparisons with simulations, P. Poelt, C. Sommitsch, S. Mitsche, M. Walter, Materials Science and Engineering A 420, 2006, 306–314

[77] Effect of thermomechanical processing on grain boundary character distribution of a Ni-based superalloy, L. Tan, K. Sridharan, T.R. Allen, Journal of Nuclear Materials 371, 2007, 171–175

[78] Application of electron backscatter diffraction to the study of phase transformations, A. F. Gourgues-Lorenzon, International Materials Reviews, Vol 52 No 2, 2007, 65-128

[79] EBSD study on grain boundary characteristics in fine-grained Al alloys, J.C. Huang, I.C. Hsiao, T.D. Wang and B.Y. Lou, Scripta mater. 43, 2000, 213–220

[80] Grain and subgrain characterization by electron backscatter diffraction, F. J. Humphreys, Journal of Materials Science 36, 2001, 3833 – 3854

[81] An Electron Backscattered Diffraction Study of Grain Boundary–Engineered INCOLOY Alloy 800H, L. Tan and T.R. Allen, Metallurgical and Materials Transactions A, Vol 36A, 2005, 1921-1925

[82] Application of electron backscatter diffraction to grain boundary characterization, V. Randle, International Materials Reviews, Vol 49, No 1, 2004, 1-11

[83] Origin and role of $\Sigma 3$ boundaries during thermo-mechanical processing of a Ti-modified austenitic stainless steel, Sumantra Mandal, A.K. Bhaduri, and V. Subramanya Sarma, Materials Science Forum Vols. 702-703, 2012, 714-717

[84] Electron Backscatter Diffraction (EBSD) Technique and Materials Characterization Examples, Tim Maitland and Scott Sitzman, Scanning Microscopy for Nanotechnology: Techniques and Applications by Weilie Zhou, Zhong Lin Wang, 2007, 41-75

[85] High temperature deformation and creep of crystalline solids, W. Blum, Materials Science and Technology, vol 6, 1991, 363-405

[86] Deformation-mechanism maps, The plasticity and creep of metals and ceramics, Caps 1-5, 1982

[87] Caracterización mecánico-metalúrgica de la conformación en caliente del acero microaleado de medio carbono 38 MnSiVS5, José María Cabrera Marreno, Tesis Doctoral, UPC, 1995

[88] On the hot working of FeSi ferritic steels, P. Rodriguez-Calvillo, A. Boulaajaj, M. Perez-Sine, J. Schneider, J.M. Cabrera, Materials Science & Engineering A 606, (2014) 127–138

[89] Hot deformation activation energy (QHW) of austenitic Fe–22Mn–1.5Al–1.5Si–0.4C TWIP steels microalloyed with Nb, V, and Ti, F. Reyes-Calderón, I. Mejía, J.M. Cabrera, Materials Science & Engineering A 562, (2013) 46–52

[90] The Avrami kinetics of dynamic recrystallization John J. Jonas, Xavier Queleennec, Lan Jiang, Étienne Martin, Acta Materialia 57, (2009) 2748–2756

[91] Simulation of Austenite Flow Curves under Industrial Rolling Conditions Using a Physical Dynamic Recrystallization Model, Xavier Queleennec and John Joseph jonas, ISIJ International, Vol. 52, No. 6, (2012) 1145–1152

[92] Prediction of Steel Flow Stresses at High Temperatures and Strain Rates, A. Laasraoui and J.J. Jonas, Metallurgical Mransactions A, Volume 22A, (1991), 1545

[93] Chapter 7, Non-Ferrous alloys: Nichromes, T-D Nickels and Nimonics, M. F Asbhy

[94] Modelling hot deformation of Inconel* 718 using state variables X. Zhao, R. P. Guest, S. Tin, D. Cole, J. W. Brooks and M. Peers, Materials Science and Technology November, Vol. 20, (2004), 1414-1420

[95] Hot forging behavior of nickel based superalloys under elevated temperatures, M. Oktay Alniak, Fevzi Bedir, (2010). 31, 1588–1592

[96] Static Recrystallization Kinetics with Homogeneous and Heterogeneous Nucleation Using a Cellular Automata Model, R. L. Goetz and V. Seetharaman, Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 29A, (1998), 2307-2321

[97] ASM Handbook Volume 4- Heat Treating, Principles of Heat Treating of Steels, Torsten Ericsson, Linköping, (1990)

- [98] Recrystallization and grain-growth behavior of a nickel-base superalloy during multi-hit deformation, D.S. Weaver and S.L. Semiatin, *Scripta Materialia* 57, (2007) 1044–1047
- [99] High temperature deformation of Inconel 718, A. Thomas, M. El-Wahabi, J.M. Cabrera, J.M. Prado, *Journal of Materials Processing Technology* 177, (2006), 469–472
- [100] Simulation and Analysis of Microstructure Evolution of IN718 in Rotary Forgings by FEM, YU Zhong-qi, MA Qiu, LIN Zhong-Qin, *J. Shanghai Jiaotong Univ. (Sci.)*, 13(6), (2008), 721–726
- [101] Recrystallization and Aging Effects Associated with the High Temperature Deformation of Waspaloy and Inconel 718, A. Guimaraes and J. J. Jonas, *Metallurgical Transactions A*, and Vol 12A, (1981)-1655
- [102] Nucleation mechanism of a nickel-base superalloy during dynamic recrystallization, Shuai Wang , Lei Wang, Yang LIU, Guohua XU, Beijiang ZHANG and Guangpu ZHAO, *Acta Metall. Sin.(Engl. Lett.)*Vol.24, No.4, (2011), 295-300
- [103] Evolution of Microstructure and Texture During Hot Compression of a Ni-Fe-Cr Superalloy, S.P. Coryell, K.O. Findley, M.C. Mataya, and E. Brown, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 43, 2, (2011), 633-649
- [104] *Electron Microscopy of Interfaces in Metals and Alloys*, C.T Forwood, L.M Clarebrough, *Electron Microscopy in Material Science Series*, Adam Hilger, (1991)
- [105] Origin and role of $\Sigma 3$ boundaries during thermo-mechanical processing of a Ti-modified austenitic stainless steel, Sumantra Mandal, A.K. Bhaduri, and V. Subramanya Sarma, *Materials Science Forum Vols. 702-703*, (2012), 714-717
- [106] Evolution of Grain Boundary Character Distributions in FCC and BCC Materials, Peter Keng-Yu Lin, A thesis submitted in conformity with the requirements for the Degree of Doctor of Philosophy, (1997), 14-29
- [107] Grain boundary characterization and energetics of superalloys, Michael D. Sangid, Huseyin Sehitoglu, Hans J. Maier, Thomas Niendorf, *Materials Science and Engineering A* 527, (2010), 7115–7125
- [108] Role of Twinning on Dynamic Recrystallization and Microstructure During Moderate to High Strain Rate Hot Deformation of a Ti-Modified Austenitic Stainless Steel, Sumantra Mandal, A.K. Bhaduri, and V. Subramanya Sarma, *Metallurgical and Materials Transactions A*, (2012)
- [109] Studies of Grain Boundaries in Materials Subjected to Diffusional Creep, Thomas Nørbygaard, Thesis for fulfilment of the requirements set for obtaining the Ph.D. degree at Copenhagen University, (2002)

[110] Coincidence site lattice theory of triple junctions and quadruple points, V.Y Gertsman, Science and Technology of Interfaces, Proceedings of a International Symposium in Honor of Dr. Bhakta Rath, , The Minerals, Metals & Materials Society, (2002)

[111] Multiple twinning in cubic crystals: geometric/algebraic study and its application for the identification of the Σ^3 grain boundaries, Cyril Cayron, Acta Crystallographica Section A, Foundations of Crystallography, A63, (2007), 11–29

[112] The microstructure evolution and nucleation mechanisms of dynamic recrystallization in hot-deformed Inconel 625 superalloy, Defu Li, Qingmiao Guo, Shengli Guo, Haijian Peng, Zhigang Wu, Materials and Design 32, (2011), 696–705

[113] Nucleation mechanisms of dynamic recrystallization in Inconel 625 superalloy deformed with different strain rates, Guo Qingmiao, LI Defu, Peng Haijian, Guo Shengli, HU Jie, and DU Peng, Rare Metals, Vol. 31, No. 3, (2012), p. 215

[114] Phase differentiation via combined EBSD and XEDS, M. M. Nowell and S. I. Wright, Journal of Microscopy, Vol. 213, Pt 3, (2004), 296–305

[115] Atlas of Backscattering Kikuchi Diffraction Patterns, (Microscopy in Materials Science), D. J. Dingley, V. Randle, K. Z. Baba-Kishi, (1995)

[116] Phase identification of individual crystalline particles by electron backscatter diffraction, J. A. Small and J. R. Michael, Journal of Microscopy, Vol. 201, Pt 1, (2001), 59-69.

[117] EBSD.com, an educational site by Oxford Instruments, See more at:
<http://www.ebsd.com/index.php/ebsd-explained/basics-of-ebsd/interpreting-the-diffraction-pattern>

[118] The application of electron backscatter diffraction and orientation contrast imaging in the SEM to textural problems in rocks David J. Prior et al, American Mineralogist, Volume 84, (1999), 1741–1759

[119] Utilización de la técnica de microscopía de imágenes de orientación para relacionar la microestructura de aceros laminados en caliente con la anisotropía, Patricia del Carmen Zambrano Robledo, Tesis con opción al grado de Doctor en Ingeniería de Materiales, UANL, (2000)

[120] Electron Backscatter Diffraction in Materials Science, Adam J. Schwartz, Mukul Kumar, Brent L. Adams, David P. Field, First Edition, (2000)

[121] Caracterización mediante la técnica EBSD de la deformación de chapa de acero inoxidable AISI 304 DDQ bajo tensiones multiaxiales típicas de la embutición, J. Coello, V. Miguel, A. Calatayud, C. Ferrer y A. Martínez, Revista de Metalurgia, 45 (5), (2009), 351-364

[122] Magnetically and Capillary Driven Grain Boundary Motion in Zinc Bicrystals, Christoph Günster, Ed. Cu villier, (2013), 4-25

[123] Microstructural and tensile characterization of Inconel 718 laser coatings for aeronautic components, Jon Lambarri, Josu Leunda, Virginia García Navas, Carlos Soriano, Carmen Sanz, Optics and Lasers in Engineering 51 (2013) 813–821

[124] Caracterización microestructural y mecánica de una aleación INCONEL 718 con deformación termomecánica a diferentes condiciones, Pedro Jacinto Páramo Kañetas, Tesis Maestría, UANL, (2011)

[125] Predicting the Critical Stress for Initiation of Dynamic Recrystallization, Abbas NAJAFIZADEH and John J. JONAS, ISIJ International, Vol. 46, No. 11, (2006), 1679–1684

[126] Hot deformation characteristics and strain-dependent constitutive analysis of Inconel 600 superalloy, Horng-Yu Wu, Feng-Jun Zhu • Shang-Chih Wang, Woei-Ren Wang, Chien-Cheng Wang, Chui-Hung Chiu, J Mater Sci 47, (2012), 3971–3981

[127] Hot compressive deformation behavior of a new hot isostatically pressed Ni–Cr–Co based powder metallurgy superalloy, Kai Wu, Guoquan Liu, Benfu Hu, Feng Li, Yiwen Zhang, Yu Tao, Jiantao Liu, Materials and Design 32, (2011), 1872–1879

[128] Hot die forging process optimization of superalloy IN718 turbine disc using processing map and finite element method, H Y Zhang, S H Zhang, Z X Li, and M Cheng, Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part B: Journal of Engineering Manufacture, (2009), 103-110

[129] Work hardening and kinetics of dynamic recrystallization in hot deformed austenite, X Que lennec, E Martin, L Jiang, J J Jonas, Journal of Physics: Conference Series 240, (2010)

[130] Kinematics and Dynamics Model of GH4169 Alloy for Thermal Deformation, WANG Zhong-tang , ZHANG Shi-hong, CHENG Ming, LI De-fu, YANG Xiao-hong, Journal of Iron and steel research, International, 17(7), (2010), 75-78

[131] Modeling the Microstructural Changes during Hot Tandem Rolling of AA5XXX Aluminum Alloys: Part I. Microstructural Evolution, M.A. Wells, D.J. Lloyd, I.V. Samarasekera, J.K. Brimacombe, and E.B. Hawbolt, Metallurgical and Materials Transactions B, Volume 29B, (1998), 611-620

[132] Tem Study on Microstructure Behavior of Alloy 718 After Long Time Exposure at High Temperatures, Jianxin Dong , Xishan Xie, Zhichao Xu, Shouhua Zhang, Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives, (1994), 649-658

[133] In situ TEM observation of γ' , γ'' and δ precipitations on Inconel 718 superalloy through HIP treatment, Shih-Hsien Chang, Journal of Alloys and Compounds 486, (2009), 716–721

- [134] Precipitation and Room Temperature Deformation Behavior of Inconel 718, M. Sundararaman, P. Mukhopadhyay and S. Banerjee, *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, (1994), 419-440
- [135] Dynamic mechanical behavior and dislocation substructure evolution of Inconel 718 over wide temperature range, Woei-Shyan Lee, Chi-Feng Lin, Tao-Hsing Chen, Hong-Wei Chen, *Materials Science and Engineering A* 528, (2011), 6279–6286
- [136] Constitutive modeling for elevated temperature flow behavior of 42CrMo steel, Y.C. Lin, Ming-Song Chen, Jue Zhong, *Computational Materials Science* 42, (2008), 470–477
- [137] High-temperature structure stability and mechanical properties of novel 718 superalloy, J.H. Du, X.D. Lu, Q. Deng, J.L. Qu, J.Y. Zhuang, Z.Y. Zhong, *Materials Science and Engineering A* 452–453, (2007), 584–591
- [138] Some aspects of the precipitation of metastable intermetallic phases in INCONEL 718, M. Sundararaman, P. Mukhopadhyay, and S. Banerjee, *Metallurgical Transactions A*, (1992), 2015-2028
- [139] Imaging and characterization of fine γ' precipitates in a commercial nickel-base superalloy, P.M. Sarosi, G.B. Viswanathan, D. Whitis, M.J. Mills, *Ultramicroscopy* 103, (2005), 83–93
- [140] Sample preparation by focused ion beam micromachining for transmission electron microscopy imaging in front-view, Michael Jublot, Michael Texier, *Micron* 56, (2014), 63–67
- [141] Effect of rare earth on the microstructures and properties of a low expansion superalloy, R M Wang, Y G Song, Y F Han, *Micron* 33, (2002), 575-580
- [142] Comparison of deformation induced precipitation behavior in Alloy 718 under two microstructural conditions, Sachin Nalawade, M. Sundararaman, J.B. Singh, Amit Verma and R. Kishore, *Transactions of The Indian Institute of Metals* Vol. 63, Issue 1, February 2010, 35-41
- [143] Tensile deformation behavior of superalloy 718 at elevated temperatures, Y.Wang,W.Z. Shao, L. Zhen, C. Yang, X.M. Zhang, *journal of Alloys and Compounds* 471, (2009), 331–335
- [144] Work-Hardening Behavior of the Ni-Fe Based Superalloy IN718, K.V.U. Praveen, G.V.S. Sastry, and Vakil singh, *Metallurgical and Materials Transactions A*, (2007), 65-78
- [145] Grain boundary γ'' precipitation and niobium segregation in inconel 718, M. Gao and R. P. Wei, *Scripta Metallurgica et Materialia*, Vol. 32. No. 7, (1995), 987-990
- [146] Fatigue damage evaluation of alloy 7 18 by intra-granular distortion analysis, C. Fukuoka, H. Yoshizawa, K. Morishima, S. Kihara, N .Oh-i, and H. Hattori, *Superalloys 718, 625,706 and Various Derivatives* Edited by E.A. Loria, The Minerals, Metals &Materials Society, (1997), 607-616

[147] Transmission Electron Microscopy, A Textbook for Materials Science, David B. Williams, C. Barry Carter, (2009)

[148] High- resolution electron microscopy study of the domain structure in Ni//3Nb. II. Orientation and general domains, J. P. Zhang, H. Q. Ye, K. H. Kuo, and S. Amelinckx, Physica Status Solidi (A), vol. 93, no. 2, (1986), 457–462.

[149] Orientation Relationships in Precipitation Systems, U. Dahmen, Acta Metallurgica, (1981)

[150] Modeling of the hot flow behavior of advanced ultra-high strength steels (A-UHSS) microalloyed with boron, I. Mejía, G. Altamirano, A. Bedolla-Jacuinde, J.M. Cabrera, Materials Science & Engineering A 610, (2014), 116–125

[E1] <http://webmineral.com/crystal/Orthorhombic.shtml#.VOfmHfmG9zo>

Lista de Figuras:

Figura 1.3.1. Imagen transversal de un cilindro forjado _____	4
Figura 1.3.2. Esquema de un DP718 TT y Temperatura de deformación _____	4
Figura 2.1.1. Arreglo atómico microestructural FCC [22] _____	8
Figura 2.1.2. Diagrama de fase ternario Ni-Al-Ti [25] _____	9
Figura 2.1.3. Arreglo cristalino de la matriz γ (izquierda), arreglo cristalino de la fase γ' (derecha) [25] _____	10
Figura 2.1.4. Estructura cristalina de la fase γ'' [25] _____	11
Figura 2.2.1. Estructura cristalina ortorrómbica centrada en las caras [E1] _____	12
Figura 2.2.2. a) Metalografía en microscopio electrónico de barrido SEM a 3300X, muestra la fase γ' , así como carburos en los límites de grano y fase δ inter-granular, b) IN 718 forjada, SEM a 3300X, muestra fase γ'' , c) SEM, muestra la precipitación de la fase delta δ en el límite de grano con un tratamiento térmico a 1000°C/1hr [5]. _____	13
Figura 3.1.1. Planos de deslizamiento para la IN 718 [31] _____	16
Figura 3.1.2 a) Planos {111} y b) direcciones <110> de deslizamiento en la celda unitaria [32] _____	16
Figura 3.1.3. Imagen espejo y límite de macla, b) ubicación atómica de la macla [31,32] _____	17
Figura 4.1.1. Diferentes etapas del endurecimiento y de la recuperación dinámica: a) generación de dislocaciones, b) formación de celdas, c) aniquilación de dislocaciones dentro de las celdas, d) formación de sub-granos, e) y su crecimiento [20]. _____	19
Figura 4.1.2. Influencia de la temperatura de recocido sobre la resistencia a la tensión y sobre la ductilidad de un latón. Se representa el tamaño de grano en función de la temperatura. Estructura del grano durante la recuperación, recristalización y crecimiento del grano [32] _____	20
Figura 4.1.3. Representación esquemática del crecimiento de granos por medio de difusión atómica [18] _	22
Figura 4.1.4. Representación esquemática de la recristalización dinámica en diferentes condiciones de deformación [20] _____	23
Figura 4.1.5 Efecto de la temperatura de recocido sobre la microestructura de metales trabajados en frío: a) trabajado en frío, b) después de la recuperación, c) después de la recristalización y d) después del crecimiento de grano [24] _____	25
Figura 5.1.1. Representación esquemática del proceso "Minigrain" [11] _____	28
Figura 5.1.2 Extrusión de la IN178 en tres etapas, antes del TT (izquierda) a 100X, después del TT (centro) a 500X y después del proceso completo Minigrain (derecha) 1000X [11] _____	29
Figura 5.1.3. Refinamiento de grano estándar de lingote (izquierda) y condición de sobre-envejecido de fase delta δ [12] _____	30
Figura 5.1.4. Límites de delta δ solvus, temperatura del proceso de grano ultra fino [12] _____	30

Figura 5.1.5. Refinamiento microestructural, proceso estándar (izquierda) y proceso de grano ultra fino (derecha) [12]	31
Figura 5.1.6. Orilla del lingote ASTM 12.2 (izquierda), radio medio ASTM 10.3 (centro) y centro del lingote (derecha) [13]	32
Figura 5.1.7. Curvas representativas de Esfuerzo-Deformación verdaderos de dos pruebas realizadas para el lingote con grano ultra fino UDIMET 718 [13]	33
Figura 5.1.8. Grano ultra fino UDIMET 718 con fase δ en límites de grano en las probetas ensayadas a tensión a las temperaturas indicadas [13]	34
Figura 5.1.9. Microestructuras de las probetas de compresión en condición de forjado y después de un TT de 954°C/1Hr/AC [13]	35
Figura 5.2.1. Representación gráfica del DP718 [11]	36
Figura 5.2.2. Material con DP718, tamaño de grano más fino que el lingote con grano fino estándar [43]	37
Figura 5.2.3. La microestructura de grano fino de la barra fue retenida en los ensayos de compresión a 968°C (1 seg ⁻¹ , 50% de reducción) [43]	38
Figura 5.2.4 Micrografía óptica del DP718 [15]	39
Figura 5.2.5 Curvas típicas esfuerzo-deformación para DP718 bajo diferentes velocidades de deformación y diferentes temperaturas a) 1000°C y b) 1100°C [15]	40
Figura 5.2.6 Micrografías ópticas de DP18 deformadas a una velocidad de deformación de 0.01s ⁻¹ y a las temperaturas de a) 950°C y b) 1000°C [15]	41
Figura 5.2.7 Micrografías ópticas de DP18 deformadas a una velocidad de deformación de 0.001s ⁻¹ y a las temperaturas de a) 1050°C y b) 1100°C [15]	41
Figura 5.2.8 Micrografías TEM muestran las dislocaciones y las fases δ para el DP718 deformadas a 1000°C y una velocidad de deformación de 0.01s ⁻¹ con una deformación de a) 0.05 y b) 0.1 [15]	42
Figura 5.2.9 Variaciones de pico de esfuerzo (σ_p) con la velocidad de deformación ($\dot{\epsilon}$) y temperatura de deformación (T) para DP718, a) $\sigma_p - \ln \dot{\epsilon}$, b) $\ln \sigma_p - \ln \dot{\epsilon}$, d) $\ln \sinh(\alpha\sigma_p) - (1000/T)$ [17]	43
Figura 5.2.10 Microestructuras del DP718 deformadas a 1000°C y 10 ⁻³ s ⁻¹ , a) $\dot{\epsilon}$ -0.05, b) $\dot{\epsilon}$ - 0.5 [17]	44
Figura 5.2.11. Micrografías SEM para DP718 con diferentes deformaciones (1100°C, 10 ⁻³ s ⁻¹), a) $\dot{\epsilon}$ -0.05, b) $\dot{\epsilon}$ - 0.5 [17]	45
Figura 5.2.12. Microestructura óptica a) y distribución y morfología de la fase δ b) en el área entre el centro y el final [18]	46
Figura 5.2.13. Esquema de la esferoidización de la fase δ en forma de aguja	47
Figura 5.2.14, Microestructuras de dos IN718 con diferente contenido de fase δ : (a) Solubilizado, (b) DP718 [16]	47

<i>Figura 5.2.15. Microestructuras de dos IN718 con diferente contenido inicial de fase δ después de la deformación a una temperatura de 950°C, una velocidad de deformación de 0.005s⁻¹ y una deformación de 0.7: (a) Solubilizado, (b) DP718 [16]</i>	48
<i>Figura 5.2.16. Tamaño de grano promedio de la aleación solubilizada y DP718 después de la deformación a 950°C, velocidad de deformación de 0.005s⁻¹ y una deformación de 0.7 y sujetas a un tratamiento a diferentes condiciones [16]</i>	49
<i>Figura 5.2.17. Microestructuras representativas de DP718: (a) Óptico, (b) SEM y (c) TEM, patrón SAD de eje de zona correspondientes a la fase δ (1 1 0) [44]</i>	50
<i>Figura 5.2.18. Microestructura de DP718 deformada a 500°C, (a) Campo Claro (BF en inglés), muestra una distribución de dislocaciones en la matriz, (b) Patrón SAD de la matriz, no se vieron puntos correspondientes a γ' y γ'' [44]</i>	50
<i>Figura 5.2.19 Microestructura de DP718 a 600°C. (a) Imagen BF; (b) Patrón SAD [1 1 2] correspondiente a (a); (c), (d) y (e) son llaves de patrón SAD en (b) para las fases γ', γ'' y δ respectivamente; (f) imagen con reflexión (1 ½ 0) revela solo un precipitado δ; (g) imagen DF con reflexión (1 1 0) revela precipitados de δ y γ'; (h) SAD muestran reflexiones correspondientes solo a precipitado de γ' [44]</i>	51
<i>Figura 6.1.1. Esquema de los cono de difracción con respecto al plano reflectante, la muestra, y la pantalla de fósforo [62]</i>	54
<i>Figura 6.1.2. Patrón de Kikuchi de Cadmio a 20 keV adquirido por una cámara de video análoga [62]</i>	55
<i>Figura 6.1.3. Diagrama esquemático que muestra el montaje experimental para las observaciones EBSD [64]</i>	56
<i>Figura 6.2.1. Mapa EBSD, $D_0=200\mu\text{m}$-980°C 1s⁻¹ $\varepsilon=0.7+140\text{s}$- Torsión [67]</i>	58
<i>Figura 6.2.2 Mapa FEG EBSD, $D_0 = 50\mu\text{m}$-980°C 0.01s⁻¹ $\varepsilon = 0.4$ - Límites de compresión uniaxiales en gris claro (2°) a negro ($\geq 15^\circ$), a: núcleos que aparecieron dentro de un grano inicial, b: núcleo formado por el abultamiento de un límite de grano inicial [67]</i>	58
<i>Figura 6.2.3. Evolución de la fracción de maclas con deformación de torsión a 1030°C 0.01s⁻¹ [67]</i>	59
<i>Figura 6.2.4. Distribución fraccional de los límites con condición de deformado [70]</i>	60
<i>Figura 6.2.5. Distribución de frecuencias acumulativas de desorientación de ángulo a diferentes condiciones de ensayo [70]</i>	61
<i>Figura 6.2.6. Variaciones de las frecuencias de límites CSL con tiempo de relajación de las muestras comprimidas a 1010°C-0.005 s⁻¹ [70]</i>	62
<i>Figura 6.2.7. Fracción de los límites HAB, LAB, CLS y $\Sigma 3$ como función de rolado en frío a 1050°C y 55% CR [71]</i>	63
<i>Figura 6.2.8. Mapa de orientación EBSD de la muestra recocida a 1050°C 60% CR. (a) Dirección normal EBSD, figura de mapa de polo inverso donde los colores representan las direcciones normales de la muestra</i>	

<i>indexada para un triangulo FCC. (b) Mapa de calidad de imagen destacando las maclas (amarillo), LAB (rojo) y HAB (azul) [71]</i>	64
<i>Figura 6.2.9. Distribución de los límites CLS para la muestra recocida a 1050 60% CR representada en la Figura 6.2.8 [71]</i>	64
<i>Figura 6.2.10. Frecuencia relativa de desorientación de los ángulos en diferentes ámbitos para la IN718 deformados a, (a) diferentes temperaturas de deformación con una velocidad de deformación de $10^{-3} s^{-1}$ y (b) diferentes velocidades de deformación a una temperatura de 1000°C [72]</i>	66
<i>Figura 6.2.11. Mapa OIM para la IN718 deformada a 0.3 [72]</i>	67
<i>Figura 6.2.12. Mapa OIM para DP718 de la IN718 deformada a 0.5 a 1100°C y $10^{-1} s^{-1}$ [17]</i>	68
<i>Figura 6.2.13. Mapas EBSD muestran la profundidad de la deformación plástica en la capa de la sub-superficie (a) herramienta nueva, (b) herramienta semi-desgastada, (c) herramienta desgastada, (d) microestructura de recristalización [73]</i>	69
<i>Figura 6.2.14. (a) 718Plus envejecía a 840°C/4h después de la forja. Algunos límites libres de δ se indican. (b) Mapa EBSD de límites de grano de (a). la desorientación es dada por colores. Maclas aparecen en negrita [74]</i>	70
<i>Figura 6.2.15. (a) Gráfica de distribución de desorientación de límite de grano de todos los mapas EBSD obtenidos. (b) Gráfica de distribución de desorientación de los límites de grano sin δ. (c) Gráfica de distribución de desorientación de los límites de grano con δ [74]</i>	71
<i>Figura 6.2.16. Mapas de orientaciones a partir de: (a) Estado inicial, (b) Proceso único SP, (c) proceso con temple intermedio MPQ y (d) proceso de multipasos MPD [47]</i>	72
<i>Figura 7.1.1. (a) Evolución de la desviación estándar del exponente de estrés aparente, n con la variación de los valores α, (b) Datos experimentales para mostrar la aplicabilidad de la ley del seno hiperbólico en el estrés, (c) dependencia de la temperatura con σ, en la compresión y (d) Dependencia del estrés con $\ln Z$ en compresión y determinación de $\ln A$ para un acero A4 [88]</i>	77
<i>Figura 7.2.1. Diagrama esquemático que ilustra la curva de σ_{ecov} de endurecimiento por deformación asociada con los granos interiores, que aún no recristalizan junto con una curva típica de flujo de DRX experimental. El ablandamiento atribuible a DRX se identifica como los $\Delta\sigma_s$ [90]</i>	78
<i>Figura 7.2.2. Gráfica de $\theta-\sigma$ [90]</i>	79
<i>Figura 7.2.3. Gráfica $\theta^*-\sigma-\sigma^2$ [90]</i>	79
<i>Figura 8.1.1. Representación esquemática de las secciones cortadas del lingote de IN 718.</i>	88
<i>Figura 8.2.1 Esquema del diseño experimental y de caracterización</i>	89
<i>Figura 8.2.2. Ubicación de los termopares en el cilindro</i>	90
<i>Figura 8.2.3. Ajuste y aislamiento de los cilindros en las prensas en planta</i>	91
<i>Figura 8.3.1. Piezas sometidas a tratamiento térmico</i>	91
<i>Figura 8.4.1. Microscopio óptico NIKON, software analizador clemex</i>	92

<i>Figura 8.4.2. Mapeo de la zona transversal de las lajas</i>	92
<i>Figura 8.4.3. Micro-durómetro SHIMADZU</i>	93
<i>Figura 8.4.4. Esquema del maquinado de las probetas y sus dimensiones</i>	94
<i>Figura 8.5.1. Máquina universal Shimadzu AG-X</i>	94
<i>Figura 8.5.2. Probetas seleccionadas para ensayos de compresión en caliente</i>	95
<i>Figura 9.1.1. Imágenes Metalográficas vía OM, a), b) y c) pertenecen a la muestra 2-3 1C (círculo), antes del TT DP718 100X, después del TT DP718 100X y después de TT DP718 400X, respectivamente. d), e) y f), pertenecen a la muestra 2-3 1D (rectángulo), antes del TT DP718, después del TT DP718 100X y después de TT DP718 400X, respectivamente.</i>	97
<i>Figura 9.1.2. Imágenes Metalográficas vía OM, a), b) y c) pertenecen a la muestra 2-4 1C (círculo), antes del TT DP718 100X, después del TT DP718 100X y después de TT DP718 400X, respectivamente. d), e) y f), pertenecen a la muestra 2-4 1D (rectángulo), antes del TT DP718, después del TT DP718 100X y después de TT DP718 400X, respectivamente.</i>	98
<i>Figura 9.1.3. Imágenes Metalográficas vía OM, a), b) y c) pertenecen a la muestra 2-3 1H (círculo), antes del TT DP718 100X, después del TT DP718 100X y después de TT DP718 400X, respectivamente. d), e) y f), pertenecen a la muestra 2-3 1I (rectángulo), antes del TT DP718, después del TT DP718 100X y después de TT DP718 400X, respectivamente.</i>	99
<i>Figura 9.1.4. Imágenes Metalográficas vía OM, a), b) y c) pertenecen a la muestra 2-4 1G (círculo), antes del TT DP718 100X, después del TT DP718 100X y después de TT DP718 400X, respectivamente. d), e) y f), pertenecen a la muestra 2-4 1H (rectángulo), antes del TT DP718, después del TT DP718 100X y después de TT DP718 400X, respectivamente.</i>	100
<i>Figura 9.1.5. Imágenes Metalográficas vía OM, a), b) y c) pertenecen a la muestra 2-3 2A (círculo), antes del TT DP718 100X, después del TT DP718 100X y después de TT DP718 400X, respectivamente. d), e) y f), pertenecen a la muestra 2-3 2J (rectángulo), antes del TT DP718, después del TT DP718 100X y después de TT DP718 400X, respectivamente.</i>	101
<i>Figura 9.1.6. Imágenes Metalográficas vía OM, a), b) y c) pertenecen a la muestra 2-4 2A (círculo), antes del TT DP718 100X, después del TT DP718 100X y después de TT DP718 400X, respectivamente. d), e) y f), pertenecen a la muestra 2-4 2J (rectángulo), antes del TT DP718, después del TT DP718 100X y después de TT DP718 400X, respectivamente.</i>	102
<i>Figura 9.1.7. Imágenes Metalográficas vía OM, a), b) y c) pertenecen a la muestra 2-3 3H (círculo), antes del TT DP718 100X, después del TT DP718 100X y después de TT DP718 400X, respectivamente. d), e) y f), pertenecen a la muestra 2-3 3I (rectángulo), antes del TT DP718, después del TT DP718 100X y después de TT DP718 400X, respectivamente.</i>	103
<i>Figura 9.1.8. Imágenes Metalográficas vía OM, a), b) y c) pertenecen a la muestra 2-4 3G (círculo), antes del TT DP718 100X, después del TT DP718 100X y después de TT DP718 400X, respectivamente. d), e) y f),</i>	

<i>pertenecen a la muestra 2-4 3H (rectángulo), antes del TT DP718, después del TT DP718 100X y después de TT DP718 400X, respectivamente.</i>	104
<i>Figura 9.1.9. Imágenes Metalográficas vía OM, a) 100X y b) 400X pertenecen a la muestra 2-3 3C (círculo), c) 100X y d) 400X, pertenecen a la muestra 2-3 3D (rectángulo). Ambas sin TT DP718</i>	105
<i>Figura 9.1.10. Imágenes Metalográficas vía OM, a) 100X y b) 400X pertenecen a la muestra 2-4 3C (círculo), c) 100X y d) 400X, pertenecen a la muestra 2-4 3D (rectángulo). Ambas sin TT DP718</i>	106
<i>Figura 9.2.1. Imágenes metalográficas vía OM, a) y b) pertenecen a la muestra 2-3 1C, después del TT DP718 con deformación, 100X y 400X, respectivamente. d) y e), pertenecen a la muestra 2-3 1D, después del TT DP718 con deformación, 100X y 400X, respectivamente, c) Gráfica Esfuerzo Verdadero – Deformación Verdadera</i>	108
<i>Figura 9.2.2. Imágenes metalográficas vía OM, a) y b) pertenecen a la muestra 2-3 1H, después del TT DP718 con deformación, 100X y 400X, respectivamente. d) y e), pertenecen a la muestra 2-3 1I, después del TT DP718 con deformación, 100X y 400X, respectivamente, c) Gráfica Esfuerzo Verdadero – Deformación Verdadera</i>	110
<i>Figura 9.2.3. Imágenes metalográficas vía OM, a) y b) pertenecen a la muestra 2-3 2A, después del TT DP718 con deformación, 100X y 400X, respectivamente. d) y e), pertenecen a la muestra 2-3 2J, después del TT DP718 con deformación, 100X y 400X, respectivamente, c) Gráfica Esfuerzo Verdadero – Deformación Verdadera</i>	111
<i>Figura 9.2.4. Imágenes metalográficas vía OM, a) y b) pertenecen a la muestra 2-3 3C, después del TT DP718 con deformación, 100X y 400X, respectivamente. d) y e), pertenecen a la muestra 2-3 3D, después del TT DP718 con deformación, 100X y 400X, respectivamente, c) Gráfica Esfuerzo Verdadero – Deformación Verdadera</i>	113
<i>Figura 9.2.5. Imágenes metalográficas vía OM, a) y b) pertenecen a la muestra 2-3 3H, después del TT DP718 con deformación, 100X y 400X, respectivamente. d) y e), pertenecen a la muestra 2-3 3I, después del TT DP718 con deformación, 100X y 400X, respectivamente, c) Gráfica Esfuerzo Verdadero – Deformación Verdadera</i>	115
<i>Figura 9.2.6. Imágenes metalográficas vía OM, a) y b) pertenecen a la muestra 2-4 1C, después del TT DP718 con deformación, 100X y 400X, respectivamente. d) y e), pertenecen a la muestra 2-4 1D, después del TT DP718 con deformación, 100X y 400X, respectivamente, c) Gráfica Esfuerzo Verdadero – Deformación Verdadera</i>	116
<i>Figura 9.2.7. Imágenes metalográficas vía OM, a) y b) pertenecen a la muestra 2-4 2A, después del TT DP718 con deformación, 100X y 400X, respectivamente. d) y e), pertenecen a la muestra 2-4 2J, después del TT DP718 con deformación, 100X y 400X, respectivamente, c) Gráfica Esfuerzo Verdadero – Deformación Verdadera</i>	118

Figura 9.2.8. Imágenes metalográficas vía OM, a) y b) pertenecen a la muestra 2-4 1G, después del TT DP718 con deformación, 100X y 400X, respectivamente. d) y e), pertenecen a la muestra 2-4 1H, después del TT DP718 con deformación, 100X y 400X, respectivamente, c) Gráfica Esfuerzo Verdadero – Deformación Verdadera _____	119
Figura 9.2.9. Imágenes metalográficas vía OM, a) y b) pertenecen a la muestra 2-4 3C, después del TT DP718 con deformación, 100X y 400X, respectivamente. d) y e), pertenecen a la muestra 2-4 3D, después del TT DP718 con deformación, 100X y 400X, respectivamente, c) Gráfica Esfuerzo Verdadero – Deformación Verdadera _____	121
Figura 9.2.10. Imágenes metalográficas vía OM, a) y b) pertenecen a la muestra 2-4 3G, después del TT DP718 con deformación, 100X y 400X, respectivamente. d) y e), pertenecen a la muestra 2-4 3H, después del TT DP718 con deformación, 100X y 400X, respectivamente, c) Gráfica Esfuerzo Verdadero – Deformación Verdadera _____	122
Figura 9.2.11. Comparativa de esfuerzos máximos verdaderos de la laja 2-3 _____	123
Figura 9.2.12. Comparativo de deformaciones pico de la laja 2-3 _____	124
Figura 9.2.13 Comparativa de esfuerzos máximos verdaderos de la laja 2-4 _____	124
Figura 9.2.14. Comparativo de deformaciones pico de la laja 2-4 _____	125
Figura 9.3.1. Imágenes metalográficas vía SEM, a) y b) pertenecen a la muestra 2-3 1C (triángulo) después del TT DP718 con deformación, 1500X y 4000X, respectivamente, c) y d) pertenecen a la muestra 2-3 1D (círculo) después del TT DP718 con deformación, 1500X y 4000X, respectivamente. _____	127
Figura 9.3.2. Imágenes metalográficas vía SEM, a) y b) pertenecen a la muestra 2-4 1C (triángulo) después del TT DP718 con deformación, 1500X y 4000X, respectivamente, c) y d) pertenecen a la muestra 2-4 1d (círculo) después del TT DP718 con deformación, 1500X y 4000X, respectivamente _____	128
Figura 9.3.3. Imágenes metalográficas vía SEM, a) y b) pertenecen a la muestra 2-3 1H (triángulo) después del TT DP718 con deformación, 1500X y 4000X, respectivamente, c) y d) pertenecen a la muestra 2-3 1l (círculo) después del TT DP718 con deformación, 1500X y 4000X, respectivamente _____	129
Figura 9.3.4. Imágenes metalográficas vía SEM, a) y b) pertenecen a la muestra 2-4 1G (triángulo) después del TT DP718 con deformación, 1500X y 4000X, respectivamente, c) y d) pertenecen a la muestra 2-4 1H (círculo) después del TT DP718 con deformación, 1500X y 4000X, respectivamente _____	130
Figura 9.3.5. Imágenes metalográficas vía SEM, a) y b) pertenecen a la muestra 2-3 3H (triángulo) después del TT DP718 con deformación, 1500X y 4000X, respectivamente, c) y d) pertenecen a la muestra 2-3 3l (círculo) después del TT DP718 con deformación, 1500X y 4000X, respectivamente. _____	131
Figura 9.3.6. Imágenes metalográficas vía SEM, a) y b) pertenecen a la muestra 2-4 3G (triángulo) después del TT DP718 con deformación, 1500X y 4000X, respectivamente, c) y d) pertenecen a la muestra 2-4 3H (círculo) después del TT DP718 con deformación, 1500X y 4000X, respectivamente. _____	132
Figura 9.4.1. Microdurezas Vickers, comparativo de las lajas 2-3 y 2-4 _____	133

<i>Figura 9.4.2. Microdurezas Vickers, comparativo de promedios de microdurezas a diferentes velocidades de deformación y temperaturas de deformación de la pieza 2-3</i>	134
<i>Figura 9.4.3 Microdurezas Vickers, comparativo de promedios de microdurezas a diferentes velocidades de deformación y temperaturas de deformación de la pieza 2-4</i>	135
<i>Figura 10.1.1. Resultados EBSD de la muestra 2-4 1D inicial después de TT DP718 sin ensayo mecánico de compresión en caliente, a) y d) Forma de grano y gráfica “Relación de frecuencia en % vs Número de granos vecinos” respectivamente, b) y e) Diámetro círculo equivalente y gráfica “Relación de frecuencia en % vs Diámetro círculo equivalente (μm)”, respectivamente, c) y f) Área de grano y gráfica log10 “Relación de frecuencia en % vs Área de grano (μm^2)”, respectivamente</i>	139
<i>Figura 10.1.2. Resultados EBSD de la muestra 2-4 1D después de TT DP718 con ensayo mecánico de compresión en caliente, a) y d) Forma de grano y gráfica “Relación de frecuencia en % vs Número de granos vecinos” respectivamente, b) y e) Diámetro círculo equivalente y gráfica “Relación de frecuencia en % vs Diámetro círculo equivalente (μm)”, respectivamente, c) y f) Área de grano y gráfica log10 “Relación de frecuencia en % vs Área de grano (μm^2)”, respectivamente</i>	141
<i>Figura 10.1.3. Resultados EBSD de la muestra 2-3 1C después de TT DP718 con ensayo mecánico de compresión en caliente, a) y d) Forma de grano y gráfica “Relación de frecuencia en % vs Número de granos vecinos” respectivamente, b) y e) Diámetro círculo equivalente y gráfica “Relación de frecuencia en % vs Diámetro círculo equivalente (μm)”, respectivamente, c) y f) Área de grano y gráfica log10 “Relación de frecuencia en % vs Área de grano (μm^2)”, respectivamente</i>	142
<i>Figura 10.1.4. Resultados EBSD de la muestra 2-3 1H después de TT DP718 con ensayo mecánico de compresión en caliente, a) y d) Forma de grano y gráfica “Relación de frecuencia en % vs Número de granos vecinos” respectivamente, b) y e) Diámetro círculo equivalente y gráfica “Relación de frecuencia en % vs Diámetro círculo equivalente (μm)”, respectivamente, c) y f) Área de grano y gráfica log10 “Relación de frecuencia en % vs Área de grano (μm^2)”, respectivamente</i>	144
<i>Figura 10.1.5. Resultados EBSD de la muestra 2-4 1H después de TT DP718 con ensayo mecánico, a) y d) Forma de grano y gráfica “Relación de frecuencia en % vs Número de granos vecinos” respectivamente, b) y e) Diámetro círculo equivalente y gráfica “Relación de frecuencia en % vs Diámetro círculo equivalente (μm)”, respectivamente, c) y f) Área de grano y gráfica log10 “Relación de frecuencia en % vs Área de grano (μm^2)”, respectivamente</i>	145
<i>Figura 10.2.1. Resultados EBSD fracción recristalizada de la muestra 2-4 1D inicial después de TT DP718 sin ensayo mecánico de compresión en caliente, a) OIM de Fracción recristalizada, b) Gráfica “Frecuencia vs Grano Recristalizado-Subestructurado-Deformado</i>	146
<i>Figura 10.2.2. Resultados EBSD fracción recristalizada de la muestra 2-4 1D después de TT DP718 con ensayo mecánico de compresión en caliente, a) OIM de Fracción recristalizada, b) Gráfica “Frecuencia vs Grano Recristalizado-Subestructurado-Deformado</i>	147

<i>Figura 10.2.3. Resultados EBSD fracción recristalizada de la muestra 2-3 1C después de TT DP718 con ensayo mecánico de compresión en caliente, a) OIM de Fracción recristalizada, b) Gráfica “Frecuencia vs Grano Recristalizado-Subestructurado-Deformado</i>	147
<i>Figura 10.2.4. Resultados EBSD fracción recristalizada de la muestra 2-3 1H después de TT DP718 con ensayo mecánico de compresión en caliente, a) OIM de Fracción recristalizada, b) Gráfica “Frecuencia vs Grano Recristalizado-Subestructurado-Deformado</i>	148
<i>Figura 10.2.5. Resultados EBSD fracción recristalizada de la muestra 2-4 1H después de TT DP718 con ensayo mecánico de compresión en caliente, a) OIM de Fracción recristalizada, b) Gráfica “Frecuencia vs Grano Recristalizado-Subestructurado-Deformado</i>	148
<i>Figura 10.3.1. Resultados EBSD Límites de grano de la muestra 2-4 1D inicial después de TT DP718 sin ensayo mecánico de compresión en caliente, a) OIM de Límites de Grano, b) Gráfica “Relación de Frecuencia vs Desorientación”</i>	150
<i>Figura 10.3.2. Resultados EBSD Límites de grano de la muestra 2-4 1D después de TT DP718 con ensayo mecánico de compresión en caliente, a) OIM de Límites de Grano, b) Gráfica “Relación de Frecuencia vs Desorientación”</i>	150
<i>Figura 10.3.3. Resultados EBSD Límites de grano de la muestra 2-3 1C después de TT DP718 con ensayo mecánico de compresión en caliente, a) OIM de Límites de Grano, b) Gráfica “Relación de Frecuencia vs Desorientación”</i>	151
<i>Figura 10.3.4. Resultados EBSD Límites de grano de la muestra 2-3 1H después de TT DP718 con ensayo mecánico de compresión en caliente, a) OIM de Límites de Grano, b) Gráfica “Relación de Frecuencia vs Desorientación”</i>	151
<i>Figura 10.3.5. Resultados EBSD Límites de grano de la muestra 2-4 1H después de TT DP718 con ensayo mecánico de compresión en caliente, a) OIM de Límites de Grano, b) Gráfica “Relación de Frecuencia vs Desorientación”</i>	152
<i>Figura 10.4.1. Resultados EBSD límites CSL de la muestra 2-4 1D inicial después de TT DP718 sin ensayo mecánico de compresión en caliente, a) OIM de Límites de Grano CSL, b) OIM Límites Maclas, c) Gráfica “Frecuencia vs Valor de Sigma”</i>	155
<i>Figura 10.4.2. Resultados EBSD límites CSL de la muestra 2-4 1D después de TT DP718 con ensayo mecánico de compresión en caliente, a) OIM de Límites de Grano CSL, b) OIM Límites Maclas, c) Gráfica “Frecuencia vs Valor de Sigma”</i>	156
<i>Figura 10.4.3. Resultados EBSD límites CSL de la muestra 2-3 1C después de TT DP718 con ensayo mecánico de compresión en caliente, a) OIM de Límites de Grano CSL, b) OIM Límites Maclas, c) Gráfica “Frecuencia vs Valor de Sigma”</i>	157

Figura 10.4.4. Resultados EBSD límites CSL de la muestra 2-3 1H después de TT DP718 con ensayo mecánico de compresión en caliente, a) OIM de Límites de Grano CSL, b) OIM Límites Maclas, c) Gráfica “Frecuencia vs Valor de Sigma”	158
Figura 10.4.5. Resultados EBSD límites CSL de la muestra 2-4 1H después de TT DP718 con ensayo mecánico de compresión en caliente, a) OIM de Límites de Grano CSL, b) OIM Límites Maclas, c) Gráfica “Frecuencia vs Valor de Sigma”	159
Figura 10.5.1 Identificación de la Fase Delta δ	161
Figura 10.6.1. Indexación de EBSKP de la muestra 2-4 1H con DP718, a) Zona de estudio Imagen SEM, b) y d) EBSKP desconocido y superposición de EBSKP conocido, respectivamente, de la Fase γ , c) y e) EBSKP desconocido y superposición de EBSKP conocido, respectivamente, de la Fase δ	164
Figura 10.7.1. a) Figura de polos con textura aleatoria b) Figura de polos con textura preferente. Orientación preferencial = textura cristalográfica [63]	165
Figura 10.7.2. a). Figura de polo inversa obtenida a través de una proyección estereográfica. b) Figura de polo inversa utilizada por el equipo para la identificación de intensidades c) Representación semántica de las orientaciones del cristal [63,117]	166
Figura 10.7.3. a) Figura de Polos Directa (DPF) Fase Gama γ , b) Figuras de Polos Inversa (IPF), Fase Gama γ	167
Figura 10.7.4. Figuras de Polos Inversa (IPF). a), b) y c) OIM, d) Fases γ y δ , eje Z0, e) Fase γ eje Z0 y Fase δ eje Y0, f) Fase γ eje Z0 y Fase δ eje X0	168
Figura 10.8.1. Rotación alrededor del eje <uvw> de ángulo θ coincidencia de los sistemas de coordenadas 1 y 2 [122]	169
Figura 10.8.2. a) Límites de Fase, b) OIM Relación de Orientación y c) Gráfica “Frecuencia vs Desviación”	170
Figura 10.8.3 a) OIM Desorientación, b) Gráfica “Frecuencia vs Ángulo Promedio Desorientación” Gama γ Delta δ	171
Figura 11.1.1. Imagen de Campo Claro. Fase Delta δ, Intercruzamiento Bandas Delta δ Widmanstätten	173
Figura 11.1.2. Imagen de Campo Claro. Fase Delta δ, Bandas Delta δ Widmanstätten	173
Figura 11.1.3. Imagen de Campo Claro. Fase Delta δ, Bandas Delta δ Widmanstätten, Dislocaciones	174
Figura 11.2.1. Patrón de Difracción (SAD), a) cálculo de distancias, b) indexación de puntos, c) carta cristalográfica Gama γ (FCC-cúbica)	175
Figura 11.2.2. Patrón de Difracción (SAD), a) cálculo de distancias, b) indexación de puntos, c) carta cristalográfica Delta δ (FCC-ortorrómbica)	175
Figura 11.2.3. Ilustraciones esquemáticas que muestran a) $1/6 [112]$ cizallamiento en cada plano (111) que resulta en una verdadera macla cristalográfica de la estructura DO_{22} . (b) El mismo cizallamiento para producir una macla en la estructura de FCC [134, 138]	177
Figura 12.1.1. Gráfica $\ln \epsilon$ vs σ_p , Parámetros β_{ov}	179

<i>Figura 12.1.2. Gráfica $\ln \varepsilon$ vs $\ln \sigma_p$, Parámetros $n_{1,av}$</i>	179
<i>Figura 12.1.3. Gráfica $\ln \varepsilon$ vs $\ln(\sinh(\alpha \sigma_p))$, Parámetros n_{av}</i>	179
<i>Figura 12.1.4. Gráfica $\ln(\sinh(\alpha \sigma_p))$ vs $1000/T$, Parámetros S_{av}</i>	180
<i>Figura 12.1.5. Gráfica $\ln(\sinh(\alpha \sigma_p))$ vs $\ln Z$, Parámetro A_p</i>	181
<i>Figura 12.1.6. Gráfica $\ln(\sinh(\alpha \sigma_0))$ vs $\ln Z$, Parámetro A_0</i>	181
<i>Figura 12.2.1. Dependencia Ω_0 con Z</i>	185
<i>Figura 12.2.2. Dependencia Ω_{sat} con Z</i>	186
<i>Figura 12.2.3. Dependencia $U_0(\alpha b)^2$ con Z</i>	186
<i>Figura 12.2.4. Dependencia $U_{sat}(\alpha b)^2$ con Z</i>	187
<i>Figura 12.2.5. Dependencia ε_p con Z</i>	187
<i>Figura 12.3.1. Evolución de K (Coeficiente de Avrami) con Z</i>	189
<i>Figura 12.5.1. Comparativa de gráficas experimentales y teóricas, muestras deformadas a $1s^{-1}$</i>	192
<i>Figura 12.5.2. Comparativa de gráficas experimentales y teóricas, muestras deformadas a $0.1s^{-1}$</i>	193
<i>Figura 12.5.3. Comparativa de gráficas experimentales y teóricas, muestras deformadas a $0.01s^{-1}$</i>	194
<i>Figura 12.5.4. Comparativa de gráficas experimentales y teóricas, muestras deformadas a $0.01s^{-1}$</i>	195
<i>Figura 12.5.5. Comparativa de gráficas experimentales y teóricas, muestras deformadas sin TT DP718 previo</i>	196

Lista de tablas:

Tabla 1. Composición química de una IN718 [7] _____	5
Tabla 2. Papel de los elemntos de aleación en las superaleaciones[21] _____	6
Tabla 3. Parámetros GBCD de las muestras roladas y roladas y enfriadas [71] _____	63
Tabla 4. Resultados cuantitativos obtenidos desde los datos EBSD [47] _____	72
Tabla 5. Composición química en porcentaje de peso y método de prueba empleado en el análisis de cada elemento, fluorescencia de rayos X (XRF, en inglés), emisión óptica de chispa (OES), fusión de gas inerte (GAS), combustión (CS), a) absorción atómica en horno de grafito-Se, b) emisión deplasma acoplado inductivamente-Mg, c) espectroscopia de masa-Pb,Bi,Ag (a,b,c = WET). _____	87
Tabla 6. Lista de condiciones de forjado del trabajo efectuado en planta _____	89
Tabla 7. Parámetros de ensayo de compresión en caliente laja 2-3 _____	95
Tabla 8. Parámetros de ensayo de compresión en caliente laja 2-3 _____	95
Tabla 9. Microanálisis semicuantitativo EDX de Ni y Nb de la laja 2-3 _____	125
Tabla 10. Microanálisis semicuantitativo EDX de Ni y Nb de la laja 2-4 _____	126
Tabla 11. Microdurezas Vickers de las muestras deformadas de la laja 2-3 _____	134
Tabla 12. Microdurezas Vickers de las muestras deformadas de la laja 2-4 _____	135
Tabla 13. Parámetros estructurales para la fase δ a 25°C: Pmmn (n°59) con $a = 5.114 \text{ \AA}$, $b = 4.244 \text{ \AA}$ y $c = 4.538 \text{ \AA}$ [48]. _____	161
Tabla 14. Parámetros de Esfuerzo y Deformación (σ y ε) _____	183
Tabla 15. Parámetros Z , U , Ω y K _____	184
Tabla 16. Constantes K y m para los Parámetros Ω , U y ε_p _____	187
Tabla 17. Parámetros $K_{t50\%}$ (B''), $n_{t50\%}$ y $Q_{t50\%}$, para diferentes agrupaciones de ensayos _____	189
Tabla 18. Parámetros Modelo Modificado _____	190