

TRABAJO ESPECIAL DE GRADO

ESTUDIO DEL MECANISMO DE PRECIPITACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE LA SUPERALEACIÓN NIMONIC 263

Presentado ante la ilustre
Universidad Central de Venezuela

Por los Bachilleres

Ramírez G., Cristhyan S.

Villamizar Z., Gabriel E.

Para optar al título de
Ingeniero Mecánico

Caracas, Mayo de 2015.

TRABAJO ESPECIAL DE GRADO

ESTUDIO DEL MECANISMO DE PRECIPITACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE LA SUPERALEACIÓN NIMONIC 263

Tutor Académico: Prof. Crisanto Villalobos.

Tutor Industrial: Profa. Jessica Calvo.

Presentado ante la ilustre
Universidad Central de Venezuela

Por los Bachilleres

Ramírez G., Cristhyan S.

Villamizar Z., Gabriel E.

Para optar al título de
Ingeniero Mecánico

Caracas, Mayo de 2015.



ACTA

Los abajo firmantes, Miembros del Jurado Examinador designado por el Consejo de Escuela de Ingeniería Mecánica para evaluar el Trabajo Especial de Grado presentado por los Bachilleres:

Cristhyan Ramírez y Gabriel Villamizar

Titulado

*“Estudio del Mecanismo de Precipitación y
Caracterización de la Superaleación Nimonic
263”*

Consideran que el mismo cumple con los requisitos exigidos por el Plan de Estudios conducente al Título de Ingenieros Mecánicos.

Acta se levanta en la ciudad de Caracas, a los ocho días del mes de mayo del año dos mil quince.

Prof. José Gregorio La Riva
Jurado



Prof. José Gregorio La Barbera
Jurado

Prof. Crisanto Villalobos
Tutor



UNIVERSIDAD CENTRAL DE VENEZUELA
FACULTAD DE INGENIERIA
ESCUELA DE INGENIERIA MECANICA
DEPARTAMENTO DE TECNOLOGIA DE PRODUCCIÓN

Caracas, 08 de mayo de 2015.

Prof. Gerardo Ramírez
Jefe de la División de Control de Estudios
Facultad de Ingeniería-UCV
Presente.-

Quienes suscriben, Miembros del Jurado Examinador designado por el Consejo de la Escuela de Ingeniería Mecánica, nos dirigimos a usted con la finalidad de informarle que hemos decidido otorgarle a los Bachilleres:

Br. Cristhyan Ramírez, C.I.-20.717.714
Y

Br. Gabriel Villamizar, C.I.-20.365.590

**MENCIÓN HONORIFICA
TRABAJO ESPECIAL DE GRADO**

Por la excelencia demostrada en la realización del Trabajo Especial de Grado, titulado

*“Estudio del Mecanismo de Precipitación y Caracterización de la
Superaleación Nimonic 263”*

Sin otro particular a que hacer referencia quedamos de usted.

Prof. José Gregorio La Riva
Jurado



Prof. José Gregorio La Barbera
Jurado

Prof. Crisanto Villalobos
Tutor

DEDICATORIA Y AGRADECIMIENTOS

DEDICATORIA

A mi familia, por ser parte fundamental en mi educación y formación personal, quienes han estado presente en todo momento a lo largo de esa importante meta que un día me trace, y me definirá como profesional, la de ser ingeniero Mecánico.

Especialmente a mis padres: María y Rubén.

Tíos y abuelos.

Cristhyan Ramírez.

A Dios, por brindarme salud y permitirme ser la persona que soy,

A mi familia, en especial a mis padres Lidet y Roger, porque siempre me han apoyado, de todas las formas posibles, para el alcance de este gran logro.

A María Gabriela, mi pareja, por su gran apoyo y paciencia a lo largo de mi toda mi carrera.

Gabriel Villamizar.

AGRADECIMIENTOS

A Dios, por permitirnos cumplir con nuestra meta de ser Ingenieros Mecánicos.

A esta ilustre casa de estudios, llamada Universidad Central de Venezuela, por brindarnos la oportunidad de ser parte de su historia y formarnos como ingenieros, la cual nos ha hecho profesionales íntegros, gracias a la diversidad a la cual se debe como universidad.

A la Escuela de Ingeniería Mecánica, la cual ha tenido la responsabilidad de formar generaciones de Ingenieros altamente capaces y competentes, durante décadas.

A los todos nuestros amigos y compañeros, que estuvieron presente y nos sirvieron de apoyo, durante el curso de nuestra carrera universitaria.

A nuestra tutora industrial, Profa. Jessica Calvo, por brindarnos la oportunidad de formar parte de su grupo de investigación y abrirnos las puertas del Departament de Ciència dels Materials i Enginyeria Metal·lúrgica (CMEM), de la Universitat Politècnica de Catalunya (UPC).

A esas personas, que fueron parte importante en nuestra estadía en la Ciudad de Barcelona, durante el desarrollo de nuestra investigación, con las que formamos una excelente hermandad y amistad: Dayanne Halabi, Yamir Garcia y Valentina Ratmiroff.

Queremos reconocer la labor, de todas esas personas que de una u otra forma, estuvieron involucrados en el desarrollo de nuestra investigación, en especial a: Ana Hernández, Jairo, Sandra (Alejandra Rodríguez), Isaac y Kim.

Por último, pero no menos importante, queremos hacer un reconocimiento a la labor que él, ejerce como profesor de nuestra escuela, en donde da lo mejor de sí, para formar excelentes profesionales, inculcando valores y siendo un gran amigo. Al cual, tenemos que agradecer su entrega como docente, nuestro tutor académico, Prof. Crisanto Villalobos. Quien fue totalmente influyente en el desarrollo y éxito de dicho trabajo de investigación, a él, gracias por darnos la oportunidad ser sus tesisistas.

Cristhyan Ramírez.

Gabriel Villamizar.

**Ramírez G., Cristhyan S.
Villamizar Z., Gabriel E.**

**ESTUDIO DEL MECANISMO DE PRECIPITACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE
LA SUPERALEACION NIMONIC 263**

**Tutor Académico: Prof. Crisanto Villalobos. Tutor Industrial: Profa. Jessica Calvo.
Tesis. Caracas, Universidad Central de Venezuela. Escuela de Ingeniería Mecánica.
Año 2015, 136 p.**

Palabras Clave: Nimonic 263, Superaleación, Caracterización de materiales.

RESUMEN: En vista de la importancia de innovar en el proceso de conformado de la superaleación Nimonic 263, con el objetivo de obtener un material con alta resistencia mecánica, capaz de soportar condiciones de trabajo a elevadas temperaturas y en presencia de agentes oxidantes, propio de las condiciones de operación que demandan el uso de una superaleación, como es el caso de los anillos de las turbinas a gas, utilizadas en la industria aeronáutica y de generación de energía, se presenta la necesidad de llevar a cabo la siguiente investigación. Es por ello, que en la presente investigación se simularon seis diferentes rutas de conformado, las cuales involucran procesos termomecánicos de forja, temple, solubilización y envejecimiento, que posteriormente permitieron realizar el estudio de la cinética de precipitación y la caracterización de cada una de las rutas de estudios, estableciendo así, la relación existente entre cada proceso termomecánico y las propiedades mecánicas del material. Los diferentes ensayos realizados para la simulación de los procesos de conformados, planteados en el presente trabajo de investigación, fueron constituidos por tres grupos, en los que las condiciones de ensayo para simular la forja fueron diferentes para cada uno de ellos, variando de esta forma la temperatura y la velocidad de deformación para cada grupo. Una vez realizadas las seis diferentes rutas de conformado, las probetas de ensayo fueron sometidas a medición de tamaño de grano, mediante el uso de microscopía óptica, donde se obtuvo que luego de suprimir el proceso de solubilización de los ciclos termomecánicos, fue posible obtener, un descenso en el tamaño de grano promedio, disminuyendo por más de 40 micrómetros, con respecto a las rutas de estudio que comprenden el proceso de solubilización. Seguido de esto, se realizaron mediciones de dureza, en donde se encontró que una de las rutas logró aportar una dureza Vickers HV-0,2Kg de $424 \pm 24,06$ con la cual se logró un incremento de 23,6 % en la dureza del material, con respecto a la dureza de éste en estado de recepción. Posterior a esto, se realizaron estudios de Microscopía Electrónica de Barrido (MEB), para observar la cantidad, distribución y forma de los precipitados presentes en la matriz del material, en donde se observó, que en general, la condición de $T = 1000 \text{ }^\circ\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$ de cada ruta, estudiada por MEB, aportó la mayor presencia de precipitados de geometría esférica, en la matriz del material.

ÍNDICE GENERAL

ACTA	iii
RESUMEN	viii
LISTA DE TABLAS	xiii
LISTA DE FIGURAS	xiv
SIGLAS Y ACRÓNIMOS	xix
INTRODUCCIÓN	1
CAPÍTULO I FUNDAMENTOS DE LA INVESTIGACIÓN	3
1.1 Planteamiento del problema	3
1.2 Objetivo General	3
1.2.1 Objetivos Específicos	3
1.3 Antecedentes	4
CAPÍTULO II. MARCO TEÓRICO	8
2.1 Superaleaciones/desarrollo	8
2.1.1 Nimonic 263	8
2.1.2 Composición química del Nimonic	9
2.1.3 Transformaciones de fases	10
2.1.4 Relación entre la Microestructura y Propiedades Mecánicas del Nimonic 263	12
2.2 Tratamientos térmicos	14
2.2.1 Tratamiento térmico de Solubilización	14
2.2.2 Tratamiento térmico de templado	15
2.2.3 Tratamiento térmico del envejecimiento	15
2.3 Mecanismo de endurecimiento de las superaleaciones	16
2.3.1 Endurecimiento por disolución sólida	17

2.3.2 Endurecimiento por reducción del tamaño de grano	17
2.3.3 Endurecimiento por deformación	18
2.4 Mecanismos de deformación alternos	19
2.4.1 Fluencia (Creep)	19
2.4.2 Deslizamiento de frontera de grano	19
2.4.3 Maclas	20
2.5 Evolución de la microestructura	20
2.5.1 Restauración	20
2.5.1.1 Recuperación	21
2.5.1.1.1 Cambios estructurales durante la recuperación	21
2.5.1.1.2 Recuperación dinámica	22
2.5.1.1.3 Recuperación estática	22
2.5.1.2 Recristalización	23
2.5.1.2.1 Recristalización Dinámica (DRX)	23
2.5.1.2.3 Recristalización Estática (SRX)	24
2.5.1.3 Crecimiento de grano	25
2.6 Curva de fluencia	26
CAPITULO III. MARCO METODOLÓGICO	27
3.1 Análisis semicuantitativo por Fluorescencia de rayos X	27
3.2 Condiciones de ensayo de deformación	28
3.3 Identificación de Especímenes o probetas	29
3.4 Mecanizado	31
3.5 Rutas Termomecánicas	31
3.5.1 Primer proceso termomecánico alternativo (F ¹ TSTEA)	32
3.5.2 Segundo proceso termomecánico alternativo (F ¹ EA)	33

3.5.3 Tercer proceso termomecánico alternativo (F ^I TEA)	35
3.5.4 Cuarto proceso termomecánico alternativo (F ^{NI} HEA)	36
3.5.5 Quinto proceso termomecánico alternativo (F ^{NI} Ve ^L EA)	38
3.5.6 Sexto proceso termomecánico alternativo (F ^{NI} Ve ^R EA)	39
3.6 ASTM E9-89a ensayo de compresión axial simétrica	40
3.7 Solubilización	41
3.7.1 Horno Tubular de alta Temperatura Hobersal, modelo ST-16	41
3.8 Ensayos de compresión en caliente	47
3.8.1 Máquina INSTRON 4507	47
3.8.2 Condiciones y datos necesarios para ensayo de Compresión en la Maquina Instron	49
3.8.3 Materiales, preparación y procedimiento de ensayo en la máquina INSTRON 4507	50
3.8.3.1 Materiales	50
3.8.3.2 Preparación	50
3.8.3.3 Procedimiento para realizar ensayo de compresión en caliente haciendo uso de la Máquina Instron	52
3.8.4 Programación del controlador del Horno de calentamiento por radiación Chamber	56
3.9 Ensayos en el Dilatómetro	60
3.10 Preparación de Probetas para estudios metalográficos por MO y MEB	62
3.11 Microscopia óptica	65
3.11.1 Procedimiento del Estudio de MO	66
3.12 Microscopia electrónica de barrido (SEM)	67
3.13 Microindentación Estática	68
3.13.1 Procedimiento a seguir para desarrollar el ensayo de Dureza	70

CAPITULO IV. DISCUSIÓN Y ANALISIS DE RESULTADOS	72
4.1 Curvas de esfuerzo-deformación	72
4.2 Dureza Vickers	76
4.3 Microscopia Óptica	77
4.4 Cinética de precipitación	120
CAPÍTULO V. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	130
5.1 Conclusiones	130
5.2 Recomendaciones	133
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	134
REFERENCIAS ELECTRONICAS	136

LISTA DE TABLAS

Tabla 2.1.Composición (% en peso) de las superaleaciones Nimonic 263	9
Tabla 2.2. Resumen de los diferentes precipitados del NIM 263 y sus características	12
Tabla 3.1 Parámetros de Deformación	29
Tabla 3.2 Identificadores de las diferentes Probetas de Estudio	30
Tabla 4.1. Valores de dureza Vickers HV-0,2 Kg para cada ruta y condición	76
Tabla 4.2. Tamaño de grano en [μm] de la ruta F ¹ T según cada condición de estudio	79
Tabla 4.3. Tamaño de Grano general en μm	84

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 Diagrama TTT para Nimonic 263. Solo se muestran curvas C para γ' y η	11
Figura 2.2 Representación gráfica de la influencia de la velocidad de deformación [$\dot{\epsilon}$] y temperatura [$^{\circ}\text{C}$] sobre el tamaño de grano y la resistencia del material	14
Figura 2.3 Mecanismo de generación de dislocaciones conocido como fuente de Frank-Read	17
Figura 2.4 Cambio en la estructura de las dislocaciones durante la recuperación	22
Figura 2.5 Evolución de la microestructura durante la recristalización dinámica	24
Figura 2.6. Curvas de esfuerzo-deformación en condición de deformación en caliente. Recristalización dinámica de pico simple y múltiple	24
Figura 3.1 Equipo X-MET 3000TX	28
Figura 3.2 Operación de Calibración	28
Figura 3.3 Máquina de Electroerosión por hilo ONA AX3	31
Figura 3.4 Primer proceso termomecánico alternativo con temperatura de deformación de 1000°C y $\dot{\epsilon} = 0.001\text{s}^{-1}$	33
Figura 3.5 Primer proceso termomecánico alternativo con temperatura de deformación de 1100°C y velocidades de deformación de $\dot{\epsilon} = 0.1\text{s}^{-1}$ y $\dot{\epsilon} = 0.001\text{s}^{-1}$	33
Figura 3.6 Segunda ruta termomecánica alternativa con temperatura de deformación a 1000°C y $\dot{\epsilon} = 0.001\text{s}^{-1}$	34
Figura 3.7 Segunda ruta termomecánica alternativa con temperatura de deformación a 1100°C y velocidades de deformación de $\dot{\epsilon} = 0.1\text{s}^{-1}$ y $\dot{\epsilon} = 0.001\text{s}^{-1}$	35
Figura 3.8 Tercera ruta termomecánica alternativa con temperatura de deformación a 1000°C y $\dot{\epsilon} = 0.001\text{s}^{-1}$	36
Figura 3.9 Tercera ruta termomecánica alternativa con temperatura de deformación a 1100°C y velocidades de deformación de $\dot{\epsilon} = 0.1\text{s}^{-1}$ y $\dot{\epsilon} = 0.001\text{s}^{-1}$	36
Figura 3.10 Cuarta ruta termomecánica alternativa. La muestra se comenzó a deformarse a los 1000°C . El tiempo que tarda en deformar, a medida que enfría hasta temperatura ambiente, depende de la $\dot{\epsilon} = 0.001\text{s}^{-1}$ tardando en total 800s	37
Figura 3.11 Cuarta ruta termomecánica alternativa. La muestra comenzó a deformarse a los 1100°C . El tiempo que tarda en deformar, a medida que enfría hasta temperatura ambiente, depende de la $\dot{\epsilon}$. Para una velocidad de deformación de $\dot{\epsilon} = 0.1\text{s}^{-1}$, el $t = 8\text{ s}$ y para $\dot{\epsilon} = 0.001\text{s}^{-1}$ tarda 800s	37

Figura 3.12 Quinta ruta termomecánica alternativa. La muestra se comienza a deformar a los 1000°C con una velocidad de deformación de 0.001s ⁻¹ . El enfriamiento hasta los 800°C, transcurre en catorce minutos. El tiempo que tarda la deformación, a medida que ocurre el enfriamiento hasta la temperatura de envejecimiento, depende de la $\dot{\epsilon}$	38
Figura 3.13 Quinta ruta termomecánica alternativa. La muestra comienza a deformar a los 1100°C, variando para esta misma ruta las velocidades de deformación, que comprenden una $\dot{\epsilon} = 0.1s^{-1}$ y otra $\dot{\epsilon} = 0.001s^{-1}$	38
Figura 3.14 Sexta ruta termomecánica alternativa. La muestra comenzara a deformar a los 1000°C. El tiempo que tarda en deformar a medida que enfría depende de la $\dot{\epsilon}$	39
Figura 3.15 Sexta ruta termomecánica alternativa. La muestra comenzara a deformar a los 1100°C. El tiempo que tarda en deformar a medida que enfría depende de la $\dot{\epsilon}$	40
Figura 3.16 Horno Tubular de alta Temperatura Hobersal, modelo ST-16	42
Figura 3.17 Display de Programación del Horno Hobersal	42
Figura 3.18 Identificación de las Máquina de compresión en caliente, INSTRON 4507 ...	48
Figura 3.19 Identificación de las partes del Horno de calentamiento por radiación	49
Figura 3.20 Interruptores maquina Instron	51
Figura 3.21 Procedimiento para ingresar a la pantalla de administración de ensayos	54
Figura 3.22 Pantalla de administración de ensayos	54
Figura 3.23 Pantalla de condiciones iniciales del ensayo	55
Figura 3.24 Pantalla que muestra las condiciones iniciales del ensayo	55
Figura 3.25. Pantalla de guardar los resultados de los ensayos	56
Figura 3.26 Controlador del Horno Hobersal	57
Figura 3.27 Controlador del sistema de Refrigeración	57
Figura 3.28 Programador del horno Hobersal	58
Figura 3.29 Dilatómetro 805 Bähr, utilizado para los ensayos de compresión en caliente	61
Figura 3.30 Vista de la Cámara de Compresión	62
Figura 3.31 Máquina de corte STRUERS Accutom-2	63
Figura 3.32 Máquina para desbaste STRUERS Labopress-3	64
Figura 3.33 Microscopio Óptico GX51 OLYMPUS	65
Figura 3.34 Microscopio Electrónico de Barrido (MEB) JEOL JSM-6400	68

Figura 3.35 Durómetro MVK-H0 Akashi	69
Figura 3.36 Geometría del Indentador y vista superior de la Huella, luego de la indentación	70
Figura 4.1. Comparación de las de las curvas σ vs ϵ de las diferentes rutas según cada condición	73
Figura 4.2 Fotomicrografía de la probeta ensayada bajo la ruta F ^{NI} HEA, con condiciones T= 1000 °C y $\dot{\epsilon} = 0,1$, donde es posible apreciar una recristalización dinámica tipo collar	74
Figura 4.3 Reporte de Medición de tamaño de grano de la ruta F ^I T con la condición T= 1000 °C y $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$	80
Figura 4.4 Reporte de Medición de tamaño de grano de la ruta F ^I T con la condición T= 1100 °C y $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$	81
Figura 4.5 Reporte de Medición de tamaño de grano de la ruta F ^I T con la condición T= 1100 °C y $\dot{\epsilon} = 0,001 \text{ s}^{-1}$	82
Figura 4.6 Fotomicrografías correspondientes a las microestructuras obtenidas a través de la ruta F ^I T, correspondientes a las condiciones de las figuras 4.3, 4.4 y 4.5	83
Figura 4.7 Reporte de Medición de tamaño de grano de la ruta F ^I TST con la condición T= 1100 °C y $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$	86
Figura 4.8 Reporte de Medición de tamaño de grano de la ruta F ^I TST con la condición T= 1000 °C y $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$	87
Figura 4.9 Reporte de Medición de tamaño de grano de la ruta F ^I TST con la condición T= 1100 °C y $\dot{\epsilon} = 0,001 \text{ s}^{-1}$	88
Figura 4.10 Fotomicrografías correspondientes a las microestructuras obtenidas a través de la ruta F ^I TST, correspondientes a las condiciones de las figuras 4.7, 4.8 y 4.9	89
Figura 4.11 Reporte de Medición de tamaño de grano de la ruta F ^I TSTEA con la condición T= 1000 °C y $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$	91
Figura 4.12 Reporte de Medición de tamaño de grano de la ruta F ^I TSTEA con la condición T= 1100 °C y $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$	92
Figura 4.13 Reporte de Medición de tamaño de grano de la ruta F ^I TSTEA con la condición T= 1100 °C y $\dot{\epsilon} = 0,001 \text{ s}^{-1}$	93
Figura 4.14 Fotomicrografías correspondientes a las microestructuras obtenidas a través de la ruta F ^I TSTEA, correspondientes a las condiciones de las figuras 4.11, 4.12 y 4.13	94
Figura 4.15 Reporte de Medición de tamaño de grano de la ruta F ^I TEA con la condición T= 1100 °C y $\dot{\epsilon} = 0,001 \text{ s}^{-1}$	96

Figura 4.16 Reporte de Medición de tamaño de grano de la ruta $F^I\text{TEA}$ con la condición $T=1000\text{ }^\circ\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 0,1\text{ s}^{-1}$	97
Figura 4.17 Reporte de Medición de tamaño de grano de la ruta $F^I\text{TEA}$ con la condición $T=1100\text{ }^\circ\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 0,1\text{ s}^{-1}$	98
Figura 4.18 Fotomicrografías correspondientes a las microestructuras obtenidas a través de la ruta $F^I\text{TEA}$, correspondientes a las condiciones de las figuras 4.15, 4.16 y 4.17	99
Figura 4.19 Reporte de Medición de tamaño de grano de la ruta $F^I\text{EA}$ con la condición $T=1100\text{ }^\circ\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 0,1\text{ s}^{-1}$	102
Figura 4.20 Reporte de Medición de tamaño de grano de la ruta $F^I\text{EA}$ con la condición $T=1100\text{ }^\circ\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 0,001\text{ s}^{-1}$	103
Figura 4.21 Reporte de Medición de tamaño de grano de la ruta $F^I\text{EA}$ con la condición $T=1000\text{ }^\circ\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 0,1\text{ s}^{-1}$	104
Figura 4.22 Fotomicrografías correspondientes a las microestructuras obtenidas a través de la ruta $F^I\text{EA}$, correspondientes a las condiciones de las figuras 4.19, 4.20 y 4.21	105
Figura 4.23 Reporte de Medición de tamaño de grano de la ruta $F^{NI}\text{HEA}$ con la condición $T=1100\text{ }^\circ\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 0,1\text{ s}^{-1}$	107
Figura 4.24 Reporte de Medición de tamaño de grano de la ruta $F^{NI}\text{HEA}$ con la condición $T=1100\text{ }^\circ\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 0,001\text{ s}^{-1}$	108
Figura 4.25 Reporte de Medición de tamaño de grano de la ruta $F^{NI}\text{HEA}$ con la condición $T=1000\text{ }^\circ\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 0,1\text{ s}^{-1}$	109
Figura 4.26 Fotomicrografías correspondientes a las microestructuras obtenidas a través de la ruta $F^{NI}\text{HEA}$, correspondientes a las condiciones de las figuras 4.23, 4.24 y 4.25	110
Figura 4.27 Reporte de Medición de tamaño de grano de la ruta $F^{NI}\text{Ve}^L\text{EA}$ con la condición $T=1000\text{ }^\circ\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 0,1\text{ s}^{-1}$	112
Figura 4.28 Reporte de Medición de tamaño de grano de la ruta $F^{NI}\text{Ve}^L\text{EA}$ con la condición $T=1100\text{ }^\circ\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 0,1\text{ s}^{-1}$	113
Figura 4.29 Reporte de Medición de tamaño de grano de la ruta $F^{NI}\text{Ve}^L\text{EA}$ con la condición $T=1100\text{ }^\circ\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 0,001\text{ s}^{-1}$	114
Figura 4.30 Fotomicrografías correspondientes a las microestructuras obtenidas a través de la ruta $F^{NI}\text{Ve}^L\text{EA}$, correspondientes a las condiciones de las figuras 4.27, 4.28 y 4.29 ...	115
Figura 4.31 Reporte de Medición de tamaño de grano de la ruta $F^{NI}\text{Ve}^R\text{EA}$ con la condición $T=1000\text{ }^\circ\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 0,1\text{ s}^{-1}$	117
Figura 4.32 Reporte de Medición de tamaño de grano de la ruta $F^{NI}\text{Ve}^R\text{EA}$ con la condición $T=1100\text{ }^\circ\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 0,1\text{ s}^{-1}$	118

Figura 4.33 Fotomicrografías correspondientes a las microestructuras obtenidas a través de la ruta $F^{Ni}Ve^{R}EA$, correspondientes a las condiciones de las figuras 4.31 y 4.32	119
Figura 4.34 Microscopia electrónica de barrido de la ruta $F^{Ni}HEA$ en sus distintos grupos de condiciones, a x500 de magnificación con escala de 10 μm en la primera fila y x10000 de magnificación con escala de 1 μm en la segunda fila, a 20 KV	122
Figura 4.35 Microscopia electrónica de barrido de la ruta $F^{I}EA$ en sus distintos grupos de condiciones, a x2000 de magnificación con escala de 10 μm en la primera fila y x10000 de magnificación con escala de 1 μm en la segunda fila, a 20 KV	124
Figura 4.36 Microscopia electrónica de barrido de la ruta $F^{I}TEA$ en sus distintos grupos de condiciones, a x2000 de magnificación con escala de 10 μm en la primera fila y x10000 de magnificación con escala de 1 μm en la segunda fila, a 20 KV	125
Figura 4.37 Microscopia electrónica de barrido de la ruta $F^{I}TSTE A$ en sus distintos grupos de condiciones, a x100 de magnificación con escala de 100 μm en la primera fila y x10000 de magnificación con escala de 1 μm en la segunda fila, a excepción de la imagen correspondiente al grupo c de dicha fila, que se realizó con una magnificación de x2000 y con escala de 10 μm , a 20 KV	127
Figura 4.38 Microscopia electrónica de barrido de las rutas $F^{I}TSTE A$ y $F^{I}TEA$, a x10.000 de magnificación con escala de 1 μm y 20 KV	128
Figura 4.39 Microscopia electrónica de barrido de las rutas $F^{I}EA$ y $F^{Ni}Ve^{L}EA$, a x2000 de magnificación con escala de 10 μm y 20 KV	129

SIGLAS Y ACRÓNIMOS

UPC	Universitat Politècnica de Catalunya.
CTM	Centro Tecnológico de Manresa.
MO	Microscopia Óptica.
MEB	Microscopia Electrónica de Barrido.
DRX	Recristalización Dinámica.
PTT	Precipitación - Temperatura-Tiempo.
EM	Estudio Metalográfico.
F ^I T	Forja isotérmica - Temple.
F ^I TST	Forja isotérmica - Temple - Solubilización - Temple.
F ^I TSTEA	Forja isotérmica - Temple - Solubilización - Temple - Envejecimiento - Enfriamiento al Aire.
F ^I EA	Forja isotérmica - Envejecimiento directo - Enfriamiento al Aire.
F ^I TEA	Forja isotérmica - Temple - Envejecimiento - Enfriamiento al Aire.
F ^{NI} HEA	Forja no isotérmica - Enfriamiento continuo en el Horno - Envejecimiento - Enfriamiento al Aire.
F ^{NI} Ve ^L EA	Forja no isotérmica - velocidad de deformación lenta - Envejecimiento - Enfriamiento al Aire.
F ^{NI} Ve ^R EA	Forja no isotérmica - velocidad de deformación rápida - Envejecimiento - Enfriamiento al Aire.

INTRODUCCIÓN

En la actualidad el desarrollo científico y tecnológico, bien sea innovador o sencillamente en el campo de la optimización y mejoras de algún producto o proceso en particular, es de vital importancia ya que este aporte estará dirigido a garantizar procesos más eficientes, basados sin lugar a dudas en lo que se ha venido conociendo desde hace dos o tres décadas, como desarrollo sustentable. En tal sentido, es pertinente mencionar que cualquier estudio de materiales, que permita realizar trabajos tan importantes en la industria de la generación de energía y la aeronáutica, es de suma importancia para la sociedad. Y es aquí, en donde en los últimos años ciertas aleaciones han tomado un gran protagonismo, como es el caso de las superaleaciones base níquel, entre las cuales podríamos particularizar y hacer mención de la superaleación Nimonic 263, puesto que dicho material, cumple con las condiciones de trabajo que demanda uno de los elementos de maquina vitales, como lo son los anillos móviles en las turbinas a gas y vapor, siendo estas máquinas sin lugar a duda el motor de avance de dichas industrias.

Ahora bien, a sabiendas de que los anillos de las turbinas son comúnmente producidos a partir de operaciones de conformado volumétrico clásicas, que involucran operaciones en caliente de forja, laminación, tratamiento térmico y un acabado para proporcionar la geometría y tolerancia necesaria, hacen de este proceso termomecánico, un proceso complejo. A su vez, teniendo en cuenta que estos componentes trabajan bajo condiciones severas, en este caso, altas temperaturas y ambientes con presencia de agentes oxidantes, surge la necesidad de recurrir al uso de las aleaciones de alto rendimiento como lo es la superaleación base Ni, Nimonic 263, puesto que es una buena opción, cuando tanto la fluencia como la resistencia a la corrosión se deben mantener en los valores nominales a elevadas temperaturas de operación (*Reed. R. C, 2006*).

Debido a la gran importancia que tiene la aplicación de la superaleación Nimonic 263 actualmente, por su utilidad en la fabricación de los elementos de máquinas de las turbinas, surge la idea entonces de innovar en el proceso de conformado, donde se busca optimizar el uso de la energía necesaria para que ocurra la citada transformación de las barras o planchones semi-elaborados. A su vez la obtención de microestructuras más estables y de mejor desempeño mediante el control adecuado de los fenómenos de

recristalización y precipitación, disminuyendo así el tiempo de fabricación de la superaleación. Buscando con esto generar una alternativa de conformado eficiente y eficaz, que se traduce en disminución de costos.

Es por ello que los estudios en el presente trabajo de investigación, están enfocados a la cinética de precipitación y caracterización, del Nimonic 263, a través de seis diferentes rutas termomecánicas de conformado. Esto con el fin de obtener datos o valores de los distintos métodos y procesos, como la precipitación, variación del tamaño de grano (TG) y la recristalización dinámica (DRX), que están presentes en la simulación del proceso de conformado del material. Asimismo se determinarán los valores de dureza propios de cada condición para posteriormente establecer relación entre microestructura y propiedades mecánicas del material.

CAPITULO I

1.1 Planteamiento del problema

Los procesos termomecánicos convencionales, utilizados actualmente para la obtención de las propiedades deseadas de estas superlaciones base níquel, implican operaciones de enfriamiento brusco y recalentamiento, lo cual se traduce en deficiencias desde el punto de vista financiero. El presente planteamiento, propone la implementación de vías alternativas, que supriman o eviten el uso de estas prácticas de temple y recalentamiento, sin que ello implique un detrimento en las propiedades del producto final, para lo cual se debería garantizar en estas vías planteadas, lograr la ocurrencia de los fenómenos metalúrgicos involucrados en la restauración de las propiedades mecánicas, de la forma más eficiente posible.

1.2 Objetivo General

Planteándonos así, en base a lo antes mencionado, evaluar la influencia de la microestructura local de la aleación, inducida por la deformación en caliente, en la cinética de precipitación durante el envejecimiento, como mecanismo de control del desempeño macromecánico del sólido.

1.2.1 Objetivos Específicos

Para cumplir con el objeto de la presente investigación se desarrollaron los siguientes objetivos específicos:

- Determinar la temperatura y tiempo óptimo de solubilización de la aleación, que garanticen una condición uniforme como punto de partida para la presente investigación en la primera fase o procesamiento referencial.

- Establecer parámetros como temperatura y grado de deformación que emulen el proceso de conformado para las condiciones de los procesamientos alternativos.

- Establecer la temperatura y tiempo de envejecimiento para las distintas vías alternativas de procesamiento.

- Determinar la dependencia típica del esfuerzo con los parámetros de deformación para la superaleación de estudio.

- Evaluar la resistencia mecánica en términos de ensayos de micro indentación estática.

- Evaluar mediante microscopia óptica (MO), la influencia de la microestructura sobre las propiedades mecánicas del material.

- Evaluar con microscopia electrónica de barrido (MEB), las diferencias microestructurales, en términos de la distribución y tamaño de partículas producidas durante el envejecimiento y su correlación con las propiedades mecánicas.

1.3 Antecedentes

Como punto de partida de todo trabajo de investigación, haciendo una búsqueda bibliográfica de investigaciones previas, relacionadas al objeto de estudio del presente trabajo, se han encontrado algunas que sirven de base y/o referencia para el desarrollo del mismo, además de colocar al lector en contexto con respecto a la documentación existente para el presente estudio. Estas investigaciones se citaran a continuación:

Desde ya hace algunas décadas atrás, se han venido suscitando estudios enfocados en la caracterización de la superaleación de estudio y es que en 1968, Hicks y Heap observaron que la fase η no se forma a temperaturas mayores a 900°C aproximadamente.

Unos cuantos años después en 1993, Ratna y Sarma lograron observar que en consecuencia de la fatiga térmica existe una disolución de la fase γ' a la misma temperatura de estudio de Hicks y Heap.

Tres años más tarde Singh N, y Singh. V, en 1996, se realizaron estudios del comportamiento del Nimonic 263 con solubilizado a 1150°C y un envejecido a 800°C a diferentes tiempos.

A principios del siglo XXI Zhao. C, 2001, encontró que la mayoría de precipitados a temperaturas menores de 900°C fueron los precipitados propios de la fase Gamma prima (γ') y eta (η). En este estudio también se mostraron imágenes de muestras recocidas a 750°C y 850°C durante una hora, en las cuales aparecieron precipitados oscuros de γ' , siendo éstos más característicos de la muestra recocida a 850 °C. Zhao señala también que γ' llega a ser metaestable a la temperatura de 840°C durante 14000 horas y a 816 °C durante 11000 horas. Esta afirmación la obtuvieron en base a que todo el γ' se transformó en η .

En el año 2001, J.C. Zhao, V. Ravikumar y A.M. Beltran estudiaron la estabilidad y la precipitación de fase en la superaleación Nimonic 263. Encontrando que los principales precipitados a temperaturas por debajo de 900°C eran γ' y η (Ni_3Ti), viendo a η con una morfología de placa delgada, formando un patrón Widmanstatten. Se observó además que partículas muy finas de M_{23}C_6 precipitaron intergranularmente, además de un carburo cilíndrico MC. Los precipitados en los límites de grano eran en su mayoría M_{23}C_6 , con muy poco de MC. En esta investigación se verifico la presencia de casi todas las principales fases y sus intervalos de temperatura de estabilidad, para el Nimonic 263.

Por otra parte, también se han desarrollado estudios analíticos, a objeto de obviar experimentos de exposición a largo plazo en el diseño de superaleaciones base Níquel, como lo es el Nimonic 263, buscando así hacer predicciones termodinámicas de fases, a través de cálculos termodinámicos, con la ayuda de CALPHAD (softwares de cálculo de diagrama de fase), con el que se puede obtener información como: equilibrio de fases con sus fracciones y composiciones molares a distintas temperaturas, la entalpía en función de la temperatura, lo que es clave para la modelización del proceso de solidificación y la fuerza motriz de precipitación, la cual es crítica para predecir la microestructura y posteriormente las propiedades mecánicas. Todo esto desarrollado en la publicación de tecnología aplicada al modelado de materiales a altas temperaturas, de J. C. Zhao and Michael F. Henry, en 2002, específicamente en la predicción termodinámica de fase estable

de superaleaciones multicomponentes. Un año más tarde Zhao y col., en el 2003, encontraron que luego de un envejecido a 700°C, los precipitados de mayor dimensión eran carburos del tipo MC , $M_{23}C_6$ y M_6C .

Siendo una de las más recientes, la investigación “Caracterización del comportamiento de la deformación en caliente de las súper aleaciones base Ni, Nimonic 80A y Nimonic 263”, propuesta por J. Calvo, J. M. Cabrera y colaboradores. 2011, basada en ensayos a temperaturas que van desde 1000°C y 1150°C, para ser deformadas en caliente hasta un máximo de 0.8 veces su longitud inicial, con velocidades de deformación entre $1s^{-1}$ y $0,001s^{-1}$ y posteriormente templarlas para retener la microestructura y caracterizar metalográficamente las probetas, mediante el uso de microscopía óptica (MO) de alto desempeño. En este estudio se pudo concluir que las diferencias en el comportamiento de ambos materiales se puede explicar en términos de su composición química, es decir, a altas temperaturas, elementos tales como Co y Mo tienen un fuerte efecto de endurecimiento en solución sólida, sin embargo, como se reduce la temperatura drásticamente, la precipitación se convierte en el principal mecanismo de refuerzo, influyendo también en el tamaño de grano recristalizado. En efecto, en el Nimonic 263 se observa sistemáticamente un fino tamaño de grano y la fracción de recristalización es más pequeña que en el Nimonic 80A para las mismas condiciones de deformación.

Un año después, en 2012, M. Fontané, siguiendo un poco la línea del estudio anterior, realizó estudios del efecto de la microestructura inicial en la precipitación y propiedades mecánicas de superaleaciones base níquel, logrando la caracterización del Nimonic 263, donde encontró que el proceso de solubilización a la temperatura de 1150°C, brinda una solubilización deficiente de precipitados, mientras que a 1250 ° C la solubilización de todos los precipitados se logra casi en su totalidad, concluyendo así, que el material tratado a 1250°C presenta propiedades mecánicas más uniformes con una dureza de 349 ± 14 HV, en cambio a 1150 ° C se logra obtener un material con una mayor dureza de 408 ± 19 HV pero con propiedades mecánicas irregulares.

En este mismo año (2012), H. Oukrid estudio el efecto de las variables de procesamiento en la caracterización de la precipitación de las superaleaciones base níquel,

donde el Nimonic 263 pertenecía a la pareja de materiales de estudio, enfatizándose en el procesamiento de conformado y dándole así la importancia que amerita conocer en qué condiciones de temperatura, velocidad y grado de deformación, la precipitación puede concurrir con el proceso de forja. Es importante mencionar que para realizar el estudio de la precipitación fue necesario realizar tratamientos térmicos que le permitieran aliviar tensiones. A su vez se generaron diferentes grupos de estudio con condiciones diferentes para cada grupo, teniendo así un grupo de probetas únicamente solubilizadas y otros dos grupos de probetas recristalizadas, a distintas temperaturas, buscando con esto obtener diferentes tamaño y distribución de granos. Previo a esto, Oukrid realizó estudios que le permitieron saber a qué temperatura podía solubilizarse los precipitados del material sin que el crecimiento de grano fuera excesivo, encontrando que esta temperatura era la de 1150°C.

Una de las investigaciones relacionadas con el proceso del conformado de esta superaleación Nimonic C263, esta vez conformada en frío, es la realizada por A. Lara en 2013, en la cual se obtuvo o dio como resultado que no fue posible procesar el material en frío puesto que la poca deformación en caliente, previa al laminado en frío, no permitió tener una microestructura adecuada para el laminado en frío. Haciendo que la presencia de colonias de carburos de titanio impactara negativamente en la ductilidad del material al ser laminado en frío. Por otra parte encontró que el tratamiento térmico de solubilizado mejoró considerablemente la elongación en el material, descubriendo que la condición óptima para poder laminar en frío el Nimonic C263 se presentó cuando este fue comprimido a 1150°C y solubilizado a 1150°C durante una hora con un enfriamiento rápido, concluyendo así, que bajo esta condición de procesamiento previo el material puede ser laminado en frío sin fracturarse.

CAPITULO II

MARCO TEÓRICO

2.1 Superaleaciones/desarrollo

Las superaleaciones son materiales metálicos, las cuales son capaces de mantener sus propiedades mecánicas a elevadas temperaturas, son diseñadas para condiciones de uso que requieran de trabajo a altas temperaturas, y por lo tanto presentan elevada resistencia al creep o termofluencia, además de tener una elevada resistencia a la corrosión.

2.1.1 Nimonic 263.

El uso de superaleaciones, hoy en día, es bastante demandado por la industria aeronáutica y de generación de energía. Puesto que la operación de algunos componentes de máquinas en estas industrias se lleva a cabo a elevadas temperaturas, las cuales oscilan entre los 500°C y los 700°C, propiciándose así la demanda de materiales que bajo estas temperaturas de trabajo, conserven sus propiedades mecánicas como: esfuerzo real a cargas máximas, corrosión, fluencia lenta y fatiga. Esto hace de la superaleación Nimonic 263 el material indicado para la fabricación de dichos componentes, puesto que las partículas obtenidas durante el envejecimiento son estabilizadoras de los límites de grano.

En cuanto a propiedades, nos encontramos en presencia de un material con una densidad relativamente alta, que oscila entre 8.3 y 8,33 g/cm³, según la composición química que indica su ficha técnica (*S. M. Corporation, 2008*). Por otra parte su calor específico es de 461 J/kg°C en el intervalo de temperatura de 20 a 100°C, por lo que amerita una cantidad de energía calorífica considerable para lograr el aumento de su temperatura.

Una de sus principales aplicaciones, es en la fabricación de elementos y componentes de turbinas a gas, como lo son: anillos, álabes, cámara de compresión, carcasas, camisas, conductos de escape, cajas de cojinetes, entre otros. Puesto que la

temperatura promedio máxima que experimenta la salida de la cámara de combustión de una turbina a gas, en aviones comerciales, es de 1000°K (727°C). Lo que hace de este material el indicado para esta aplicación, es su alta resistencia a la fluencia y a la corrosión, además de poder conformarse mediante las técnicas convencionales de soldadura.

2.1.2 Composición química del Nimonic

El NIM 263, es una aleación que contiene un 50% de Ni, lo cual hace que se le atribuya la propiedad de elemento base, el Cr por su parte se encuentra en un 19-21%, siendo estos los dos elementos mayoritarios en porcentaje de peso, como es posible observar en la tabla 2.1, dichos elementos atribuyen a la superaleación una buena resistencia a la corrosión en caliente y a la oxidación. Por otra parte, el aumento de la resistencia mecánica de la matriz mediante el endurecimiento por solución sólida, es propiciado por el Mo (5,6-6,1%), siendo el Co, el estabilizador de la fase γ . En cuanto al Ti y al Al, se les atribuye el aumento de la resistencia mecánica, producto de la formación de la fase γ' .

Tabla 2.1. Composición (% en peso) de las superaleaciones Nimonic 263.

Elemento	Nimonic 263
Cr	20
Co	20
Mo	5.6
Al	0.5
Ti	2.1
C	0.06
B	0.001
Ni	Balance

2.1.3 Transformaciones de fases

La presencia de la fase γ' es la responsable del hecho de que la resistencia de las superaleaciones base Níquel sea prácticamente insensible a la temperatura, *Badeshia. H, 2003*, hasta sobrepasar los 750°C.

Aunque la resistencia de la mayoría de los metales disminuye a medida que aumenta la temperatura, simplemente porque la activación térmica permite a las dislocaciones superar obstáculos. En las superaleaciones base Níquel, existe una fase llamada γ' , la cual es responsable de la resistencia del material a elevadas temperaturas. La cantidad de dicha fase se corresponde a la composición química y a la temperatura, para una composición química dada, la fracción de γ' disminuye a medida que la temperatura aumenta. Este fenómeno es usado para disolver γ' a una temperatura suficientemente alta (tratamiento de disolución), el cual va seguido de un envejecimiento a menor temperatura para generar así una dispersión uniforme de precipitados endurecedores. Siendo el titanio y el aluminio los principales responsables, de la resistencia al creep a altas temperaturas, por ser los materiales que propician la formación de dichos precipitados.

Esta fase γ' , se forma a partir de la fase γ , como se puede observar en la figura 1, que representa el diagrama Precipitación-Temperatura-Tiempo (PTT). Ambas fases tienen una red cubica con parámetros de red similares, γ' tiene una red cubica en la cual los átomos de Níquel están en los centros de las caras y los átomos de Aluminio o Titanio en las esquinas del cubo, los precipitados γ' en una relación de orientación cubo a cubo con la fase γ . Esto quiere decir que los bordes de las celdas son exactamente paralelas a los bordes de la fase γ correspondiente. Sin embargo a las dislocaciones de γ se les dificulta penetrar en γ' , principalmente porque la fase γ' es una fase atómicamente ordenada, cuyo orden interfiere con el movimiento de las dislocaciones y por lo tanto fortalece la aleación.

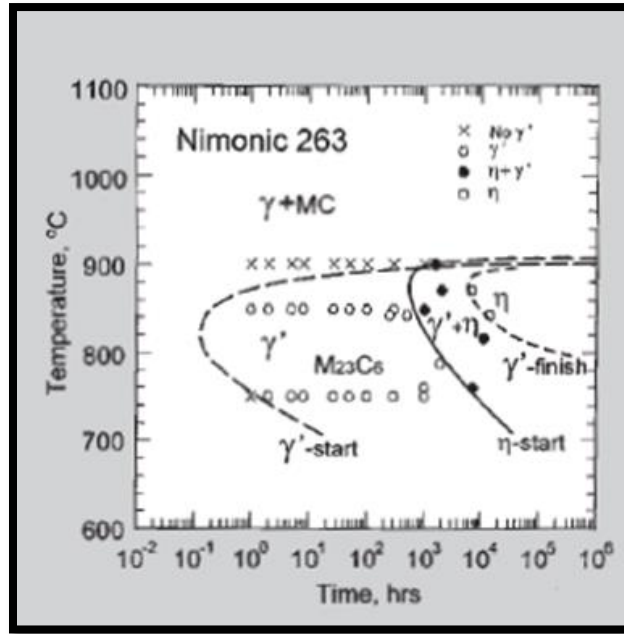


Figura 2.1 Diagrama PTT para Nimonic 263. Solo se muestran curvas C para γ' y η .

La figura 2.1 muestra el final de la curva C, que representa el consumo completo de γ' para formar η , por lo tanto a temperaturas mayores que 800 °C se tiene que la fase γ' es metaestable (Zhao. J. C, 2002).

Además, mediante experimentos previos es conocido que la mayor cantidad de precipitados a temperaturas menores de 900 °C, fueron Gamma prima (γ') y Eta (η). También, en este experimento se mostraron imágenes de muestras recocidas a 750 °C y 850 °C por una hora, en las cuales aparecieron precipitados oscuros de γ' , con mayor indicación de estos precipitados a 850 °C (Zhao. J. C, 2001). Señalando también γ' como fase metaestable a temperaturas de 840 °C durante 14000 horas y 816 °C durante 11000. Esta afirmación la obtuvieron en base a que todo el γ' se transformaron en η .

En la Tabla 2.2 se muestra un resumen de los diferentes precipitados del NIM 263 y sus características (Fontané. M, 2012).

Tabla 2.2. Resumen de los diferentes precipitados del NIM 263 y sus características
(1) Con orientación según fase matriz (γ) en periodos largos de envejecimiento.
(2) Con orientación según fase matriz (γ).
(s/d) Sin dato.

Fase	Composición	Estructura	Estabilidad	Coherencia con la fase matriz	Morfología	Distribución
γ'	(Ni, Co) ₃ (Al, Ti)	FCC	Metaestable	Coherente	Esférica, cubica (1)	Matriz
η	(Ni, Co) ₃ Ti	Hexagonal	Estable	Incoherente	Bastones (estructura Widmanstätten)(1)	Límite de grano
MC	(Ti, Mo)C	FCC	s/d	s/d	Equiaxial, cilíndrica	Límite de grano
M ₂₃ C ₆	(Cr, Mo) ₂₃ C ₆	FCC con orientación según fase matriz (γ)	s/d	s/d	Partícula fina (2)	Límite de grano, matriz
M ₆ C	(Co, Ni) ₃ Mo ₃ C	Diamante cúbica	s/d	s/d	s/d	s/d
μ	(Co, Ni) ₇ Mo ₆	romboide	s/d	s/d	s/d	s/d

2.1.4 Relación entre la Microestructura y Propiedades Mecánicas del Nimonic 263.

A sabiendas de que la microestructura del material está directamente relacionada con las propiedades mecánicas del mismo, existen mecanismos de refuerzo a la matriz, los cuales permiten obtener, de manera casi certera, dichas propiedades y microestructuras. Es por ello la importancia que tiene el saber cómo los tratamientos termomecánicos y la dinámica de precipitación, inciden en las propiedades mecánicas de un material.

Estudios previos nos brindan información de la relación existente entre la microestructura, cinética de precipitación y propiedades mecánicas del material, en los que se encontró lo siguiente (*Calvo. J, 2011*):

- El tamaño del grano recrystalizado generalmente es grueso para bajas tasas de deformación ($0.001s^{-1}$), por lo que es de esperarse que este tamaño disminuya a medida que la velocidad de deformación se incrementa.

- A su vez, en la relación entre la velocidad de deformación y la DRX, se consiguió que la recristalización dinámica no es alcanzada en su totalidad a velocidades de deformación altas y bajas temperaturas.
- En cuanto a la relación Temperatura – DRX, se obtuvo que las bajas temperaturas (1000 °C), dificultan el proceso de recristalización dinámica.
- Por otra parte, la velocidad de deformación tiene un importante efecto sobre el tamaño de grano recristalizado y la ubicación de núcleos de recristalización, puesto que a altas velocidades de deformación ($0,1s^{-1}$), la recristalización tiene lugar en los límites de grano y alrededor de inclusiones o precipitados anteriores, lo que es conocido como recristalización tipo collar.

En base a estos aportes, se pueden crear las condiciones o parámetros necesarios en el proceso de conformado del Nimonic 263, para obtener una resistencia elevada del material. Siendo necesario para ello, conformar el material a altas velocidades de deformación y bajas temperaturas de conformado. De esta forma se obtiene un tamaño de grano fino, con el que se aumenta la resistencia mecánica del material, producto de la obstaculización que estos le oponen al movimiento de las dislocaciones o imperfecciones que puedan presentarse en el material. En la figura 2.2, encontramos una representación gráfica de la influencia de parámetros como la temperatura y velocidad de deformación sobre el tamaño de grano y el esfuerzo al que está sometido el material.

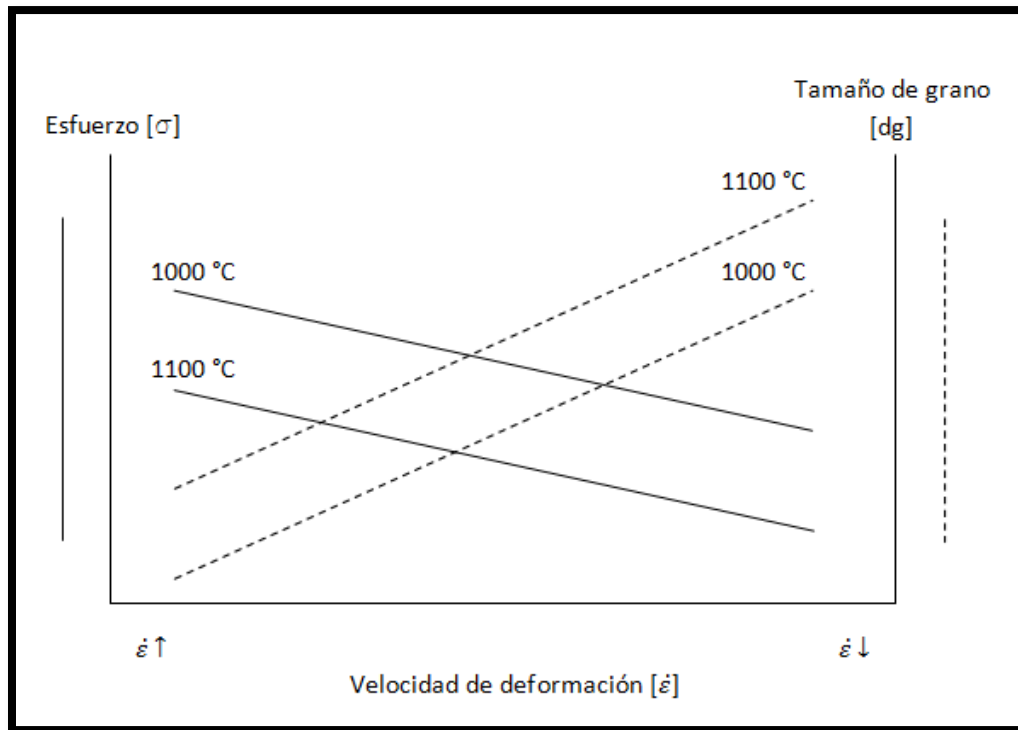


Figura 2.2 Representación gráfica de la influencia de la velocidad de deformación [$\dot{\epsilon}$] y temperatura [$^{\circ}\text{C}$] sobre el tamaño de grano y la resistencia del material.

2.2 Tratamientos térmicos

Varios tipos distintos de tratamientos térmicos pueden representar cambios en cuanto a la microestructura del material se refiere, para reforzar una aleación. Estos tratamientos son: solubilización, temple y envejecimiento, los cuales serán detallados a continuación.

2.2.1 Tratamiento térmico de Solubilización

Es necesario, como dijimos anteriormente, que el material se encuentra en una solución sólida monofásica. Para que tenga lugar esta reacción, principalmente los componentes (Ti, Al) deben de estar disueltos en la matriz para encontrar un reforzamiento óptimo de la aleación. Si estos componentes no están disueltos en el arreglo cristalográfico o se encuentran formando otro tipo de fase o precipitado, la precipitación no se realizará

correctamente, lo que implicaría una pérdida de propiedades mecánicas. Por lo tanto, para realizar una buena precipitación primero hay que tener estos componentes disueltos en la matriz, previo al tratamiento térmico de envejecimiento.

El tratamiento térmico industrial de solubilizado y envejecido para este material está descrito en la ficha técnica *Special Metal Corporation, 2008*. El primero de estos, se lleva a cabo a 1150°C durante 1,5-2,5h, seguido por un temple en agua, y posterior, un tratamiento de envejecimiento de 800°C durante 8 h y por último enfriamiento al aire.

2.2.2 Tratamiento térmico de templado.

El propósito principal posterior al tratamiento de solubilizado es conservar, a temperatura ambiente, la solución sólida sobresaturada obtenida durante el solubilizado. Este tratamiento permite un tamaño de grano más fino. Los medios más comunes para realizar el templado son polímeros, agua y aire forzado.

2.2.3 Tratamiento térmico del envejecimiento

Antes del envejecimiento la aleación se encuentra en una condición de solución sólida sobresaturada, teniendo así un estado de energía relativamente inestable. Por encontrarse en este estado, la aleación tiende a buscar un estado menor de energía.

El tratamiento térmico de precipitación, consiste en calentar la solución sólida sobresaturada a una temperatura o ciclo térmico en la que aparecen los precipitados (temperatura que se obtiene del diagrama PTT). Después de permanecer el tiempo adecuado a esta temperatura o ciclo térmico la aleación se enfría hasta temperatura ambiente en el tiempo necesario. En esta etapa es muy importante controlar el proceso para obtener una precipitación fina y homogéneamente distribuida en la matriz.

El objeto del envejecimiento es crear una dispersión densa y homogénea de finos precipitados en la matriz. Estas partículas actúan como obstáculos al movimiento de las

imperfecciones lineales (dislocaciones), induciendo así una fase endurecedora en la aleación, mejorando las propiedades mecánicas de la misma.

2.3 Mecanismo de endurecimiento de las superaleaciones

En la búsqueda de diseñar materiales que cumplan con la dureza y resistencia a la compresión, que demandan sus condiciones de trabajo, hasta la actualidad, se han desarrollado tres mecanismos de endurecimiento que logran aumentar dichas propiedades en los metales, sacrificando, en algunos casos, su ductilidad. Debido a que esta propiedad se refiere a la capacidad que tiene un material para deformarse plásticamente, la cual está directamente asociada al movimiento de las dislocaciones. El endurecimiento de un metal se logra mediante la restricción del deslizamiento de las dislocaciones bien sea lineales, helicoidales o mixtas, a través de los planos de deslizamiento. Cuando se aplica un esfuerzo superior al límite elástico las dislocaciones comienzan a moverse. En este constante movimiento sobre su plano de deslizamientos, se encontrarán con algunos obstáculos que sujete los extremos de la imperfección lineal, sin embargo el esfuerzo continuará y la dislocación se seguirá moviendo, arqueándose por el centro y creando un lazo, como se puede observar en la figura 2.3. En el momento que el lazo haga contacto con sí mismo se creará una nueva dislocación. La original se mantiene sujeta y se pueden crear lazos de dislocaciones extras. Mecanismo el cual se conoce como fuente de Frank-Read (*D. R. Askeland, 1998*). Una vez se logre restringir el movimiento de las dislocaciones, el material, en algunos casos como se dijo anteriormente, disminuye su ductilidad pero aumenta su resistencia a la compresión ya que se encuentra endurecido, lo que le permite soportar cargas o tensiones más elevadas antes de fracturarse.

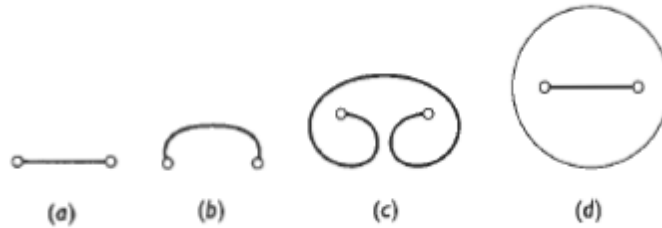


Figura 2.3 Mecanismo de generación de dislocaciones conocido como fuente de Frank-Read.

Los mecanismos de endurecimiento de las superaleaciones que permiten mejorar las propiedades mecánicas de estas, serán descritos a continuación:

2.3.1 Endurecimiento por disolución sólida

Este mecanismo está referido al endurecimiento producto de la aleación de un metal con átomos de soluto, los cuales forman una solución sólida bien sea de tipo sustitucional o intersticial, característico de una superaleación. El principio del aumento de la resistencia del metal, se debe a la distorsión que producen los átomos de soluto, en la red atómica del solvente, lo que causa la restricción del movimiento de las dislocaciones. Es natural que los átomos de soluto tiendan a segregarse en las adyacencias de las dislocaciones producto de su energía, buscando así que se reduzca la energía de deformación, de esta forma el aumento de la concentración de átomos de impureza se traduce en el aumento de dureza y resistencia a la tracción de un metal. Por ende un metal puro, es menos resistente que una aleación con el mismo metal base.

2.3.2 Endurecimiento por reducción del tamaño de grano

La relación que existe entre el tamaño de grano y el endurecimiento se presenta debido a que un gran movimiento de dislocaciones tiene lugar en los límites de grano, producto de la energía atómica asociada que estos presentan. Siendo los límites de granos a su vez los que restringen el deslizamiento o movimiento de dislocaciones por dos razones,

la primera es que cada grano tiene una orientación cristalográfica distinta, lo que conlleva a que las dislocaciones tengan que cambiar la dirección de su movimiento para deslizarse de un grano a otro, dificultando así su movimiento y en segundo lugar, el desorden atómico en los límites de grano, produce una discontinuidad en los planos de deslizamiento. Es por esto que un material con grano fino es más duro y resistente, que un material con grano grueso, puesto que el de grano fino, posee una mayor área de límite de grano, que impide el movimiento de las dislocaciones.

Es pertinente mencionar que cuando el ángulo del límite de grano formado por las orientaciones cristalográficas de dos granos vecinos, es muy grande, las dislocaciones no logran atravesar dicho límite, esto durante la deformación del material, lo que genera una concentración de dislocaciones en el plano de deslizamiento, lo cual puede activar nuevas fuentes de dislocaciones en los límites de grano.

2.3.3 Endurecimiento por deformación

Es un fenómeno en el cual un metal dúctil se hace más duro y resistente a la tracción a medida que se va deformando plásticamente, sacrificando así su ductilidad. Con el incremento de la deformación, viene el aumento de la densidad de dislocaciones, esto genera una disminución en la distancia media existente entre las dislocaciones, lo que hace que estas se sitúen más cerca. Debido a que la interacción entre dislocaciones es repulsiva, resulta que el movimiento de una dislocación es restringido por la presencia de otra, lo que ocasiona el incremento de la resistencia mecánica.

El esfuerzo requerido para el movimiento de una dislocación, normalmente incrementa durante el flujo plástico cuando la dislocación es cada vez más obstruida mediante obstáculos microestructurales (átomos de soluto, dislocaciones, precipitados y límites de grano) lo que causa el endurecimiento por deformación.

Hay un parámetro existente conocido como energía de falla de apilamiento (SFE, por sus siglas en inglés Stacking Fault Energy), que se encuentra intrínseco en el material y se puede definir como la permeabilidad de un material al movimiento de dislocaciones en

su red cristalina y además la capacidad que tiene para generarlas. Los materiales se clasifican con baja SFE y alta SFE. Los materiales con alta SFE tienen una muy eficaz restauración dinámica debido a la gran movilidad que tienen las dislocaciones dentro de la red. No de igual forma, los materiales con baja SFE, presentan un proceso de restauración poco eficaz. En estos materiales, con baja SFE, el deslizamiento cruzado está restringido y los obstáculos que se oponen al movimiento de las dislocaciones son más difíciles de pasar comparado a los materiales de alta SFE.

2.4 Mecanismos de deformación alternos

2.4.1 Fluencia (Creep)

La fluencia puede definirse como la deformación de un material sometido bajo una carga constante en un periodo de tiempo prolongado. Se da cuando el material está en servicio a muy baja velocidad de deformación y esfuerzos relativamente bajos. Durante la fluencia se generan pequeños huecos, normalmente en las fronteras de los granos. Estos huecos tienden a unirse, con el paso del tiempo, y generan grietas en el material que se pueden propagar y causar, finalmente, una fractura.

2.4.2 Deslizamiento de frontera de grano

Muchas veces a altas temperaturas y bajas velocidades de deformación se da la superplasticidad, que se conoce como la capacidad de los materiales cristalinos a tener una gran deformación plástica debido a la influencia de esfuerzos externos. El mecanismo de superplasticidad es el deslizamiento de frontera de grano. Para conseguir superplasticidad en el material se requiere que la temperatura sea suficientemente alta, las velocidades de deformación sean muy bajas y tenga un tamaño de grano fino.

2.4.3 Maclas

Un borde de macla es un plano que separa dos partes de un grano que tienen una pequeña diferencia en la orientación cristalográfica. Estas ambas partes parecen formar una imagen espejo en el plano del borde de la macla. Se producen durante el crecimiento del cristal y durante la deformación. Los bordes de macla interfieren con el proceso de deslizamiento de las dislocaciones incrementando la resistencia del material. Los bordes de granos de alta energía son más efectivos para bloquear dislocaciones que las fallas de apilamiento o los bordes de macla.

2.5 Evolución de la Microestructura

La energía almacenada debido a las dislocaciones acumuladas durante la deformación se reduce generalmente por tres procesos: la recuperación, recristalización y crecimiento de grano (*R. D. DOHERTY et al., 1997*). La aniquilación y reordenamiento de las dislocaciones se produce durante el proceso de recuperación. La recristalización consiste en la formación de nuevos granos que están libres de dislocaciones y el crecimiento de ellos a expensas de los viejos granos deformados, dejando una nueva microestructura con baja densidad de dislocaciones. El último paso es el crecimiento del grano, cuando los granos crecen la zona de límite de grano se reduce. La recristalización puede tener lugar durante y después de la deformación. La recristalización dinámica se lleva a cabo paralelo con la deformación, mientras que después de la deformación tiene lugar la recristalización estática.

2.5.1 Restauración

En la restauración se llevan a cabo procesos como la recuperación, recristalización y eventualmente crecimiento de grano, que se constituyen debido a cambios microestructurales, que están definidos en base a un conjunto de mecanismos y a una fuerza impulsora que viene dada por la energía almacenada producto de la deformación, la energía superficial o la energía de frontera de grano. La forma y/o el orden en que se presenten la

fuerza impulsora y estos mecanismos son los que marcan la diferencia en dicho proceso de restauración.

2.5.1.1 Recuperación

La recuperación del material es un proceso que ocurre antes de la recristalización y se debe principalmente a los cambios en la estructura de dislocación. Incluye todos los procesos de liberación de energía almacenada que no requieren el movimiento de un límite de grano de ángulo elevado. Durante la recuperación, las dislocaciones se reordenan en configuraciones de menor energía.

2.5.1.1.1 Cambios estructurales durante la recuperación

Los cambios estructurales que toman lugar durante la recuperación, se describen a continuación (*Lara. A, 2013*):

- Reordenamiento de dislocaciones en estructuras celulares (para materiales con alta energía de falla de apilamiento y la mayoría de los metales deformados en caliente, esto ocurre simultáneamente con la deformación).
- Eliminación de dislocaciones libres dentro de las celdas.
- Colapso del conjunto de dislocaciones cerca de las fronteras de los subgranos, principalmente por la eliminación de las dislocaciones redundantes y el acomodamiento de otras dislocaciones.
- Crecimiento de subgrano. Durante un recocido continuo, teóricamente, se produce un incremento en el tamaño del subgrano debido a que esto lleva a una reducción de la energía interna.

En la figura 2.4 se muestra de manera representativa el cambio estructural durante la recuperación.

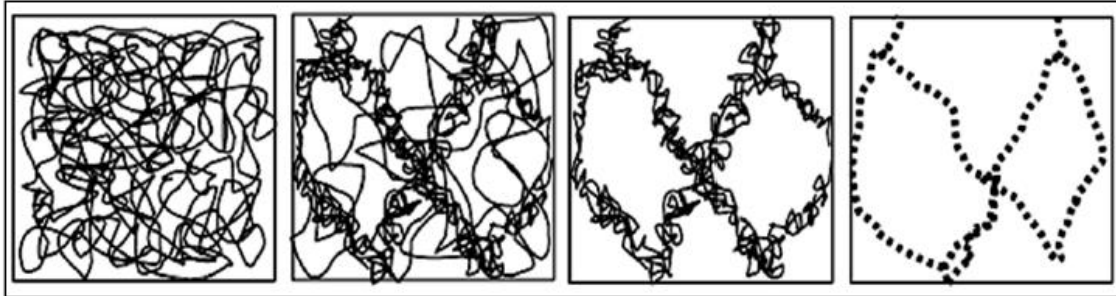


Figura 2.4 Cambio en la estructura de las dislocaciones durante la recuperación.

2.5.1.1.2 Recuperación dinámica

La recuperación dinámica es el mismo mecanismo metalúrgico que la recuperación estática (reordenación de dislocaciones o poligonización) pero se da al mismo tiempo que se deforma plásticamente. Por lo tanto, se da en procesos de conformado en caliente como por ejemplo la forja. Tanto la recuperación estática como dinámica es el paso previo a la recristalización.

2.5.1.1.3 Recuperación estática

Por no llevarse a cabo durante el proceso de deformación del material, los cambios microestructurales son pequeños con respecto a los producidos en la recuperación dinámica. No obstante, de igual forma esto se traduce en una recuperación extra que incluye reordenamiento de dislocaciones y crecimiento de subgranos, pudiendo así presentarse un ablandamiento durante el recocido.

2.5.1.2 Recristalización

La definición de recristalización es "la formación de una nueva estructura de grano en un material deformado, por la formación y la migración de los límites de grano de ángulo elevado impulsadas por la energía almacenada producto de la deformación" *Doherty. R. D., 1997*. En consecuencia, la recristalización es el proceso que tiene lugar cuando los nuevos granos libres de dislocaciones se forman a expensas de los viejos granos deformados, dejando una nueva microestructura con baja densidad de dislocaciones.

2.5.1.2.1 Recristalización Dinámica (DRX)

Si se produce la recristalización dinámica, el esfuerzo de fluencia alcanza un valor pico, seguido por un flujo de tensión menor en estado estacionario. La recristalización dinámica es promovida por bajas velocidades de deformación y altas temperaturas. Si la velocidad de deformación es lo suficientemente baja los valores del esfuerzo durante la fluencia del material no alcanzan un estado estacionario después del pico, pero oscila alrededor de un determinado valor debido a los ciclos sucesivos de recristalización que ocurren simultáneamente con la deformación.

La recristalización no es un cambio de fase, simplemente es el reordenamiento de los átomos a través de la difusión, esto con el fin de formar agrupaciones cristalinas con menor densidad de dislocaciones que las observadas en el estado inicial. Ver figura 2.5.

Lo que difiere entre estos dos modos de recristalización dinámica es el mecanismo de nucleación. En el caso de un único pico, la nucleación se produce esencialmente a lo largo de los límites de grano existentes. El crecimiento de cada grano se detiene por la deformación concurrente. En el caso de múltiples picos, el crecimiento de cada grano nuevo se termina por el choque de límites y no por la deformación concurrente *Lenard. J. G, 1999*.

Para que la recristalización dinámica tenga lugar, una deformación crítica tiene que ser alcanzada. Alguna baja fracción de recristalización tiene lugar antes de alcanzar este valor de deformación crítico, asociado al pico en los valores de esfuerzos, en la curva de fluencia. Por lo tanto, la deformación pico en la curva de esfuerzo-deformación, figura 2.6,

es siempre mayor que la deformación crítica requerida para iniciar la recrystalización dinámica.

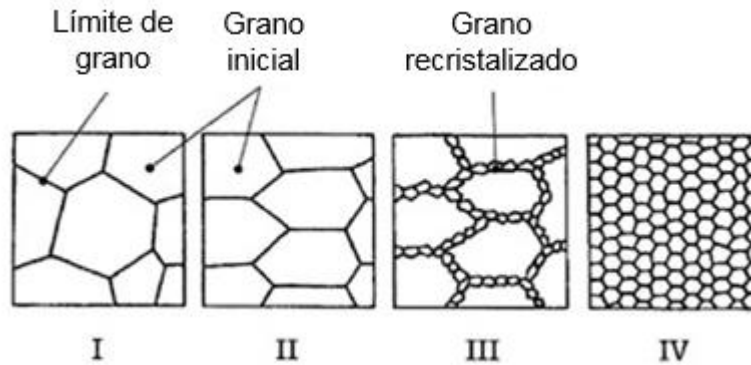


Figura 2.5 Evolución de la microestructura durante la recrystalización dinámica.

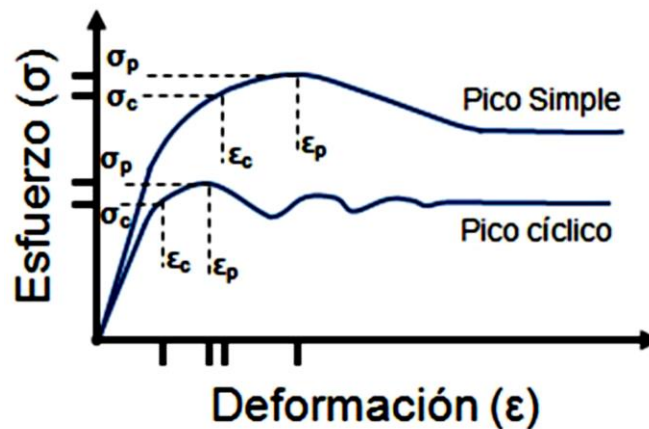


Figura 2.6. Curvas de esfuerzo-deformación en condición de deformación en caliente. Recrystalización dinámica de pico simple y múltiple.

2.5.1.2.2 Recrystalización Estática (SRX)

La recrystalización estática se produce después de una deformación por debajo de la deformación crítica y sigue las dos etapas comunes de recrystalización, un cierto tiempo después que la deformación ha sido aplicada: nucleación y crecimiento de nuevos granos. La recrystalización completa se produce cuando los granos endurecidos han sido

reemplazados totalmente por los granos equiaxiales. La recristalización estática depende del tiempo, desde que se produce después de la deformación del material. Su cinética se puede simular por la ley Avrami:

$$X = 1 - \exp(kt^n)$$

Donde X es la fracción recristalizada, t es el tiempo y k y n son dos constantes características de la cinética. La recristalización estática requiere un tiempo de incubación para renovar la microestructura. Los principales parámetros que rigen la recristalización estática son la temperatura, deformación previa y la velocidad de deformación.

Cuando el material es deformado plásticamente, una gran cantidad de energía se almacena dentro de la microestructura, así la cinética de recristalización estática es acelerada para la nucleación y el crecimiento de nuevos granos. Por lo tanto, a mayor deformación, más granos son nucleados y el tamaño de grano final es menor. Cuando la temperatura es alta, el endurecimiento al final de la deformación es bajo y por lo que hay menos sitios de nucleación y el tamaño de grano resultante es mayor. Por lo tanto, la temperatura tiende a acelerar la cinética de recristalización estática. El impacto de la velocidad de deformación sobre la cinética de recristalización estática es más pequeño que los otros parámetros. Sin embargo, una velocidad de deformación más alta implica una cinética más rápida. Este fenómeno es la consecuencia de un mayor endurecimiento.

2.5.1.3 Crecimiento de grano

Posterior a la recristalización, el crecimiento de grano es impulsado por la energía superficial de la frontera de grano y esta fuerza impulsora es menor, alrededor de dos órdenes de magnitud que la de recristalización.

El crecimiento de grano puede presentarse en dos maneras: normal y anormal. En el normal el principal mecanismo es la pérdida de los granos más pequeños, manteniendo una distribución de tamaño de grano casi constante. En la anormal el crecimiento de grano se produce en pocos granos y el resto permanece más fino. Factores como el tamaño de la

muestra, temperatura y la microestructura inicial afectan el crecimiento del tamaño de grano *Lara. A, 2013*.

2.6 Curva de fluencia

Los ensayos de compresión axial en caliente son ensayos de laboratorio que permiten observar cómo se comporta el material. Permiten simular procesos industriales como por ejemplo la forja, la laminación, la extrusión. Con estos ensayos se grafica el comportamiento del material mediante las curvas de fluencia, donde se representa en el eje Y la tensión verdadera y en el eje X la deformación verdadera.

En una curva de fluencia, como la mostrada en la figura 2.6, se pueden observar tres etapas: etapa de endurecimiento y restauración dinámica, etapa de transición donde hay una caída de la tensión debido a la recristalización dinámica, y etapa de saturación. La etapa de transición puede ser de pico simple o pico múltiple y depende de las condiciones de deformación y del material. En algunos materiales no se observa caída de tensión y se dice que la curva presenta sólo dos etapas y no presenta transición. La etapa de saturación se debe a un estado de equilibrio dinámico entre la cinética de nucleación y crecimiento de grano y la cinética de endurecimiento y restauración.

CAPITULO III

MARCO METODOLÓGICO

Con la ejecución del siguiente capítulo, se pretende describir el proceso experimental que se siguió para el desarrollo del presente trabajo de investigación, en él se detallan, los procesos de cada uno de los ensayos correspondiente a las rutas de estudio planteadas y los estudios realizados para la caracterización y el estudio de la cinética de precipitación correspondiente a la superaleación de estudio, NIMONIC 263.

Es pertinente mencionar que dicho proceso experimental, tuvo lugar en el Departament de Ciència dels Materials i Enginyeria Metal·lúrgica (CMEM) de la Universitat Politècnica de Catalunya (UPC) y en el Centre Tecnològic de Manresa (CTM), en la ciudad de Barcelona – España, allí fueron realizados los ensayos y estudios correspondientes a la presente investigación.

3.1 Análisis Semicuantitativo por Fluorescencia de rayos X

La fluorescencia de RAYOS X (FRX) es una técnica espectroscópica que utiliza la emisión secundaria o fluorescente de radiación X generada al excitar una muestra con una fuente de radiación ionizante, esta radiación incidente o primaria expulsa electrones de capas interiores del átomo. Los electrones de capas más externas ocupan los lugares vacantes, y el exceso energético resultante de esta transición se disipa en forma de fotones, radiación X fluorescente o secundaria, con una longitud de onda característica que depende del gradiente energético entre los orbitales electrónicos implicados, y una intensidad directamente relacionada con la concentración del elemento en la muestra.

En la presente investigación se utilizó un equipo portátil X-MET 3000TX, para realizar las determinaciones *In situ* y de esta forma tener una primera aproximación de los elementos que conforman los distintos sistemas de aleación aquí evaluados, en la figura 3.1 se puede apreciar el equipo, es importante señalar que el equipo es calibrado

constantemente por medio de un patrón de Cobre (Cu), como puede observarse en la Fig.3.2 adicionalmente el intervalo de energía de trabajo fue 2,04 -31,68 eV.



Figura 3.1 Equipo X-MET 3000TX



Figura 3.2 Operación de Calibración

3.2 Condiciones de ensayo de deformación

En términos generales en cada ruta termomecánica se ejecutaron los ensayos bajo las siguientes condiciones de temperatura y velocidad de deformación (Tabla 3.1), fijando una deformación máxima a velocidad de deformación constante, común en la generación de las tres microestructuras que se desean obtener.

Tabla 3.1 Parámetros de Deformación.

Temperatura	Velocidad de Deformación	Deformación Máxima
1000 ° C	$\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$	$\epsilon = 0,8$
1100 ° C	$\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$	$\epsilon = 0,8$
1100 ° C	$\dot{\epsilon} = 0,001 \text{ s}^{-1}$	$\epsilon = 0,8$

3.3 Identificación de Especímenes o probetas

Partiendo de los diferentes procesos de estudio, modelados en la presente investigación, las probetas fueron provistas de identificadores, que facilitarán la determinación de las condiciones de ensayo particulares de cada proceso, en ellas se señala la ruta termomecánica seguida, al igual que la temperatura y las velocidades de deformación empleadas para el ensayo de la muestra, el cual simula el proceso de conformado de la superaleación.

Las siglas del identificador describen los procesos y tratamientos térmicos, siendo F^I, F^{NI}, T, S, E, H, A, Ve^R y Ve^L las siglas correspondientes a forja isotérmica, forja no isotérmica, temple, solubilización, envejecimiento, enfriamiento en el horno, enfriamiento al aire, velocidad de enfriamiento rápida y velocidad de enfriamiento lenta, respectivamente. Seguidamente, el superíndice define la velocidad de deformación en s^{-1} y el subíndice, la temperatura de deformación en °C. Las siglas TG/D/MEB hacen referencia a estudios de tamaño de grano, dureza y microscopía electrónica de barrido, respectivamente para cada condición en la que se encuentran. Como es posible observar en la tabla 3.2.

Tabla 3.2 Identificadores de las diferentes Probetas de Estudio

Identificador de Probeta	Tratamiento Termomecánico.				
	Forja		Solubilización		Envejecimiento
$F^I T_{1100}^{0,001}$	x	TG/D			
$F^I T_{1100}^{0,1}$	x	TG/D			
$F^I T_{1000}^{0,1}$	x	TG/D			
$F^I TST_{1100}^{0,001}$	x	x	TG/D		
$F^I TST_{1100}^{0,1}$	x	x	TG/D		
$F^I TST_{1000}^{0,1}$	x	x	TG/D		
$F^I TS TEA_{1100}^{0,001}$	x	x		x	TG/D
$F^I TS TEA_{1100}^{0,1}$	x	x		x	TG/D
$F^I TS TEA_{1000}^{0,1}$	x	x		x	TG/D
$F^I EA_{1100}^{0,001}$	x			x	TG/D/MEB
$F^I EA_{1100}^{0,1}$	x			x	TG/D/MEB
$F^I EA_{1000}^{0,1}$	x			x	TG/D/MEB
$F^I TEA_{1100}^{0,001}$	x			x	TG/D/MEB
$F^I TEA_{1100}^{0,1}$	x			x	TG/D/MEB
$F^I TEA_{1000}^{0,1}$	x			x	TG/D/MEB
$F^{NI} HEA_{1100}^{0,001}$	x			x	TG/D/MEB
$F^{NI} HEA_{1100}^{0,1}$	x			x	TG/D/MEB
$F^{NI} HEA_{1000}^{0,1}$	x			x	TG/D/MEB
$F^{NI} Ve^L EA_{1100}^{0,001}$	x			x	TG/D
$F^{NI} Ve^L EA_{1100}^{0,1}$	x			x	TG/D/MEB
$F^{NI} Ve^L EA_{1000}^{0,1}$	x			x	TG/D
$F^{NI} Ve^R EA_{1000}^{0,1}$	x			x	TG/D
$F^{NI} Ve^R EA_{1100}^{0,1}$	x			x	TG/D

3.4 Mecanizado

El mecanizado de las probetas de ensayo fue realizado en el Centro Tecnológico de Manresa (CTM), haciendo uso de una máquina de electroerosión por hilo, modelo ONA AX3 (figura 3.3), capaz de realizar cortes en materiales con durezas elevadas, como es el caso de la superaleación de estudio, Nimonic 263. Se trata de una máquina de bancada fija, la cual proporciona un trabajo de máxima precisión en modo de corte sumergido, la cual posee un alto grado de automatización, puesto que dispone de un CNC de la tecnología más avanzada con operatoria tipo Windows.



Figura 3.3 Máquina de Electroerosión por hilo ONA AX3

3.5 Rutas Termomecánicas

Una ruta termomecánica describe los procesos y tratamientos térmicos empleados para el proceso de conformado del material, en ella es necesario señalar las temperaturas y los tiempos de exposición del material a las mismas. A continuación se detallará cada uno de los procesos termomecánicos utilizados para el conformado del material, desarrollando las vías alternas propuestas en la presente investigación.

3.5.1 Primer proceso termomecánico alternativo (F¹TSTEA)

El primer proceso termomecánico alternativo, consiste en calentar el material hasta la temperatura de deformación, en este punto el material se comprime uniaxialmente a cierta velocidad de deformación, dando lugar a la forja isotérmica. Luego de esto, el material se enfría hasta la temperatura ambiente, aplicándole un temple, por medio de agua, pudiendo con esto, retener las propiedades que el material obtuvo a temperaturas elevadas. Seguidamente se da paso a un recalentamiento en el horno, para alcanzar la temperatura de solubilización, con el fin de llevar a un estado monofásico el material. Una vez culminado el proceso de solubilización, se temple nuevamente el material hasta la temperatura ambiente a objeto de retener las propiedades adquiridas anteriormente. Seguidamente, la probeta es recalentada por segunda vez, hasta una temperatura moderada por debajo de la línea solvus, induciendo la precipitación de partículas semi-coherentes que le servirán de refuerzo a la matriz y así poder mejorar las propiedades mecánica, lo que es conocido como envejecimiento. Finalmente, el proceso de conformado de esta primera ruta, culmina dejando enfriar el material en el aire hasta temperatura ambiente.

En este proceso termomecánico, como se puede observar en las figuras 3.4 y 3.5, se variarán las condiciones modificando las temperaturas y velocidades de deformación, buscando con esto obtener microestructuras propias de cada condición y así poder comparar resultados que nos permitan caracterizar la superaleación. En la 1era figura se puede observar la ruta termomecánica de las que tiene como parámetro la velocidad de deformación de $\dot{\epsilon} = 0.001s^{-1}$. Y en la segunda figura la ruta termomecánica correspondiente a la que tiene como $\dot{\epsilon} = 0.1s^{-1}$ y $\dot{\epsilon} = 0.001s^{-1}$ como parámetro de velocidad de deformación.

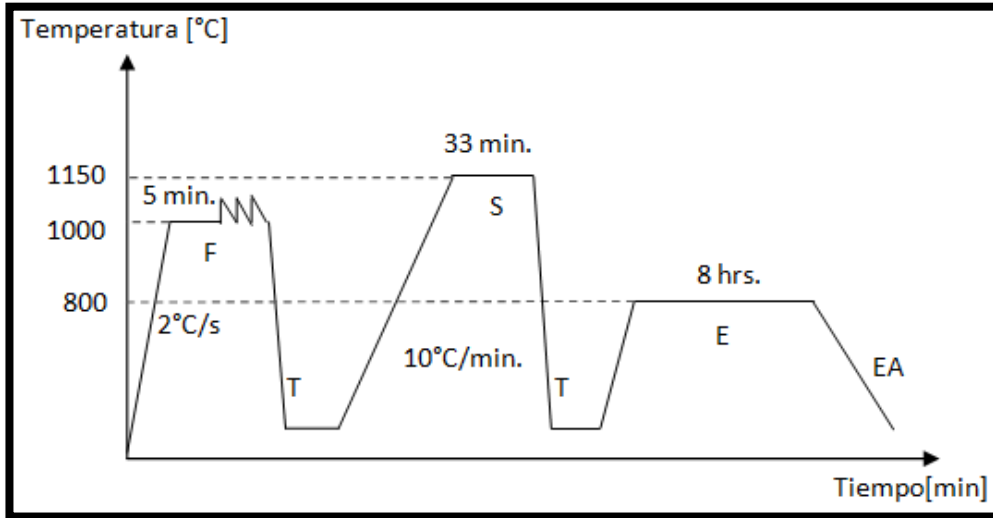


Figura 3.4 Primer proceso termomecánico alternativo con temperatura de deformación de 1000°C y $\dot{\epsilon} = 0.001s^{-1}$.

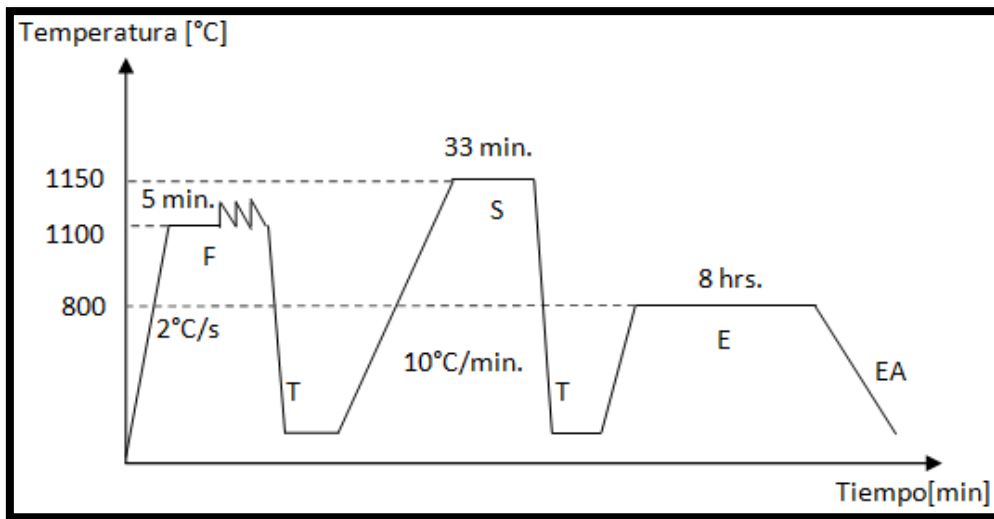


Figura 3.5 Primer proceso termomecánico alternativo con temperatura de deformación de 1100°C y velocidades de deformación de $\dot{\epsilon} = 0.1s^{-1}$ y $\dot{\epsilon} = 0.001s^{-1}$.

3.5.2 Segundo proceso termomecánico alternativo (F¹EA)

Este proceso consiste en forjar y envejecer directamente la pieza, esto quiere decir, que se calienta el material hasta la temperatura de deformación, dicho calentamiento se divide en dos etapas para llegar a la temperatura de deformación de 1000°C, se programa primero una rampa de calentamiento hasta 800°C y subsecuente a esto, una segunda rampa

de calentamiento hasta alcanzar los 1000°C. La finalidad de estas dos rampas es ayudar al horno a alcanzar la temperatura con un menor esfuerzo. De igual manera se programan dos rampas para alcanzar la temperatura de 1100°C, en este caso la primera alcanzará 900°C. Una vez alcanzada la temperatura de forja, se mantiene por 5 minutos, buscando eliminar los posibles gradientes de temperatura que podrían existir desde la superficie hasta el núcleo, para posteriormente inducir la forja isotérmica. En este proceso, no se realizara temple alguno, se variará la temperatura desde la temperatura de forja hasta la temperatura propia del proceso de envejecimiento, por ende, se produce la precipitación y recristalización estática.

Esto con el fin de cesar con los tratamientos bruscos de recalentamiento y templado, pudiendo así evaluar las propiedades mecánicas obtenidas. En las siguientes figuras 3.6 y 3.7, podemos observar la ruta termomecánica propuesta para las diferentes condiciones. Vale destacar que el tiempo necesario para que ocurra la simulación de la forja, varía dependiendo de la $\dot{\epsilon}$. Para una $\dot{\epsilon} = 0.1s^{-1}$, el $t = 8$ s, para $\dot{\epsilon} = 0.001s^{-1}$, el $t = 800$ s.

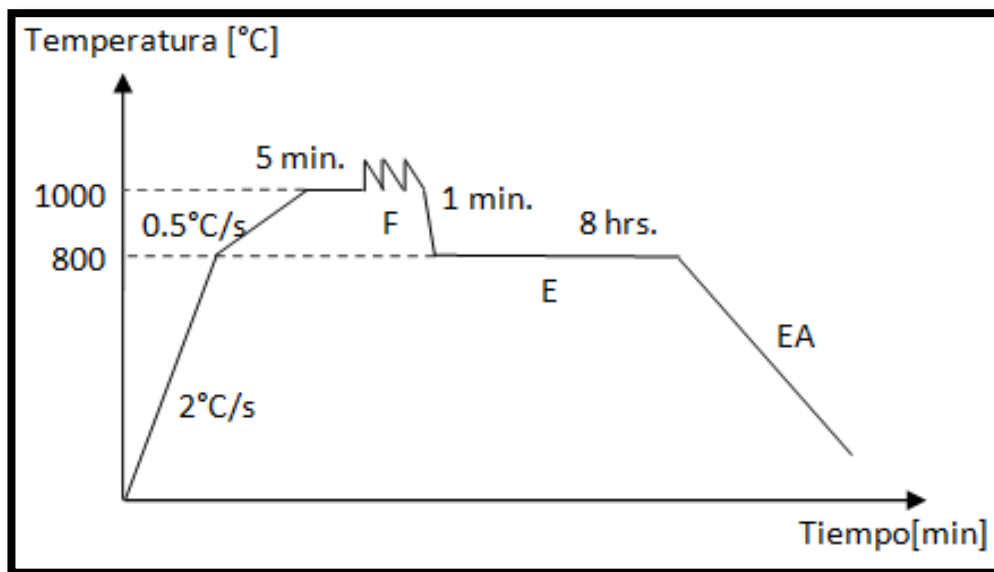


Figura 3.6 Segunda ruta termomecánica alternativa con temperatura de deformación a 1000°C y $\dot{\epsilon} = 0.001s^{-1}$.

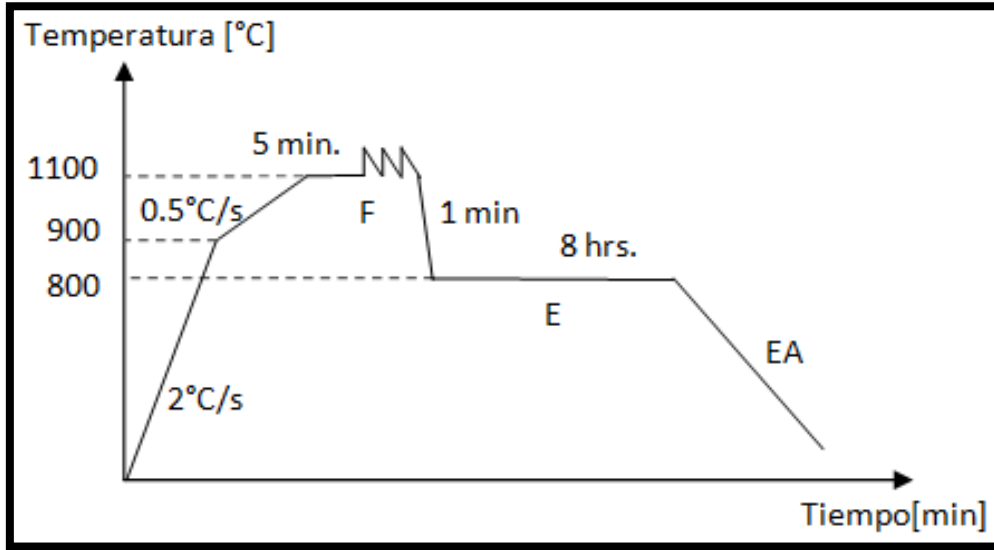


Figura 3.7 Segunda ruta termomecánica alternativa con temperatura de deformación a 1100°C y velocidades de deformación de $\dot{\epsilon} = 0.1s^{-1}$ y $\dot{\epsilon} = 0.001s^{-1}$.

3.5.3 Tercer proceso termomecánico alternativo (F¹TEA)

En este tercer proceso termomecánico alternativo, se realiza una deformación del material a la temperatura correspondiente de la forja (forja isotérmica), durante un período de tiempo que depende directamente de la velocidad de deformación y luego, a diferencia del proceso anteriormente descrito, se realizó un temple, buscando retener las propiedades obtenidas gracias a la recristalización dinámica. Posteriormente se recalienta el material hasta la temperatura de envejecimiento, induciendo así la precipitación por un período de tiempo de 8h para finalmente dejar enfriar al aire la probeta ensayada.

En dicho proceso de igual manera, se variaron las temperaturas y velocidades de deformación, cómo es posible observar en las figuras 3.8 y 3.9, en busca de obtener estructuras internas del material propias de cada condición de ensayo.

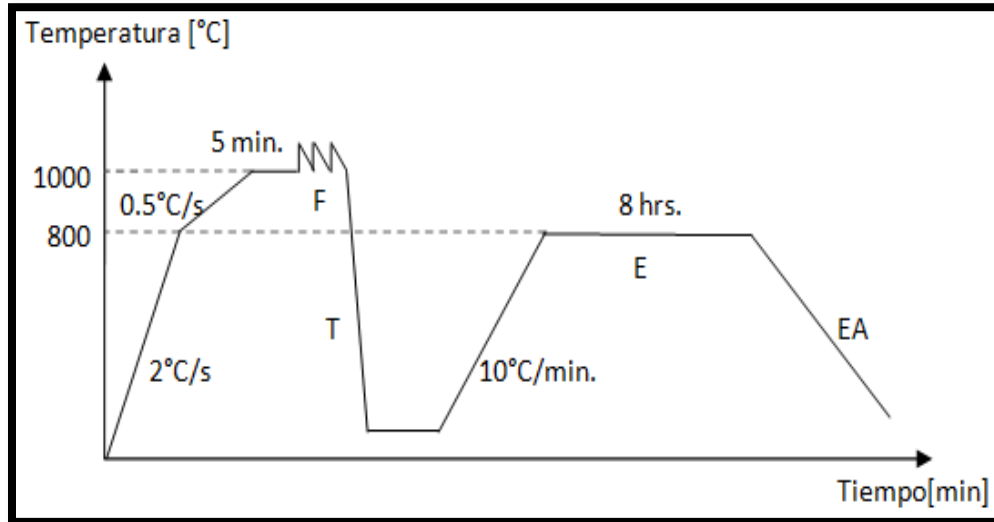


Figura 3.8 Tercera ruta termomecánica alternativa con temperatura de deformación a 1000°C y $\dot{\epsilon} = 0.001s^{-1}$.

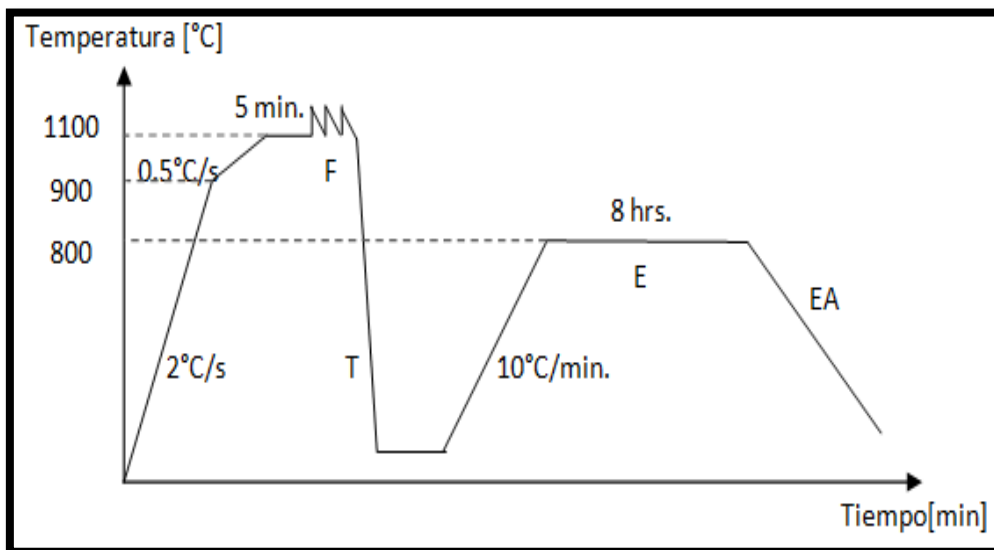


Figura 3.9 Tercera ruta termomecánica alternativa con temperatura de deformación a 1100°C y velocidades de deformación de $\dot{\epsilon} = 0.1s^{-1}$ y $\dot{\epsilon} = 0.001s^{-1}$.

3.5.4 Cuarto proceso termomecánico alternativo (F^{NI}HEA)

En el cuarto proceso, a diferencia de los tres métodos anteriores, se realiza el proceso de compresión a medida que ocurre la transición de la temperatura (forja no isotérmica), desde la temperatura de forja hasta la temperatura ambiente, con la particularidad de que el enfriamiento ocurre dentro del horno. Posterior a este proceso de

conformado se realiza el envejecimiento, tratamiento térmico común para las 6 diferentes rutas, puesto que es el encargado de inducir la precipitación.

En las figuras 3.10 y 3.11 se puede observar lo descrito previamente, viendo que la línea en forma de zigzag no se mantiene a una sola temperatura.

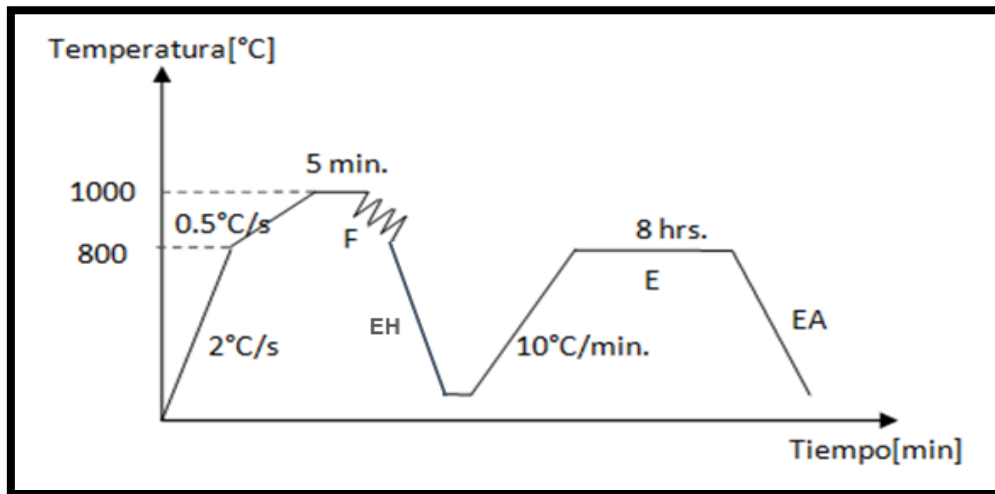


Figura 3.10 Cuarta ruta termomecánica alternativa. La muestra se comenzó a deformarse a los 1000°C. El tiempo que tarda en deformar, a medida que enfría hasta temperatura ambiente, depende de la $\dot{\epsilon} = 0.001s^{-1}$ tardando en total 800s.

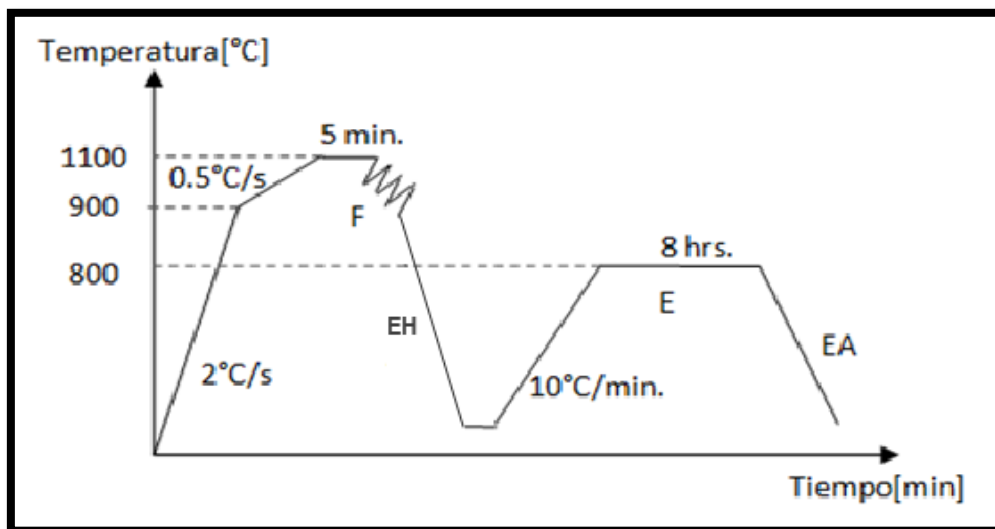


Figura 3.11 Cuarta ruta termomecánica alternativa. La muestra comenzó a deformarse a los 1100°C. El tiempo que tarda en deformar, a medida que enfría hasta temperatura ambiente, depende de la $\dot{\epsilon}$. Para una velocidad de deformación de $\dot{\epsilon} = 0.1s^{-1}$, el $t = 8s$ y para $\dot{\epsilon} = 0.001s^{-1}$ tarda 800s.

3.5.5 Quinto proceso termomecánico alternativo ($F^{NI}Ve^L EA$)

Este método tiene su peculiaridad, puesto que después de calentar el material hasta la temperatura de forja, se apaga el horno y a medida que desciende la temperatura, se realiza una forja no isotérmica del material hasta alcanzar la deformación máxima de 0.8 (al igual que en todos las rutas termomecánicas), dejándolo enfriar hasta que alcance la temperatura de envejecimiento. Temperatura a la cual, se deja por un período de tiempo de 8 horas, propiciando también la recristalización estática, luego de que este tiempo se cumple, se deja enfriar al aire hasta alcanzar la temperatura ambiente figuras 3.12 y 3.13.

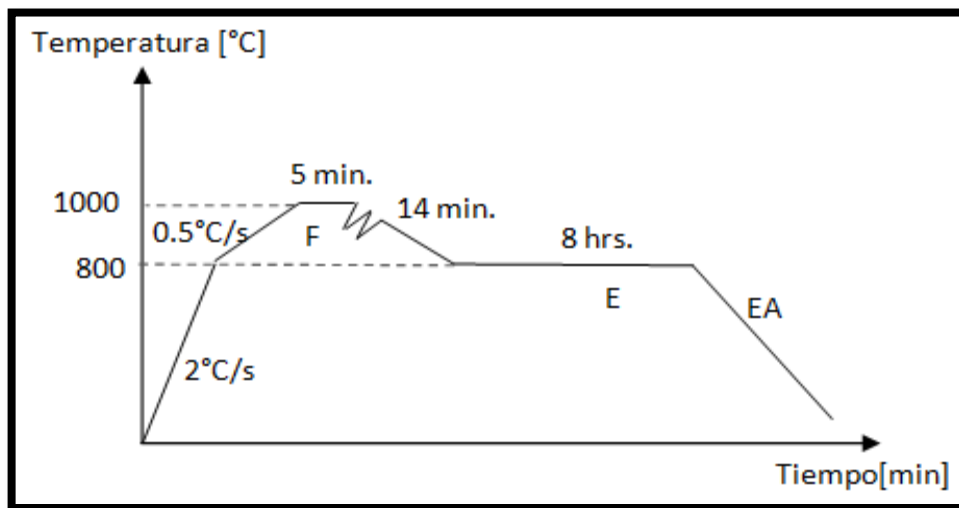


Figura 3.12 Quinta ruta termomecánica alternativa. La muestra se comienza a deformar a los 1000°C con una velocidad de deformación de 0.001s^{-1} . El enfriamiento hasta los 800°C , transcurre en catorce minutos. El tiempo que tarda la deformación, a medida que ocurre el enfriamiento hasta la temperatura de envejecimiento, depende de la $\dot{\epsilon}$.

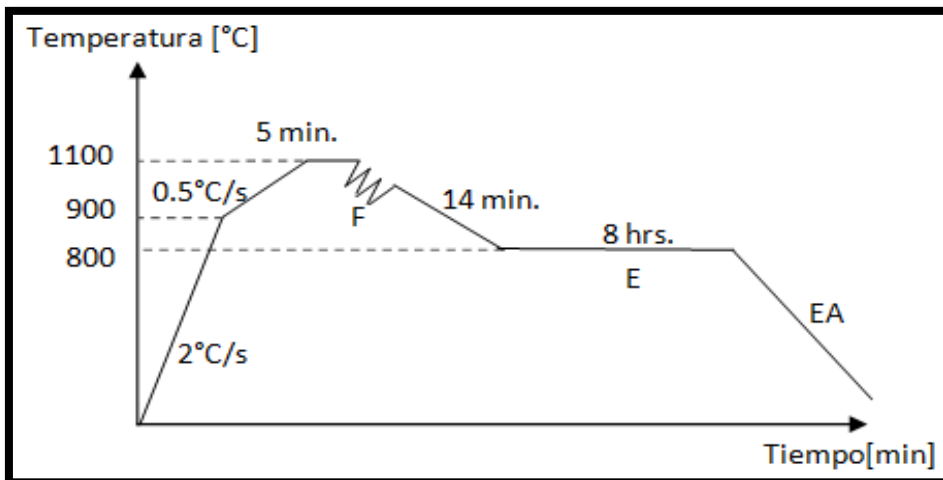


Figura 3.13 Quinta ruta termomecánica alternativa. La muestra comienza a deformar a los 1100°C , variando para esta misma ruta las velocidades de deformación, que comprenden una $\dot{\epsilon} = 0.1\text{s}^{-1}$ y otra $\dot{\epsilon} = 0.001\text{s}^{-1}$.

3.5.6 Sexto proceso termomecánico alternativo (F^{NI}Ve^{REA})

El sexto y último proceso desarrollado en este trabajo, es similar al quinto proceso, en el que se deforma la muestra en paralelo con el descenso de la de temperatura y se lleva directamente a la temperatura de envejecimiento. Esto se lleva a cabo durante el enfriamiento, el cual transcurre en un minuto.

Vale destacar que en este sexto proceso no se lleva a cabo el ensayo con velocidad de deformación de $1 \times 10^{-3} s^{-1}$, puesto que el tiempo en que transcurre la rampa de enfriamiento, desde la temperatura en que inicia la forja hasta la temperatura de envejecimiento, es mucho menor al tiempo requerido, para que ocurra la deformación a dicha velocidad de deformación. Las siguientes figuras 3.14 y 3.15 describen las rutas correspondientes a los parámetros previamente establecidos.

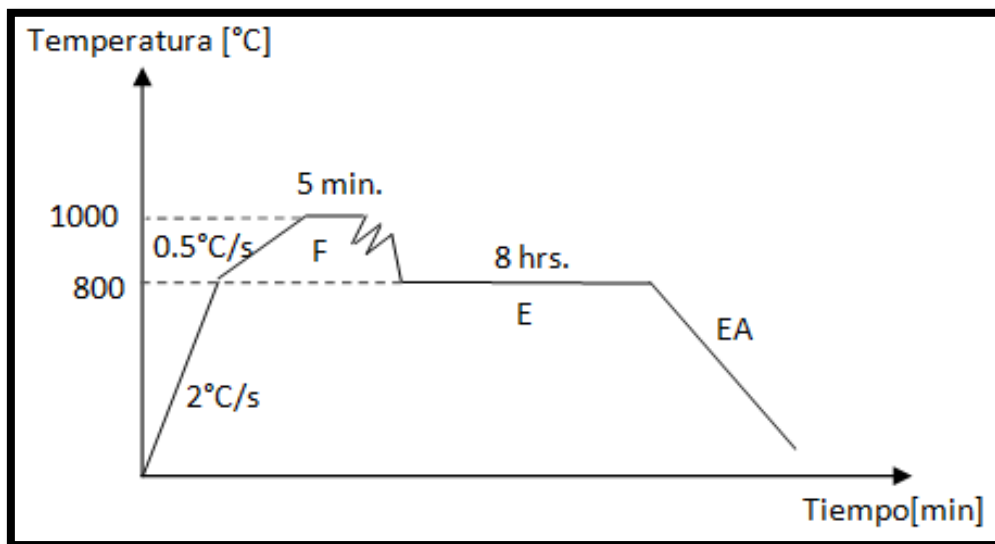


Figura 3.14 Sexta ruta termomecánica alternativa. La muestra comenzara a deformar a los 1000°C. El tiempo que tarda en deformar a medida que enfría depende de la $\dot{\epsilon}$.

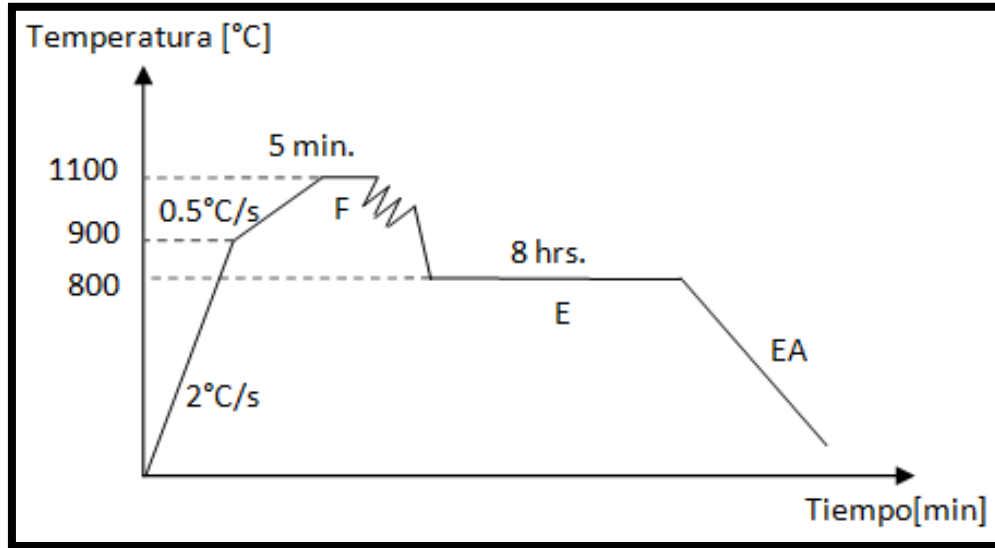


Figura 3.15 Sexta ruta termomecánica alternativa. La muestra comenzara a deformar a los 1100°C. El tiempo que tarda en deformar a medida que enfría depende de la $\dot{\epsilon}$.

Es importante acotar, que luego de la aplicación de cada proceso de conformado planteado, las probetas son sometidas a estudios de dureza y análisis metalográfico, mediante análisis por MO, MEB y microindentación. Estudios que nos permiten caracterizar el material según la ruta termomecánica al que fue sometido, pudiendo así obtener valores que luego nos sirva para realizar los análisis de resultados respectivos.

3.6 ASTM E9-89a ensayo de compresión axial simétrica

Para realizar ensayos en la maquina Instron el manual de procedimiento de ensayo recomienda, que la relación Longitud/Diámetro debe ser 1.5, buscando con esto disminuir el área de contacto entre las mordazas y la probeta de ensayo. En el presente estudio las probetas de ensayos que hemos estudiado no la cumplen, puesto que la relación que presentan es de 2.

Aun así la Norma de ensayos de Compresión ASTM E9-89a que especifica la geometría y relación de Longitud/Diámetro de la probeta, dicta que son la geometría cilíndrica y cubica las utilizadas regularmente, por otra parte establece que los extremos de

la probeta deben ser planos y paralelos entre sí, con una perpendicularidad máxima de 3° con respecto a los laterales de la misma.

Puesto que el ensayo de compresión depende sensiblemente de las fuerzas de fricción, la geometría más adecuada es la cilíndrica debido a su menor área de contacto entre la mordaza y la cara plana de la probeta.

En cuanto a la relación de diámetro longitud, a pesar de las recomendaciones particulares que sugiere el manual de la máquina, la norma ASTM E9-89a que regula esta metodología, establece que la altura del espécimen de ensayo, debe ser menor o igual a tres veces su diámetro. Especificando que las probetas con relación longitud/diámetro de 1.5 y 2 son las que mejor se adaptan a los ensayos de compresión particulares de materiales con elevadas resistencia.

3.7 Solubilización

3.7.1 Horno Tubular de alta Temperatura Hobersal, modelo ST-16

Las probetas utilizadas para los diferentes ensayos, fueron solubilizadas en el Horno Tubular de alta Temperatura Hobersal, modelo ST-16 (Figura 3.16), buscando con esto homogenizar las probetas utilizadas para la simulación de los diferentes procesos termomecánicos planteados. Dicho horno es capaz de alcanzar una temperatura máxima de 1600 °C, a su vez dispone de un controlador de calentamiento y un programador de rampas de temperaturas WEST 6400, con un sistema integrado de enfriamiento por agua y una bombona de gas inerte (argón), en caso de que se requiera una atmosfera protectora, para la protección de las mordazas de ensayo, esto cuando se requiere de ensayos a elevadas temperatura, como es el caso de los ensayos realizados en el presente estudio de investigación.

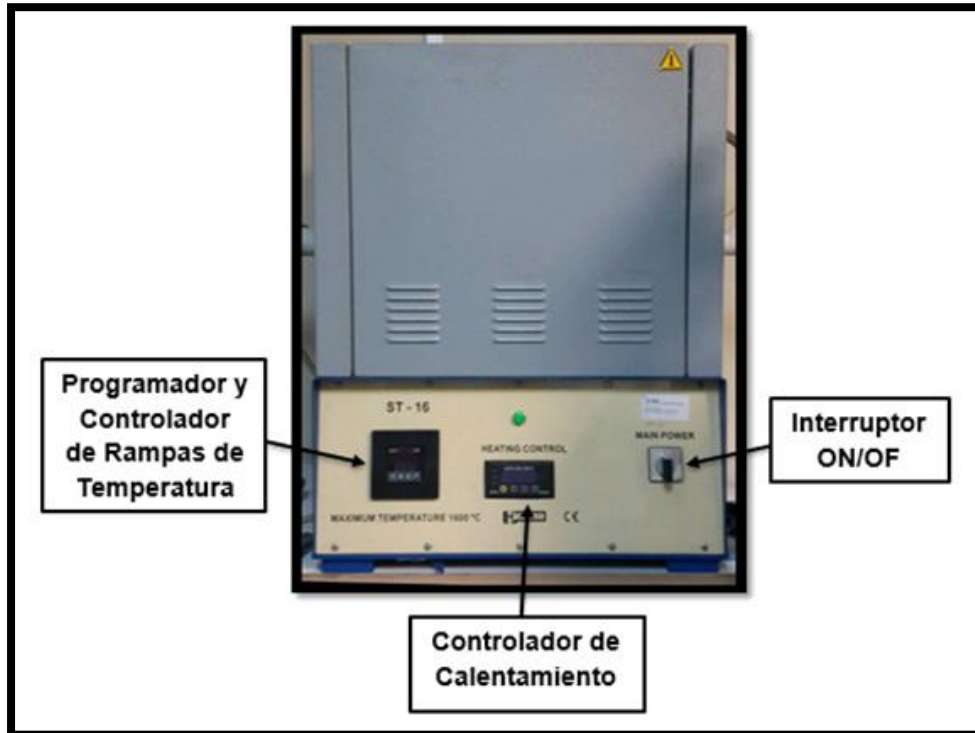


Figura 3.16 Horno Tubular de alta Temperatura Hobersal, modelo ST-16

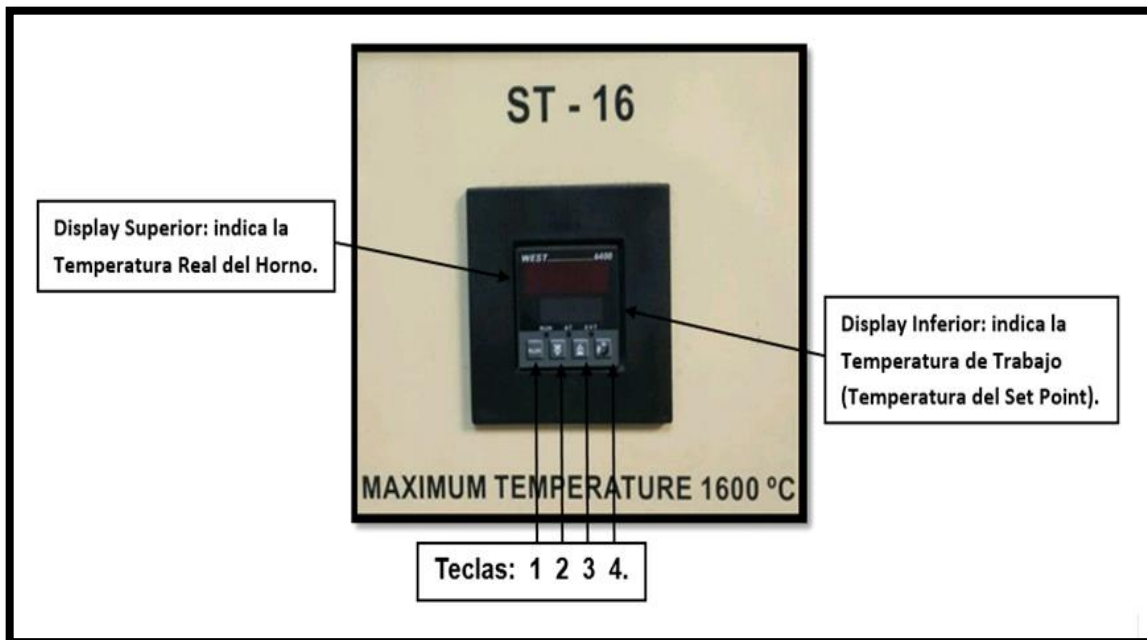


Figura 3.17 Display de Programación del Horno Hobersal.

Para el uso del horno Hobersal, se siguió el Manual para la Programación de Rampas de Temperaturas, el cual indica:

- Girar el interruptor y situarlo en la posición **1**. (Posición On)
- Pulsar la **tecla 4** como se puede apreciar en la Fig. 3.17, aparece **SP**.
- Con las **teclas 2 y 3**, situar la temperatura en 20 o 25 °C.
- Volver a pulsar la **tecla 4**, aparece **Prog**.
- Con las **teclas 2 y 3**, seleccionar el número de programa (1, 2, 3 o 4) que se desee programar. El horno dispone de hasta 4 rampas de calentamiento diferente.
- Una vez seleccionado el programa, apretar las teclas 4 y 3 simultáneamente y por este orden. El display inferior entra en un bucle donde aparece:
 - **Prog**: para programar la rampa.
 - **Cont**: para configurar la rampa.
 - **End**: para salir de la rampa.
- Para programar la rampa, pulsa la tecla **4** cuando aparezca **Prog** y saldrá **ULOC**.
- Con las **teclas 2 y 3**, posicionar el número **10**, que es la clave para desbloquear el horno y poder programar la rampa de temperatura.
- Pulsar la **tecla 4** y aparecerá **01_F**, correspondiente a la primera temperatura de trabajo deseada, la temperatura de calentamiento.
- Con las **teclas 2 y 3** seleccione la temperatura de calentamiento deseada.
- Volver a apretar la **tecla 4**, aparecerá **01_t**, corresponde al tiempo de calentamiento deseado. Esta velocidad de calentamiento “no debe ser mayor a **10 °C por minuto**”. Es decir, si se quiere alcanzar **600 °C** se debe poner un tiempo de calentamiento de **60 minutos**, una hora.

- Con las **tecla 2 y 3** seleccionar el tiempo de calentamiento deseado.
- Nuevamente pulsar la **tecla 4**, aparecerá **02_F** correspondiente a la temperatura de mantenimiento.
- Con las **teclas 2 y 3** seleccione la temperatura deseada. Si esta coincide con la temperatura de calentamiento, posicionar el display superior en -----, en el display inferior aparecerá **02_d**.
- Volver a apretar la **tecla 4**, aparecerá **02_t**, corresponde al tiempo de mantenimiento en horas y minutos.
- Con las **tecla 2 y 3** seleccionar el tiempo de mantenimiento deseado.
- De nuevo apretar la **tecla 4**, aparecerá **03_F**, correspondiente a la última temperatura, temperatura de enfriamiento, generalmente se sitúa a **25 °C**.
- Pulsar la **tecla 4** y aparecerá **03_t**, correspondiente a la temperatura de enfriamiento.
- Con las **teclas 2 y 3**, seleccionar el tiempo de enfriamiento deseado.
- Pulsar la **tecla 4**, aparecerá **04_E** en el display inferior, situarlo en **END** (Display Superior), finalización del programa.
- Volver a pulsar la **tecla 4** y aparecerá **CYCL**, correspondiente al número de ciclos programados.
- Con las **teclas 2 y 3**, posicionarlo en 1, es la posición recomendada si el mismo ciclo térmico solo se realiza una vez.
- Pulsar la **tecla 4**, aparecerá **BASE**, se refiere a la base horaria.
- Con las **teclas 2 y 3**, colocar **HOUR**, siempre y cuando los tiempos utilizados anteriormente hayan sido seleccionados así.
- Volver a apretar la **tecla 4**, aparecerá **GBs**.

- Con las **teclas 2 y 3**, seleccionar **OFF**.
- Pulsar la **tecla 4**, aparecerá **E_01** en el display inferior. Volver a pulsar la **tecla 4** y aparecerá **LOC**.
- Con las **teclas 2 y 3**, colocar el numero **10** (Es la clave de acceso).
- Una vez finalizado el programa se tienen dos opciones, finalizar la rampa o posponerla:
 - Pulsar la **tecla 1 (RUN)** y el horno iniciara la rampa programada.
 - Si se desea posponer la rampa, pulsar de manera rápida y continua las teclas 4 y 3, por este orden para salir del programa.
- Si se ha escogido la opción **29.a**, al acabar la rampa el piloto **RUN** se apagara automáticamente. Repetir todo el proceso cada vez que se quiera iniciar un programa nuevo.
- Si se escoge la opción **29.b**, ejecución de un programa ya definido:
 - Repetir los pasos del 1 al 5 de este manual.
 - Una vez seleccionado el programa que se desea ejecutar pulsar la **tecla 4**.
 - Apretar la **tecla 1 (tecla RUN)**, Aparece **Prog**.
 - Con las **teclas 2 y 3**, seleccionar el número del programa a ejecutar.
 - Pulsar la **tecla 1**, aparece **DELY**.
 - Con las **teclas 2 y 3**, colocar el tiempo de inicio del programa (se recomienda 0).
 - Apretar la **tecla 1 (tecla RUN)**. La luz del piloto **RUN** parpadea si el tiempo de inicio (**DELY**) es diferente de cero y que da encendida si es igual a cero.

Para pausar un programa: pulsar durante un segundo la **tecla 1 (tecla RUN)**, el piloto no parpadea. Si se desea continuar, apretar de nuevo la **tecla 1** y el piloto **RUN** se ilumina.

Para finalizar un programa: pulsar la **tecla 1** por **4-5 segundos** y el piloto **RUN** se apagará.

Observaciones:

- El límite superior de temperatura del horno está fijado en 1425 °C, más allá de esta temperatura no es posible realizar ningún tratamiento térmico. De ser necesario, este límite se puede modificar, para ello se recomienda consultar el manual del controlador de calentamiento.
- Todo sistema de calentamiento sufre un decalaje o desfase entre la temperatura que marca el display y la temperatura real. Se ha comprobado a altas temperaturas, unos **1100-1400 °C**, este desfase es de solo **20 °C**. si el material al que se le está realizando el tratamiento térmico es muy sensible a variaciones de temperaturas se tendría que controlar este desfase. Para ello se recomienda sumar **20°C** a la temperatura de trabajo, esto solo en caso de que se requiera.
- El horno tubular de altas temperaturas se puede apagar, posicionando la perilla del interruptor **ON/OFF** en **0**, a unos **200°C**, sin que por esto sufran sus resistencias, ni el tubo protector de las probetas.
- La velocidad máxima de calentamiento es de **10 °C/min**.

Las probetas fueron solubilizadas, con el objeto de alcanzar una solución sólida homogénea de estructura monofásica, pudiendo fijar así, un punto de partida común referente a la microestructura de las probetas, que serán utilizadas para la simulación de los diferentes métodos termomecánicos. La temperatura y tiempo de solubilización utilizados, fueron de 1150°C y 33min respectivamente, parámetros indicados por la ficha técnica de la

superaleación Nimonic 263, una vez culminado el tiempo de solubilización, las probetas fueron templadas en agua, en busca de retener la microestructura monofásica alcanzada.

Una vez solubilizadas cada una de las probetas, fueron pulidas utilizando un papel abrasivo 1200, a objeto de eliminar las imperfecciones geométricas superficiales que pudiesen estar presentes en la superficie de la probeta y así obtener una superficie adecuada para minimizar la fricción durante el ensayo, eliminando con esto, cualquier agente que entorpezca la distribución uniforme de la temperatura.

3.8 Ensayos en la Máquina INSTRON 4507

3.8.1 Máquina INSTRON 4507

En general, en todas las vías estudiadas, el proceso se inició con un ensayo de compresión en caliente. Dichos ensayos se llevaron a cabo en la máquina INSTRON 4507, cuya célula de carga es de 100 KN. La cual tiene adaptado un horno de calentamiento por radiación, marca Chamber, que está compuesto por cuatro lámparas tubulares de cuarzo con un filamento de wolframio, que emiten luz concentrada en su centro, proporcionando energía infrarroja, mediante la cual es posible lograr que la probeta alcance la temperatura de ensayo necesaria. Siendo este horno capaz de trabajar hasta temperaturas de 1200°C.

Esta máquina INSTRON también está dotada de un medio para realizar templado. Mediante el cual es posible hacer caer la probeta una vez deformada, a través del tubo de cuarzo, a un contenedor con agua a temperatura ambiente. Además un sistema computacional anexo que permite variar temperaturas y velocidades de deformación, lo que permite obtener microestructuras homogéneas y no homogéneas, deseadas en los ensayos.

La máquina tiene un sistema de mordazas, en donde se colocan las probetas para realizar el ensayo. Estas son de una aleación de molibdeno llamada TZM, se caracterizan por su resistencia a altas temperaturas, a su vez son diseñadas y dimensionadas especialmente para que no exista pandeo en el momento de aplicar la fuerza de compresión en la probeta.

También es importante resaltar, que las mordazas y las probetas están protegidas por un tubo de cuarzo, de 50 mm de longitud, en el momento del ensayo, con el fin de aislar al sistema del horno y proteger a la pieza de una posible oxidación, haciendo pasar un gas inerte, argón, a través del tubo, que evita una descarburación del acero así como también la sublimación del molibdeno.

El equipo descrito previamente (INSTRON 4507) es usado como herramienta para realizar la compresión en caliente, la cual nos permite obtener las estructuras de estudio deseadas y posteriormente, realizar la caracterización de un material en específico. Mediante las figuras 3.18 y 3.19 que se tienen a continuación es posible observar la máquina y sus componentes.

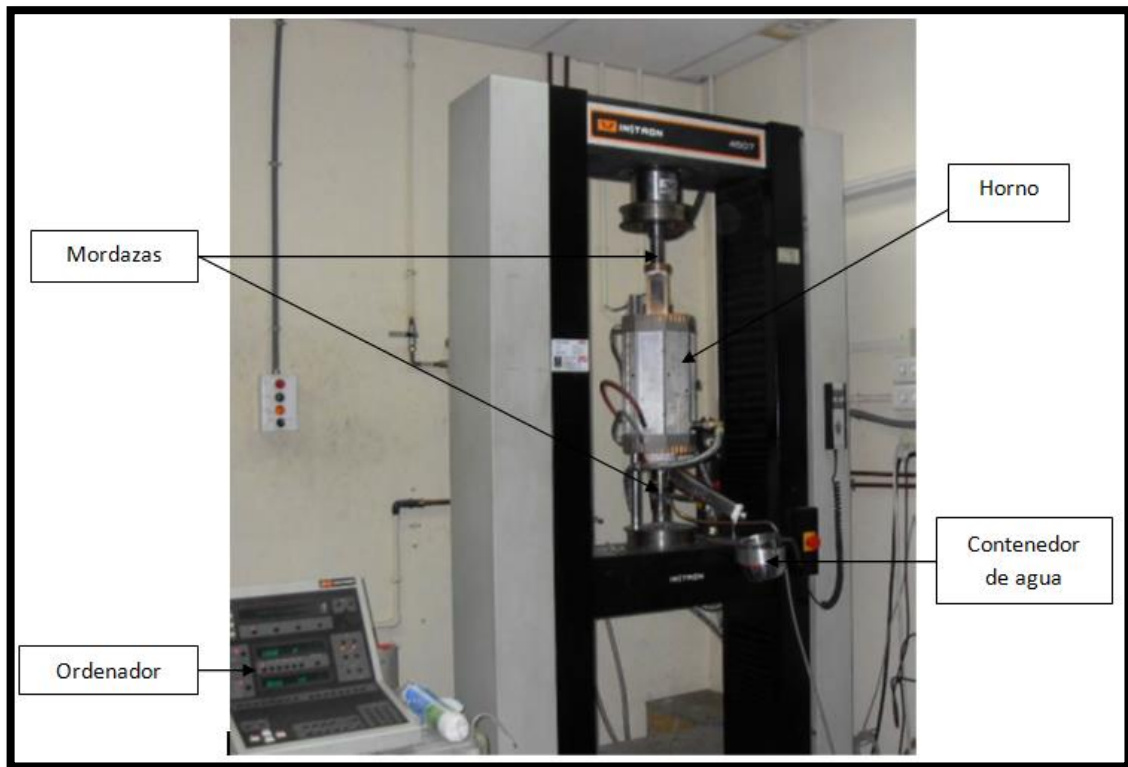


Figura 3.18 Identificación de las Máquina de compresión en caliente, INSTRON 4507

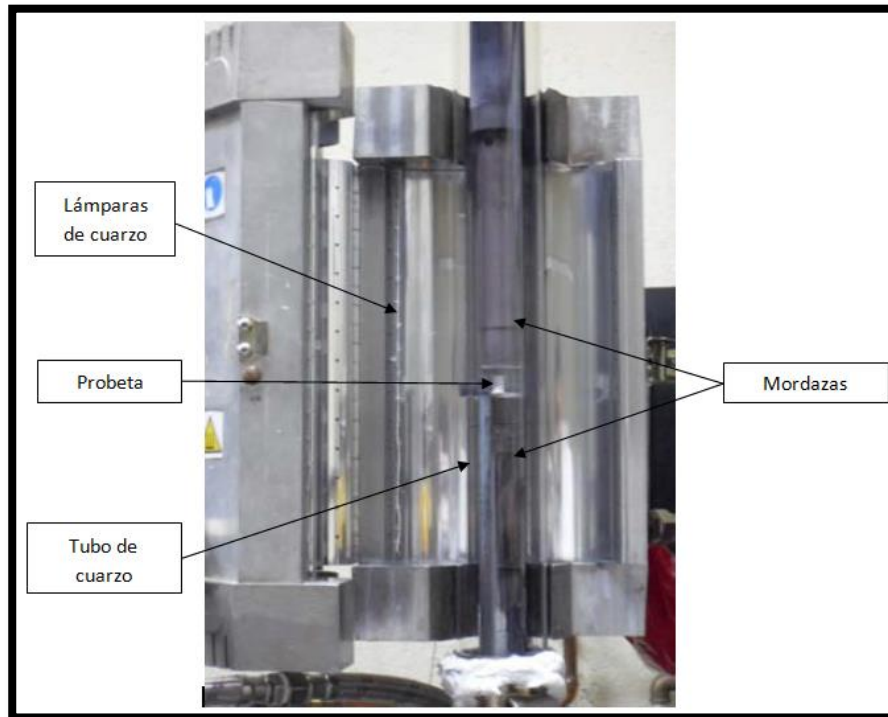


Figura 3.19 Identificación de las partes del Horno de calentamiento por radiación

3.8.2 Condiciones y datos necesarios para ensayo de Compresión en la Máquina Instron

Cada ensayo requiere de parámetros necesarios para el desarrollo del mismo, en todos los ensayos realizados, las condiciones impuestas fueron: temperatura, velocidad de deformación constante y deformación máxima. A su vez, es de gran importancia para la construcción del gráfico esfuerzo vs deformación, proporcionarle al sistema las medidas nominales de la probeta (Longitud - Diámetro) ya que en base a estas, se calculan las deformaciones instantáneas que sufre la muestra de ensayo. Al igual que las medidas nominales de la probeta, la máquina necesita una magnitud de precarga inicial, la cual permite la calibración del sistema de compresión, en la totalidad de los ensayos la precarga aplicada fue de 50N por tratarse de un material tan resistente como la superaleación de estudio.

Los diferentes ensayos realizados para la simulación de los procesos de conformados, planteados en el presente trabajo de investigación, fueron constituidos en tres

grupos, en los que las condiciones de ensayo para simular la forja, son diferentes para cada uno de ellos. Lo que se buscó con estas condiciones, fue generar microestructuras homogéneas, medianamente homogéneas y heterogéneas en el material, para posteriormente realizar los estudios necesarios y poder caracterizarlo finalmente.

3.8.3 Materiales, preparación y procedimiento de ensayo en la máquina INSTRON 4507

3.8.3.1 Materiales

- Máquina de ensayos INSTRON 4507.
- Horno de calentamiento por radiación (Chamber).
- Bombona de argón.
- Agua de refrigeración.
- Mordazas para compresión en caliente y tubo de cuarzo de 50cm de longitud.
- Probeta cilíndrica con relación de esbeltez (longitud/diámetro) de 1.5.
- Tántalo y nitruro de boro.
- Lana o fibra de vidrio.
- Pinza para manipulación de la muestra.
- Bata de laboratorio.
- Guantes de látex y térmicos.

3.8.3.2 Preparación

Previo al montaje de la probeta en la máquina, es esencial tomar las medidas iniciales de ésta. Luego se debe limpiar las superficies donde irán acopladas las mordazas y las bases donde se apoyan las probetas para garantizar un soporte uniforme, que se traduce en una compresión uniforme, entiéndase uniaxial.

La probeta se lubrica, por ambas caras, con Nitruro de boro, el cual es necesario disolver previamente en Etanol, tomando una consistencia viscosa. Posteriormente se ponen láminas de Tántalo en cada base, quedando así lubricada y listas para ser ensayada, buscando con esto disminuir la fricción entre las mordazas y la probeta de ensayo, de tal forma se reducen las posibilidades de que ocurra una deformación interna de forma irregular, lo que minimiza el efecto de abarrilamiento.

A sabiendas de que el Tántalo es un material resistente al calor, altamente dúctil y permite trabajar a elevadas temperaturas, ya que su temperatura de fusión es de 3820 °C, hace que sea el material indicado para impedir que la probeta de estudio se adhiera a la mordaza. A su vez, aísla la cerámica lubricante (Nitruro de Boro) de la mordaza, protegiendo así la misma de una posible sublimación. Otra de las razones por la cual se emplea Tántalo y no algún otro material con propiedades similares como el Molibdeno, es la relación de costos que hay entre ellos, siendo el primero más económico. Este Nitruro de Boro es un lubricante adecuado para minimizar la fricción entre los metales (Interface Tántalo/probeta), puesto que posee un bajo coeficiente de fricción con los metales a altas temperaturas, el cual oscila entre 0.1 y 0.65.

Se limpia con algodón y Etanol toda la superficie interior del horno sin tocar las lámparas y sin rayar las paredes a objeto de reducir impurezas, lo que asegura una transferencia de calor uniforme.

Se coloca el termopar en contacto con la muestra, con el fin de obtener una temperatura tan exacta y fiable como sea posible.

Al concluir con los ajustes y detalles de la máquina, la limpieza de las superficies de contacto implicadas en todo el sistema de ensayo y con la supervisión de la probeta, para garantizar que esté apoyada de forma correcta, se procede a bajar el bastidor móvil para introducir el tubo de cuarzo. Consecutivamente se sube el bastidor, hasta lograr cubrir por completo con el tubo a la mordaza superior.

Una vez se haya garantizado que el montaje sea correcto, se sella el tubo de cuarzo en sus extremos con lana de vidrio, a manera de aislar la atmósfera de argón, disminuyendo así la posibilidad de que exista algún tipo de fuga y no se llegue a formar la atmósfera de

argón necesaria, para garantizar que no ocurra la descarburación y sublimación de las mordazas. Como último paso se cierra el horno para dar comienzo al ensayo.

Luego se introducen los datos en el ordenador proporcionando, medidas de la probeta (longitud y diámetro inicial), las condiciones del ensayo, especificando un ensayo uniaxial de compresión en caliente, con velocidad de deformación constante y deformación máxima de 0,8 con una precarga de 50N, condiciones que se mantienen para todos los ensayos.

Por último se abren las válvulas de agua del sistema de refrigeración, se ajusta el caudal de argón, con una sobrepresión de 1,5 Bar y finalmente se enciende el horno.

3.8.3.3 Procedimiento para realizar ensayo de compresión en caliente haciendo uso de la Máquina Instron.

1. Encender la máquina Instron.

El interruptor se encuentra ubicado en la parte derecha y a veces al encenderlo salta el fusible; en este caso, sólo hay que levantarlo de nuevo cuyo cuadro se encuentra ubicado en la pared, a la izquierda del controlador del horno de radiación. A continuación, volver a encender el equipo.

2. Una vez está encendida la máquina, se debe **activar el bastidor móvil pulsando el botón **E** situado a la derecha como se puede ver en la figura 3.20. El desplazamiento del bastidor se hace pulsando los botones **A** o **B**. Las flechas en el botón **A** mueven el bastidor rápidamente, mientras que las flechas en el botón **B** lo mueven lentamente.**

El botón de **parada de emergencia** está situado a la derecha, encima del interruptor. Sólo se pulsará para detener el sistema en una urgencia. Para reiniciar el sistema, girar el botón hacia la derecha y se restaurará.



Figura 3.20 Interruptores maquina Instron

3. **Calibrar y balancear la celda de carga utilizando la consola.** Para ello pulsar el botón **CAL** y luego dos veces el botón **ENTER** con esto se calibra la celda de carga. A continuación, se balancea pulsando el botón **BAL** y después **ENTER**.


Antes de iniciar el ensayo, recordad poner a cero la posición del bastidor, pulsando los botones **RESET G.L.** y a continuación, **ENTER**.

4. Colocación de la probeta, según el procedimiento descrito anteriormente.
5. Una vez apoyada la probeta sobre el Tántalo y la mordaza inferior, se baja el bastidor móvil para poder **introducir el tubo de cuarzo** que protegerá las mordazas y la probeta. Luego de esto, es necesario subir el bastidor móvil, hasta que exista la holgura necesaria para introducir completamente el tubo de cuarzo en la mordaza superior. Se recomienda dejar la mordaza superior ligeramente separada del conjunto Tántalo – probeta. En este punto, se sella el tubo de cuarzo con lana de vidrio, se cierra y se enciende el horno de radiación, y se introduce el argón, procediéndose así a la realización del ensayo.

6. **Control del ensayo.** Se enciende el ordenador situado al lado de la consola. Cada usuario lo enciende con su propia contraseña o bien con tecnobecario. Para llamar al programa se selecciona el icono **Acceso directo a UPC** situado en el escritorio. Seguido de esto, aparece la pantalla de **Administrador de Ensayos** y se pulsa **Entrar**. Seguidamente aparece la ventana del programa de ensayos y se pulsa sobre **D'acord**, como se muestra en la figura 3.21.



Figura 3.21 Procedimiento para ingresar a la pantalla de administración de ensayos

7. En la barra de herramientas se selecciona **Fitxer** y, a continuación, **Nou**, cambiando la apariencia de la ventana.
8. En la nueva barra de herramientas se selecciona **Assaig**, después **Tipus assaig** y finalmente, **Vel. Def. Cnte** (velocidad de deformación constante). A  continuación, se pulsa sobre el icono apareciendo la ventana de entrada de datos, como se observa en la figura 3.22.

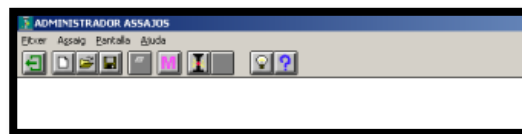


Figura 3.22 Pantalla de administración de ensayos

9. Completar las casillas que se pueden observar en la fig. 3.23 correspondientes con las dimensiones de la probeta y las condiciones del ensayo de deformación en caliente.

ADMINISTRADOR ASSAIGS
Fitxes Assaig Parada Ajuda

ASSAIG A VELOCITAT DE DEFORMACIO VERTADERA CONSTANT

DADES INICIALS PER A L'ASSAIG

Longitud Inicial: mm Diàmetre inicial: mm

Velocitat de Deformació: S-1 Deformació Màxima:

PRECARGA N

CANCEL·LA ACCEPTA

Figura 3.23 Pantalla de condiciones iniciales del ensayo

Pulsar sobre la casilla de verificación de **PRECARGA** y seleccionar la precarga adecuada según el tipo de material, usualmente para aceros, ésta es de 50N. La precarga que se aplica evita errores en la medida y el registro de datos no útiles. Una vez superada la precarga aplicada, el ordenador comienza a registrar los datos del ensayo.

10. Pulsar sobre **ACCEPTA** (Figura 3.24) y aparece mensaje “Prèmer **Computer Control**”. A continuación, se pulsa el botón **Computer Control** de la consola y dará comienzo el ensayo.

ADMINISTRADOR ASSAIGS
Fitxes Assaig Parada Ajuda

ASSAIG A VELOCITAT DE DEFORMACIO VERTADERA CONSTANT

DADES INICIALS PER A L'ASSAIG

Longitud Inicial: mm Diàmetre inicial: mm

Velocitat de Deformació: S-1 Deformació Màxima:

PRECARGA N

CANCEL·LA ACCEPTA

Figura 3.24 Pantalla que muestra las condiciones iniciales del ensayo

11. Una vez finalizado el ensayo, templar la probeta si es necesario, apagar el horno de radiación (consultar PNT del horno de radiación para tal fin), pero no el sistema de refrigeración ni la bombona de argón.
12. Para guardar los datos del ensayo, seleccionar en la barra de herramientas la siguiente secuencia:

Fitxer \ Desa \ Guardar como

Antes de proseguir, seleccionar la carpeta donde se guardará el archivo.

Guardar como archivo de:

Se ha de guardar en dos tipos de extensiones: tipo **.res** y tipo **.mul**, como se indica en la figura 3.25.



Figura 3.25. Pantalla de guardar los resultados de los ensayos

3.8.4 Programación del controlador del Horno de calentamiento por radiación Chamber.

A la hora de realizar la programación del horno acoplado a la maquina Instron, se debe seguir el siguiente procedimiento, con el cual es posible controlar los tiempos de exposición a las temperaturas requeridas, para la ejecución de los ensayos de compresión o tracción en caliente:

1. Encender el controlador del horno girando la perilla de encendido en sentido horario (fig. 3.26), para situarla en la posición 1.

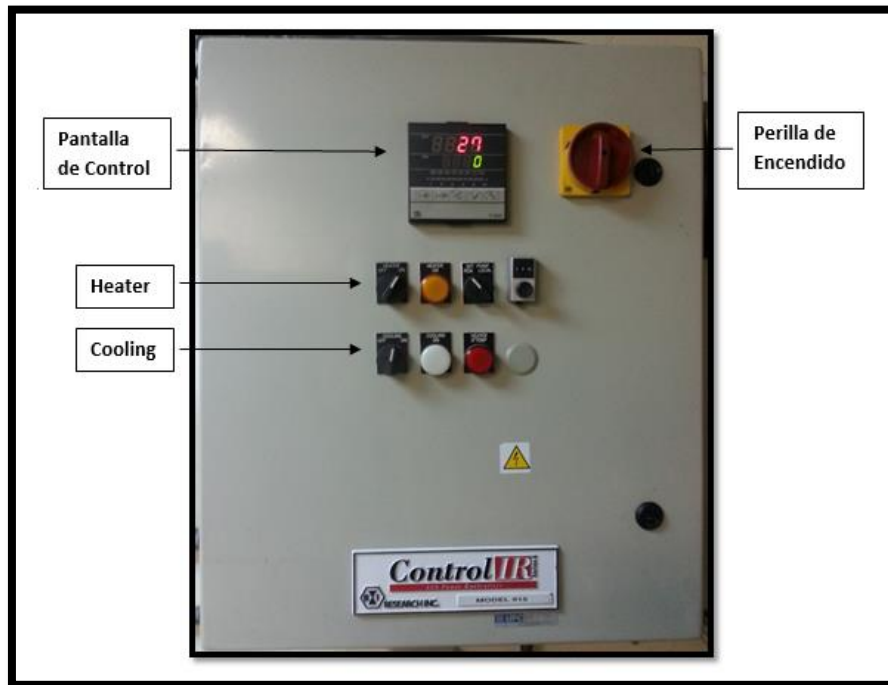


Figura 3.26 Controlador del Horno Hobersal

2. Encender el sistema de refrigeración, situando la perilla en posición **manual**. (Fig. 3.27)

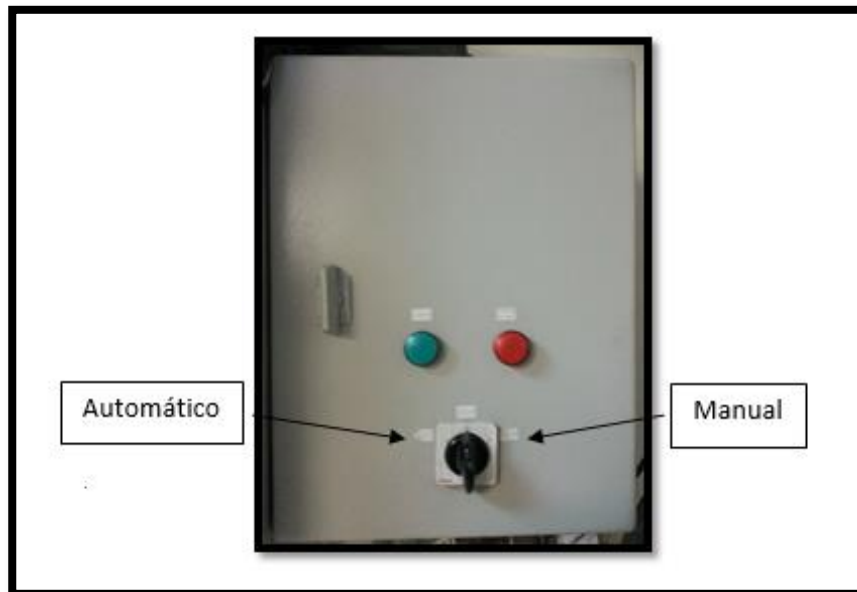


Figura 3.27 Controlador del sistema de Refrigeración.

3. Programar en el horno las rampas de temperaturas deseadas. Para ello se debe seguir el siguiente instructivo de programación, haciendo uso de los botones o teclas del controlador, (Fig. 3.28) bien sea para programar una rampa de calentamiento o enfriamiento:

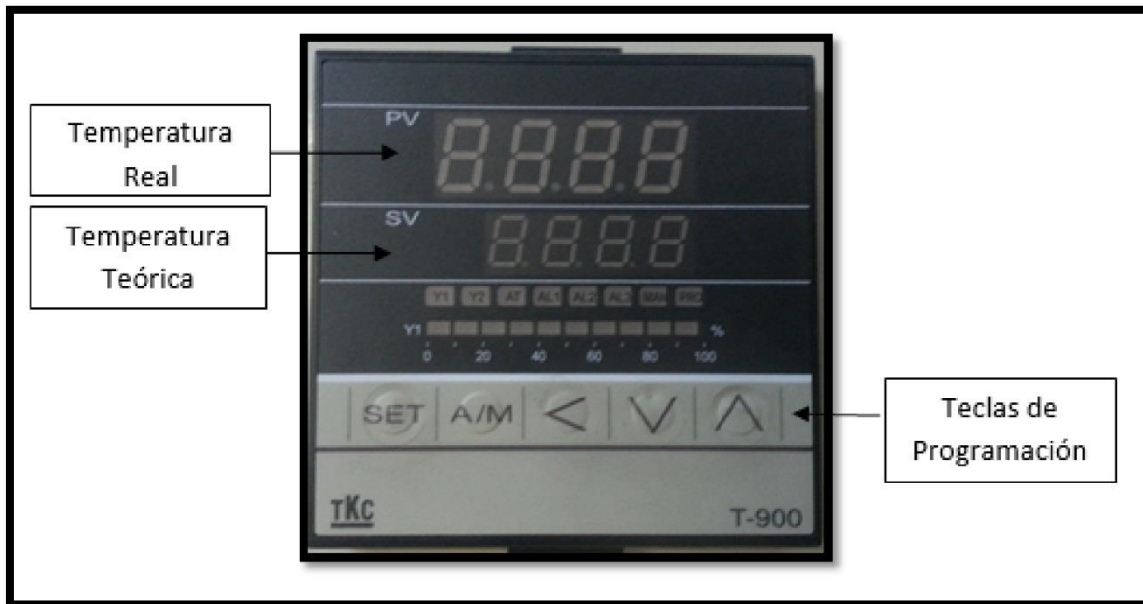


Figura 3.28 Programador del horno Hobersal.

- Una vez el horno indique en el display superior (PV) (figura 3.26) la temperatura ambiente, y en el display inferior (SV) 0, pulsar la tecla **SET** en PV aparecerá At, seleccionar no en SV con las teclas **< V ^**
- Teclar nuevamente **SET** y aparecerá en PV: Al 1. En SV se debe indicar una temperatura máxima de trabajo con las teclas **< V ^** se recomienda 1200°C. volver a pisar **SET** y aparecerá Al 2. Se debe indicar la misma temperatura que en Al 1, de la misma forma en que se indicó anteriormente.

- c. Luego de esto se debe volver a pulsar nuevamente **SET** y en PV aparecerá PTn y en SV: 0. De no ser así debe seleccionarlo haciendo uso de **<|v|>**.
- d. Volver a teclear **SET** y aparcera en PV: SEG 1, y en SV: 1_0.
- e. Pulsar **SET** y aparecerá PV: t - 0 y en SV: 0.
- f. Teclear nuevamente **SET** y aparecerá en PV: SU_1, correspondiente al segmento 1 y en SV se debe indicar la temperatura que se desea alcanzar, haciendo uso de las teclas **<|v|>**.
- g. Una vez fijada la temperatura, pulsar **SET** y aparecerá t-1 correspondiente al tiempo en el que se quiere alcanzar la temperatura. Se recomienda calcular el tiempo en base a una velocidad de calentamiento de 2°c/s. Con las teclas **<|v|>** fijar el tiempo, en minutos, en la parte inferior de la pantalla SV.
- h. Volver a pulsar **SET** y aparecerá en PV: OUt1, con las teclas **<|v|>** seleccionar 100.0.
- i. De esta forma ya se tiene programada la primera rampa de calentamiento, si se desea alcanzar otra temperatura se debe proceder de la misma manera, en que se programó la primera rampa.

Observaciones:

Al principio Existe una diferencia de temperatura entre la temperatura teórica y la temperatura real. Esta diferencia disminuye luego de los 300°C.

El horno posee 8 segmentos de programación para rampas, tanto de calentamiento como de enfriamiento, con las que se puede simular procesos de conformado.

4. Encender el sistema de refrigeración colocando la perilla **Cooling** en posición **ON** como se puede observar en la fig. 3.10.8. El controlador del sistema de refrigeración se coloca en posición automática.

5. Una vez verificado el sistema de refrigeración y programada la temperatura, se procede a encender el sistema de calentamiento colocando el botón **Heater** en posición **ON**. De esta manera el horno comenzara a calentar hasta alcanzar la temperatura programada según la rampa de calentamiento.

En el panel digital de la pantalla de control, se registra la temperatura del termopar en contacto con la probeta (**VP**) y la temperatura programada que se desea alcanzar (**SV**).

6. Una vez finalizado el ensayo, colocar el botón **Heater** en posición **OFF** y la perilla del sistema de refrigeración se coloca en posición inicial.
7. Cuando la temperatura de **PV** se situé entorno a los **100°C**, se coloca el sistema de refrigeración y el botón **Cooling** en posición **OFF**.
8. Finalmente se apaga el controlador girando la perilla de encendido en sentido anti horario hasta su posición inicial.

3.9 Ensayos en el Dilatómetro

Algunos de los ensayos se realizaron en el Centro Tecnológico de Manresa (CTM, Manresa, Cataluña, España) mediante el uso de un dilatómetro modelo 805, marca Bähr (figura 3.29). El cual puede trabajar a una temperatura máxima de 1500 ° C. Las temperaturas de trabajo para los ensayos fueron de 1000 ° C y 1100 ° C según la microestructura que se buscaba obtener, al igual que los ensayos realizados en la Instron, se hizo uso de una atmósfera controlada mediante Argón.

Antes de ensayar las muestras, fueron pulidas empleando lija 800, para remover la capa de Oxido producto del tratamiento térmico de homogenización, luego de esto, se sumergieron en Acetona y se sometieron durante 15 minutos a una limpieza por ultrasonido con un recipiente de agua, para eliminar cualquier suciedad. El objeto de esto, es garantizar una mejor adherencia del termopar que mide la temperatura de la probeta durante la compresión en caliente. Es recomendable prestar bastante atención a la soldadura del termopar debido a que la fractura de esta, es la mayor causa del fracaso de los ensayos de compresión en caliente.



Figura 3.29 Dilatómetro 805 Bähr, utilizado para los ensayos de compresión en caliente

El termopar de contacto es soldado por puntos a la probeta de ensayo, con una corriente de 6 mA durante 3 ms. También se sueldan dos placas de molibdeno por puntos, sobre la superficie de contacto entre la muestra y las mordazas de compresión, con el fin de disminuir lo más posible, la fricción durante la prueba.

Antes de iniciar el montaje de la probeta es importante revisar los niveles del agua de refrigeración y Argón.

Cuando las muestras quedan listas, se colocan cuidadosamente en el interior del dilatómetro, centrada entre las mordazas de compresión la cual se puede observar en la figura 3.30. Seguidamente, el termopar se conecta al indicador de temperatura, posteriormente se calibran las mordazas, situando la separación de la probeta en cero. A la hora de abrir la válvula de paso del Argón, se realiza un vacío en la cámara de ensayo hasta de $5 \cdot 10^{-4}$ mbar. Seguido de esto se permite el paso de Argón, obteniendo en la cámara una presión de 0.2 bar.

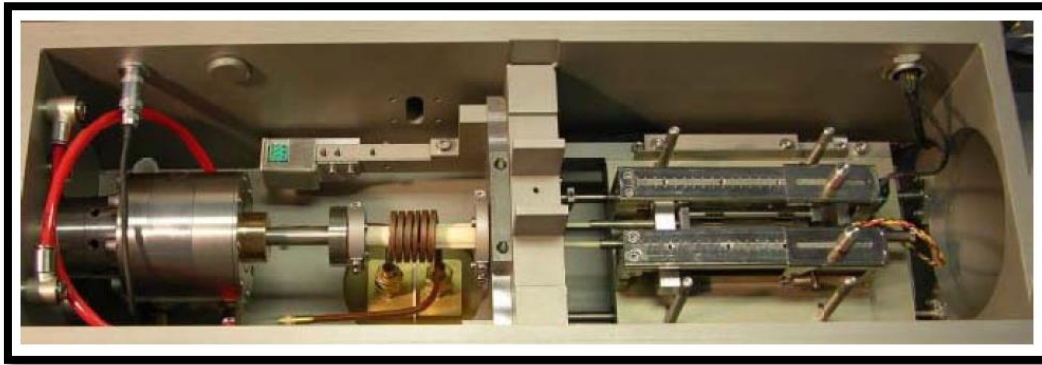


Figura 3.30 Vista de la Cámara de Compresión.

Una vez realizado el montaje, el ciclo que simula el proceso de conformado se programa con el software que controla el dilatómetro.

3.10 Preparación de Probetas para estudios metalográficos por MO y MEB

Una vez ensayadas las probetas, mediante las diferentes simulaciones de los procesos de conformado, es necesario hacer un estudio microestructural que nos permita conocer la microestructura de la superaleación luego de cada proceso termomecánico, esto con el fin de poder caracterizar cada probeta según el ensayo al cual fue sometido.

Entendiendo la necesidad del estudio metalográfico, es pertinente realizar la preparación de las probetas, las cuales comprenden:

- **Cortar:** puesto que las probetas fueron sometidas a diferentes tratamientos termomecánicos, los cuales modifican su microestructura, es necesario realizar un corte longitudinal de la probeta, en busca de poder observar su microestructura interna, la cual es más representativa que la superficial. Para ello se utilizó una Máquina de corte STRUERS Accutom-2 (Figura 3.31), con sistema de lubricación integrado.



Figura 3.31 Máquina de corte STRUERS Accutom-2

- **Encastar:** luego de cortar las probetas, fueron empotradas en una resina fenólica termoestable, utilizando para ello baquelita granular negra, buscando con esto facilitar el manejo de la probeta al momento de ejecutar el pulido y ser microindentadas. Para esto es necesario fijar los parámetros de empotramiento según las dimensiones de las probetas, los cuales dictan la cantidad de baquelita granulada, la fuerza necesaria para encastar la probeta, el tiempo de calentamiento y enfriamiento de la probeta. Dichos parámetros para el presente estudio fueron: 2 cucharadas de baquelita (15 ml c/u), 20 KN de fuerza, 5 minutos de calentamiento a una temperatura de 180°C y 4 de enfriamiento hasta alcanzar una temperatura de 25°C. Para lo cual se utilizó la máquina STRUERS LABOPRESS-3(Fig. 3.30).



Figura 3.32 Máquina para desbaste STRUERS Labopress-3

- **Pulir:** este paso es de vital importancia, puesto que se necesita que la superficie de la muestra a estudiar sea especular, para ello se dispone de una máquina pulidora Buehler. El proceso consiste en desbastar la superficie de la probeta a ensayar, con lijas o papeles abrasivos de diferentes granulometrías hasta alcanzar una superficie con finas discontinuidades. En cuando más alto es el número de partículas presentes en la lija, más finas serán las discontinuidades en la superficie. El número de la lija se refiere a la cantidad de partículas abrasivas que se encuentran dentro de 1 pulgada lineal. Para este proceso se utilizó lijas número 600, 800, 1200 y 2500 en el orden respectivo, con agua como medio de transporte para las partículas abrasivas. A la hora de desbastar las probetas, se debe lijar en diferentes direcciones, 90° una con respecto a la otra, esto con la finalidad de cerciorarse de haber eliminado las líneas producto del lijado previo, aplicando sobre estas una presión constante. En cada ocasión en que se pasaba a la siguiente lija se observaba la superficie pulida con una lupa, para asegurar que no hubiesen rallas en distintas direcciones dirección. Una vez lijadas, las probetas se pulieron haciendo uso de paños y suspensión abrasiva de diamante base agua, utilizando suspensión abrasiva de 6, 3 y $1\mu m$.

- **Atacar:** Para revelar la microestructura del material es necesario realizar un ataque químico, mediante la disposición de una solución líquida sobre la superficie del material. La composición química de dicha solución depende de la composición química de cada material. En el caso de la superaleación estudiada, la solución utilizada está compuesta por 4gr de CuCl_2 , 40ml HCl y 60ml de $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$. El tiempo de inmersión necesario para que ocurra el ataque, oscila entre los 7 y 10 segundos a temperatura ambiente (25°C), esto con el fin de revelar la microestructura de material para realizar estudios de tamaño de grano mediante microscopía óptica.

3.11 Microscopía óptica

La microscopía óptica es utilizada para indagar sobre las características microestructurales, como los límites de granos que requieran de una ampliación menor a los 2000 de aumentos. La luz proveniente del microscopio óptico se dispersa o refleja sobre la superficie de la muestra pulida, dependiendo de la forma de la disolución selectiva producto del ataque químico por inmersión en la superficie. Siendo el límite de grano el parámetro microestructural revelado en este estudio en términos de tamaño, distribución y textura mecánica presente.

Con el fin de asegurar la obtención de las microestructuras deseadas para los distintos procesos, posteriores a cada tratamiento termomecánico, se recurrió al uso de microscopía óptica. Utilizando como equipo de evaluación, el microscopio óptico GX51 OLYMPUS (figura 3.33). Dicho microscopio, dispone de una torreta con diferentes lentes que permiten la visualización de la superficie a distintas magnificaciones y está acoplado a un ordenador a través del cual se puede realizar fotomicrografía, puesto que tiene integrado un programa de tratamiento de imágenes, llamado Omnimet, el cual es capaz de calcular el tamaño de los granos y fundamentalmente evaluar el porcentaje de recristalización alcanzado.

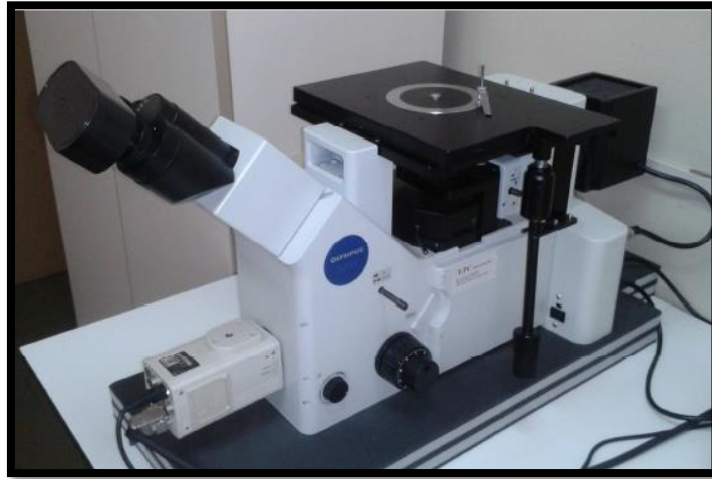


Figura 3.33 Microscopio Óptico GX51 OLYMPUS

3.11.1 Procedimiento del Estudio de MO

Una vez que las muestras están preparadas para el estudio metalográfico, se procede al desarrollo del mismo siguiendo los pasos aquí descritos:

1. Retirar los protectores de seguridad para luego encender el microscopio y el ordenador acoplado al mismo.
2. Posicionar la muestra en el bastidor móvil del microscopio.
3. Enfocar la muestra de estudio, haciendo uso de la magnificación necesaria (depende del tamaño de grano de la microestructura de estudio). El microscopio posee un usillo con cinco diferentes magnificaciones: 5x, 10x, 20x, 50x, 100x.
4. Una vez enfocada la imagen, con un campo que encierre al menos 50 granos, se captura la imagen, indicando la escala correspondiente al acercamiento utilizado.
5. Luego de haber obtenido la imagen, es necesario calcarla sobre una lámina de acetato, para luego ser escaneada y digitalizada en escala de grises, haciendo uso del software Photoshop, donde se resaltan los límites de grano.

6. Con la imagen ya digitalizada, se procede a realizar la medición del tamaño de grano, mediante el software propio del microscopio óptico Omnimet, para lo que es necesario construir una ruta de análisis de la imagen.
7. Finalmente luego del análisis de la imagen, se guardan dos archivos (Word y Excel) que proporcionan el tamaño de grano promedio, la distribución del tamaño de grano y la cantidad de granos estudiados.
8. Finalizado el estudio, se debe cerrar los programas y apagar los equipos utilizados.

3.12 Microscopia electrónica de barrido (SEM)

Para realizar la caracterización microestructural de las diferentes superaleaciones se utilizó el microscopio electrónico de barrido de emisión de campo (MEB). El microscopio utilizado es el JEOL JSM-6400 (Figura 3.34), este es un SEM que dispone de un sistema de análisis químico semicuantitativo que permite el estudio por espectroscopia de dispersión en energías de rayos X Noran (sistema EDS). Esta técnica proporciona imágenes de la superficie en alta resolución, a través de un haz de electrones que incide sobre la superficie, los electrones resultantes emitidos por la muestra son atraídos y se recogen mediante un detector que luego los traduce en una señal. Este microscopio se utiliza principalmente para observar las diferentes fases precipitadas y su morfología.

La única variable en la preparación de las probetas para el estudio MEB, con respecto a la preparación para MO, fue el pulido final, esta vez luego de pulir la probeta con el paño de $1\mu m$, se hizo uso de OP-S (Silica), para pulir durante una 1.3h, con goteo continuo de agua y luego atacarla con reactivo Kalling, el mismo reactivo utilizado para el ataque de las muestras a la hora de hacer los estudios de MO.

El estudio de MEB se llevó a cabo en el centro tecnológico de Microscopia de la UPC, con un voltaje de aceleración de 20 KV, tomando fotomicrografías en modo de imágenes de electrones primarios y secundarios a las siguientes magnificaciones: x200, x500, x2000, x10000 y x20000, de las muestra ensayadas bajo condiciones que propiciaban la precipitación, buscando con esto observar la distribución, tamaño y forma de los

precipitados presentes en la microestructura del material que sirven de refuerzo a la matriz, aumentando así la dureza del material de estudio.

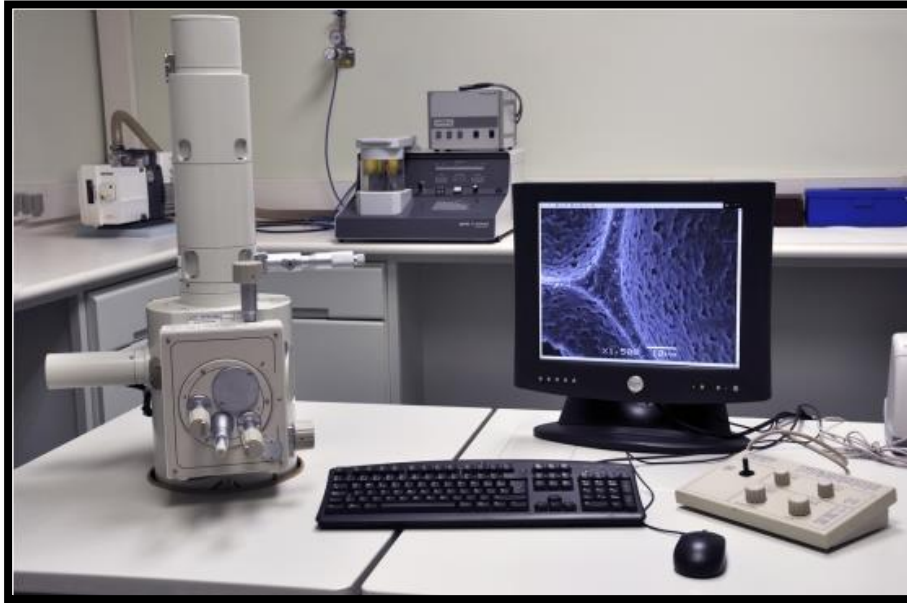


Figura 3.34 Microscopio Electrónico de Barrido (MEB) JEOL JSM-6400

3.13 Microindentación Estática

Al momento de realizar el control de calidad de piezas mecánicas o el de la materia prima con la cual se conforman las mismas, conocer el valor de dureza asociado a ellas, es de gran importancia, puesto que nos permite realizar comparaciones con valores estándar de dureza obtenidos previamente. Pudiendo así realizar hipótesis del comportamiento mecánico del material. En tal sentido, la prueba por microindentación estática, nos provee una pseudo-propiedad mecánica, muy importante del material, la dureza, a su vez nos permite diferenciar, desde el punto de vista de la resistencia mecánica, regiones con distintas condiciones de evolución microestructural, en la misma pieza.

Para llevar a cabo la microindentación estática en el presente trabajo de investigación, se utilizó un durómetro Vickers, modelo MVK-H0, Akashi (Figura 3.35).



Figura 3.35 Durómetro MVK-H0 Akashi

Para la medición de esta propiedad mecánica, se han desarrollado varias pruebas de dureza, siendo el ensayo Vickers el más utilizado en investigaciones científicas, puesto que permite trabajar con cargas de baja magnitud; lo que impide una afección considerable del material o pieza de ensayo, por otra parte, la geometría de la huella de indentación es de sección cuadrada lo que facilita su medición y a su vez permite discriminar regiones de estudio.

El principio de la medición de dureza, se basa en utilizar un indentador dispuesto a 90° sobre la superficie del material, en este ensayo en particular, el indentador de diamante,

posee una geometría piramidal de base cuadrada como se muestra en la figura 3.36, con un ángulo de 136° entre sus caras opuestas, al cual se le ejerce una fuerza o carga determinada, por un período de tiempo, según lo normado por la ASTM-E92 (norma de método de prueba estándar de dureza vickers en materiales metálicos), presionando así la superficie del material y posteriormente deformándola, acción que imprime una huella residual medible, a partir del sistema óptico y de medición acoplado al equipo, en la superficie del material.

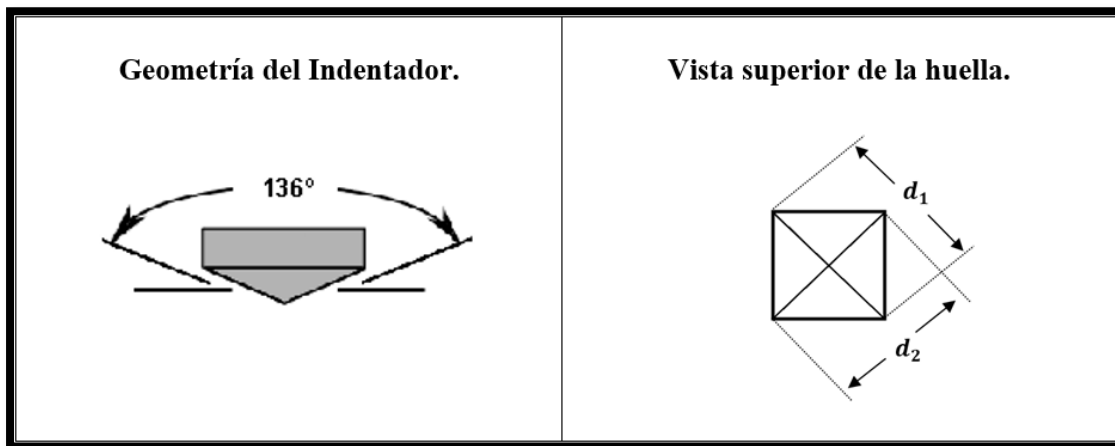


Figura 3.36 Geometría del Indentador y vista superior de la Huella, luego de la indentación.

3.13.1 Procedimiento a seguir para desarrollar el ensayo de Dureza

1. Pulir la probeta a manera de obtener una superficie lisa, la cual garantice que el indentador incida sobre la superficie de estudio en dirección perpendicular, para que aplique la carga en su totalidad y ésta no se descomponga producto del ángulo de aplicación.
2. Para realizar el ensayo seleccionamos la magnitud de la carga como parámetro de entrada, aplicando este valor de forma constante a 0,2 Kg.
3. Luego de esto se debe fijar la probeta de ensayo a las mordazas del durómetro, garantizando que el ángulo formado entre el indentador y la superficie de la probeta a

ensayar sea de 90°, para luego enfocar la muestra en la zona donde se hará la indentación (centro de la probeta) y así establecer la distancia de trabajo del equipo.

4. Una vez fijada la probeta de ensayo, se procede a realizar la indentación. A la hora de realizar las indentaciones consecutivas se debe dejar un espacio entre una indentación y otra de al menos 3 tres veces el valor de la diagonal promedio de la huella residual inicial. (en este estudio se realizaron 10 indentaciones por cada muestra de estudio).
5. Una vez el durómetro ya haya realizado la impresión de la huella, se procede a realizar las mediciones de las longitudes de las diagonales (d_1 y d_2), con el tornillo micrométrico que dispone el microscopio óptico.
6. Con la magnitud de las diagonales en micrómetros [μm], se calcula el promedio de las mismas mediante la ecuación:

$$D = \frac{\frac{d_1}{4000} + \frac{d_2}{4000}}{2}$$

La cual arroja el promedio de la diagonal en mm.

7. De acuerdo al promedio de estas diagonales y la magnitud de carga utilizada, finalmente es posible establecer el valor de dureza mediante la ecuación:

$$HNV = \frac{2 \sin \frac{136^\circ}{2} P}{D^2}$$

Siendo HNV : El número de dureza Vickers.

P : La carga aplicada. [KgF]

D : El promedio de las diagonales del cuadrado indentado. [mm].

El cálculo de las durezas de estos valores se realizó mediante la programación de una hoja de cálculo de Excel.

CAPITULO IV

DISCUSIÓN Y ANALISIS DE RESULTADOS

El desarrollo del presente capítulo fue posible realizar, mediante los resultados obtenidos de los diferentes estudios llevados a cabo en la presente investigación, dichos resultados encontrados, como: gráficas, valores e imágenes, fueron posibles de ordenar, analizar y comparar, con el fin de obtener información sobre la influencia de la microestructura del material en el comportamiento macromecánico del mismo, permitiendo con esto, realizar el estudio de la cinética de precipitación y caracterización de la superaleación de estudio.

4.1 Curvas de esfuerzo-deformación

En la figura 4.1, se representan las curvas de fluencia que se obtienen del ensayo de compresión en caliente, variando los parámetros de temperatura y velocidad de deformación. En ellas se muestra la dependencia típica del esfuerzo con los parámetros de deformación para la superaleación de estudio, donde se observa, que la curva de esfuerzo vs deformación se mantiene por encima cuando se ensaya con la menor temperatura y la mayor velocidad de deformación, resultados que son consistentes con lo reportado por *Calvo. J, 2011*.

Es posible observar que son curvas de pico simple, con un comportamiento similar entre ellas. Este tipo de curvas representa un modo de recristalización dinámica en el cual el mecanismo de nucleación se produce a lo largo de los bordes de granos, (*Lenard. J. G, 1999*), como consecuencia de la alta deformación que se acumula en el límite, lo que se traduce de manera local en una mayor energía disponible para la ocurrencia de estos procesos de relajación, este fenómeno es conocido como recristalización tipo collar, debido a la distribución de los nuevos granos alrededor de los granos ya existentes.

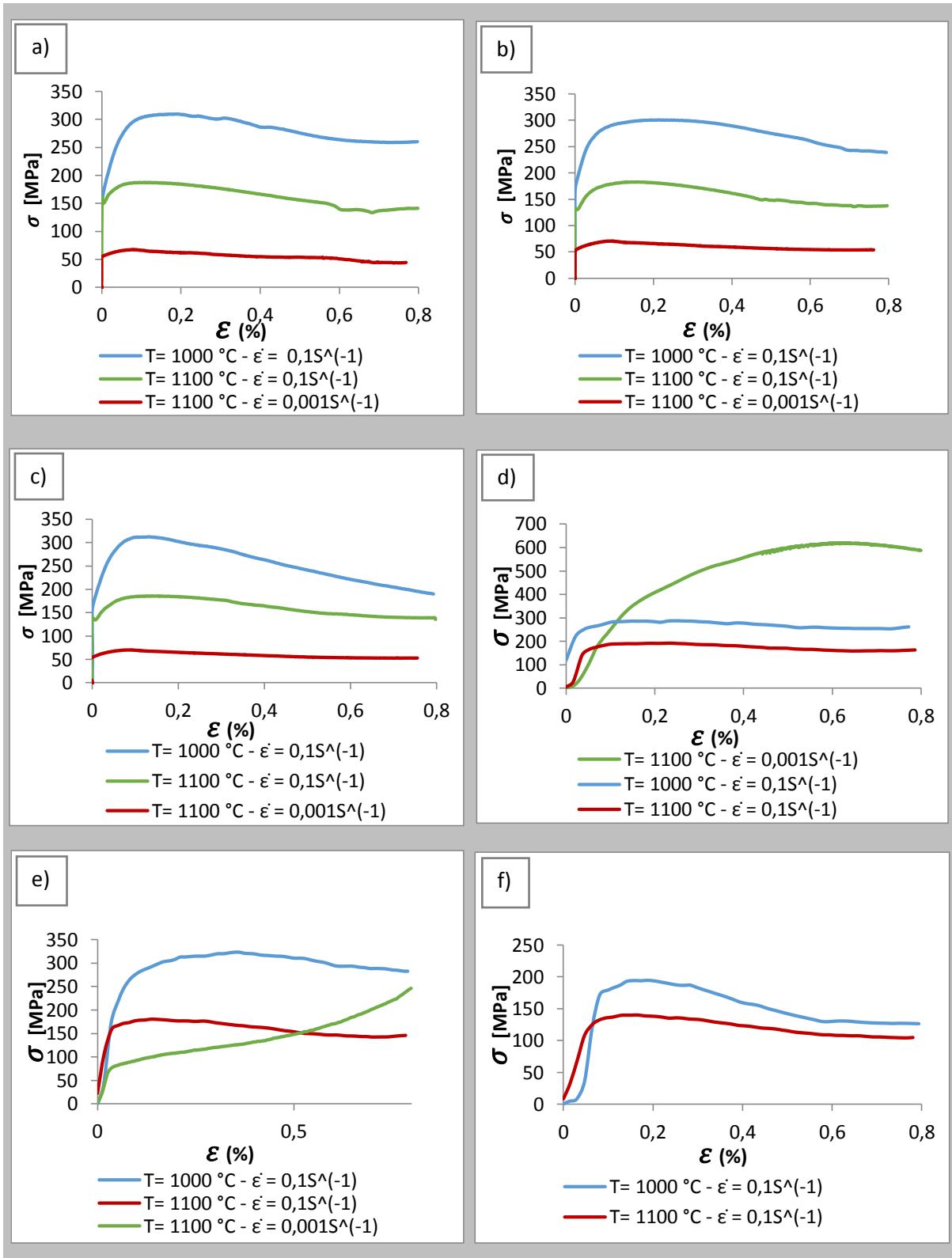


Figura 4.1. Comparación de las de las curvas σ vs ϵ de las diferentes rutas según cada condición.

Haciendo referencia a lo mencionado en el párrafo anterior, en la figura 4.2 se puede observar la presencia de una condición incipiente del proceso de restauración de las propiedades, vemos una distribución de granos heterogénea, en la que se aprecia como persisten granos alargados en la dirección del procesamiento y en su entorno se observa los nuevos granos recristalizados, lo que sin lugar a duda sugiere, que el inicio de la recristalización fue en los límites preexistentes del material deformado. Para estas condiciones en particular, representada microestructuralmente en la figura 4.2, la recristalización definitivamente no es total, no es completa, es parcial, el material se encuentra parcialmente recristalizado, condición que puede atribuirse a que para esta velocidad de deformación, quizás el tiempo de exposición al rango de temperaturas, desde la temperatura de inicio 1000 °C, hasta la temperatura final del ensayo 950 °C, propias de la forja no isotérmica, es insuficiente para lograr una estado totalmente recristalizado.

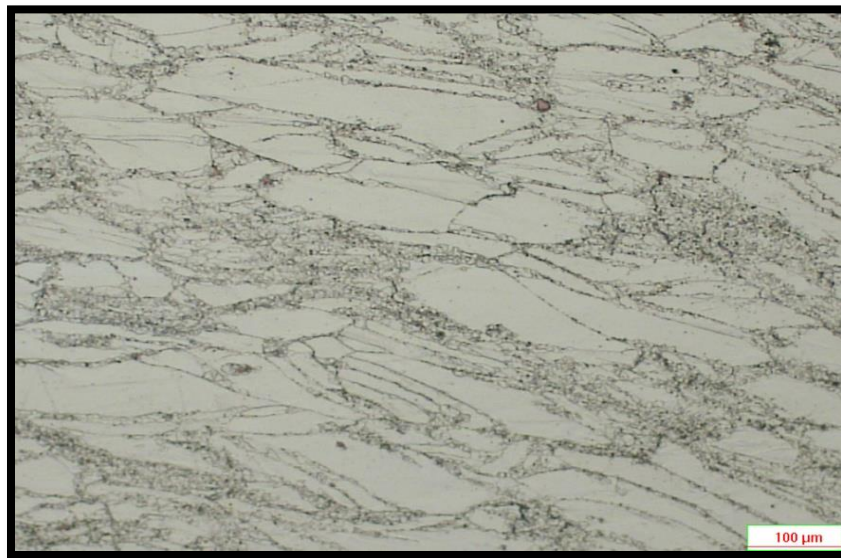


Figura 4.2 Fotomicrografía de la probeta ensayada bajo la ruta $F^{NI}HEA$, con condiciones $T= 1000\text{ }^{\circ}C$ y $\dot{\epsilon} = 0,1$, donde es posible apreciar una recristalización dinámica tipo collar.

Así mismo, es posible apreciar que para la temperatura más baja y tasa de deformación elevada (curva azul, $T= 1000\text{ }^{\circ}C$ y $\dot{\epsilon} = 0,1\text{ s}^{-1}$), el material experimenta los mayores valores pico de resistencia mecánica, sin embargo, en ellas también se observa el mayor ablandamiento posterior a la recristalización, en otras palabras, hay una variación

notable en la resistencia mecánica del material, debido a que éste experimenta un mayor ablandamiento para tiempos similares, lo que puede ser explicado en términos de una mayor cantidad de energía almacenada, presente en el material, que implicaría una cinética de relajación más violenta. Esta energía interna se representa en términos de la densidad de defectos, principalmente dislocaciones, que el material acumula durante deformación.

Se conoce que aproximadamente entre un 5 y 10 % de la energía, se almacena en la distorsión de la red durante el proceso de deformación, lo cual representa cambios estructurales de la arquitectura atómica. El otro 90% es almacenado en defectos cristalinos, entre los que figuran, como se dijo anteriormente, las dislocaciones, que pasan de una concentración de 10^7 dislocaciones por cm^2 a 10^{14} dislocaciones por cm^2 . En cuanto al proceso de relajación y deformación, se puede decir que van de la mano, pero primero es necesario alcanzar una deformación crítica para que se produzca el evento de relajación.

Sin embargo, de manera particular, en la gráfica d y e, de la figura 4.1, se puede observar un comportamiento atípico, de la condición que experimenta alta temperatura y baja tasa de deformación, en este caso, en contradicción a lo esperado, estas curvas se ubican por encima de las de mayor tasa de deformación y menor temperatura, dicho comportamiento podría ser consecuencia de la deformación en caliente que se realiza durante el enfriamiento continuo (forja no isotérmica), llevado a cabo para esta ruta en particular, aquí la temperatura experimenta un gran descenso al mismo tiempo en que transcurre la deformación, perdiéndose así las condiciones de una deformación en caliente.

En general, el comportamiento observado, sin las particularidades antes descritas, sugiere que para la mayor temperatura de trabajo, el material no presenta una gran resistencia mecánica, debido a posibilidad de una mayor movilidad de las dislocaciones, esta mayor capacidad de reordenamiento conlleva a un ablandamiento o cinética de relajación más violenta. Añadiendo que con la velocidad de deformación lenta los tiempos de exposición propician mayores oportunidades para la ocurrencia de dichos procesos de relajación.

4.2 Dureza Vickers

Adicionalmente al análisis cualitativo realizado en las curvas de esfuerzo deformación, se evaluaron las distintas condiciones según cada ruta de conformado, a partir de ensayos de microindentación estática, específicamente, estudios de dureza vickers, obteniendo como resultados los valores reportados en la tabla 4.2, de esta forma se tomó como parámetro de comparación el valor de la dureza obtenido de la muestra en su estado de recepción, siendo este valor de $343 \pm 20,48 \text{HV-0,2Kg}$.

Tabla 4.2. Valores de dureza Vickers HV-0,2 Kg para cada ruta y condición.

Ruta Termomecánica	T= 1100°C $\dot{\epsilon} = 0,001 \text{ s}^{-1}$	T= 1100°C $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$	T= 1000°C $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$
F ^I T	252±8,06	280±9,53	316±20,09
F ^I TST	208±8,91	201±8,47	206±14,21
F ^I TSTEA	301±27,06	340±23,36	305±19,38
F ^I TEA	371±11,29	380±13,56	382±30,26
F ^{NI} HEA	412±27,55	377±24,55	424±24,06
F ^I EA	321±20,31	305±37,40	375±9,37
F ^{NI} Ve ^L EA	361±20,91	348±16,41	343±13,32
F ^{NI} Ve ^R EA	-	335±20,51	316±19,26

Luego de realizar el estudio, fue posible observar que en la mayoría de los casos, los parámetros de conformado que aportan mayor dureza al material, corresponden a la temperatura de T= 1000°C y velocidad de deformación de $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$, por debajo de estos se encuentran los parámetros con T= 1100°C y $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$, siendo los parámetros de T=1100°C y $\dot{\epsilon} = 0,001 \text{ s}^{-1}$ los que menos aportan dureza al material.

Otro de los aportes que brindo el estudio de dureza Vickers por microindentación, fue el de precisar que la condición que aporta mayor dureza pertenece a la ruta de

conformando F^{NI}HEA, bajo las condiciones de temperatura y tasa de deformación ya indicada anteriormente, la cual generó una dureza de $424 \pm 24,06$ (HV-0,2Kg), valor que se asemeja al reportado por *Fontané. M, 2012*, en estudios anteriores, lo que corresponde a un incremento del 23,6% de la dureza con respecto a la dureza propia del material en su estado de recepción. En esta ruta, el proceso de conformado se realizó en paralelo a un enfriamiento continuo en el horno hasta la temperatura ambiente. El aumento de dureza podría atribuirse al descenso de la temperatura de conformado, partiendo de que el control de endurecimiento por deformación está asociado a la movilidad de las dislocaciones y esto directamente a la temperatura, aunado a la alta tasa de deformación, que bajo el mismo principio anterior, esta condición de deformación implicaría sin lugar a duda un mayor incremento en la densidad de dislocación en el material. Así mismo, esta condición generó un tamaño de grano fino, lo cual convencionalmente se traduce en un refuerzo a la matriz, debido a la obstaculización que ofrece la mayor área de límite de grano propia de una microestructura de tamaño de grano fino, al movimiento de las dislocaciones.

4.3 Microscopia Óptica

En cuanto al tamaño de grano desarrollado en las distintas rutas de conformado aplicadas en el presente estudio, se verificó que a bajas temperaturas y altas tasas de deformación es propicio obtener un tamaño de grano fino, al contrario del tamaño de grano obtenido a altas temperaturas y bajas tasas de deformación, el cual es un tamaño de grano grueso. Este comportamiento estaría relacionado con la diferencia de temperatura a la cual se llevan a cabo los procesos, en principio esperaríamos mayores tamaños de grano, para condiciones no solo de mayor temperatura, sino también de cinéticas de transformación más lentas.

En cuanto a la temperatura de ensayo, es bien conocido que la cinética de transformación asociada a la restauración de las propiedades, son dependientes de la temperatura de acuerdo a modelos clásicos tipo JMAK (Johnson - Mehl - Avrami - Kolmogorov), típicos de procesos activados térmicamente y el crecimiento de grano esta fundamentalmente asociado a fenómenos de tensión superficial, en la práctica una mayor

temperatura se traducirá a la postre en un mayor tamaño de grano, uno de los posibles análisis sería el reconocer como cierto, que en el ensayo realizado a mayor temperatura la disipación del calor por trabajo mecánico es menor, en virtud del valor de esta disipación calculada a partir del doble producto tensorial entre el tensor de esfuerzo y el tensor de deformaciones, definiendo el tensor de esfuerzo como el producto de la matriz elástica por el tensor de deformaciones como expresión constitutiva del esfuerzo, en este caso es bien conocido que la constantes elásticas son menores en la medida que la temperatura aumenta, por ende ese doble producto que representaría la disipación a la temperatura de ensayo es menor, manteniendo entonces mayor temperatura por mayor tiempo a los especímenes ensayados a 1100 °C, lo cual afectaría directamente el tamaño de grano que se genere bajo esa condición de conformado.

Adicionalmente, partiendo del hecho de que se trabaja a un grado de deformación fijo para cada periodo de tiempo que tarda en realizarse cada proceso de conformado, puesto que para las condición de alta tasa de deformación el tiempo en que transcurre la deformación es de 8 segundos y para la condición de baja tasa de deformación el tiempo necesario es de 800 segundos. Lo que implica, que para la menor tasa de deformación el tiempo asociado al proceso, sea el tiempo suficiente para que no solo ocurra la restauración, en términos de la recuperación y recristalización dinámica, sino que sería posible esperar también un crecimiento excesivo en el tamaño de grano. Como se puede observar, ambas condiciones descritas anteriormente contribuyen al condicionamiento del tamaño de grano para cada ruta termomecánica. Lo antes mencionado pareciera estar presente en todas las condiciones experimentales.

Ahora bien, abordando en principio la medición de tamaño de grano de las probetas que fueron sometidas a forja y temple, según cada condición de estudio ($F^I T_{1000}^{0,1}$ - $F^I T_{1100}^{0,1}$ - $F^I T_{1100}^{0,001}$), es posible apreciar el comportamiento comentado, corroborándolo con los siguiente valores de tamaños de grano, tabla 4.2. Estos valores plasmados en dicha tabla, fueron obtenidos del promedio de la medición de tamaño de grano, a través de la fotomicrografía obtenida por microscopia óptica, imagen que fue analizada haciendo uso del software de medición Omnimet, teniendo que, este tamaño de grano promedio

reportado, es producto de la medición de alrededor de 562, 312 y 327 granos, como es posible observar en las figuras 4.3, 4.4 y 4.5, respectivamente.

Tabla 4.2. Tamaño de grano en [μm] de la ruta F¹T según cada condición de estudio

Ruta F ¹ T	
Condición	Tamaño de Grano [μm]
T= 1000°C - $\dot{\epsilon}=0,1 \text{ s}^{-1}$	2,88876
T= 1100°C - $\dot{\epsilon}=0,1 \text{ s}^{-1}$	7,733238
T= 1100°C - $\dot{\epsilon}=0,001 \text{ s}^{-1}$	27,96273

En la figura 4.3, se aprecia una imagen digital de la microestructura en donde la morfología del grano es uniforme y equiaxiada, teniendo un tamaño de grano promedio de 2,88 micrómetros. Al detallar el cuadrante superior izquierdo de la imagen, se observa que la distribución de tamaño de grano es bastante homogénea. No obstante, al detallar la imagen en su totalidad, se evidencia que este comportamiento no se mantiene de igual forma en su cuadrante superior derecho, lo cual podría estar asociado a un proceso de revelado deficiente.

Respecto a la figura 4.4, el comportamiento de distribución de tamaño y forma de grano es uniforme. Al diferenciarla de la figura anteriormente descrita, se refleja que el valor promedio reportado para el tamaño de grano es alrededor de tres veces mayor, siendo éste de 7,73 micrómetros.

Para la condición mostrada en la figura 4.5, el comportamiento cambia de manera importante en lo que respecta a la distribución del tamaño y la forma de los granos. En este sentido, la distribución es heterogénea y la forma de dichos granos es equiaxial. Cabe destacar, la presencia de maclas en esta microestructura, así como el valor promedio del tamaño de sus granos, el cual es significativamente mayor que en los dos valores correspondientes a las figuras 4.3 y 4.4 respectivamente mencionados, siendo el valor de éste de 27,96 micrómetros.

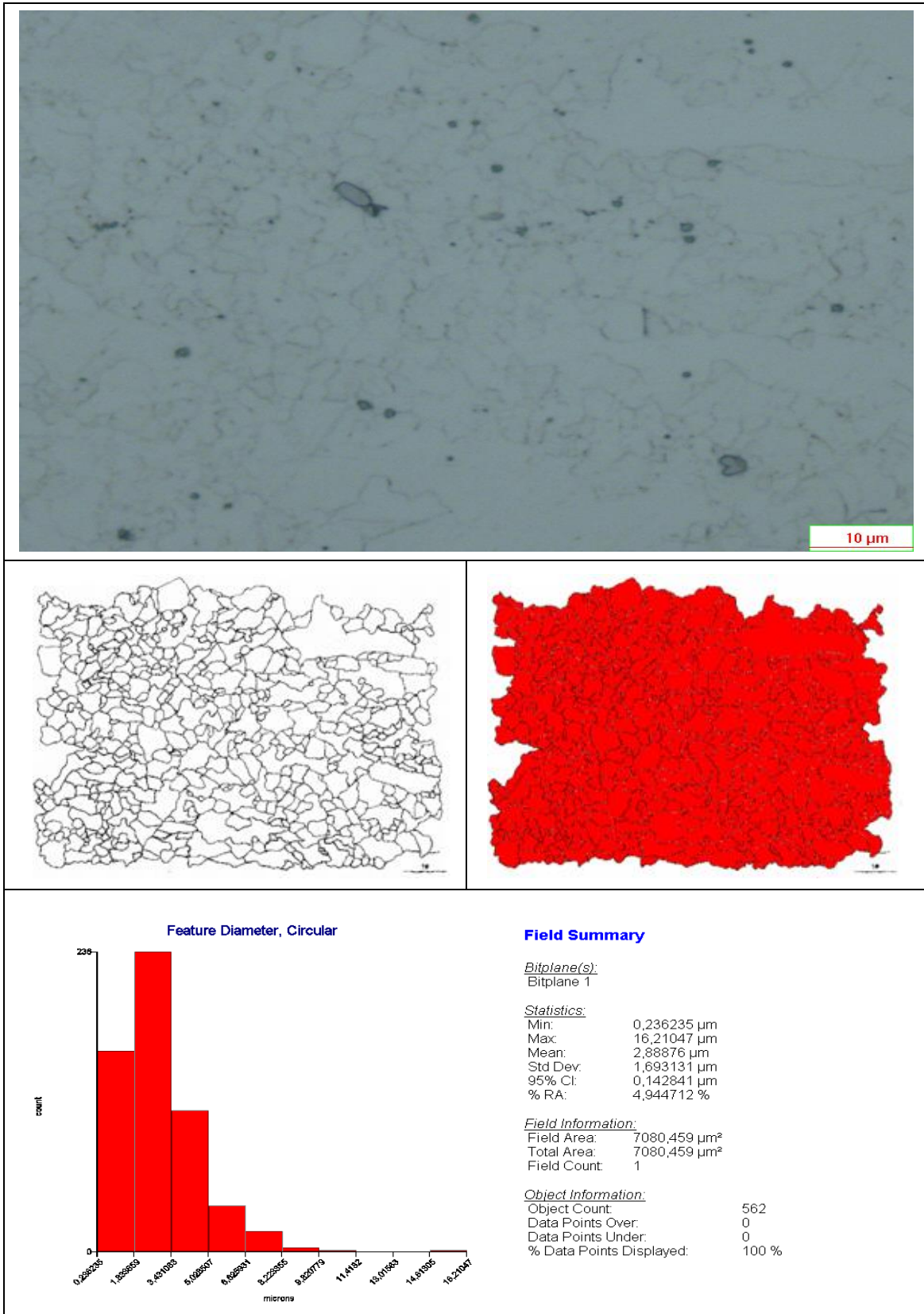


Figura 4.3 Reporte de Medición de tamaño de grano de la ruta F¹T con la condición T= 1000 °C y $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$.

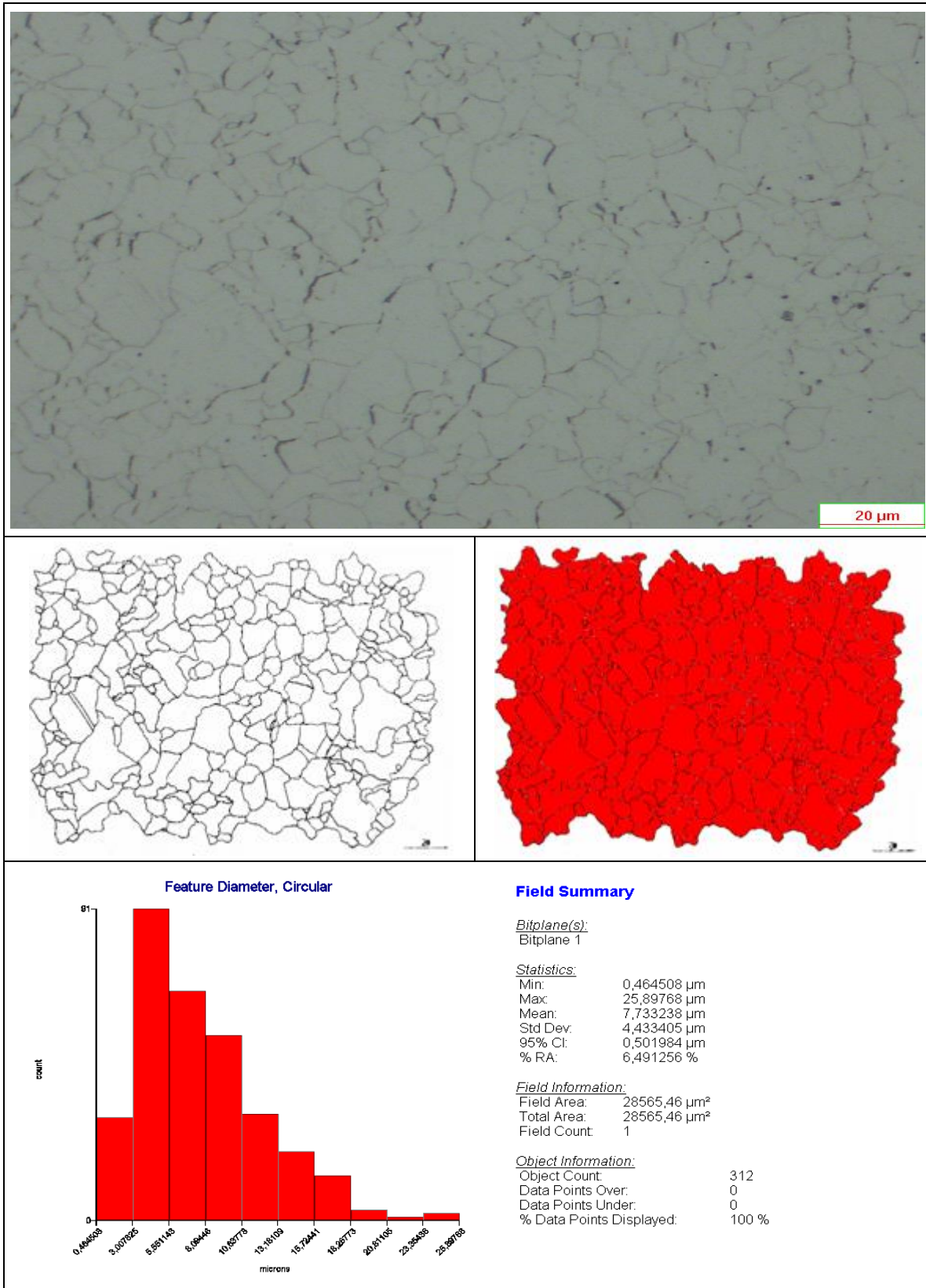


Figura 4.4 Reporte de Medición de tamaño de grano de la ruta F¹T con la condición T= 1100 °C y $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$.

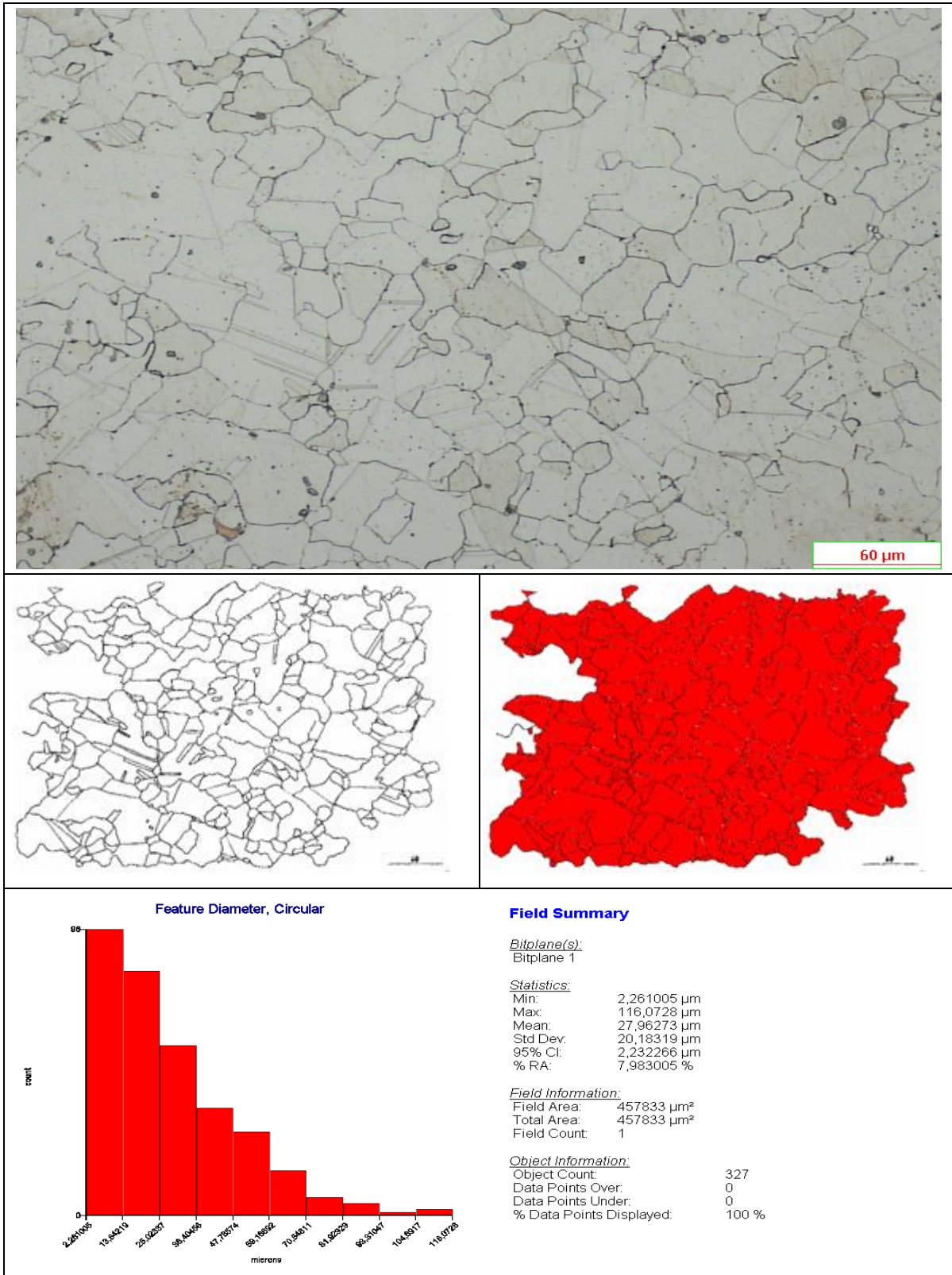


Figura 4.5 Reporte de Medición de tamaño de grano de la ruta F¹T con la condición T= 1100 °C y $\dot{\epsilon} = 0,001 \text{ s}^{-1}$.

Ahora bien, en la figura 4.6, conformada por tres imágenes correspondientes a las microestructuras obtenidas a través de la ruta F^IT, se aprecia que cada una de ellas conserva una distribución, forma y tamaño de grano particular. El menor tamaño de grano promedio (2,88 micrómetros) corresponde a la condición a, propia del ensayo de forja con condiciones $T= 1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 0,1\text{s}^{-1}$, pudiendo ser estas últimas las responsables de la inhibición del crecimiento del grano, debido a que la energía asociada estimula el proceso de recristalización. Por otra parte, la imagen que representa la distribución más heterogénea (condición c), arrojó el tamaño de grano promedio más elevado, lo cual pudiese atribuirse al tiempo de exposición y a la temperatura con la cual se desarrolló el ensayo.

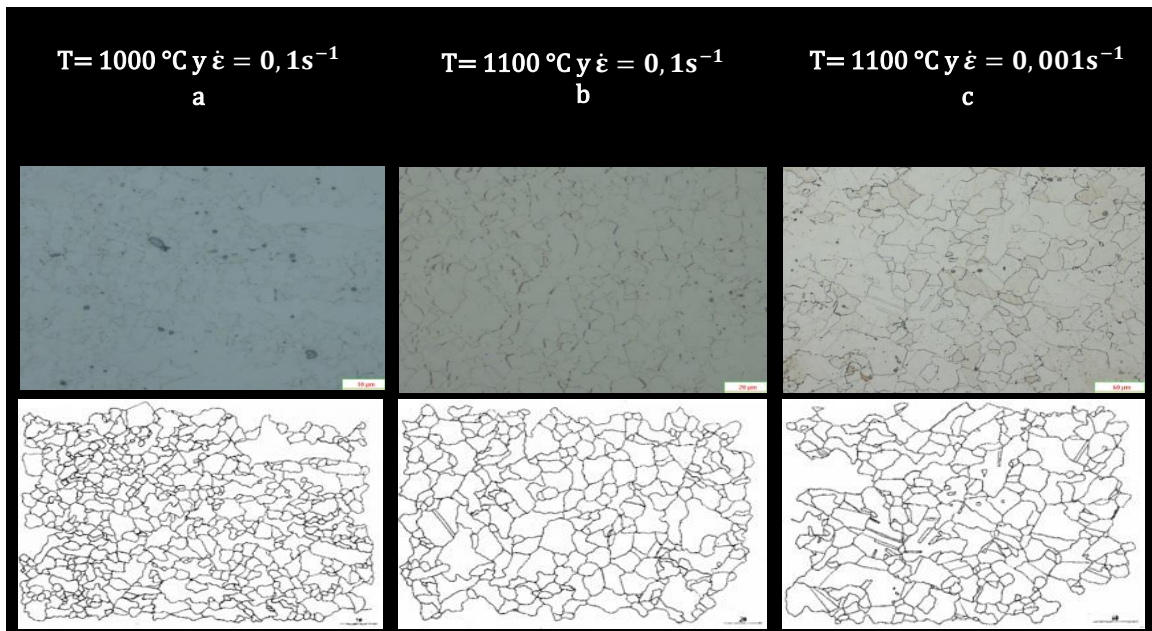


Figura 4.6 Fotomicrografías correspondientes a las microestructuras obtenidas a través de la ruta F^IT, correspondientes a las condiciones de las figuras 4.3, 4.4 y 4.5.

Cumpliendo con el objeto del ensayo F^IT, como método de obtención de una microestructura base que sirve como parámetro de comparación, con la variación de las microestructuras propias de cada ruta de conformado planteadas, es pertinente observar la diferencia en los tamaños de grano inducido por cada ciclo termomecánico, observado en la tabla 4.3.

Partiendo del hecho de que existe un proceso común, forja isotérmica para algunas rutas y forja no isotérmica para otras, presente en las rutas termomecánicas, es posible realizar comparaciones en función de la variación que cada ruta aporta, al incremento o disminución del tamaño de grano.

Tabla 4.3. Tamaño de Grano general en μm .

Ruta Termomecánica	T = 1100°C $\dot{\epsilon} = 0,001 \text{ s}^{-1}$	T = 1100°C $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$	T = 1000°C $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$
F^IT	27,96	7,73	2,88
F^ITST	65,77	90,60	59,14
F^ITSTE^A	62,19	68,43	64,41
F^ITE^A	17,75	6,11	6,28
F^IE^A	16,27	20,58	12,85
F^{NI}HE^A	26,84	7,51	16,98
F^{NI}Ve^LE^A	29,45	16,23	16,33
F^{NI}Ve^RE^A	-	13,64	11,88

Teniendo en cuenta los valores reportados en la tabla 4.3, es posible observar que el proceso de solubilización aporta un incremento considerable en el tamaño de grano, con respecto al proceso de forja isotérmica realizado previamente. Esto se debe al incremento y mantenimiento de temperatura (1150 °C) por un periodo de tiempo fijo (33 minutos), en donde el tamaño grano se ve afectado directamente por la temperatura, la cual activa procesos internos en el material, dando inicio al crecimiento del tamaño de grano. Aunado a esto, es posible observar que el comportamiento del tamaño de grano para esta ruta F^ITST, según cada condición, es diferente al comportamiento reportado en el ciclo termomecánico F^IT. Observando así, que el mayor tamaño de grano obtenido en la ruta F^ITST se atribuye a la condición de mayor temperatura y mayor velocidad de deformación, Fig. 4.7.

Siguiendo el estudio de esta ruta se tiene la figura 4.7, en donde se observa una microestructura que refleja escasos bordes de macla, una distribución de grano homogénea y un mayor tamaño de grano promedio (90,60 micrómetros) con respecto a los valores reportados en las figuras 4.8 y 4.9.

A diferencia de lo descrito anteriormente y, desde el punto de vista del tamaño de grano, se encuentra la condición óptima en la figura 4.8, es decir, el menor tamaño de grano promedio (59,14 micrómetros), siendo la condición de $T = 1000\text{ }^{\circ}\text{C} - \dot{\epsilon} = 0,1\text{ s}^{-1}$ la responsable del resultado obtenido. Por otra parte, en la fotomicrografía propia de esta condición, se aprecia una presencia de maclas considerable, además de una leve presencia de carburos de diferentes tamaños, distribuidos a lo largo de la microestructura.

Ahora bien, entre los valores correspondientes a las condiciones de esta ruta, la de alta temperatura y baja tasa de deformación (fig. 4.9), aportó el tamaño de grano promedio "intermedio", siendo este valor de 65,77 micrómetros. En ésta figura, a diferencia de la figura 4.8, se evidencia mayor presencia de precipitados, menor cantidad de maclas y un deficiente revelado de límites de grano.

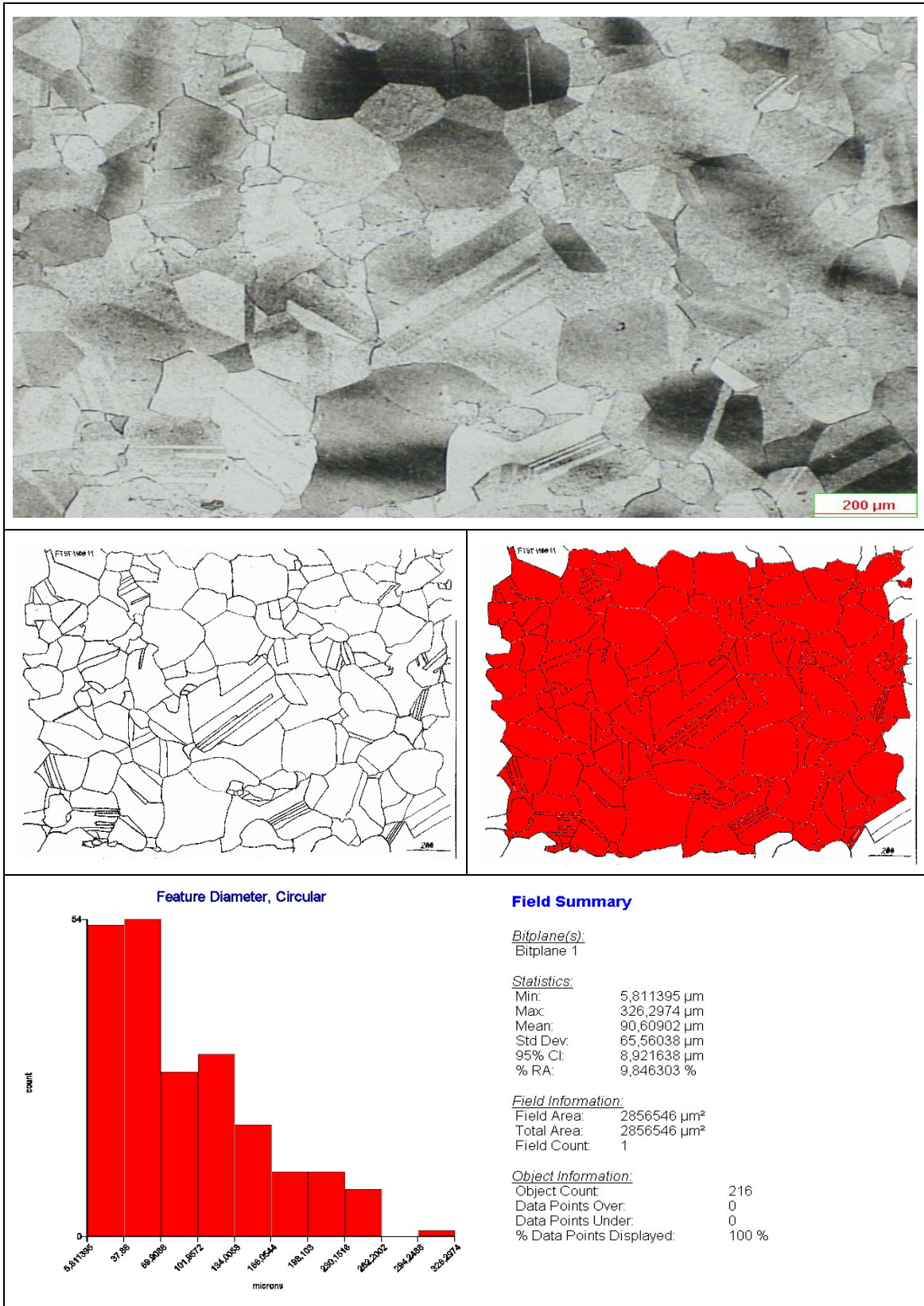


Figura 4.7 Reporte de Medición de tamaño de grano de la ruta F¹TST con la condición T= 1100 °C y $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$.

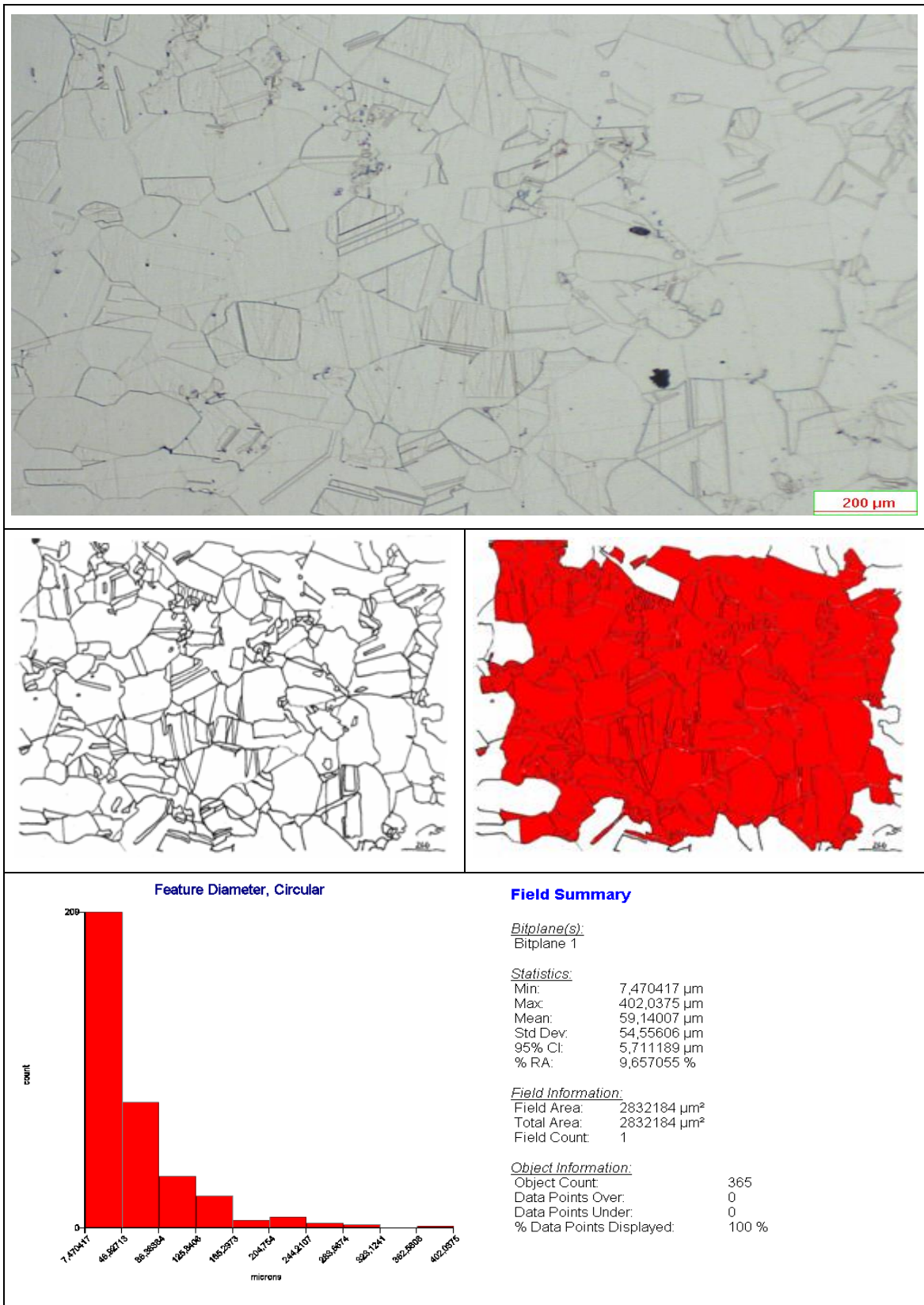


Figura 4.8 Reporte de Medición de tamaño de grano de la ruta F¹TST con la condición T= 1000 °C y $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$.

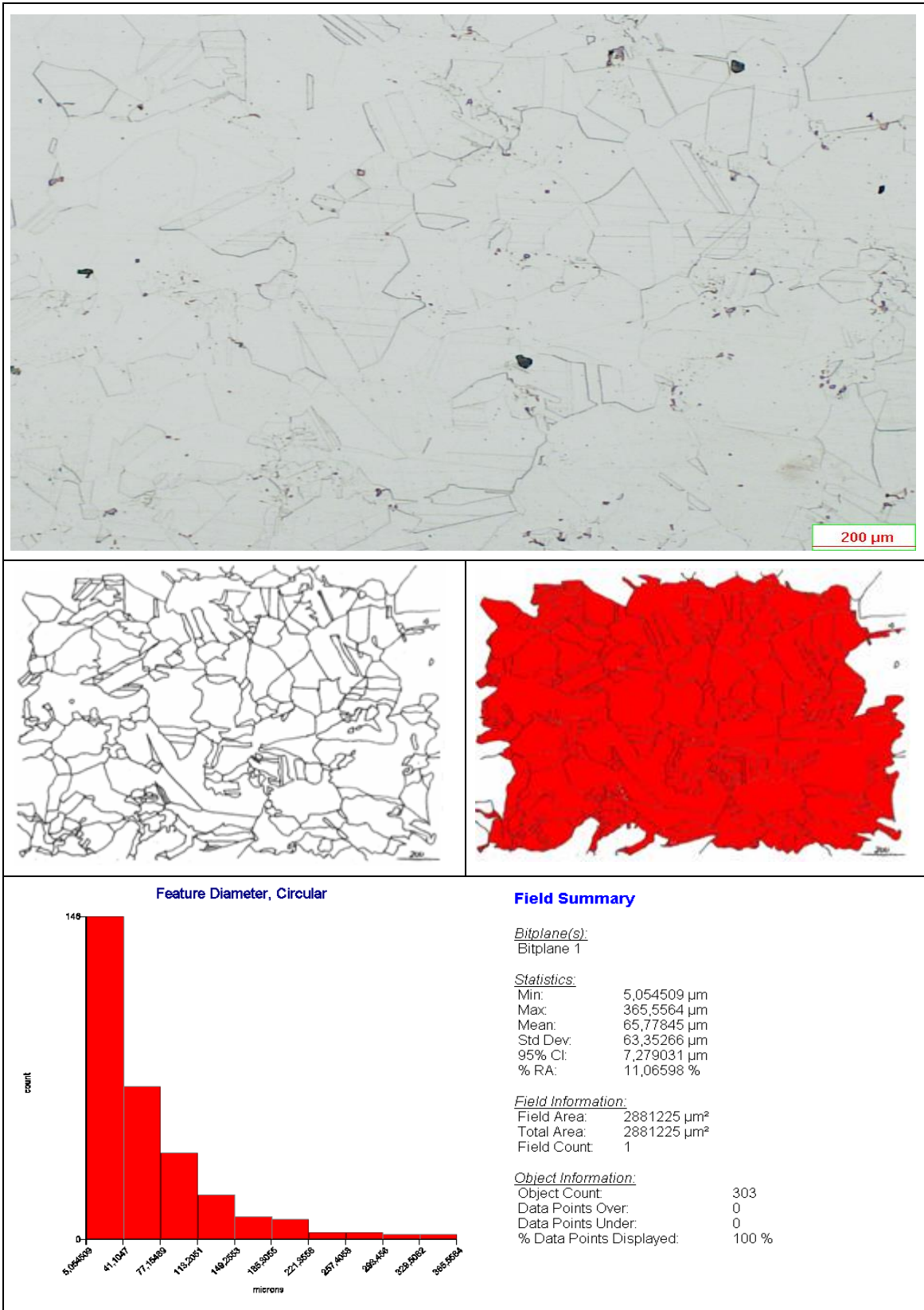


Figura 4.9 Reporte de Medición de tamaño de grano de la ruta F¹TST con la condición T= 1100 °C y $\dot{\epsilon} = 0,001 \text{ s}^{-1}$.

En el caso de las imágenes de los grupos de condiciones b y c, de la figura 4.10, se aprecia un tamaño de grano promedio aproximado entre ellos, a diferencia de la imagen propia de la condición a, correspondiente a las condiciones $T = 1100\text{ °C}$ y $\dot{\epsilon} = 0,1\text{ s}^{-1}$, la cual da un resultado del tamaño de grano promedio notablemente mayor, siendo éste de 90,60 micrómetros. Vale acotar que el crecimiento del grano resulta de la aplicación del tratamiento térmico de solubilización realizado.

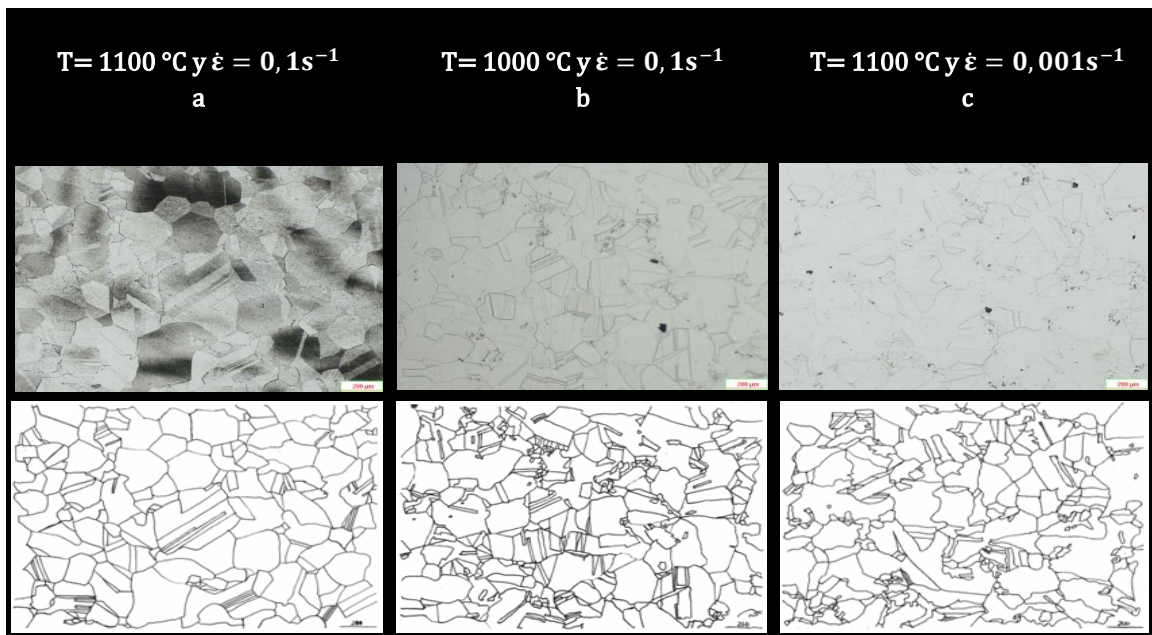


Figura 4.10 Fotomicrografías correspondientes a las microestructuras obtenidas a través de la ruta F¹TST, correspondientes a las condiciones de las figuras 4.7, 4.8 y 4.9.

Continuando con la descripción y el análisis de las rutas termomecánicas, luego del proceso de forja y solubilización, se realizó un proceso de envejecimiento, constituyendo así nuestra primera ruta planteada (F¹TSTEA), en aras de fortalecer la aleación, mediante la formación de precipitados. Observando que la inclusión de dicho proceso, induce una disminución del tamaño de grano para las condiciones $T = 1100\text{ °C}$ - $\dot{\epsilon} = 0,001\text{ s}^{-1}$ y $T = 1100\text{ °C}$ - $\dot{\epsilon} = 0,1\text{ s}^{-1}$. A su vez, existe una variación particular en la condición $T = 1100\text{ °C}$ - $\dot{\epsilon} = 0,1\text{ s}^{-1}$, donde se observa un aumento de 5 μm con respecto al tamaño reportado en la ruta F¹TST.

Las siguientes figuras 4.11, 4.12 y 4.13, corresponden a la medición de tamaño de grano de la ruta F^ITSTEA correspondiente a cada condición, que sirven como punto final de comparación, en función del tamaño de grano, con cada una de las rutas estudiadas en la presente investigación.

En la figura 4.11, es posible observar que la morfología de la microestructura es homogénea, contando con un tamaño de grano promedio de 64,41 micrómetros, además de presentar una escasa nucleación en los límites de los granos preexistentes, poca presencia de maclas y una deficiencia en el revelado de la microestructura.

Es pertinente mencionar, que al igual que en el ensayo F^ITST, el mayor tamaño de grano lo aporta la condición propia de la figura 4.12, reportando un tamaño de grano promedio de 68,43 micrómetros. Se observa también, en dicha figura, la nucleación de granos en la parte superior derecha e inferior izquierda de la imagen, una distribución homogénea de los granos y la presencia de bordes de macla en la microestructura.

Por lo que se refiere a la figura 4.13, se observa el menor tamaño de grano promedio reportado (62,19 μm) entre los correspondientes a esta ruta. Así mismo, una distribución homogénea, a excepción de escasos focos en la microestructura, en los cuales se puede apreciar granos pequeños que no pudieron crecer. Se resalta también, que no existe la presencia de bordes de macla en esta microestructura.

Adicionalmente, en esta ruta en particular, se destaca la diferencia en el tamaño de grano, la cual no es significativa, por lo cual se puede decir que las variables de temperatura y velocidad de deformación no son influyentes en la variación de la microestructura.

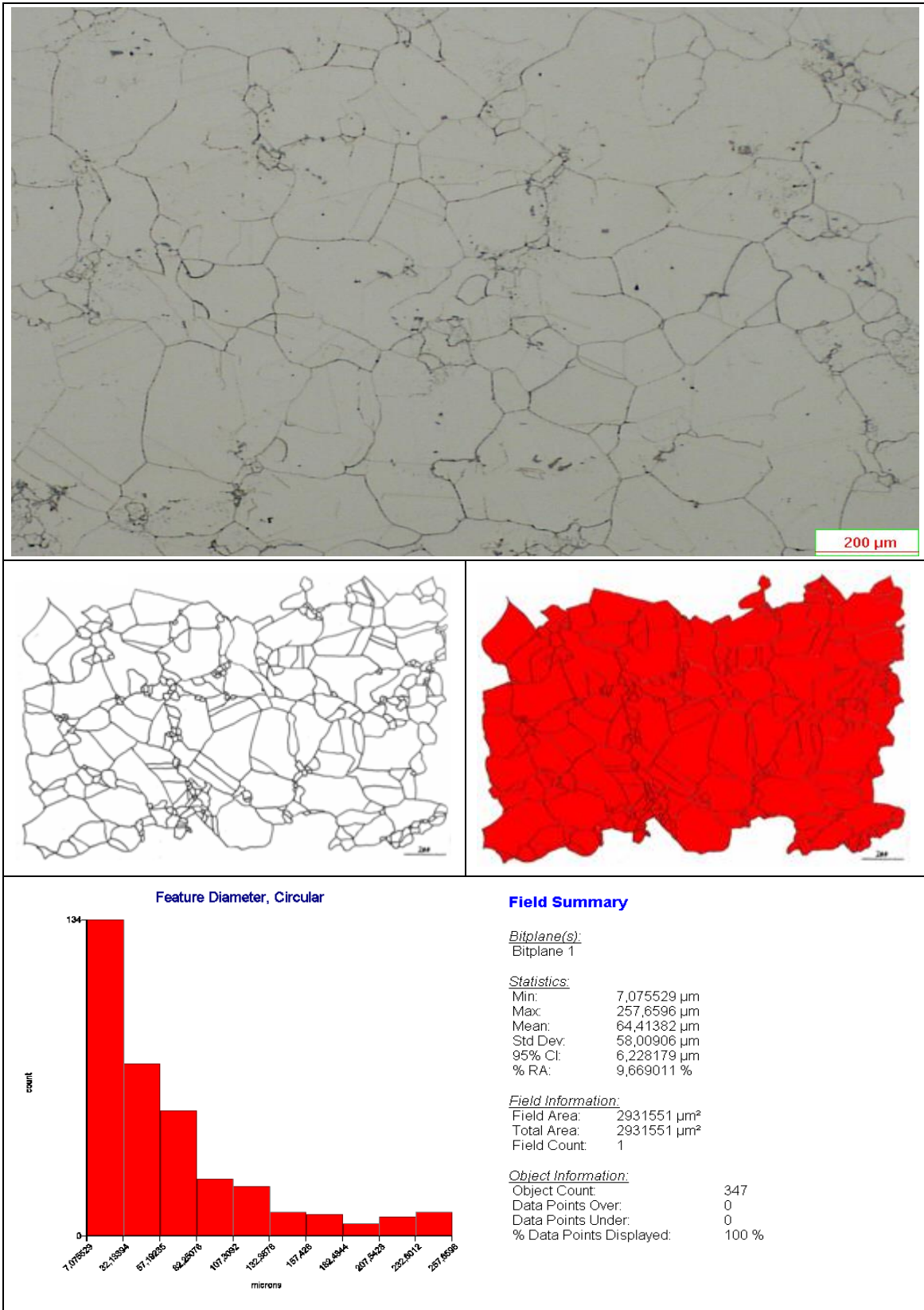


Figura 4.11 Reporte de Medición de tamaño de grano de la ruta F¹TSTEA con la condición T= 1000 °C y $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$.

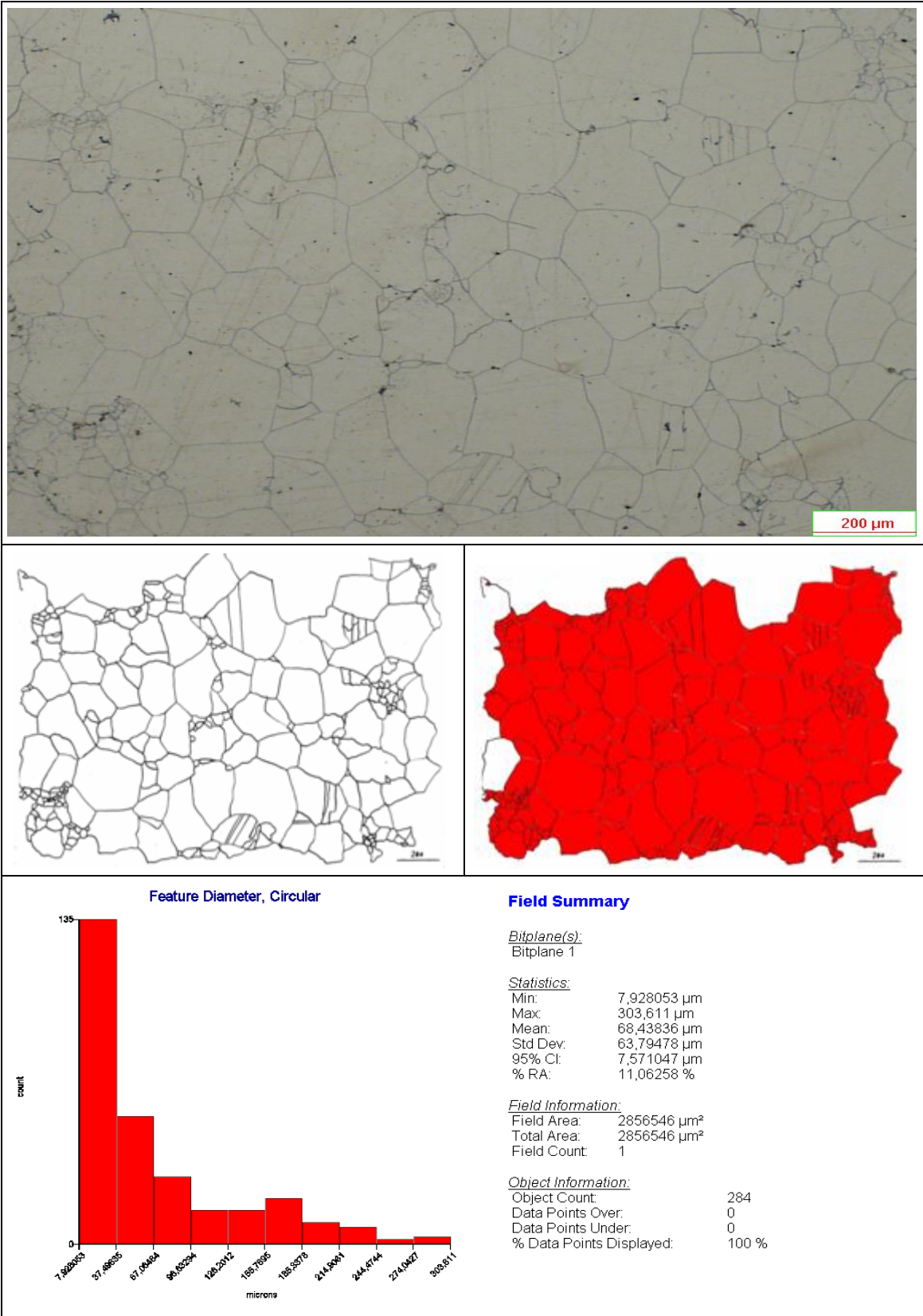


Figura 4.12 Reporte de Medición de tamaño de grano de la ruta F¹TSTEA con la condición T= 1100 °C y $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$.

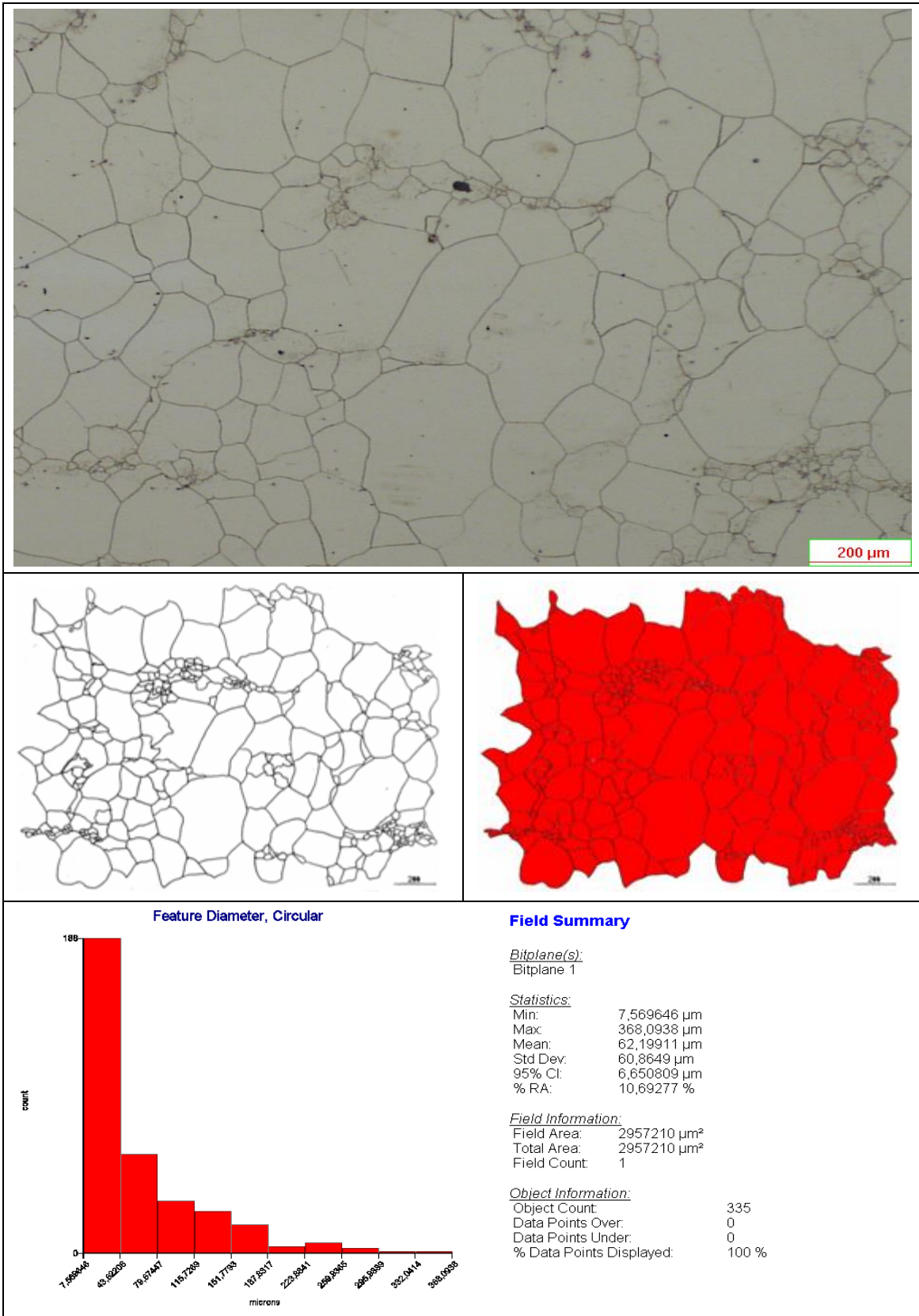


Figura 4.13 Reporte de Medición de tamaño de grano de la ruta F¹TSTEA con la condición T= 1100 °C y $\dot{\epsilon} = 0,001 \text{ s}^{-1}$.

Realizando una comparación entre las imágenes observadas en la figura 4.14, correspondientes a las microestructuras de la ruta termomecánica F^ITSTEA, se puede observar y destacar que la microestructura de la condición c es la única, que se lleva a cabo con una velocidad de deformación lenta ($\dot{\epsilon} = 0,001s^{-1}$) y en ella no existe la presencia de maclas. Esto puede deberse a que la fuerza de corte, que actúa a lo largo del borde de macla, es más suave cuando la deformación ocurre en un tiempo más prolongado. Por otra parte, se puede observar una distribución homogénea de la microestructura, además de una nucleación incipiente y localizada, incluso en mayor cantidad que en las fotomicrografías propias de los grupos de condiciones a y b, lo cual podría deberse a una heterogeneidad química.

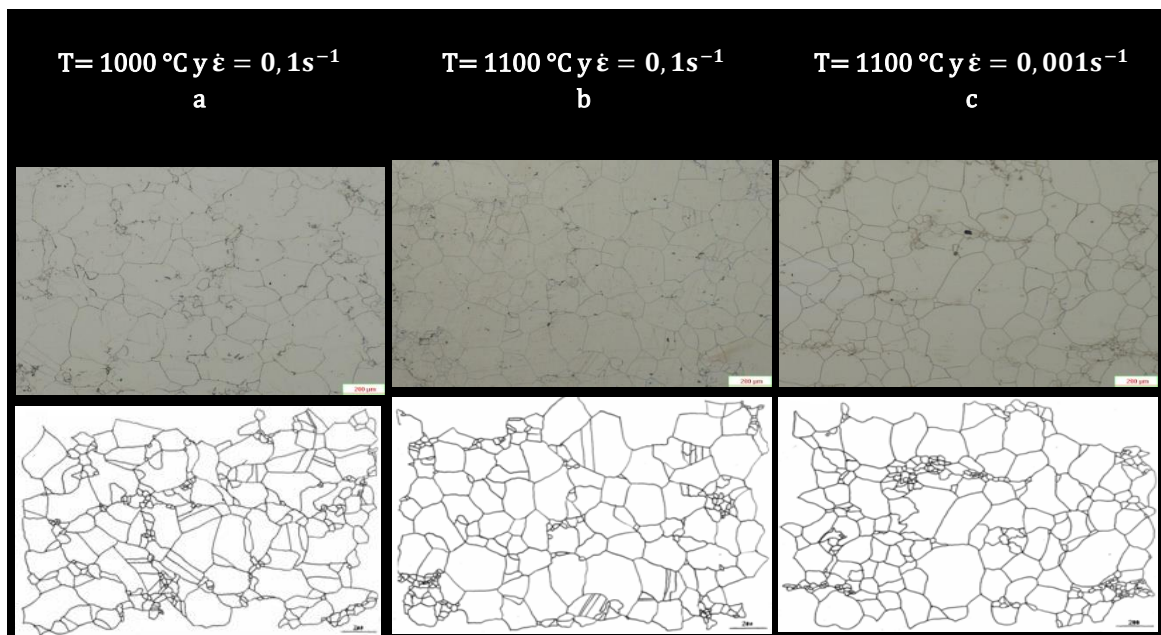


Figura 4.14 Fotomicrografías correspondientes a las microestructuras obtenidas a través de la ruta F^ITSTEA, correspondientes a las condiciones de las figuras 4.11, 4.12 y 4.13.

Una vez realizado el estudio y análisis de los valores obtenidos de la medición del tamaño de grano, es posible observar que el proceso de solubilización, aporta un tamaño de grano que oscila alrededor del valor de los 60 micrómetros, esto según los valores de tamaño de grano correspondiente a los ciclos termomecánicos F^ITST y F^ITSTEA, plasmados en la tabla 4.3. Pudiendo así caracterizar el tamaño de grano asociado al proceso

de solubilización. En donde existe solo un valor que se aleja del valor promedio, correspondiéndose dicho comportamiento a la condición de $T = 1100^{\circ}\text{C} - \dot{\epsilon} = 0,1\text{s}^{-1}$ de la ruta F¹TST.

Luego de suprimir el proceso de solubilización de los ciclos termomecánicos, es posible observar claramente, un descenso en el tamaño de grano promedio asociados a las rutas de estudio. Disminuyendo por más de 40 micrómetros los valores correspondientes a las diferentes rutas termomecánicas que suprimen dicho proceso.

En relación a la condición de $T = 1100^{\circ}\text{C} - \dot{\epsilon} = 0,001\text{s}^{-1}$ de la ruta F¹TEA, mostrada en la fig. 4.15, se observa un tamaño promedio de grano de 17,75 μm , que es significativamente mayor que valores promedios obtenidos por las figuras 4.16 y 4.17. Por otra parte, se puede observar que, a pesar de tener una geometría de granos irregular, estos poseen un comportamiento equiaxial, además de una distribución homogénea de los granos. Así mismo, en lugares puntuales de la microestructura se aprecia una deficiencia en el revelado de los límites de grano.

Observando el tamaño de grano reportado en las figuras 4.16 y 4.17, se aprecia que los valores obtenidos para cada condición, son muy similares, siendo el tamaño de 6,28 micrómetros el correspondiente a la condición de $T = 1000^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 0,1\text{s}^{-1}$. En la fotomicrografía propia de ésta condición, fig. 4.16, es posible observar una distribución de granos tipo collar, totalmente heterogénea, que permite mencionar que no concluyó el proceso de eliminación de viejos granos y el crecimiento de nuevos granos. Conjunto a esto, se aprecia también, la presencia de precipitados tanto en el grano como en sus límites.

Por otra parte en la microestructura perteneciente a la condición de $T = 1100^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 0,1\text{s}^{-1}$, fig. 4.17, se muestra una recristalización casi total de la microestructura, con una distribución de grano heterogénea. Dicha figura reporta un valor de tamaño de grano promedio de 6,11 μm . Contrario a la figura 4.16, en ésta, no se detalla la presencia de precipitados, y se destaca el deficiente revelado en los límites.

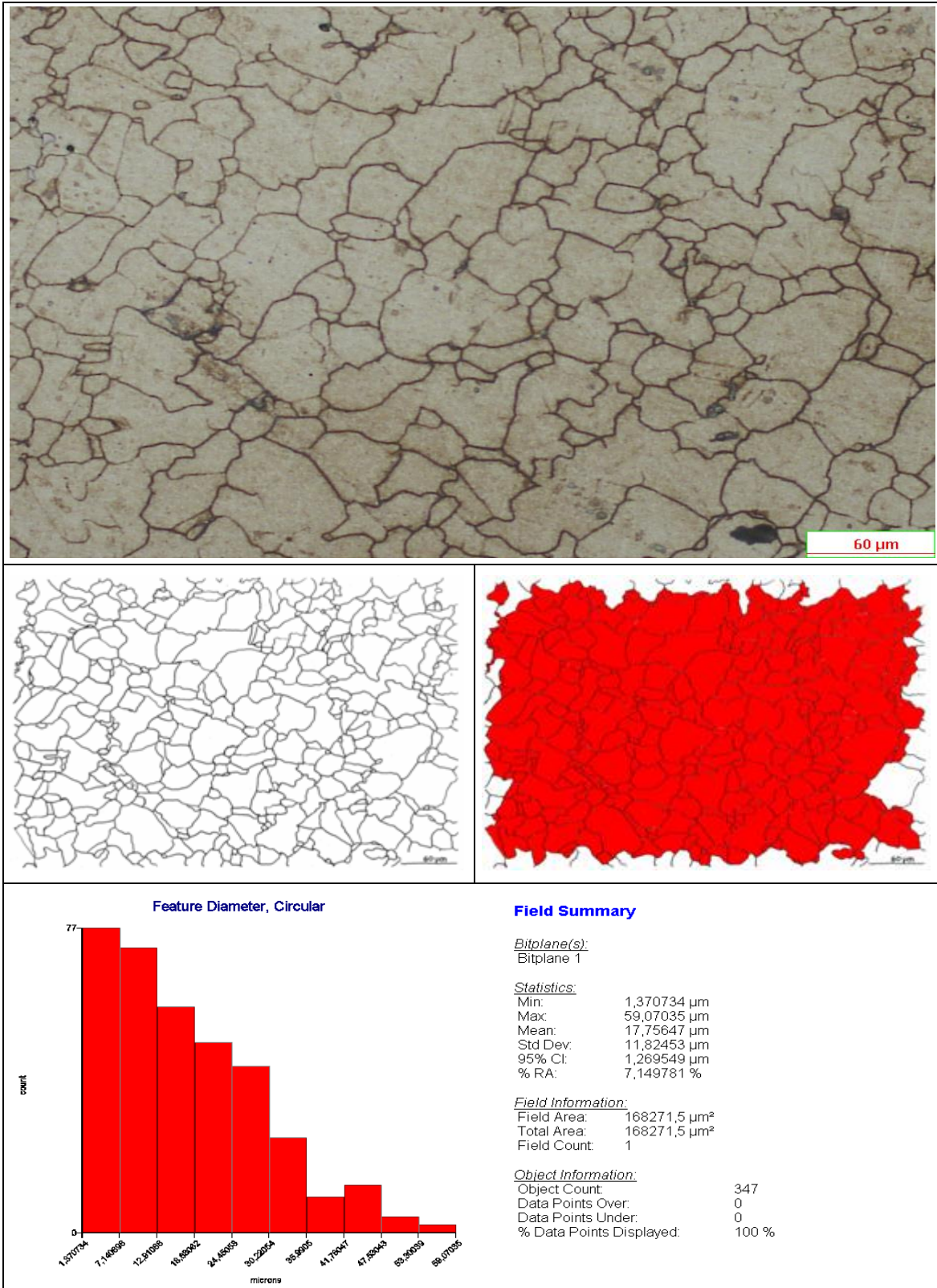


Figura 4.15 Reporte de Medición de tamaño de grano de la ruta F¹TEA con la condición T= 1100 °C y $\dot{\epsilon} = 0,001 \text{ s}^{-1}$.

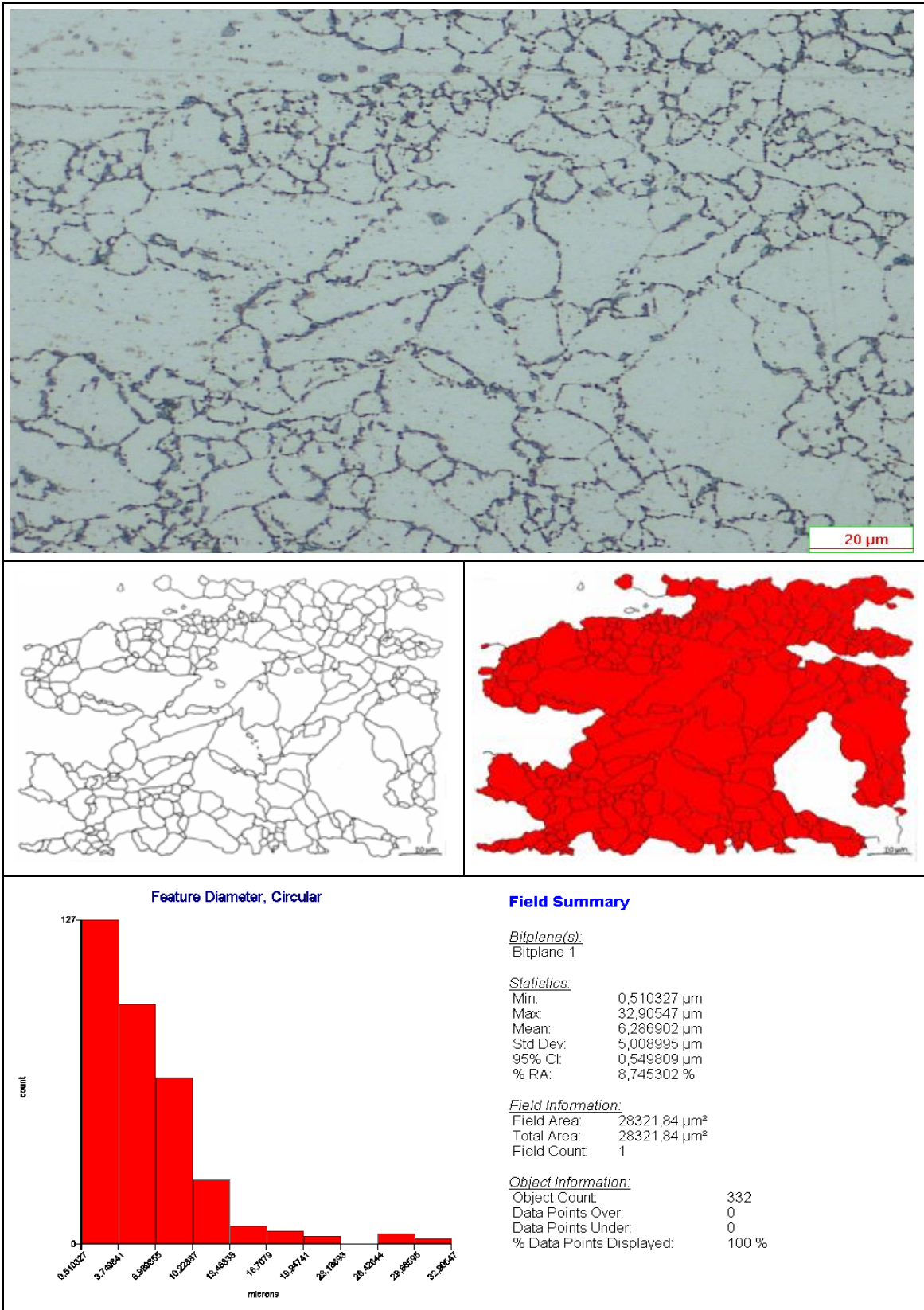


Figura 4.16 Reporte de Medición de tamaño de grano de la ruta F¹TEA con la condición T= 1000 °C y $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$.

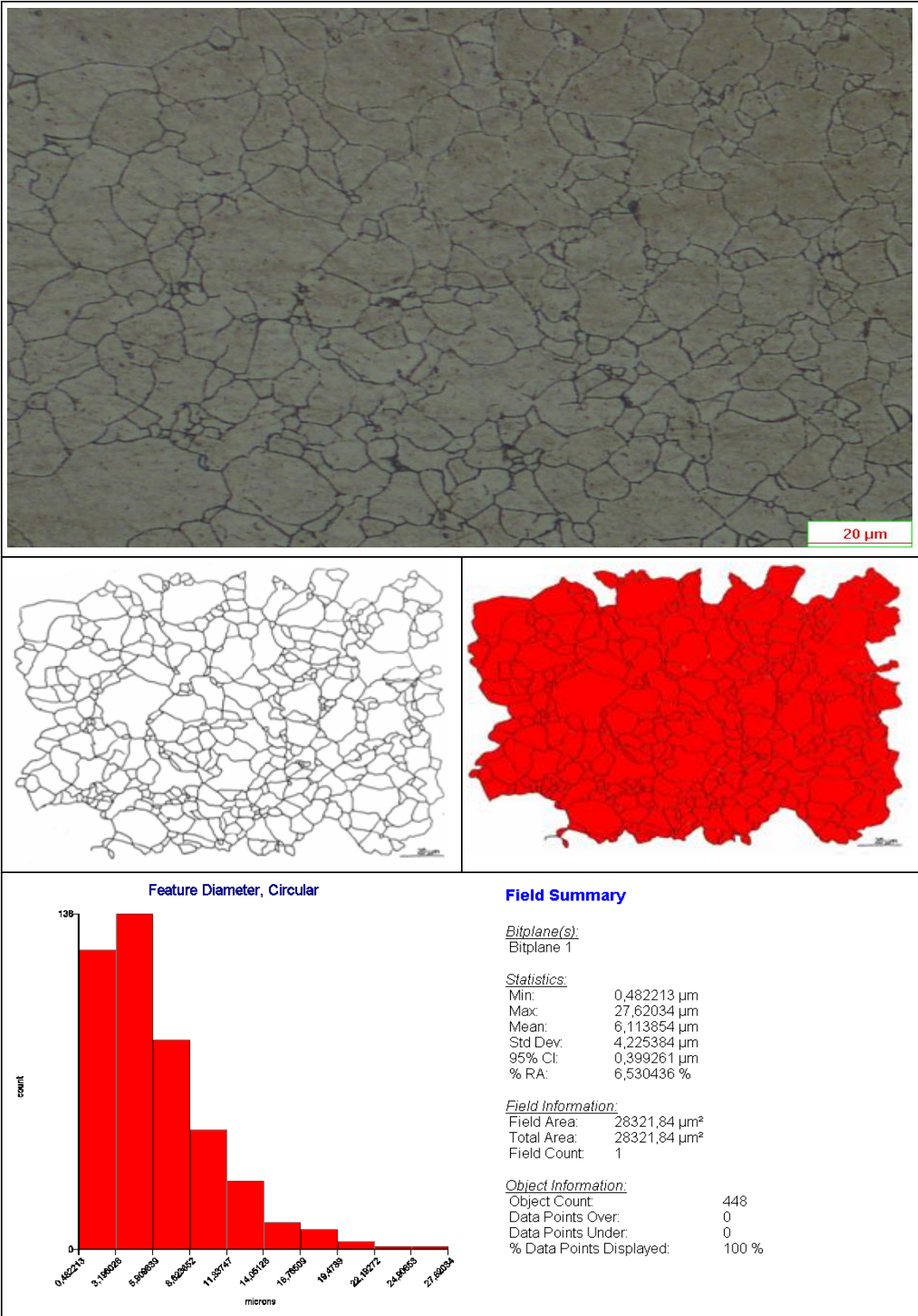


Figura 4.17 Reporte de Medición de tamaño de grano de la ruta F¹TEA con la condición T= 1100 °C y $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$.

Ahora bien, podemos observar una apreciable diferencia en el valor del tamaño de grano promedio de la condición de alta temperatura y baja tasa de deformación (condición a) con respecto a los otros dos grupos de condiciones que conforman la ruta termomecánica. Es posible atribuir dicha diferencia, a la energía interna disponible que posee el material, la cual por ser menor, inhibe la nucleación de nuevos granos que pudiesen impedir el crecimiento de los mismos. Aunado a esto, es posible definir la fotomicrografía de la condición b, figura 4.18, como una imagen bifocal. Por otra parte, a diferencia de las imágenes expuestas en la figura 4.14, en éstas se destaca la ausencia de maclas.

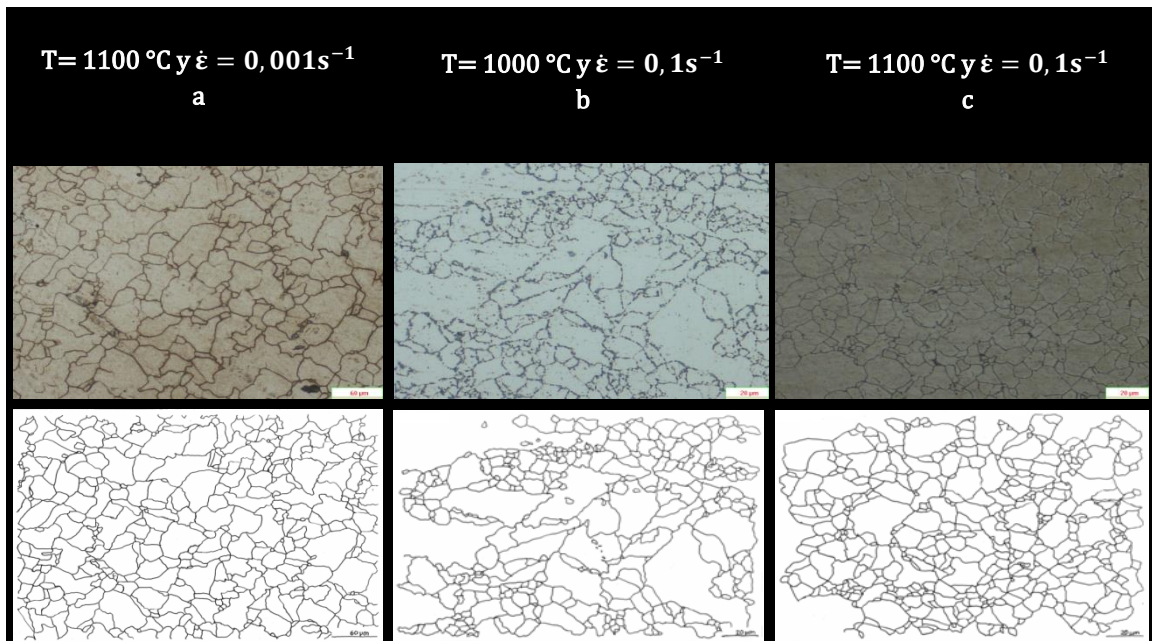


Figura 4.18 Fotomicrografías correspondientes a las microestructuras obtenidas a través de la ruta F¹TEA, correspondientes a las condiciones de las figuras 4.15, 4.16 y 4.17.

Anteriormente se pudo establecer comparaciones entre cuatro ciclos termomecánicos o rutas, que incluían el templado luego del proceso de forja a una temperatura constante. Las siguientes cuatro rutas a comparar, suprimen el proceso de templado y en tres de ellas se realiza el descenso de temperatura, en paralelo con la compresión (forja no isotérmica), directamente desde la temperatura de forja hasta la temperatura de envejecimiento y, en una ruta en particular, el descenso de temperatura

desde la temperatura de forja hasta la temperatura ambiente, para posteriormente realizar el proceso de envejecimiento y el enfriamiento al aire común en todas las rutas desarrolladas en la presente investigación.

Lo que se busca con estas variaciones del descenso de temperatura, es realizar el estudio de cómo influye dicho descenso en la microestructura del material, la cual está directamente relacionada con el comportamiento macromecánico del mismo.

La primera ruta a evaluar y analizar, de las cuatro mencionadas anteriormente, es F¹EA, la cual, a diferencia de las rutas faltantes, incluye una forja isotérmica antes de variar la temperatura hasta a la temperatura propia del proceso de envejecimiento. La figura 4.19, muestra una fotomicrografía donde es posible observar, una cantidad considerable de granos de menor tamaño situados en la parte inferior de la imagen, los cuales pudieran ser producto de la energía existente en las zonas de alta concentración de deformación, en donde la tensión superficial impide el crecimiento de dichos granos. En la parte media y superior, se detalla una serie de granos de tamaño un poco más grande. En dicha microestructura es posible observar que prevalecen granos de menor tamaño, reportando un tamaño de grano promedio de 20,58 μm .

Observando la fotomicrografía de la figura 4.20, nos damos cuenta que se utilizó una magnificación mayor, además de visualizar una cierta deficiencia en el revelado de los límites de grano en escasos sitios focalizados de la imagen, no obstante, se puede decir que existe una distribución homogénea en la fotomicrografía. En ella se encontró un tamaño de grano de 16,27 μm , siendo este el intermedio, entre las magnitudes correspondientes a las mediciones de los tamaños de grano de las fotomicrografías de las figuras 4.19 y 4.21. Además observamos la presencia de precipitados en la matriz del grano.

Al igual que en la figura 4.19, en la figura 4.21, es posible apreciar una microestructura bifocal donde prevalece también los granos pequeños sobre los grandes, siendo el tamaño de grano promedio obtenido de 11,52 μm , el cual es el menor tamaño de grano encontrado para esta ruta. Además de la diferencia en la magnitud del tamaño de grano promedio, se puede observar, que la distribución de granos es heterogénea, detallando que la imagen contiene granos alargados, lo cual indica, que se estaba llevando a

cabo el proceso de extinción de dichos granos preexistentes, por los granos recristalizados, lo que seguramente no se completó por ser el ensayo correspondiente a las condiciones de menor temperatura y velocidad de deformación rápida, parámetros responsables de no suministrar suficiente tiempo, para que internamente se pueda completar el proceso de relajación.

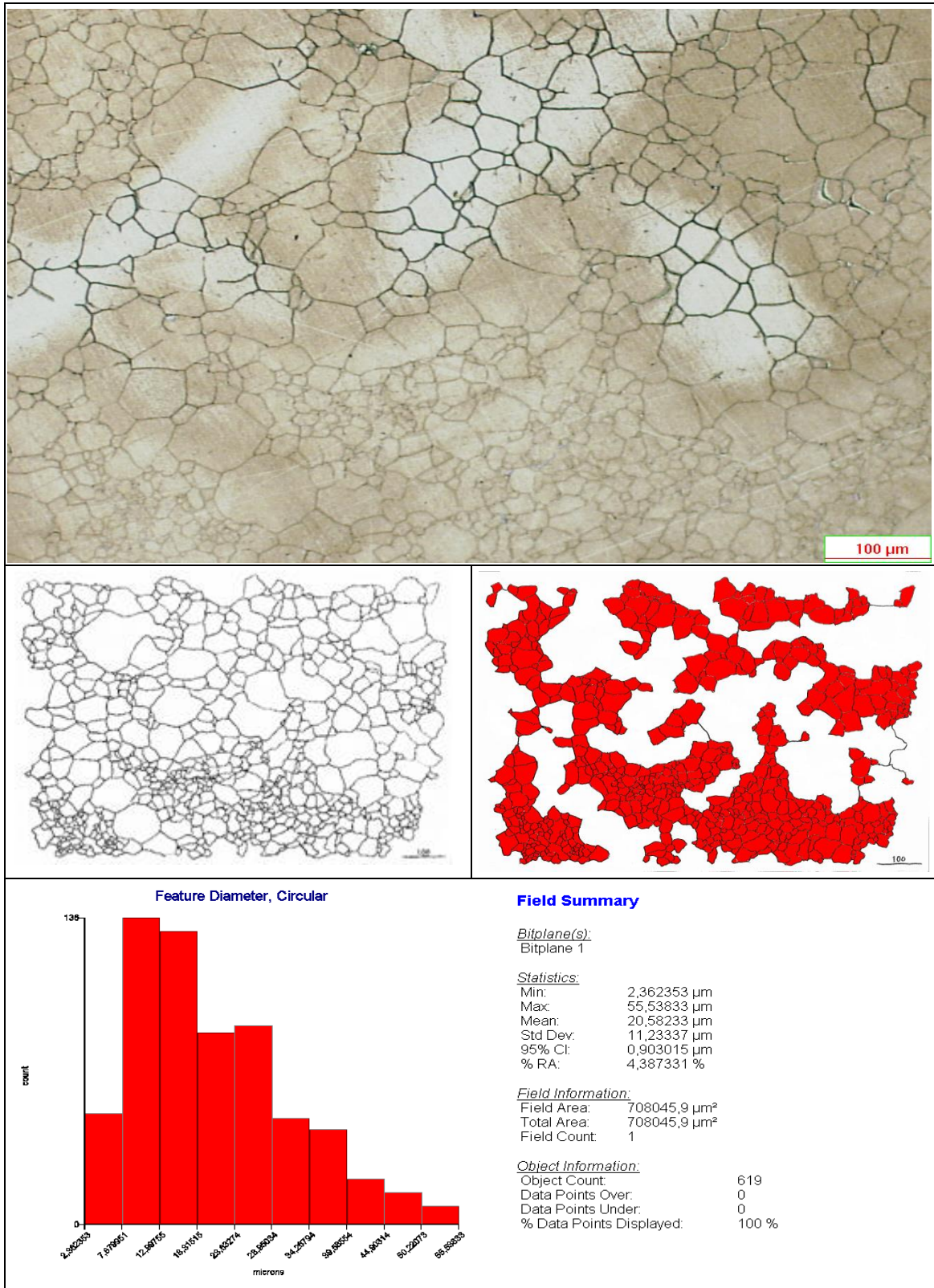


Figura 4.19 Reporte de Medición de tamaño de grano de la ruta F¹EA con la condición T= 1100 °C y $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$.

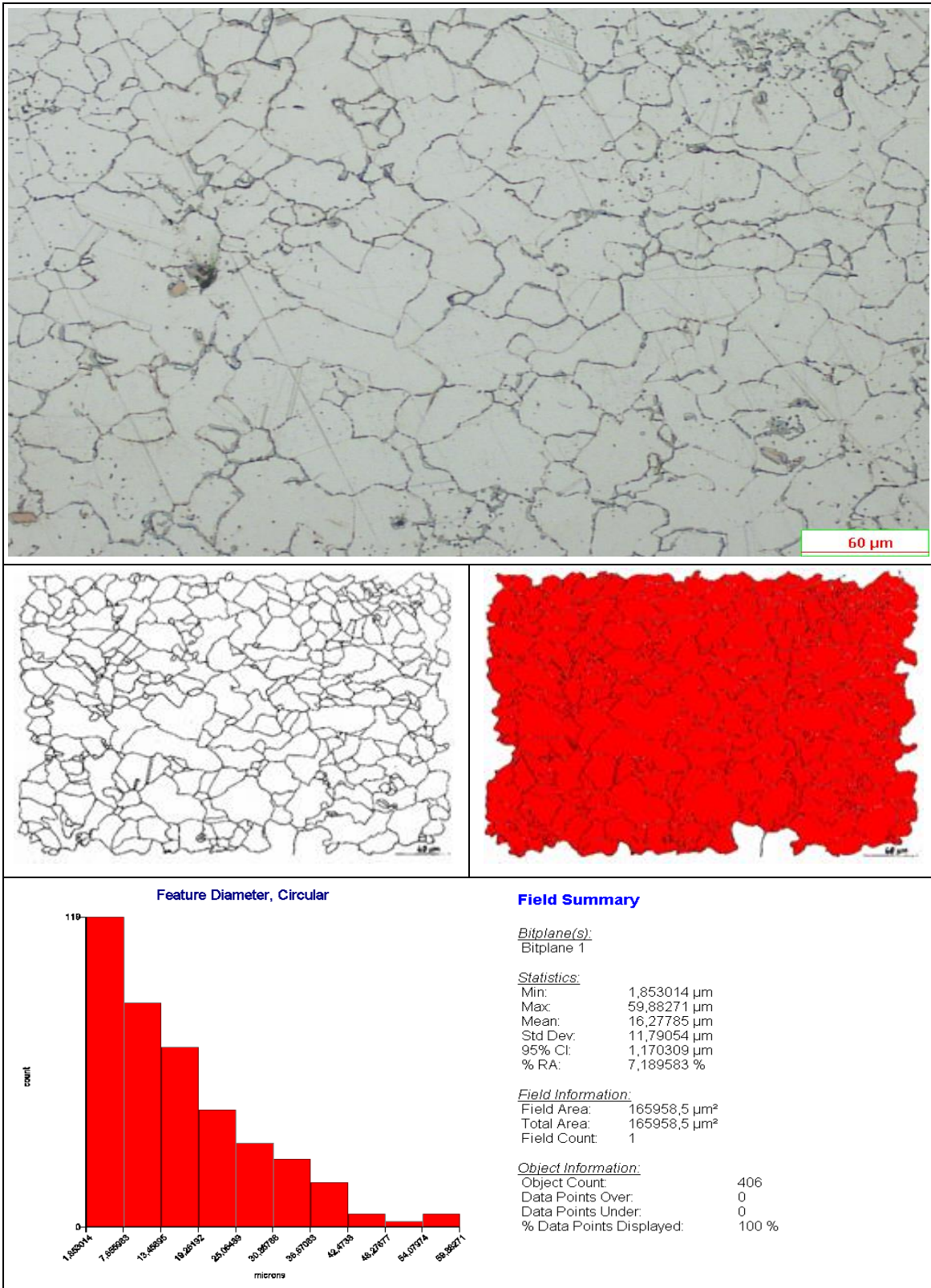


Figura 4.20 Reporte de Medición de tamaño de grano de la ruta F¹EA con la condición T= 1100 °C y $\dot{\epsilon} = 0,001 \text{ s}^{-1}$.

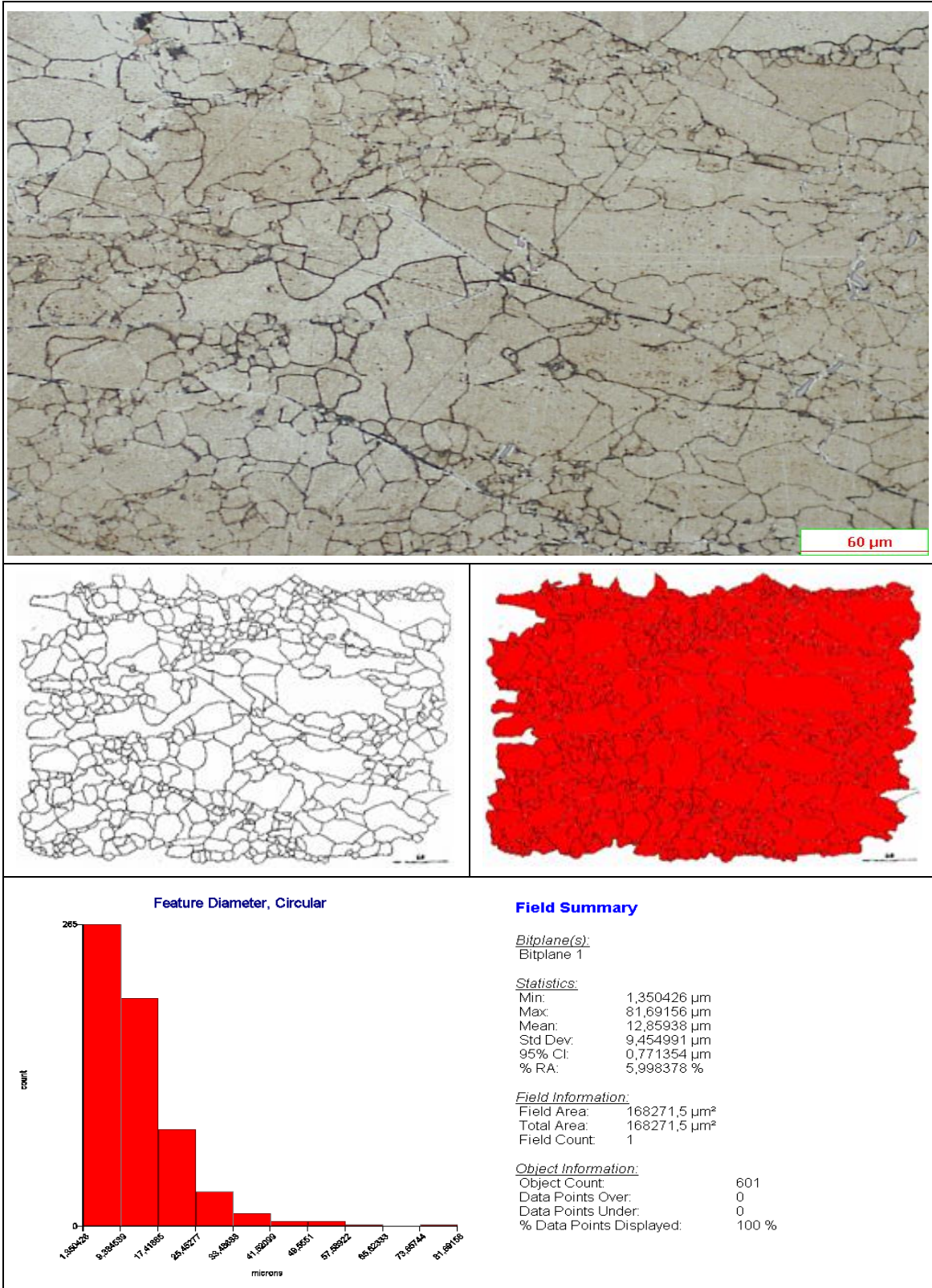


Figura 4.21 Reporte de Medición de tamaño de grano de la ruta F¹EA con la condición T= 1000 °C y $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$.

Comparando las imágenes de la ruta F¹EA, fig. 4.22, es posible atribuir el menor tamaño de grano a la recrystalización desarrollada en este proceso (condición c), lo que quiere decir, que al estar en presencia de granos recrystalizados, el tamaño de grano promedio encontrado debe ser menor al reportado por las figuras 4.19 y 4.20. En otros términos, es posible que se haya llevado a cabo el evento de relajación, bajo las condiciones a y b, el cual permitió a los nuevos granos aumentar su tamaño, a diferencia de la microestructura correspondiente a la condición c.

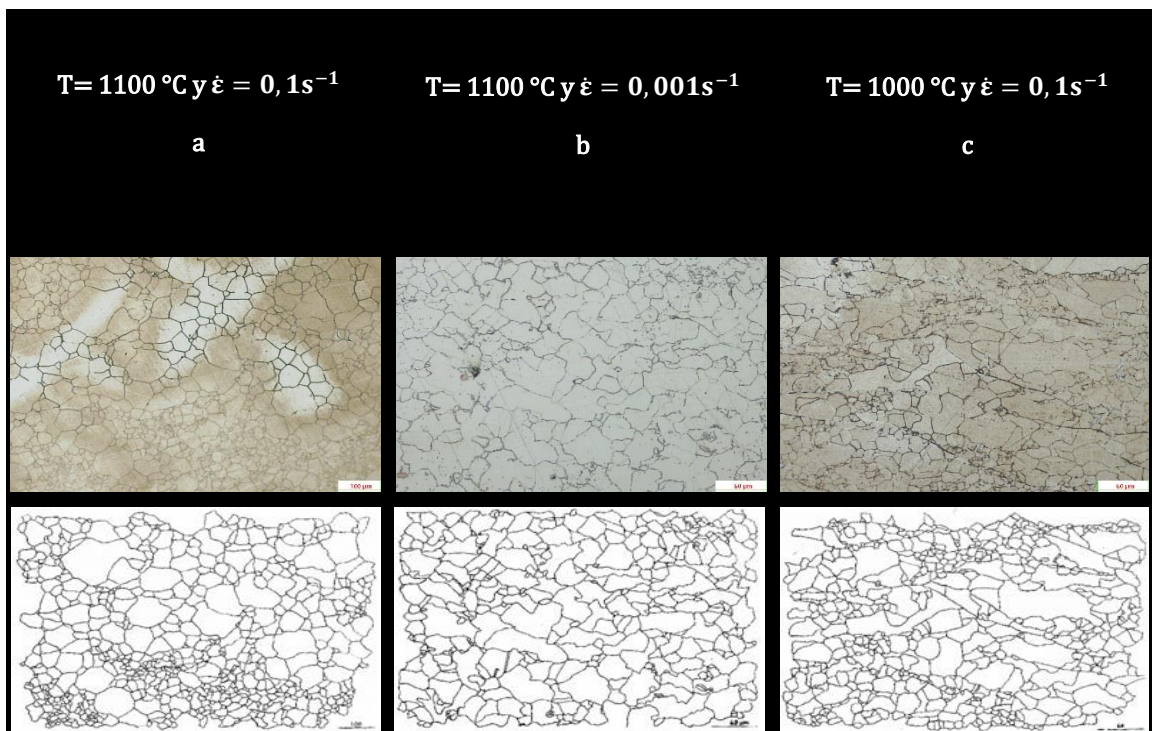


Figura 4.22 Fotomicrografías correspondientes a las microestructuras obtenidas a través de la ruta F¹EA , correspondientes a las condiciones de las figuras 4.19, 4.20 y 4.21.

Entrando en detalle con la ruta F^{NI}HEA, en la cual se apaga el horno en el instante que comienza a deformarse la probeta (forja no isotérmica), y luego de haber concluido el proceso de compresión, se deja enfriar la muestra en el horno hasta la temperatura ambiente. Se puede observar, para la condición $T = 1100\text{ °C}$ y $\dot{\epsilon} = 0,1\text{ s}^{-1}$, figura 4.23, que la microestructura se presenta de forma bifocal, prevaleciendo granos con un menor tamaño. En este caso se reporta un tamaño de grano promedio de $7,51\text{ }\mu\text{m}$. Además es posible apreciar en la imagen, una microestructura con distribución bastante heterogénea de granos, escasos bordes de macla y una sutil orientación en los granos, observando también una recristalización incipiente.

Al igual que en la figura 4.23, en la figura 4.24, se puede apreciar granos alargados con distintas orientaciones, pero en este caso no existe o no se aprecia, indicios de nucleación de granos, además tenemos una presencia considerable de maclas. Esto es consistente con los resultados obtenidos, ya que en la figura 4.24, el tamaño de grano promedio reportado es el mayor para la ruta F^{NI}HEA, siendo este de $26,84\text{ }\mu\text{m}$. En el presente caso, el ensayo se llevó a cabo a la menor velocidad de deformación, la cual transcurre en un tiempo aproximado de 13 minutos en paralelo con el descenso de temperatura (forja no isotérmica), finalizando así la compresión a una temperatura de 320 °C , a lo que se puede atribuir el tamaño de grano encontrado.

En la figura 4.25, se aprecia una escasa nucleación de granos, diferenciándose de la figura 4.23, debido a que en esta microestructura prevalecen los granos de mayor tamaño. Por otra parte, también es posible apreciar granos alargados con una orientación marcada y una distribución heterogénea de granos, además de la importante presencia de maclas, encontrando un tamaño de grano promedio de $16,98\text{ }\mu\text{m}$. Para este caso, como en circunstancias anteriores, la inhibición del crecimiento de los nuevos granos puede deberse al corto tiempo con que se lleva a cabo la compresión.

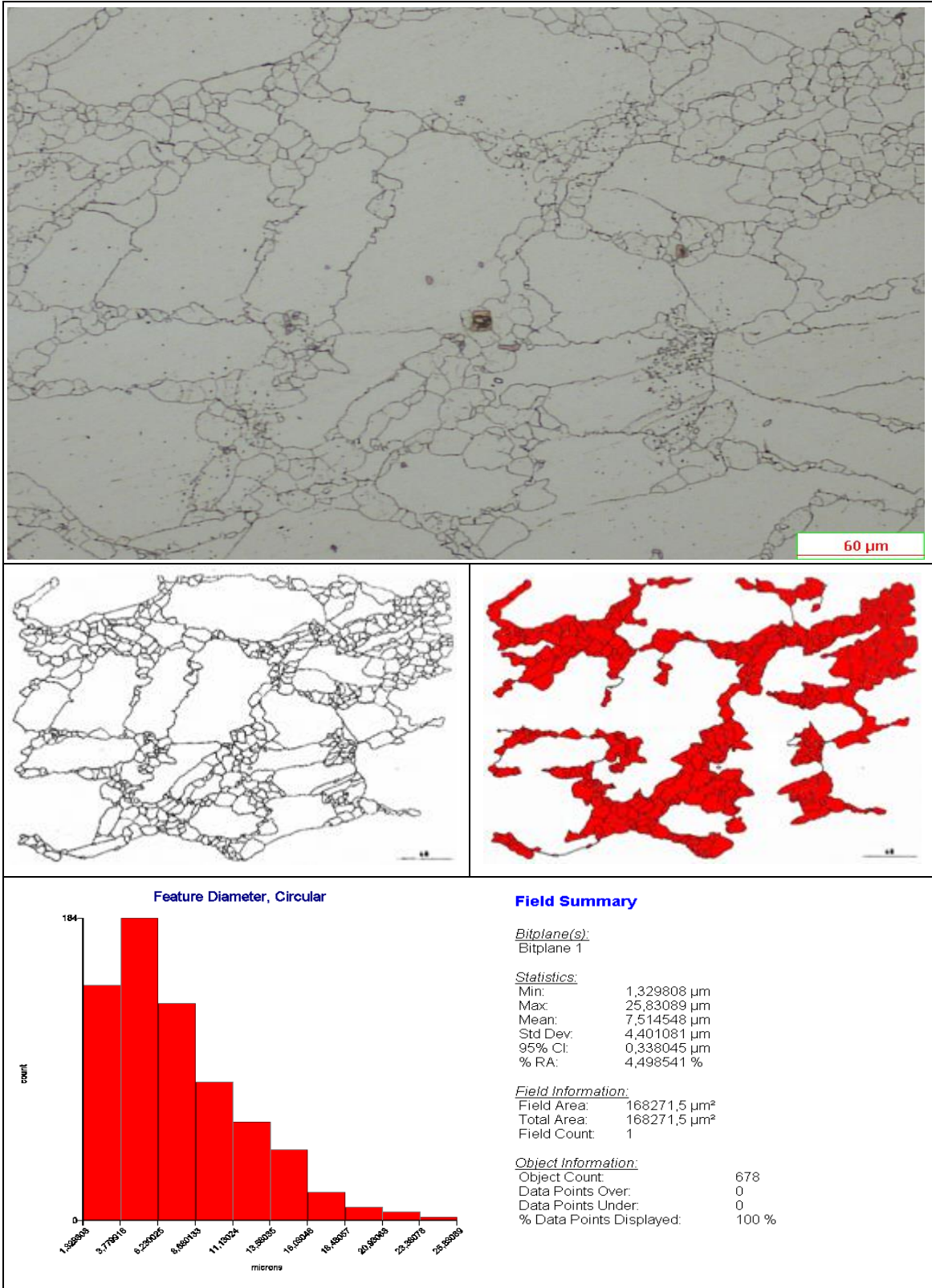


Figura 4.23 Reporte de Medición de tamaño de grano de la ruta F^{NI}HEA con la condición T= 1100 °C y $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$.

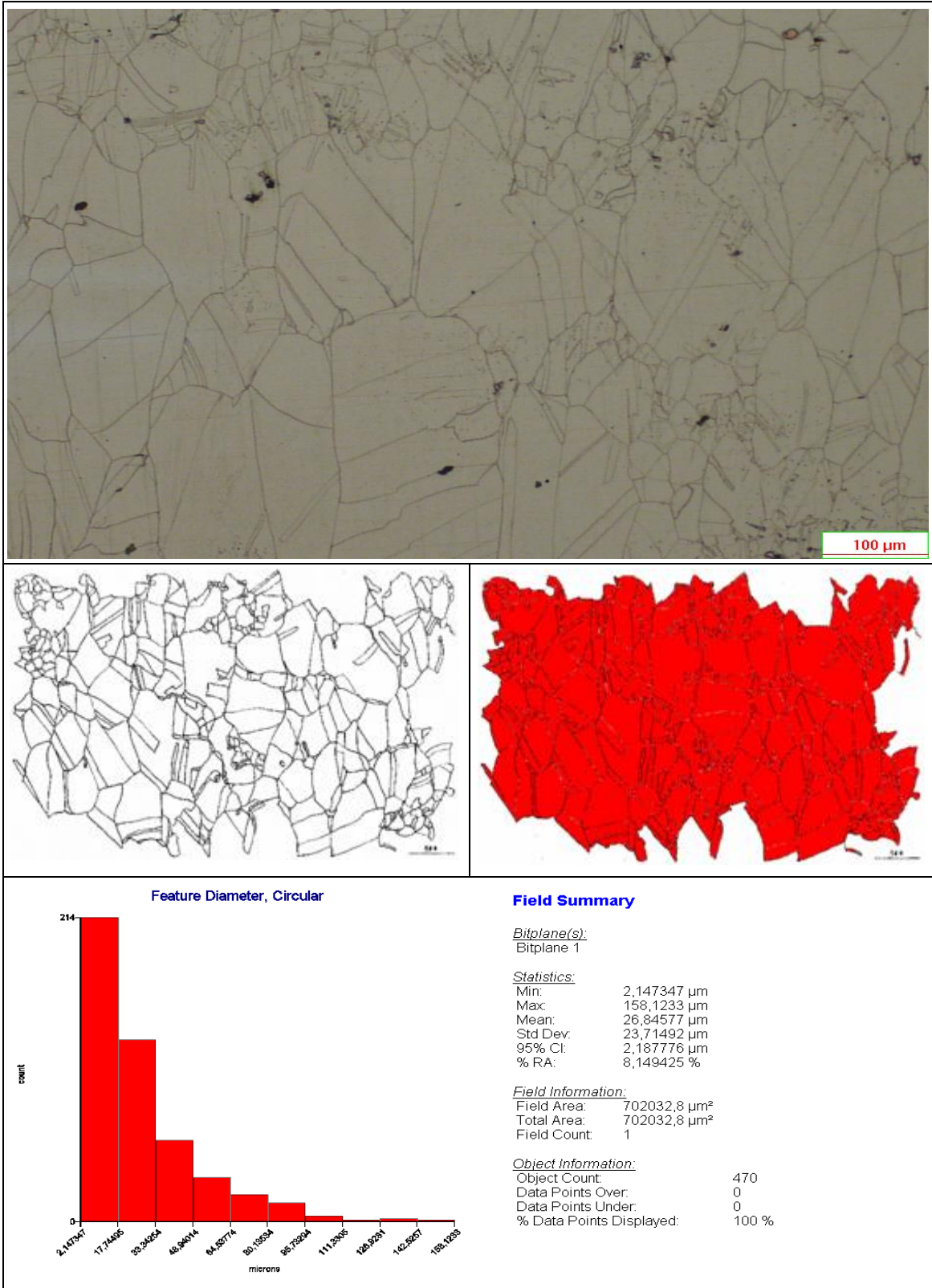


Figura 4.24 Reporte de Medición de tamaño de grano de la ruta F^{NI}HEA con la condición T= 1100 °C y $\dot{\epsilon} = 0,001 \text{ s}^{-1}$.

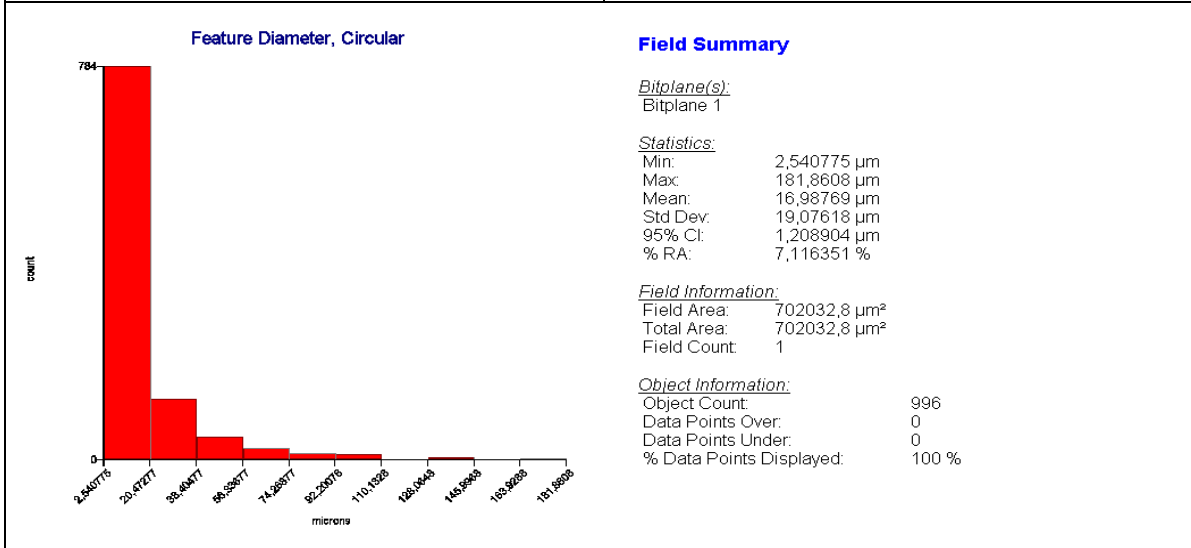
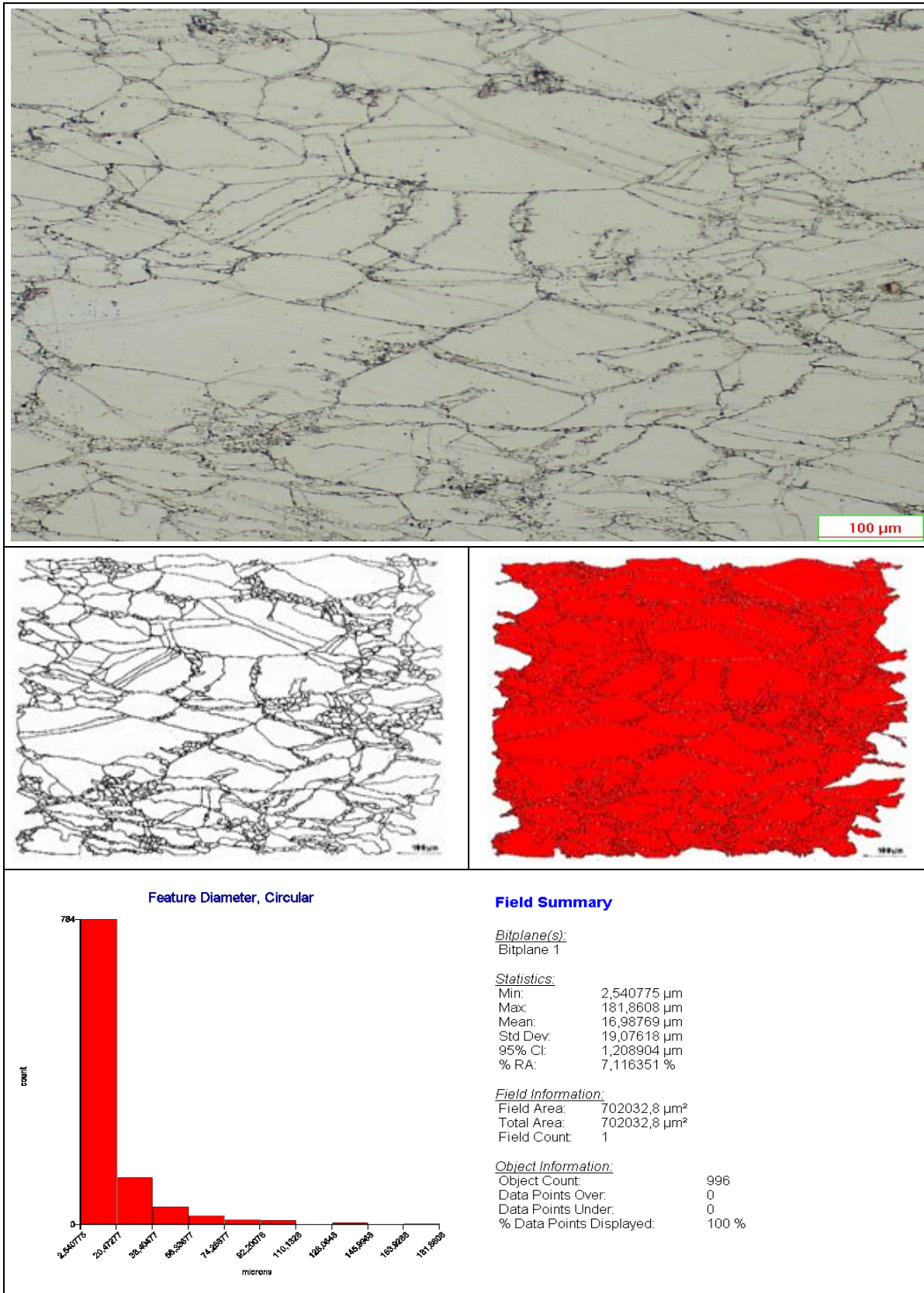


Figura 4.25 Reporte de Medición de tamaño de grano de la ruta F^{NI}HEA con la condición T= 1000 °C y ε̇ = 0,1 s⁻¹.

Analizando y comparando las microestructuras descritas previamente y adjuntas en la figura 4.26, es posible atribuir a la temperatura, la inhibición del proceso de nucleación en los límites de grano, condición b de la figura 4.26, ya que el material no experimentó la temperatura óptima para que ocurriera el evento de relajación, descendiendo ésta por debajo de los 400 °C al momento de ejecutar en su totalidad el ensayo, debido a que se realizó con la velocidad de deformación lenta. Por otra parte, es pertinente señalar, que la bifocalidad revelada por las microestructuras correspondientes a las condiciones a y c, pudiesen atribuirse al descenso de 50 °C, desde la temperatura de inicio hasta la temperatura de culminación del ensayo, forja no isotérmica, debido a que en rutas anteriores donde el ensayo se realizó con forja isotérmica, no se presencia bifocalidad alguna en la microestructura del material.

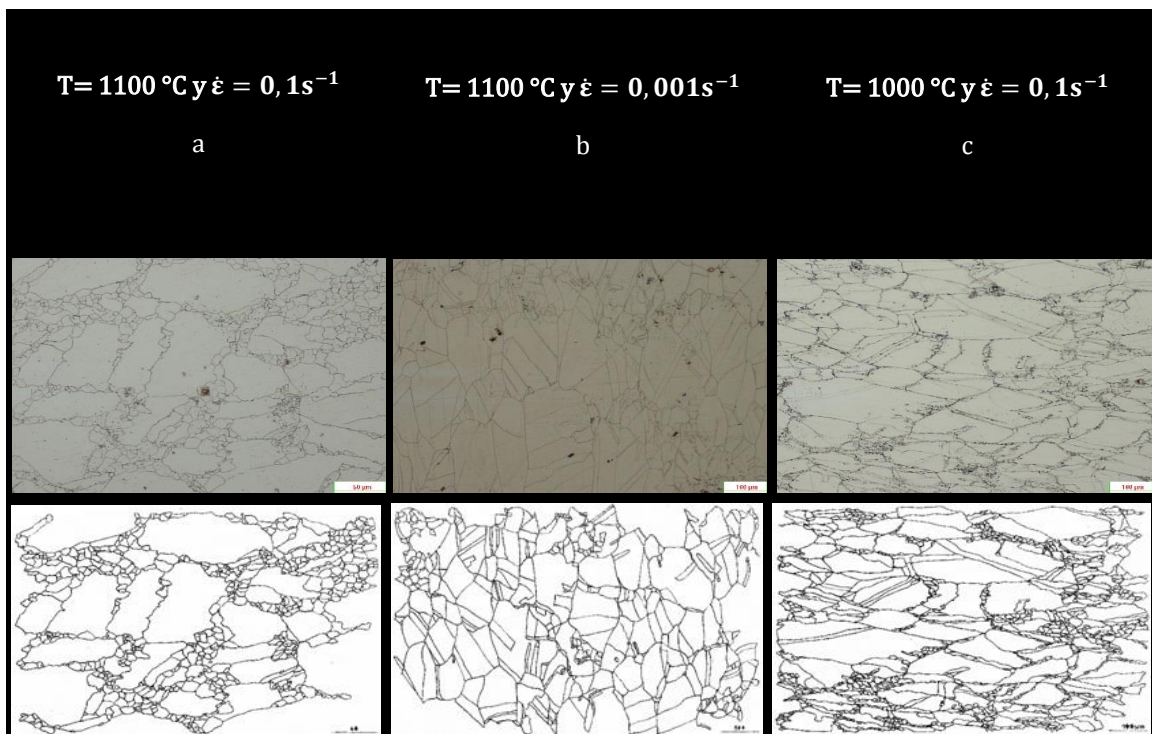


Figura 4.26 Fotomicrografías correspondientes a las microestructuras obtenidas a través de la ruta F^{NI}HEA, correspondientes a las condiciones de las figuras 4.23, 4.24 y 4.25.

Las últimas dos rutas por analizar, discrepan únicamente en la velocidad del descenso de temperatura, el cual se hace de manera controlada, desde la temperatura de

forja hasta la temperatura de envejecimiento. Para la ruta $F^{Ni}Ve^L EA$, este descenso es lento, suscitándose en un tiempo de 13 minutos, parámetro que se encuentra condicionado por la tasa de deformación más lenta.

En la fotomicrografía que reporta la condición de $T= 1000\text{ }^{\circ}C$ y $\dot{\epsilon} = 0,1\text{ s}^{-1}$, de la ruta de velocidad de deformación lenta $F^{Ni}Ve^L EA$, fig. 4.27, es posible observar que los granos presentan una forma alargada, en donde se aprecia una nucleación de nuevos granos, prevaleciendo zonas de granos de tamaño fino, los cuales reportan tamaño de grano promedio de 16,33 micrómetros. Por otro parte, se aprecia que no existe un revelado total de los granos y las maclas, presentes en la microestructura.

A diferencia de lo encontrado en la condición anterior, la de mayor temperatura y tasa de deformación, propia de la ruta $F^{Ni}Ve^L EA$, fig. 4.28, posee una microestructura, en la cual, la forma de los granos es redondeada, pudiendo considerarse equiaxiales, así mismo, es posible observar una recristalización parcial, la cual aporta al material un tamaño de grano promedio bastante parecido al anterior, siendo éste de 16,23 micrómetros, donde los granos grandes abarcan una mayor fracción de área.

Por otra parte, es posible identificar que el mayor tamaño de grano aportado en esta ruta, lo reportó la condición de mayor temperatura y menor tasa de deformación, teniendo este un valor de 29,45 micrómetros. En la fotomicrografía propia de dicha condición, fig. 4.29, se puede apreciar que prevalece un tamaño de grano grande al igual que en la condición antes descrita, siendo congruente con los valores de tamaño de grano obtenidos en ruta $F^{Ni}HEA$.

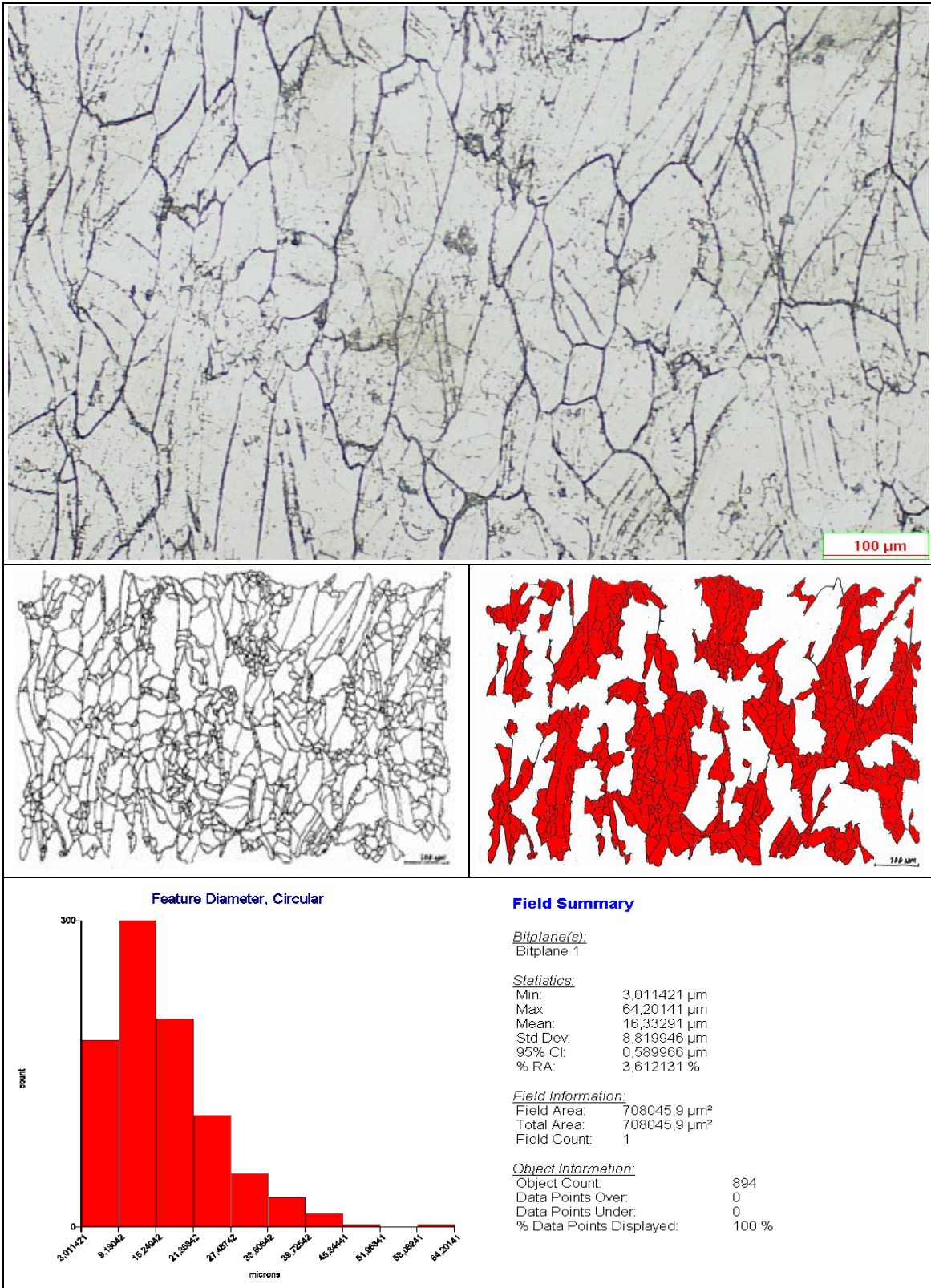


Figura 4.27 Reporte de Medición de tamaño de grano de la ruta $F^{NI}Ve^L EA$ con la condición $T= 1000\text{ }^\circ\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 0,1\text{ s}^{-1}$.

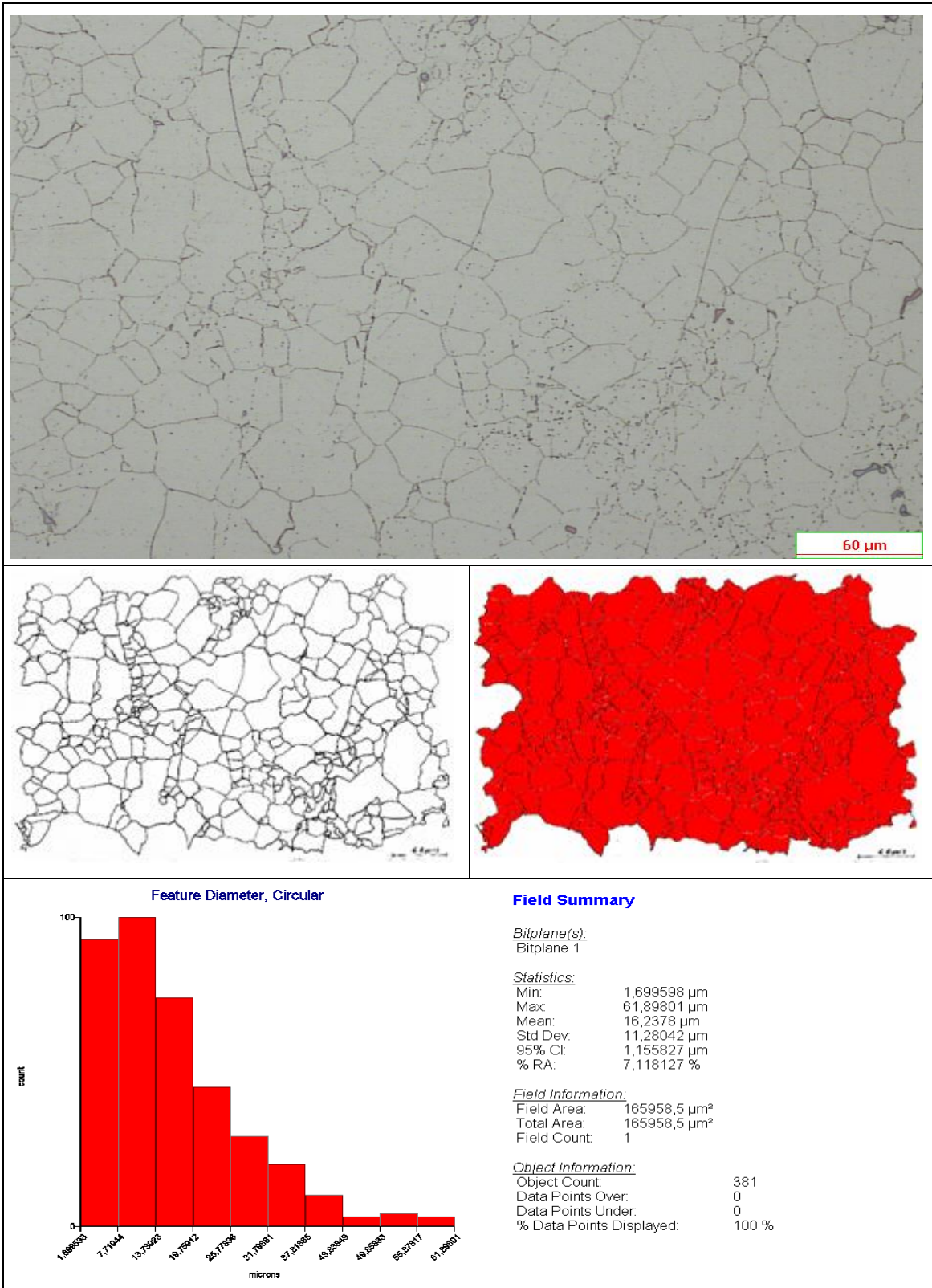


Figura 4.28 Reporte de Medición de tamaño de grano de la ruta $F^{NI}Ve^L EA$ con la condición $T= 1100\text{ }^\circ\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 0,1\text{ s}^{-1}$.

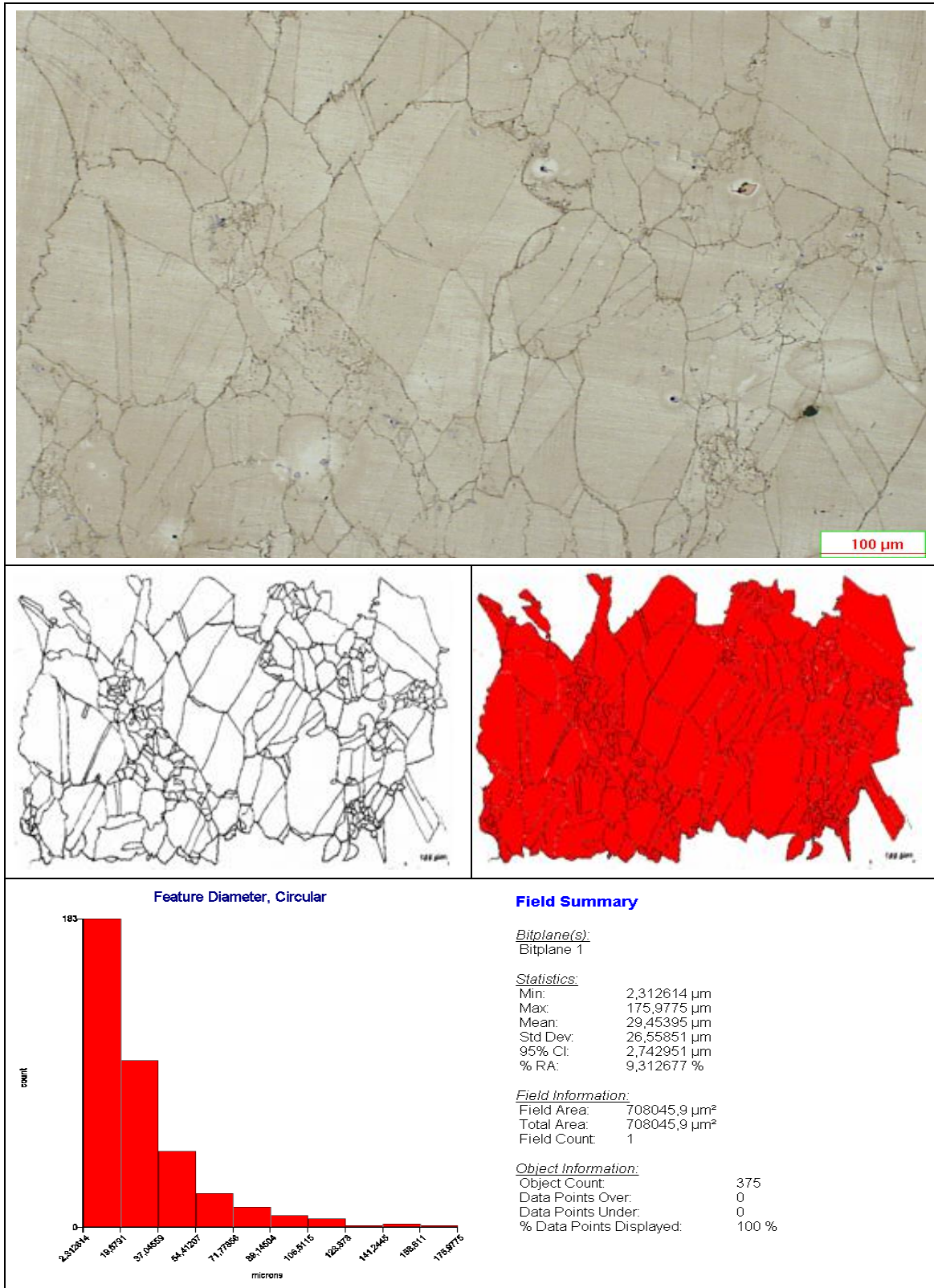


Figura 4.29 Reporte de Medición de tamaño de grano de la ruta $F^{NI}Ve^{L}EA$ con la condición $T= 1100\text{ }^{\circ}C$ y $\dot{\epsilon} = 0,001\text{ s}^{-1}$.

En la comparación entre las fotomicrografías de la figura 4.30, correspondientes a las imágenes propias de las diferentes condiciones de la ruta $F^{Ni}Ve^L EA$, es posible observar, que la fotomicrografía del grupo de condiciones b, es la única que culminó con una distribución de granos homogénea, con nuevos granos recristalizados. En ésta figura, podemos apreciar, que el ensayo llevado a cabo con la velocidad de deformación lenta, condición c, posee una microestructura y tamaño de grano parecido al obtenido en la ruta $F^{Ni}HEA$, para la misma condición, donde la microestructura y tamaño de grano se ve afectado por el descenso de temperatura, desde la temperatura de forja hasta la temperatura de envejecimiento. En cuanto al grupo de condición a, se destaca que la variación de temperatura con respecto al grupo de condición b, no representa incidencia alguna en el tamaño de grano reportado, puesto que en ambas condiciones donde la velocidad de deformación es la misma, se puede decir que el tamaño obtenido es igual.

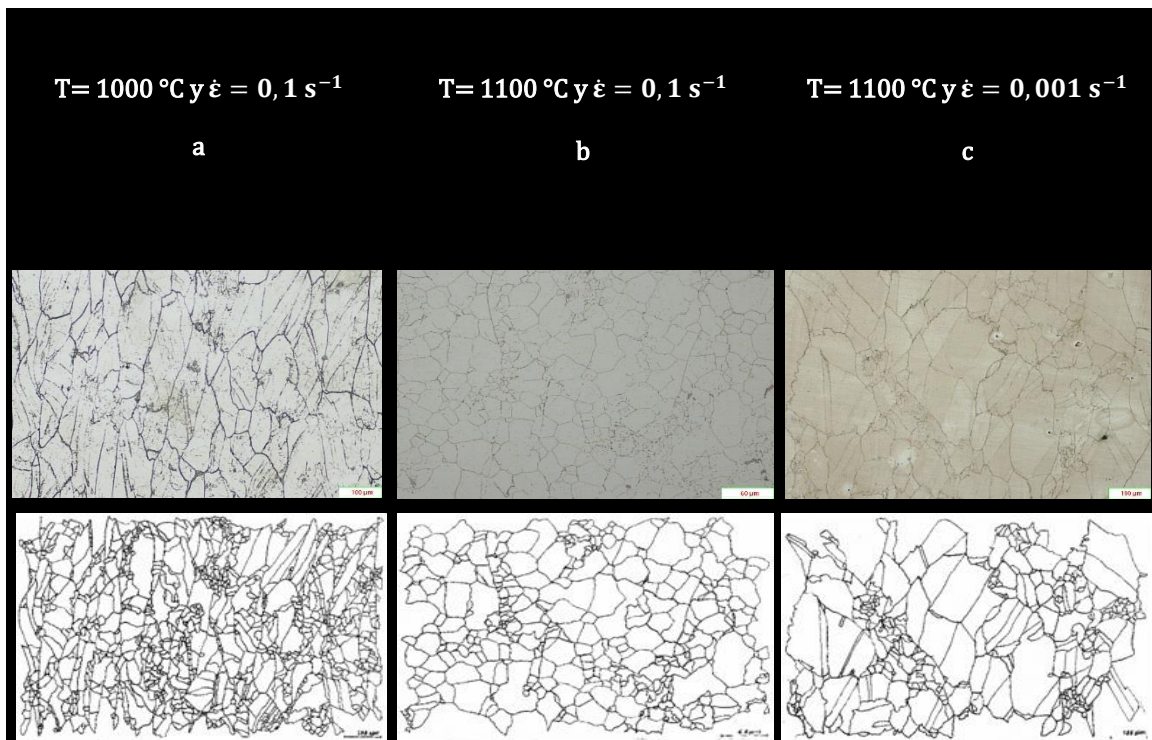


Figura 4.30 Fotomicrografías correspondientes a las microestructuras obtenidas a través de la ruta $F^{Ni}Ve^L EA$, correspondientes a las condiciones de las figuras 4.27, 4.28 y 4.29.

Dando continuidad al análisis de los resultados, se concluye el análisis de los resultados obtenidos por microscopía óptica con la descripción de la ruta termomecánica F^{NI}Ve^{REA}. En esta ruta no fue posible llevar a cabo el ensayo correspondiente a la condición de T= 1100 °C y $\dot{\epsilon} = 0,001 \text{ s}^{-1}$, debido a que la rampa de enfriamiento ocurre en un minuto, iniciando el descenso en la temperatura de forja hasta llegar a la temperatura de envejecimiento, y esta condición en particular requiere un tiempo de 13 minutos y medios aproximadamente, para que se efectuó el ensayo, por ende, no es posible realizarlo.

Ahora bien, la figura 4.31 y 4.32 reportan un tamaño de grano promedio similar de 11,88 μm y 13,64 μm , respectivamente, 2 μm de diferencia como podemos observar. En el caso de la figura 4.31, podemos ver una microestructura tipo collar, donde existe una mayor cantidad de granos pequeños comenzando a crecer en los límites de los granos preexistentes y una cantidad significativa de bordes de macla. A diferencia de esta figura, en la microestructura adjunta a la figura 4.32, se puede ver una distribución de granos más homogénea, lo que quiere decir, que en este caso, los granos recristalizados crecieron casi en su totalidad.

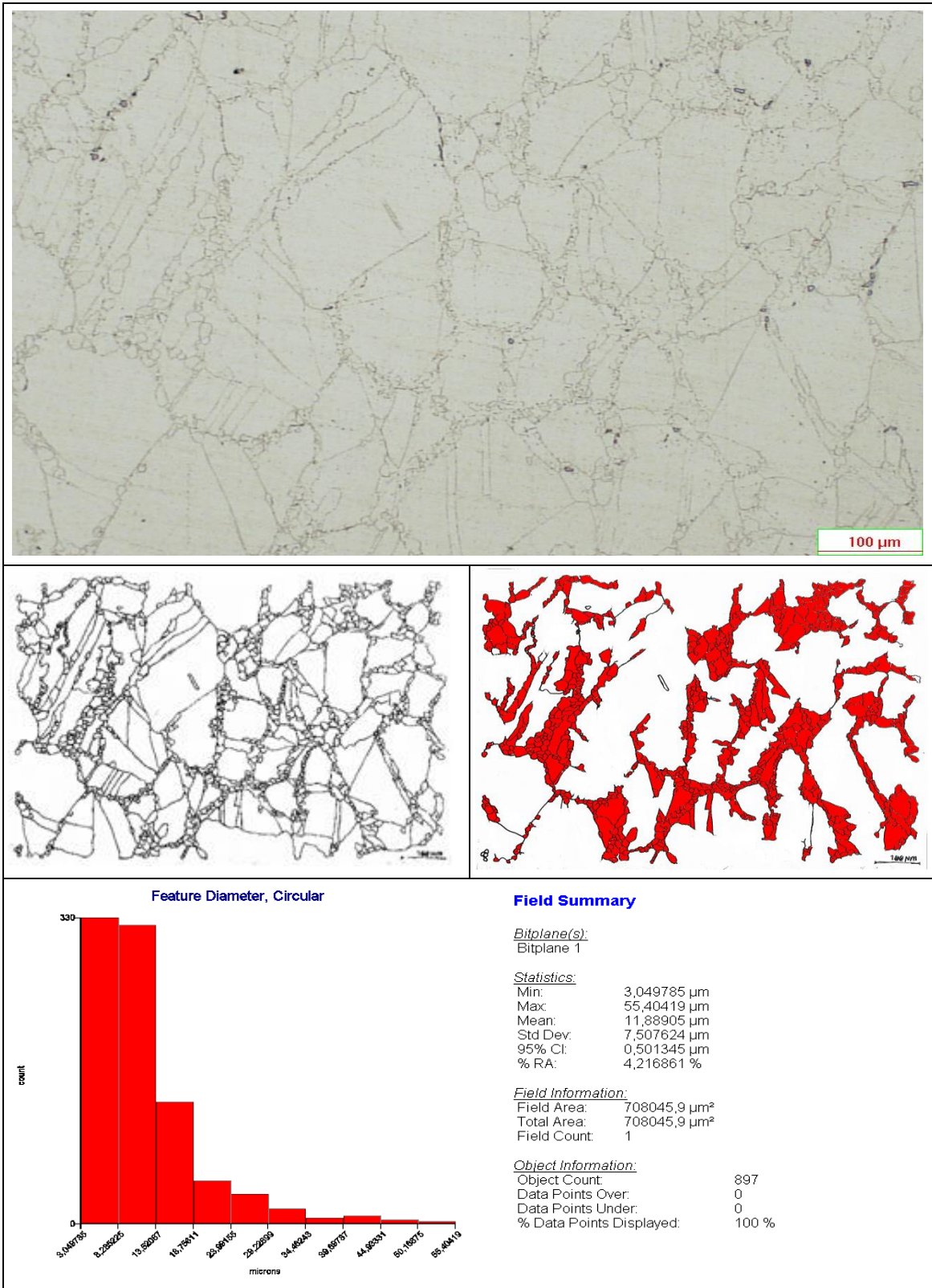


Figura 4.31 Reporte de Medición de tamaño de grano de la ruta $F^{Ni}V_e^{RE}A$ con la condición $T= 1000\text{ }^{\circ}C$ y $\dot{\epsilon} = 0,1\text{ s}^{-1}$.

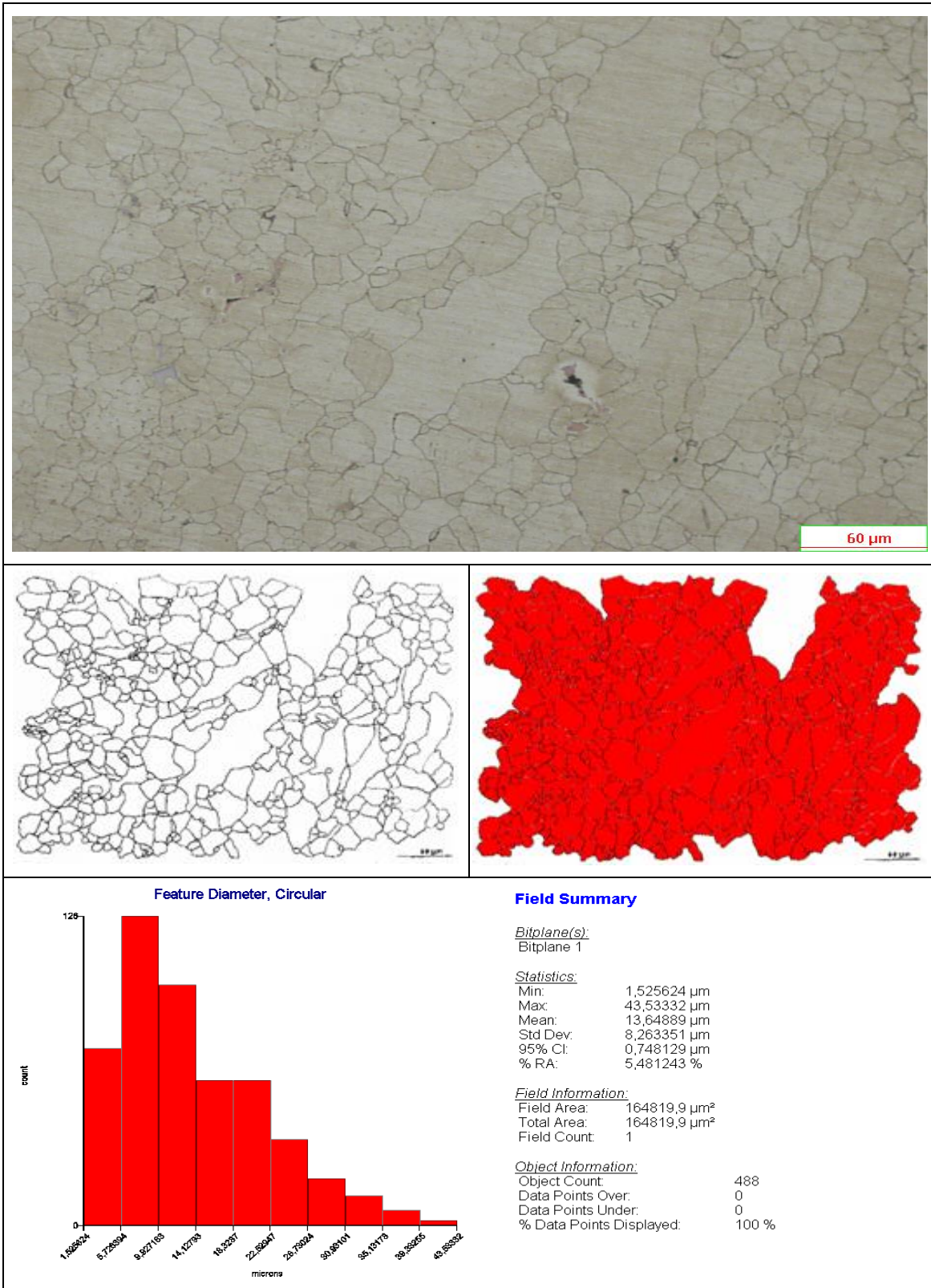


Figura 4.32 Reporte de Medición de tamaño de grano de la ruta F^{NI}Ve^{REA} con la condición T= 1100 °C y $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$.

En ambas fotomicrografías propia de cada condición, comparadas directamente en la figura 4.33, se observa que el ensayo de compresión se llevó a cabo con la misma velocidad de deformación pero variando la temperatura, siendo la microestructura correspondiente a la condición de mayor temperatura, la que posee un menor tamaño de grano, que puede atribuirse a una mayor activación de los procesos de relajación. Ya que el material posee una mayor energía, es posible que genere mayores sitios de nucleación de granos, por ende, estos sitios pueden colapsar e impedir un progresivo crecimiento del grano. Posible razón por la cual, el tamaño de grano promedio, de la figura 3.32, sea el menor para esta ruta.

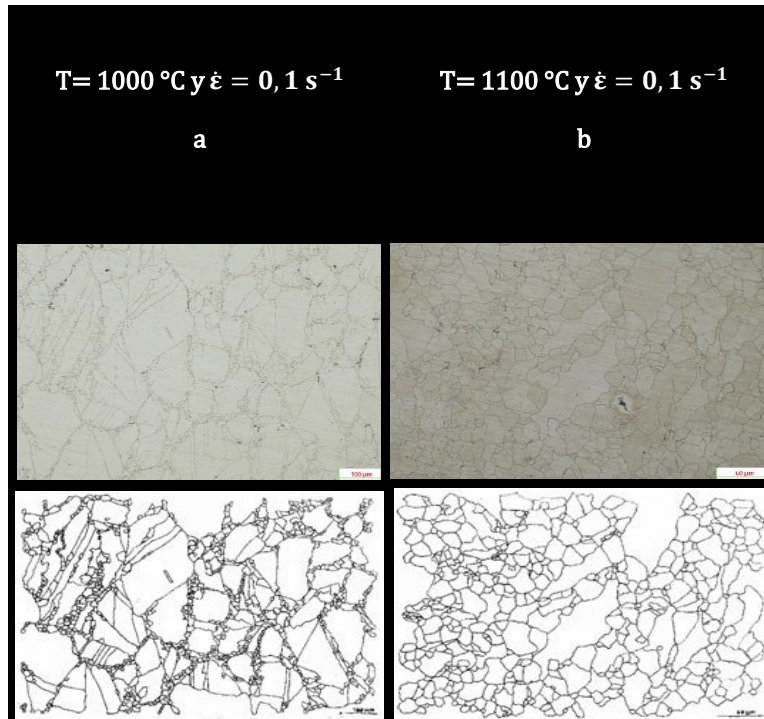


Figura 4.33 Fotomicrografías correspondientes a las microestructuras obtenidas a través de la ruta $F^{Ni}V_e^{R}EA$, correspondientes a las condiciones de las figuras 4.31 y 4.32.

4.4 Cinética de precipitación

Otros de los estudios realizados para la caracterización de dicha aleación, fue el estudio de microscopia electrónica de barrido (MEB), mediante el cual fue posible observar la cantidad, distribución, forma y tamaño de precipitados y carburos, propios de cada grupo de condiciones y ruta de conformado.

Dicho estudio se llevó a cabo con el objeto de conocer la influencia que tienen cada uno de los diferentes procesos realizados en las rutas termomecánicas, sobre la cinética de precipitación y esta a su vez, sobre la resistencia mecánica que el material pueda tener ante cualquier estímulo o fuerza aplicada.

El diagrama Precipitación–Temperatura–Tiempo (PTT), fig. 2.1, realizado en investigaciones previas, permite inferir que el tratamiento térmico de envejecimiento realizado en la presente investigación debería propiciar la precipitación de la fase γ' , la cual, según *Badeshia. H., 2003*, es la responsable del hecho de que la resistencia de la superaleación base Níquel, sea prácticamente insensible a elevadas temperaturas de operación. Por otra parte, estudios realizados por *Zhao J. C., 2001*, sugieren que la precipitación de dicha fase para esta superaleación de estudio, es promovida por el tratamiento térmico de envejecimiento durante 8 horas a una temperatura de 800°C, lo cual se corrobora con el antes mencionado diagrama PTT.

Estudios que datan del mismo año, realizados por *Zhao J. C., 2001*, reportan que los carburos encontrados en el límite de grano, son mayoritariamente $M_{23}C_6$, existiendo también la presencia de MC pero en menor proporción. Por ende, estos carburos podrían ser los que se observan en el límite de grano, que revelan las fotomicrografías de las microestructuras estudiadas en el presente capítulo.

En las imágenes de menor magnificación (x500), correspondientes a la fig. 4.34, es posible apreciar la distribución de precipitados según cada grupo de condiciones para la ruta F^{NI}HEA. En ella, se observa una distribución similar en los tres grupos de condiciones (a, b y c), donde la presencia de precipitados en los límites de grano es notable, al igual que, la distribución regular de los mismos, pero en menor tamaño dentro del grano. Particularmente el ensayo realizado bajo las condiciones de $T = 1000^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$, es el

que aporta la mayor cantidad de precipitados en la zona de mayor energía, entiéndase por ésta, los límites del grano. Siendo las condiciones de $T = 1100^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 0,001 \text{ s}^{-1}$, las que revelan la segunda matriz más abundante en precipitados sobre los bordes de grano, en esta, también es posible observar la presencia de precipitados grandes, tanto dentro de los granos como en sus límites, en donde también existe la presencia de carburos de gran tamaño. Por su parte la condición de $T = 1100^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$, reporta la misma distribución de precipitados que las dos condiciones anteriores, aunque es notable que estamos en presencia de precipitados más finos.

Es conocido, según lo reportado por *Zhao J. C., 2001*, que a mayor velocidad de deformación y temperaturas más bajas, aparece una gran cantidad de precipitados que se corresponden con la fase γ' . En la fig. 4.34, es posible observar dicho comportamiento, puesto que para la condición de $T = 1000^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$, la presencia de precipitados en gran cantidad, se observa de forma ordenada alrededor de los límites de grano, a diferencia de la condición de $T = 1100^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 0,001 \text{ s}^{-1}$, en la que es posible observar precipitados en menor cantidad, los cuales se encuentran dispersos por la matriz. Señalando además que bajo velocidades rápidas de deformación, es poco probable que ocurra la recristalización o la recuperación, produciéndose así un mayor almacenamiento de la cantidad de energía luego de la deformación, energía que puede ser la promotora del proceso de precipitación.

Ahora bien, para resolver la morfología y tamaño de los precipitados formados en los límites de grano, se tomaron imágenes con una mayor magnificación ($\times 10.000$) correspondiente a la segunda fila de imágenes de la figura 4.34. En la fotomicrografía correspondiente al grupo de condiciones a, se observa cómo estos granos engrosan dichos límites, y presentan una forma fundamentalmente alargada en la dirección que define el límite propiamente. Sin embargo, en la matriz como tal, no se pueden observar los precipitados, característicos del envejecimiento. Por otra parte, al observar la fotomicrografía del grupo de condiciones b, al igual que la anterior, se definen claramente los precipitados engrosando los límites de grano, en este caso significativamente más bastos, además se logra apreciar finos precipitados distribuidos de manera uniforme en el interior de los granos, sugiriendo cierto patrón, aunque no claramente definido. Por último,

en la imagen correspondiente al grupo de condiciones c, se observa claramente la presencia de precipitados tanto en los límites como en el interior de la matriz, claro está, como se aprecia en la fotomicrografía los precipitados se han desprendido completamente, sin embargo, es posible inferir su presencia como consecuencia de la morfología residual que permanece en la superficie de los granos, este hecho reviste particular importancia, ya que sugiere que al alcanzar cierto tamaño, estos precipitados generan con la matriz una interface de tal grado de incoherencia que causan su fácil desprendimiento. De acuerdo a esto, es posible concluir, que la incoherencia de los precipitados de geometría esférica presentes en la matriz, aportan una mayor resistencia mecánica al material, lo que se puede corroborar en términos de los valores reportados por el estudio de dureza, los cuales le atribuyen la mayor dureza a la condición de $T = 1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 0,1\text{ s}^{-1}$, donde claramente existe una mayor cantidad de precipitados de gran tamaño.

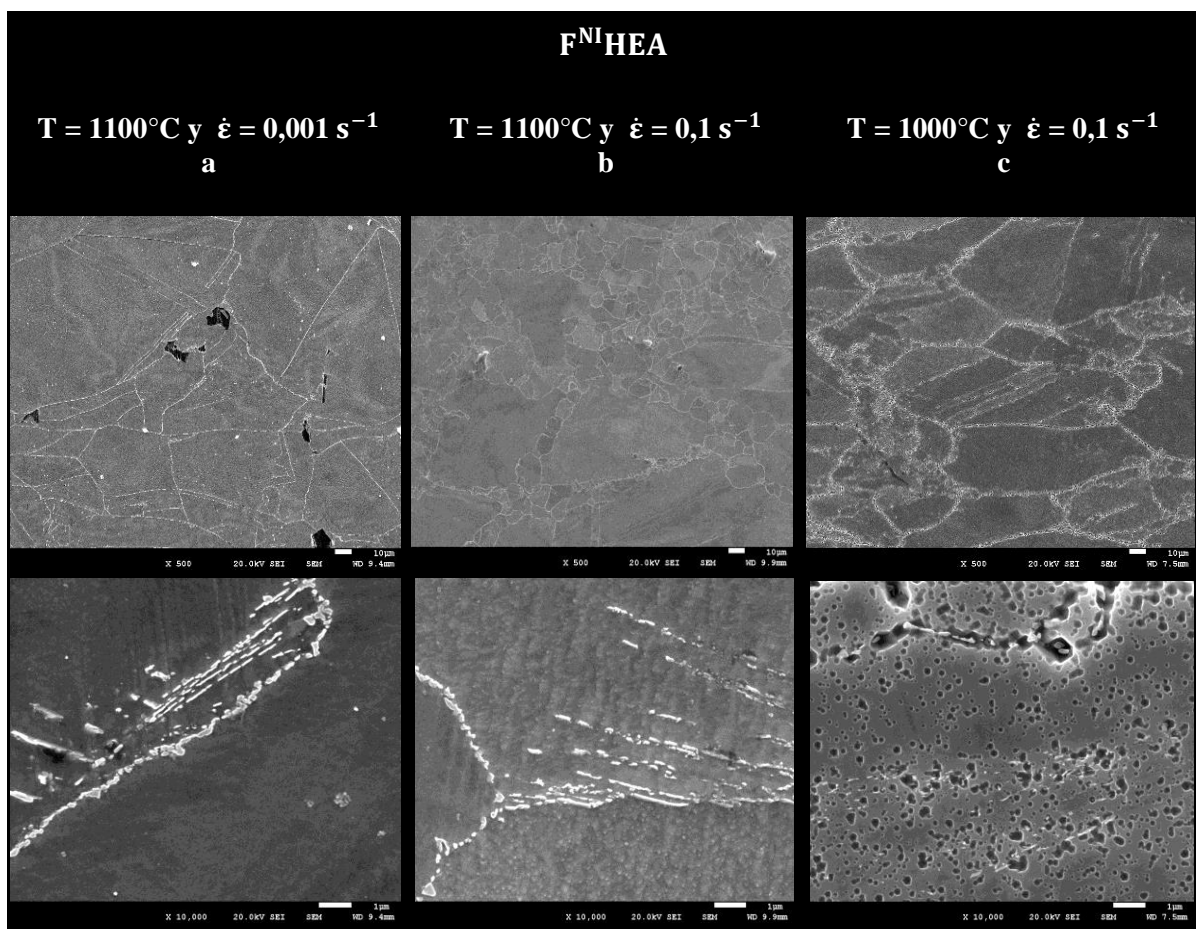


Figura 4.34 Microscopia electrónica de barrido de la ruta F^{Ni} HEA en sus distintos grupos de condiciones, a $\times 500$ de magnificación con escala de $10\text{ }\mu\text{m}$ en la primera fila y $\times 10000$ de magnificación con escala de $1\text{ }\mu\text{m}$ en la segunda fila, a 20 KV .

En cuanto a la ruta termomecánica F^IEA, en las fotomicrografías de la fig. 4.35, se observa la misma distribución de precipitados en los límites de granos, al igual que en la ruta de estudio antes comentada. Particularmente, la fotomicrografía correspondiente a las condiciones de $T = 1100^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 0,1\text{s}^{-1}$, muestra una presencia de finos precipitados a lo largo de los límites de grano, resaltando una gran cantidad de precipitados dentro de los bordes de macla, producto de la cantidad de energía que allí se almacena. En cuanto a la matriz propia de las condiciones de $T = 1000^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 0,1\text{s}^{-1}$, se manifiesta una presencia de precipitados en varios tamaños, observando así que existen precipitados grandes dentro de los granos y en sus límites, en la fotomicrografía propia de este grupo de condiciones, se observan espacios en los límites de grano, que pudieron estar ocupados por precipitados incoherentes a la matriz, los cuales fueron removidos durante el proceso de preparación de las muestras, a la hora de someterlas a limpieza por ultrasonido, para poder realizar las fotomicrografías por MEB. Por otra parte, en la fotomicrografía revelada, por la probeta ensayada bajo las condiciones de $T = 1100^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 0,001\text{s}^{-1}$, es posible observar que los precipitados se presentan en una gran cantidad y en forma alargada siguiendo una dirección, teniendo mayor presencia en algunos granos.

En el caso de las fotomicrografías de mayor magnificación, se observa que el grupo de condiciones a, presenta un fenómeno de coalescencia masiva de las partículas, tanto en los límites de grano como en el interior de los granos, sin embargo, pareciera que en el límite se observa mucho más marcado dicho fenómeno. Hubiese sido importante poder establecer a través de análisis espectroscópicos puntales, la variación porcentual de los elementos constitutivos de estas fases, al experimentar este marcado cambio morfológico. Este comportamiento no se mantiene en las otras dos condiciones establecidas para esta ruta, sin embargo aquí se manifiesta el comportamiento observado en la ruta anterior (F^{NI}HEA) en donde se observó que para las condiciones de $T = 1000^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 0,1\text{s}^{-1}$, las partículas presentaron un alto grado de incoherencia con la matriz, hipótesis sustentada en el observado desprendimiento de éstas.

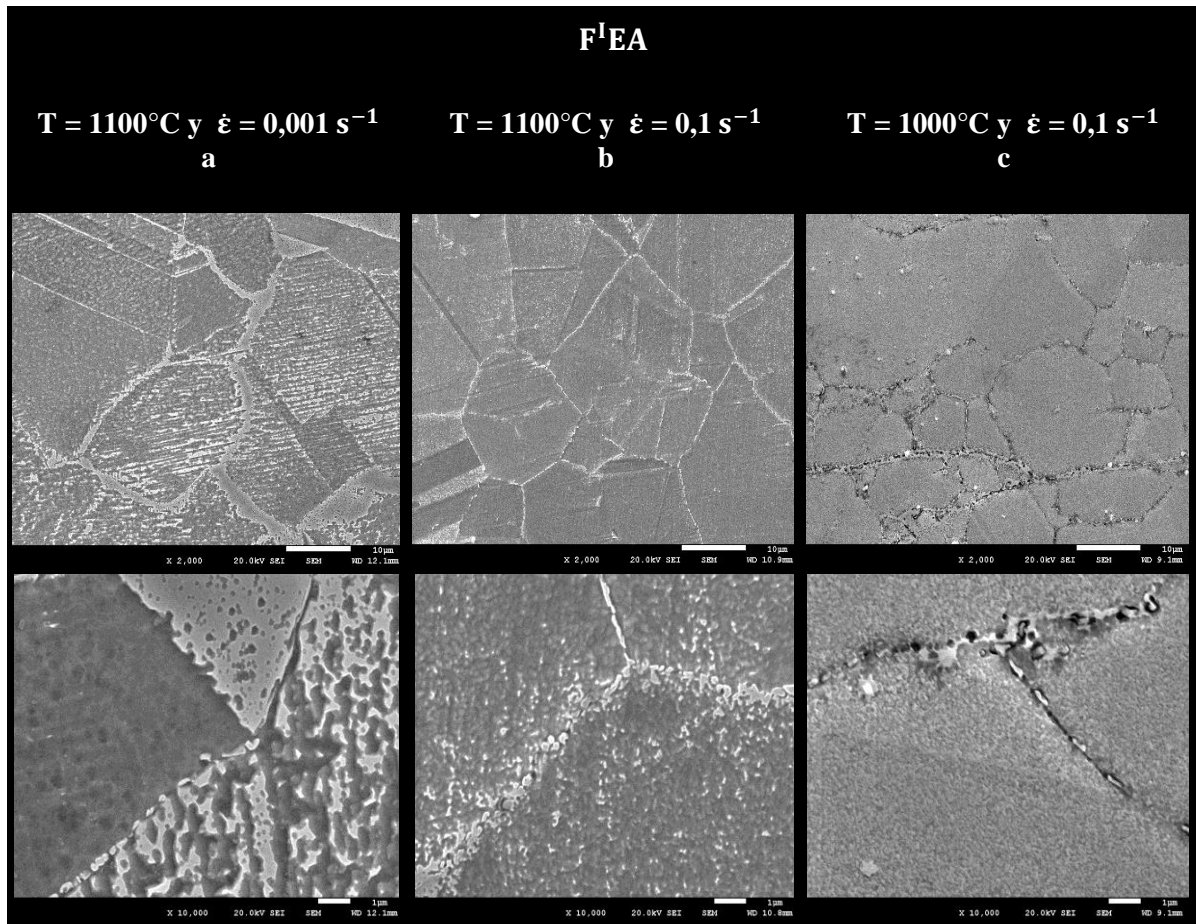


Figura 4.35 Microscopía electrónica de barrido de la ruta F¹EA en sus distintos grupos de condiciones, a x2000 de magnificación con escala de 10 µm en la primera fila y x10000 de magnificación con escala de 1 µm en la segunda fila, a 20 KV.

Ahora bien, abarcando el estudio de la ruta F¹TEA, según lo revelado en las fotomicrografías de la fig. 4.36, es posible observar una mayor presencia de precipitados en los límites de grano. En las fotomicrografías a y b de la primera fila, la mayor presencia de éstos se encuentran en los límites de grano. Lo contrario sucede en la tercera fotomicrografía propia de las condiciones de T = 1000°C y $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$, en donde se aprecia una microestructura rica en precipitados, de diferentes tamaños, presentes tanto en los bordes del grano como en su interior, revelando también algunos precipitados de mayor tamaño, lo cual es consistente con el estudio comentado anteriormente realizado por *Zhao J. C., 2001*.

Para el caso de esta ruta, pareciera ser que la variación en las condiciones de ensayo, no presentan un patrón de conducta en cuanto a la evolución microestructural. Para los grupos de condiciones a y c, el comportamiento o la microestructura que se presenta en función del tamaño y distribución de los precipitados, ya se ha podido observar en condiciones de rutas previas, eso no implica que se guarde relación entre ellas, sin embargo, la condición b presenta un patrón no observado anteriormente, en este caso la presencia de maclas, condiciona de alguna forma, el fenómeno de precipitación, se observa gran cantidad de precipitados, tendiendo a coalescerse en las proximidades de sus límites, y en su interior gran cantidad de estos.

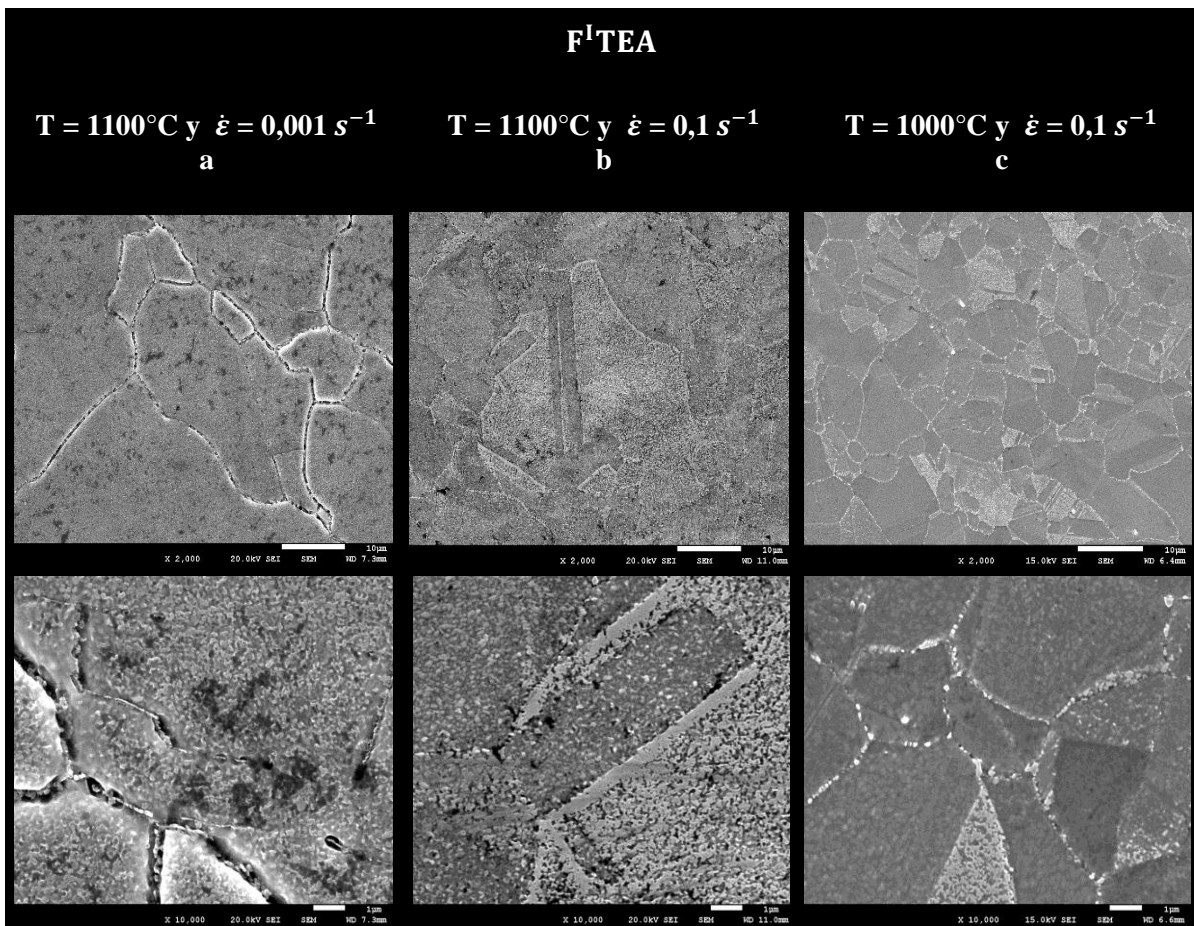


Figura 4.36 Microscopia electrónica de barrido de la ruta F¹TEA en sus distintos grupos de condiciones, a x2000 de magnificación con escala de 10 μm en la primera fila y x10000 de magnificación con escala de 1 μm en la segunda fila, a 20 KV.

En esta última ruta, es posible apreciar, en las fotomicrografías de menor magnificación (primera fila) de la figura 4.37, un comportamiento similar al de rutas anteriores, donde la presencia de precipitados en los límites de grano es abundante y se observan algunos precipitados un tanto más grandes, como los presentes en la microestructura propia de las condiciones $T = 1100^{\circ}\text{C} - \dot{\epsilon} = 0,001 \text{ s}^{-1}$ y $T = 1000^{\circ}\text{C} - \dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$. Lo contrario sucede en la microestructura propia de las condiciones $T = 1100^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$, en donde la presencia de precipitados se observa en menor cantidad.

Finalmente en las fotomicrografías de mayor magnificación (figura 4.37) de dicha ruta, se observa claramente, la distribución de partículas, que es clásica, en el fenómeno de envejecimiento, además de precipitados de mayor tamaño en los límites de grano, y manteniéndose una distribución bastante uniforme de estas fases secundarias más finas hacia el interior del grano, así mismo, es notable, la zona libre de precipitados, cercana a los límites de grano, lo cual ha sido discutido ampliamente en la literatura especializada, dicho comportamiento es consecuencia directa, de la disminución de la cinética de precipitación en el entorno del límite de grano. Esta baja cinética de precipitación a su vez está relacionada, con la menor concentración de vacancias en estas zonas, lo que merma de forma importante en estas áreas la capacidad de generación de precipitados. Este tipo de distribución genera en el sólido un comportamiento macroscópico particular, haciendo que este tipo de aleaciones endurecidas por precipitación, sean susceptibles a la propagación intergranular de grietas y no de forma transgranular, en virtud del debilitamiento de estas zonas libres de precipitados en comparación a el interior del grano como tal.

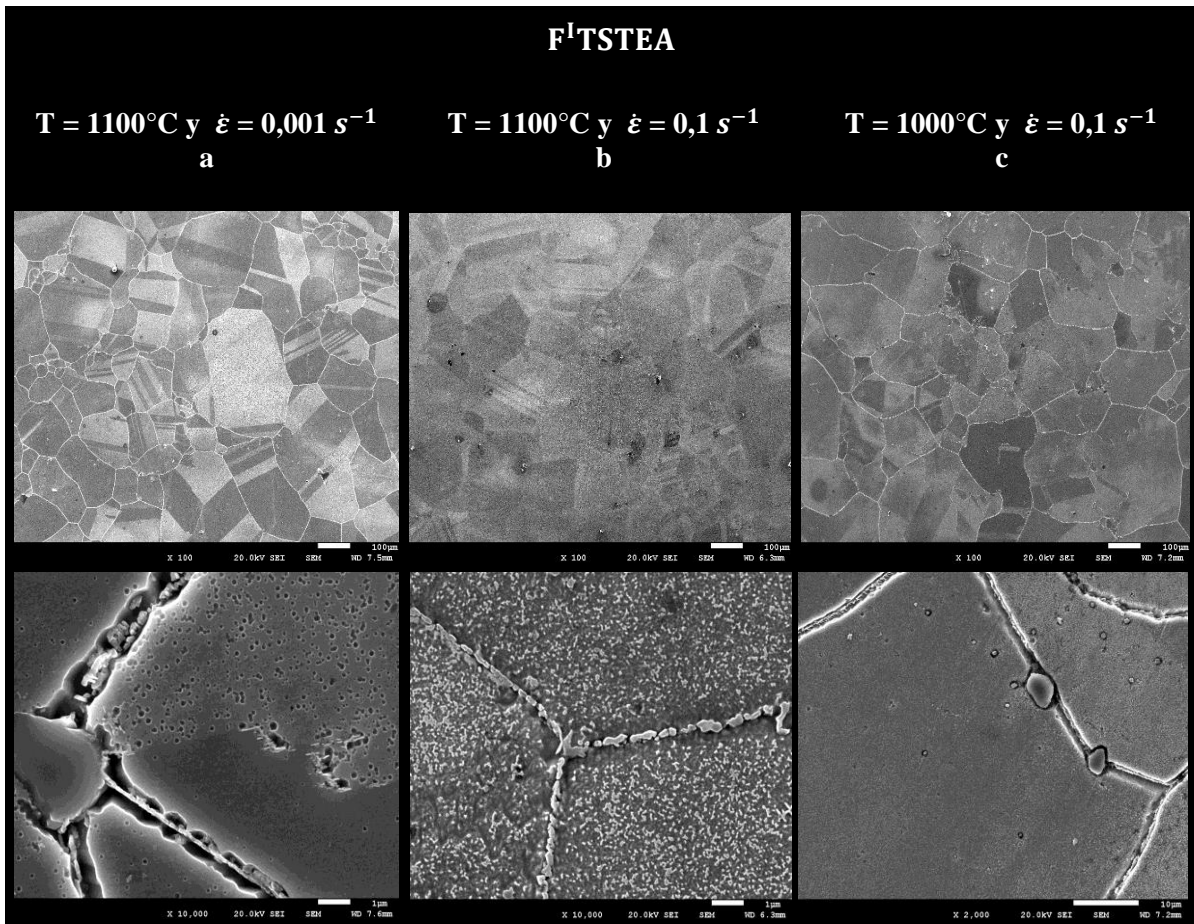


Figura 4.37 Microscopía electrónica de barrido de la ruta F¹TSTEA en sus distintos grupos de condiciones, a x100 de magnificación con escala de 100 μm en la primera fila y x10000 de magnificación con escala de 1 μm en la segunda fila, a excepción de la imagen correspondiente al grupo c de dicha fila, que se realizó con una magnificación de x2000 y con escala de 10 μm, a 20 KV.

Ahora bien, realizando una comparación directa entre la ruta F¹TSTEA y F¹TEA, con el objeto de evaluar la influencia del proceso de solubilización en la cinética de precipitación. En la fig. 4.38, es posible apreciar que la presencia de precipitados en la matriz de cada condición, son un tanto diferentes, atribuyéndose a la ruta F¹TSTEA una distribución de precipitados uniforme en tamaño y forma dentro del grano y presencia de precipitados más grandes en el límite de grano. Lo contrario sucede en la ruta F¹TEA donde la distribución de precipitados no es uniforme dentro del grano, variando a su vez el tamaño y forma de los precipitados. De esta forma se puede observar que el proceso de solubilización aporta una distribución uniforme de precipitados en tamaño y forma, esto podría ser explicado en términos de una homogeneización a nivel elemental de la aleación,

manteniendo las concentraciones de soluto disponible para la formación de los precipitados uniforme a lo largo del sólido, esto en términos de los parámetros de operación o ensayo, se logra, manteniendo la temperatura de solubilización de 1150°C, por 33 minutos.

Las fotomicrografías obtenidas mediante MEB, plasmadas en la fig. 4.38, fueron tomadas de las probetas correspondientes a las condiciones de $T = 1100^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$, las cuales proporcionan la mayor dureza, de los tres distintos grupos de condiciones evaluadas, dentro de ambas rutas, esto puede atribuirse a la gran cantidad de precipitados presentes en la matriz.

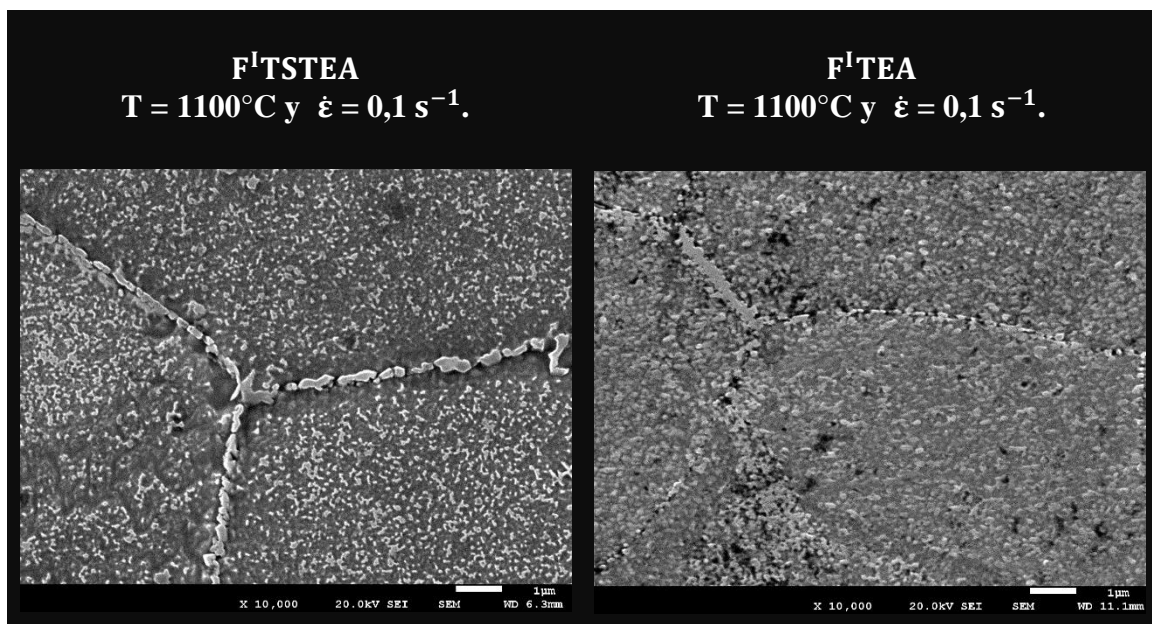


Figura 4.38 Microscopia electrónica de barrido de las rutas $F^I T STEA$ y $F^I TEA$, a $\times 10.000$ de magnificación con escala de $1 \mu\text{m}$ y 20 KV.

Por otra parte, la forja a temperatura constante y en paralelo al descenso de temperatura controlado, también tiene su influencia particular en la formación de precipitados. Y es que con las condiciones de $T = 1100^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$, la distribución de precipitados que se observan en la fig. 4.39 para la ruta $F^I EA$, es de tamaño pequeño distribuidos uniformemente por toda la matriz, observando también cierta cantidad de precipitados grandes de forma circular presentes en el grano y en sus límites.

En cuanto a la ruta $F^{NI} Ve^L EA$, por el contrario, es posible observar una distribución de precipitados abundante en los límites de grano de tamaño medio y forma alargada,

observando también unos pocos del mismo tamaño pero en menor cantidad dentro del grano. Atribuyendo de alguna manera, en el caso particular de esta ruta a una mayor concentración de deformación en los límites de grano. Está claro, que los límites de grano siempre se constituirán en superficies potenciales para la nucleación de partículas de fase secundaria, la razón de esto ya ha sido suficientemente discutida, y es debido al menor requerimiento energético que tienen los tipos de nucleación heterogéneas en fase sólida, sin embargo en este caso, aunado a esta condición natural del límite y comparando con la ruta anterior, existe algún condicionante distinto, que propicia una mayor concentración de deformación y por ende energía disponible para obtener una mayor cantidad de estas partículas, en los límites de grano para esta condición.

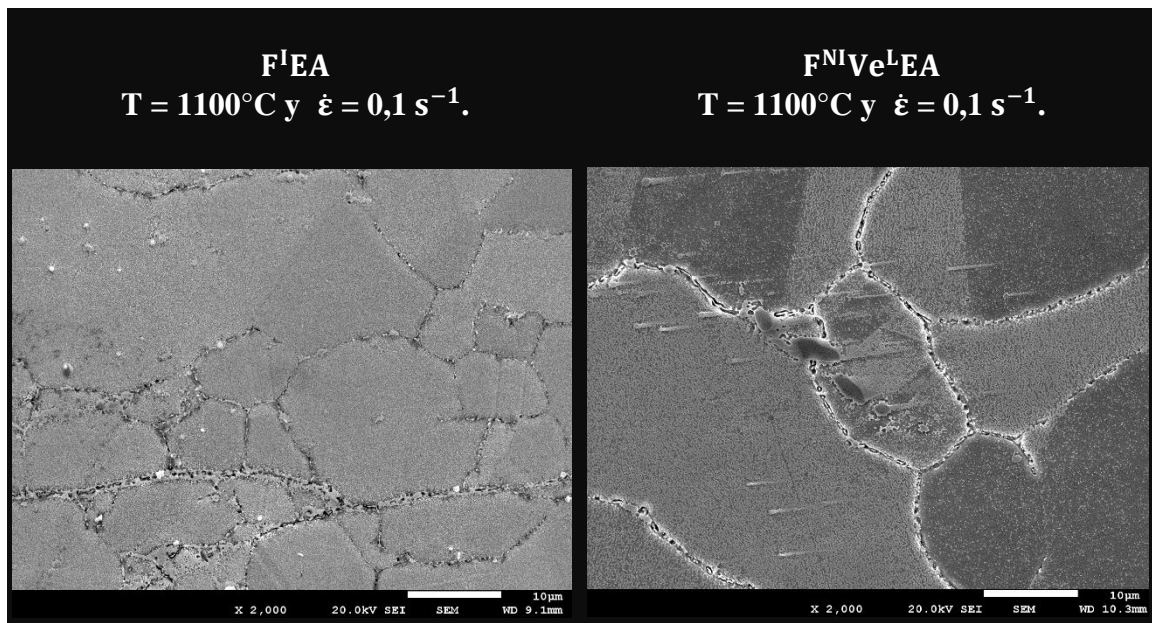


Figura 4.39 Microscopia electrónica de barrido de las rutas $F^I EA$ y $F^{Ni}Ve^L EA$, a x2000 de magnificación con escala de $10 \mu m$ y 20 Kv.

CAPÍTULO V

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

5.1 Conclusiones

Una vez realizados los análisis de los diferentes estudios desarrollados en la presente investigación, con el objeto de estudiar la cinética de precipitación y caracterización de la superaleación NIMONIC 263, fue posible establecer a las siguientes conclusiones:

1. Con el proceso de conformado propio de la ruta F^{Ni}HEA, bajo condiciones de T= 1000 °C y $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$, se logró un incremento de 23,6 % en la dureza del material con respecto a la dureza de éste en estado de recepción. Siendo esta la mayor dureza obtenida entre todas las rutas y condiciones de estudios en la presente investigación.
2. Se encontró, en la mayoría de los casos, que las condiciones de conformado que aportan mayor dureza al material, corresponden a la temperatura de T = 1000°C y velocidad de deformación de $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$, por debajo de estos se encuentran los parámetros con T = 1100°C y $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$, siendo los parámetros de T = 1100°C y $\dot{\epsilon} = 0,001 \text{ s}^{-1}$ los que menos dureza aportan al material.
3. Luego de suprimir el proceso de solubilización de los ciclos termomecánicos, es posible observar claramente, un descenso en el tamaño de grano promedio asociados a las rutas de estudio. Disminuyendo por más de 40 micrómetros los valores correspondientes a las diferentes rutas termomecánicas que suprimen dicho proceso.
4. El proceso de solubilización aporta un incremento considerable en el tamaño de grano en las rutas en donde fue llevado a cabo dicho proceso.

5. En el grupo de rutas, en donde la forja isotérmica es común, la ruta termomecánica F¹TEA, en la cual se suprime un proceso de temple y el proceso de solubilización, aportó el menor tamaño de grano y la mayor dureza propios del material. Destacando que para este grupo de rutas de conformado, la mejora de las propiedades van de la mano con la optimización del proceso de conformado utilizado en la industria, disminuyendo así el tiempo de conformado y el requerimiento energético, por ende, una disminución de costos.
6. Se observa que la microestructura obtenida a través de las rutas termomecánicas llevadas a cabo con forja no isotérmica, presentan una distribución heterogénea de granos, pudiendo atribuirles, en función a dicha microestructura, una resistencia mecánica variable, por ende, un comportamiento macro-mecánico irregular.
7. En cuanto a la distribución y presencia de precipitados se encontró que la ruta F^{NI}HEA, posee gran presencia de ellos, en donde la incoherencia de los precipitados de geometría esférica presentes en la matriz, aportan una mayor resistencia mecánica al material, lo que se puede corroborar en términos de los valores reportados por el estudio de dureza, el cual le atribuye la mayor dureza a la condición de $T = 1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 0,1\text{ s}^{-1}$, siendo este valor de $424 \pm 24,06\text{ HV-0,2Kg}$, comportamiento que se corresponde a lo reportado por J. C. Zhao, 2001, en estudios previos.
8. En general, en la condición de $T = 1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ y $\dot{\epsilon} = 0,1\text{ s}^{-1}$ de cada ruta, estudiada por MEB, se observó la mayor presencia de precipitados de geometría esférica en la matriz del material, correspondiéndose estos resultados con los reportados en estudios anteriores.
9. Por otra parte, los precipitados en los límites de grano describen un mayor tamaño de forma alargada y en dirección al límite.

10. Es posible observar, en todas las rutas estudiadas por MEB, independientemente del tipo de forja (isotérmica y no isotérmica), la presencia de precipitados de mayor tamaño en los límites de granos y una distribución bastante uniforme de estas fases secundarias más finas hacia el interior del grano.
11. Con respecto a las rutas $F^{I}TSTE A$ y $F^{I}TE A$, se pudo apreciar que la que incluye el proceso de solubilización aporta una mejor distribución en forma y tamaño de los precipitados a lo largo de la matriz.
12. La similitud en las microestructuras y tamaño de grano propios de las rutas $F^{NI}Ve^{L}EA$ y $F^{NI}HEA$, obtenido bajo las condiciones de $T = 1100\text{ }^{\circ}C$ y $\dot{\epsilon} = 0,001\text{ s}^{-1}$, nos permiten hacer referencia a que el descenso controlado, desde la temperatura de conformado hasta la temperatura de envejecimiento para la ruta $F^{NI}Ve^{L}EA$, no aporta mayor variación con respecto al descenso de temperatura, desde la temperatura de conformado hasta la temperatura ambiente, en la ruta $F^{NI}HEA$.
13. En el proceso de forja no isotérmica, un control en el descenso de temperatura, hasta la temperatura de envejecimiento, ensayado a una mayor velocidad de deformación proporciona la microestructura más homogénea.

5.2 Recomendaciones

1. En primer lugar, se recomienda que las probetas usadas para el ensayo de compresión en caliente cumplan con una relación Longitud/Diámetro de 1.5, según lo plasmado en el manual de uso de la máquina de ensayo Instron.
2. Se sugiere realizar el estudio de EDS (por sus siglas en inglés Energy dispersive spectroscopy) con la finalidad de establecer la variación porcentual de los elementos constitutivos de las fases, obtenidas en la presente investigación.
3. En aras de buscar mayor confiabilidad en los valores reportados, proporcionados por los diferentes ensayos, se recomienda realizar una mayor cantidad de los mismos.
4. En caso de que se amerite el uso de dicho material de estudio, bajo condiciones de operación como tracción o flexión, es recomendable hacer los ensayos correspondientes.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Askeland, D. R. (1998). *Ciencia e Ingeniería de los Materiales* (tercera edición). International Thompsón Editores.
2. ASTM E92 (2003). *Standard Test Method for Vickers Hardness of Metallic Materials*.
3. Calvo, J.; Cabrera, J. M.; Guerrero-Mata, M. P y De la Garza, M. (2011). *Characterization of the hot deformation behaviour of Nimonic 80A and 263 Ni-based superalloys*. Universidad Politècnica de Catalunya, Departament de Ciència dels Materials i Enginyeria Metallúrgica. Barcelona.
4. Doherty, R. D. y col. (1997). *Materials Science and Engineering*. A., 238, No. 2, 219-274. 1997.
5. Fontané, M. (2012). *Estudi de l'efecte de la microestructura inicial en la precipitació i propietats mecàniques de superal·liges base níquel*. Universidad Politècnica de Catalunya, Departament de Ciència dels Materials i Enginyeria Metallúrgica. Barcelona.
6. Hicks, B. y Heap, M. (1968). Report No. B48749, Lucas Gas Turbine Equipment Ltd., Materials Laboratory, Burnley.
7. Lara, A. (2013). *Caracterización microestructural y estudio de los mecanismos de deformación en caliente y en frío de las aleaciones INCONEL 718, INCONEL 617 y NIMONIC c263*. Tesis doctoral. Universidad Autónoma de Nuevo León. Mexico.
8. Lenard, J. G. y col. (1999). *Mathematical and physical simulation of the properties of hot rolled products*.
9. Norma Española UNE-EN ISO 6507-1 (1998). *Ensayo de Dureza Vickers*.
10. Oukrid, H. (2012). *Efecto de las variables de procesamiento en las características de laprecipitación de superaleaciones base níquel*. Universidad Politècnica de Catalunya, Departament de Ciència dels Materials i Enginyeria Metallúrgica. Barcelona.
11. Ratna, V. y Sarma, D. S. (1993). *Scripta Metall. Mater.*, vol. 29, pp., and M 467-72.
12. Reed, R. C. (2006). *The superalloys: Fundamentals and Applications*. Cambridge University Press, pp. 1-20.

13. Singh, N. y Singh, V. (1996). *Influence of ageing treatment on work hardening behaviour of a Ni-base superalloy*.
14. Zhao, J. C.; Ravikumar, V. y Beltran, A. M. (2001). *Phase Precipitation and Phase Stability in Nimonic 263*. Metallurgical and Materials Transactions A, Volume 32A, June 2001.
15. Zhao, J. C. y Henry, M. F. (2002). *The Thermodynamic Prediction of Phase Stability in Multicomponent Superalloy*. JOM Journal of the Minerals, Metals and Materials Society Volume 54, Number 1.
16. Zhao, S. y col. (2003). *Microstructural stability and mechanical properties of anew nickel-based superalloys*. Materials Science and Engineering A, Vol.355, No. 1-2, pp. 96-105.

REFERENCIAS ELECTRÓNICAS

1. Bhadeshia, H. K. D. H. (2003). *Nickel Based Superalloys*. University of Cambridge. Consultado 15 de julio de 2014 en: <http://www.msm.cam.ac.uk/phase-trans/2003/Superalloys/superalloys.html>
2. Software para la enseñanza didáctica de prácticas de mecánica de Materiales (2014). Consultado el 01 de septiembre de 2014. Disponible en: http://www.unet.edu.ve/~jtorres/matsoft/02_compresion.swf
3. Special Metal Corporation (2008). *NIMONIC alloy 263*. Consultado 23 de abril de 2014 en: <http://www.specialmetals.com/products/index.php>