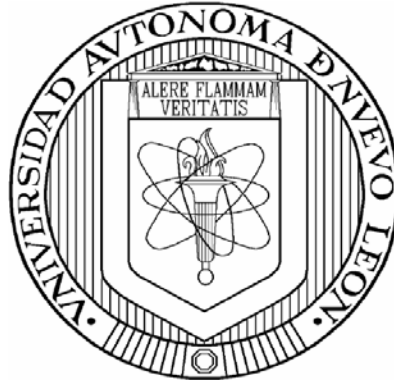


UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA

DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO



**ESTUDIO DEL CRECIMIENTO DE GRANO EN LA
SUPERALEACIÓN HAYNES H-230**

POR

DANIEL GONZÁLEZ MORÓN

TESIS

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

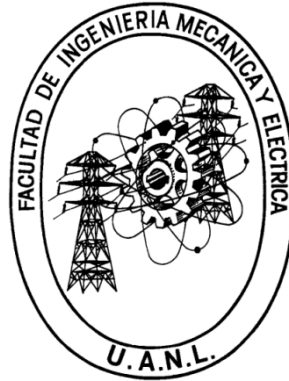
CIUDAD UNIVERSITARIA

MAYO DE 2010

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA

DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO



**ESTUDIO DEL CRECIMIENTO DE GRANO EN LA
SUPERALEACIÓN HAYNES H-230**

POR

DANIEL GONZÁLEZ MORÓN

TESIS

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

CIUDAD UNIVERSITARIA

MAYO DE 2010

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

Los miembros del comité de tesis recomendamos que la tesis “Estudio del crecimiento de grano en la superaleación Haynes H-230” realizada por el Ing. Daniel González Morón sea aceptada para su defensa como opción al grado de Maestro en Ciencias de la Ingeniería Mecánica con especialidad en Materiales.

El comité de tesis

Dra. Martha Patricia Guerrero Mata
Asesor

Dr. Octavio Covarrubias Alvarado
Revisor

Dr. Víctor Páramo López
Revisor

Vo.Bo.

Dr. Moisés Hinojosa Rivera
División de Estudios de Posgrado

Ciudad Universitaria, San Nicolás de los Garza, Nuevo León, Mayo de 2010

Dedicado a Dios, a mi familia que me apoyo en todo este tiempo ya que sin ellos no habría podido concluir este proyecto, en especial a mi Madre, por su apoyo incondicional y sus consejos para ayudarme a ser una mejor persona.

AGRADECIMIENTOS

A la Universidad Autónoma de Nuevo León, la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica y al CONACYT por darme la oportunidad de estudiar en el programa de tiempo completo la Maestría en Ciencias de la Ingeniería Mecánica con Especialidad en Materiales.

A la Dra. Martha Patricia Guerrero Mata, por ofrecerme este proyecto de tesis tan interesante, apoyarme en todos aspectos durante el proceso y culminación de la tesis, así como mejorar mis habilidades de análisis y pensamiento crítico.

Al Dr. Octavio Covarrubias Alvarado, por proponer este proyecto así mismo haber aceptado ser mi revisor y haber contribuido al enriquecimiento de esta tesis.

Al Dr. Víctor Páramo López, por aceptar ser mi revisor y darme sus puntos de vista para lograr un mejor enfoque analítico de esta tesis.

Al Dr. Edgar Omar García Sánchez, por haberme aconsejado durante el proceso experimental y analítico compartiéndome sus conocimientos y en la realización del prólogo de esta tesis.

A la Dra. Maribel de la Garza Garza, por su apoyo y consejos en el área de Laboratorio.

A mi primo Manuel Bustos Jr. por donarme su computadora, cuando dejo de funcionar mi laptop.

Y por último agradecer a todas las demás personas que de alguna forma estuvieron involucrados en la realización de mi tesis.

PRÓLOGO

En la actualidad el desarrollo de materiales con características cada vez superiores es uno de los principales retos que enfrentan los ingenieros y científicos de materiales. El uso de materiales cada vez más ligeros, más resistentes y con capacidad de trabajo en condiciones cada vez más complejas como en aplicaciones estructurales en la industria aeronáutica han hecho que el estudio de aleaciones metálicas denominadas superaleaciones, sea de gran interés e impacto tecnológico. Es común ver en la actualidad máquinas y sistemas más eficientes y esto en gran medida se debe al desarrollo en las propiedades de los materiales que se utilizan.

Unos de los materiales que son de mayor interés y han sido parte importante en el desarrollo tecnológico en el mundo son las superaleaciones base níquel, las aplicaciones de este tipo de aleaciones son realmente extensas y están en donde se requieren condiciones de trabajo a alta temperatura, ambientes corrosivos y que demanden elevada resistencia, como en el caso de componentes de turbinas de todo tipo de aviones , en turbinas utilizadas en la generación de energía, en tuberías de alta presión y temperatura.

Este trabajo de investigación presenta de forma sistemática un marco teórico en el que se resalta la importancia de la caracterización microestructural de las superaleaciones de níquel con especial énfasis en la aleación Haynes H-230, además, describe la importancia del tratamiento térmico de estas aleaciones en la evolución de la microestructura. La experimentación que se plantea en esta investigación permite evaluar diferentes ciclos de tratamiento en esta aleación y la caracterización propuesta permite establecer la relación entre las propiedades mecánicas y la microestructura, además de evidenciar el fenómeno de crecimiento anormal de grano. La caracterización microestructural se realizó empleando diversas técnicas, pero es claro el enfoque en el uso de microscopía electrónica de barrido, una técnica que se ha convertido en una herramienta indispensable en el análisis microestructural, esta permite obtener información de diversas características de la microestructura, como distribución y

morfología de partículas, así como información de la composición del material de estudio.

Los resultados que se presentan de esta investigación resultan por de más interesantes, por una parte, para ingenieros de plantas de procesamiento de este tipo de aleaciones ya que en ésta se describen la relación entre la microestructura y los procesos térmicos que van ligados a las propiedades mecánicas. También, estos resultados contribuyen a la generación del conocimiento en el campo de la metalurgia de las superaleaciones base níquel. Además, la metodología de experimentación y caracterización en esta investigación que el autor plantea resultan ser una excelente referencia para trabajos futuros.

Dr. Edgar O. García Sánchez.

ÍNDICE GENERAL

“Estudio del crecimiento de grano en la superaleación Haynes H-230”

Página

LISTA DE SÍMBOLOS.....	viii
RESUMEN.....	1
CAPÍTULO 1 INTRODUCCIÓN	2
CAPÍTULO 2 SUPERALEACIONES.....	4
2.1 Superaleaciones base níquel.....	4
2.2 Haynes H-230.....	5
2.2.1 Aplicaciones.....	7
2.2.2 Composición química.....	7
2.2.3 Microestructura.....	8
2.2.4 Resistencia al crecimiento de grano	13
2.3 Tratamientos térmicos para Haynes H-230.....	14
2.3.1 Efecto del tiempo.....	15
2.3.2 Efectos de la velocidad de enfriamiento.....	16
CAPÍTULO 3 CRECIMIENTO NORMAL Y ANORMAL DE GRANO.....	17
3.1 Crecimiento de grano.....	17
3.2 Crecimiento normal de grano.....	18
3.2.1 Microestructuras en dos dimensiones (2D).....	19
3.2.2 Distribución del tamaño de grano.....	22
3.2.3 Factores que afectan el crecimiento de grano.....	23
3.2.4 El análisis de Burke y Turnbull de la cinética de crecimiento de grano....	24
3.2.5 Comparación con la cinética medida experimentalmente.....	26
3.3 Interacción de partículas de segunda fase con los límites de grano.....	26
3.3.1 Fuerza de obstaculización ejercida por una sola partícula.....	26

3.3.1.1 Partículas coherentes.....	27
3.3.2 Presión de obstaculización debido a una distribución de partículas.....	30
3.4 Crecimiento anormal de grano.....	31
3.4.1 El fenómeno del crecimiento anormal de grano.....	32
3.4.2 Factores que inducen el crecimiento anormal de grano.....	34
3.4.3 Efecto de las partículas de segunda fase en el crecimiento de grano.....	35
3.4.3.1 Cinética de crecimiento de grano ante una dispersión de partículas.....	35
3.4.3.2 Tamaño de grano limitado por partículas.....	36
3.4.4 Límite Zener.....	37
3.4.5 Observaciones experimentales.....	38
CAPÍTULO 4 METODOLOGÍA EXPERIMENTAL.....	40
4.1 Introducción.....	40
4.2 Diseño de experimentos.....	41
4.3 Probetas para tratamientos térmicos de solución.....	42
4.4 Instrumental.....	43
4.5 Procedimiento experimental.....	45
4.6 Análisis de muestra sin tratamiento térmico.....	47
CAPÍTULO 5 RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	48
5.1 Análisis de muestra base.....	48
5.2 Tratamiento térmico de solución.....	50
5.2.1 Análisis del grupo de muestras A.....	51
5.2.2 Análisis del grupo de muestras B.....	54
5.2.3 Análisis del grupo de muestras C.....	60
5.2.4 Análisis del grupo de muestras D.....	73
5.3 Discusión general de resultados.....	82
CAPÍTULO 6 CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.....	85
6.1 Conclusiones.....	85
6.2 Recomendaciones.....	86

BIBLIOGRAFÍA.....	87
ÍNDICE DE FIGURAS.....	89
ÍNDICE DE TABLAS.....	94
APÉNDICE A.....	96
APÉNDICE B.....	108
APÉNDICE C.....	111
APÉNDICE D.....	116
APÉNDICE E.....	121
APÉNDICE F.....	123

LISTA DE SÍMBOLOS

A, B, C	vértices de grano en 2D
c, c ₁ , c ₂	constante
D	tamaño de grano
D _G	tamaño limitante de grano de Gladman
D _m	tamaño de grano promedio
D _{m,a}	tamaño de grano anormal promedio
D _Z	tamaño limitante de grano
D _{Zener}	tamaño limitante de grano de Zener
E	bordes de grano
f	factor de forma (4π/3, esfera)
F	caras de grano, fuerza inhibitoria del límite de grano
F _C	fuerza de arrastre por una partícula coherente
F _S	fuerza inhibitoria máxima
F _V	fracción volumétrica de partículas al azar
\dot{G}	velocidad de crecimiento de grano en un material deformado
M	movilidad del límite de grano
n	exponente de crecimiento de grano, exponente JMAK
\dot{N}	velocidad de nucleación
N _S	número de partículas intersectando un área del límite de grano
N _V	número de partículas por unidad de volumen
P	presión impulsora
P _Z	presión de obstaculización Zener
r	radio de partícula
R	radio de curvatura
\bar{R}	radio promedio de grano ó tamaño de grano promedio
\bar{R}_0	tamaño de grano promedio inicial
t	tiempo, tiempo de incubación
V	vértices de grano

X_v	fracción de material recristalizado
z	número coordinación, factor de obstaculización
Z	relación entre el tamaño de grano máximo y el promedio
α	ángulo entre dos bordes de grano en 2D, constante geométrica
β, θ	ángulo de intersección ente un límite y una partícula
γ	fase gamma, energía superficial
γ'	fase gamma prima
$\gamma_{12}, \gamma_{13}, \gamma_{23}$	tensión superficial
γ_b	energía superficial

RESUMEN

Éste trabajo de tesis se realizó con el objetivo de conocer las condiciones que propician el fenómeno de crecimiento anormal de grano en superaleaciones Haynes H-230 al aplicarle un tratamiento térmico de solución. Estos tratamientos térmicos fueron aplicados a 1177 °C y 1197 °C utilizando dos métodos de enfriamiento, uno enfriando inmediatamente en agua y el otro enfriado parcialmente a temperatura ambiente hasta 1050 °C seguido por un enfriamiento inmediato en agua.

Se obtuvieron imágenes en microscopio óptico con el fin de verificar si existió crecimiento anormal en alguna de la pruebas, así como también, se efectuó una medición de grano para obtener los tamaños de grano ASTM promedio. Se practicaron ensayos de microdureza para conocer cuál fue el efecto que tuvieron los tratamientos térmicos de solución sobre la pieza.

Se tomaron muestras de cada grupo incluyendo la muestra base y todas las que presentaron crecimiento anormal para realizar un análisis EDAX en el microscopio electrónico de barrido y así identificar las fases presentes. Las imágenes obtenidas en el microscopio electrónico de barrido se utilizaron para la medición de tamaños de partículas y de fracciones de área de estas mismas.

Finalmente, con todos los datos recabados, se procedió a deducir las posibles causas que provocaron crecimiento anormal de grano en las muestras.

CAPÍTULO 1

INTRODUCCIÓN

Los metalúrgicos del siglo XX desarrollaron aleaciones de mayor complejidad, con temperaturas de uso más elevadas que las de cualquier otro grupo de aleaciones desarrolladas. El avance en este tipo de aleaciones no habría sido tan vertiginoso sin la fuerza paralela emanada de la invención de la turbina de reacción a gas. Esta sinergia creó uno de los más grandes avances en la metalurgia llamadas superaleaciones por sus propiedades superiores.

En la actualidad son muchas las áreas que se benefician de estas superaleaciones, de las cuales, las más importantes se encuentran en la ingeniería aeroespacial y la nuclear, turbinas a gas industrial, la industria de turbinas marinas y la industria de la generación de energía en general. Debido a su importancia en las diferentes aplicaciones en componentes clave, las superaleaciones procesadas deben poseer propiedades óptimas para su servicio, tales como una excelente resistencia mecánica, resistencia a la termofluencia, como también una buena resistencia a la corrosión y oxidación.

Las propiedades de las superaleaciones antes mencionadas, se alcanzan con procesos termomecánicos y uno o varios tratamientos térmicos. Si no se realizan correctamente estos últimos, se puede inducir un crecimiento anormal de grano y un posible decremento en estas propiedades, aumentando la probabilidad de que estos componentes fallen durante su uso.

De acuerdo a los datos estadísticos relacionados con la superaleación Haynes H-230 revelan que al aplicarle un tratamiento térmico de solución en el rango de temperaturas de solución, se ha presentado el fenómeno de crecimiento anormal de grano. Esto motiva a investigar los factores que influyen al crecimiento de grano en los tratamientos

térmicos de solución y conocer qué es lo que promueve el crecimiento anormal de grano en este material.

El objetivo principal del estudio es analizar muestras de aleación Haynes H-230, antes y después de aplicarles tratamientos térmicos de solución a temperaturas seleccionadas, con diferentes métodos de enfriamiento, generando una microestructura óptima para algunas muestras y para otras tratar de provocar intencionalmente un crecimiento anormal de grano, y realizar un análisis microestructural para identificar las fases presentes y también las posibles causas que rodean al fenómeno de crecimiento anormal de grano.

Se utilizarán técnicas de microscopía óptica y electrónica de barrido para efectuar un análisis microestructural, identificando los componentes químicos de las fases por medio de un análisis de energía dispersiva de rayos X, ensayos de dureza, y además, mediciones de tamaños de grano y de partícula por medio de diversos paquetes computacionales.

Mediante los resultados obtenidos, se conocerán los cambios microestructurales presentes y su correspondiente afectación de propiedades mecánicas en las muestras sujetas al experimento. Se analizará el efecto de precipitación de partículas en el crecimiento de grano, se determinará la influencia del método de enfriamiento y se establecerá cual tratamiento térmico de solución fue el más adecuado.

CAPÍTULO 2

SUPERALEACIONES

El término "superaleación" fue utilizado por primera vez poco después de la Segunda Guerra Mundial para describir un grupo de aleaciones desarrolladas para su uso en turbo supercargadores y motores de turbina de aviones que requerían un alto rendimiento a temperaturas elevadas. Originalmente las superaleaciones fueron de base hierro antes de 1940, llamadas de primera generación, las cuales estaban destinadas a su operación a temperaturas de hasta 700 °C. Las superaleaciones más actuales, llamadas de cuarta generación, son materiales monocristalinos y aleados especialmente con el rutenio. Estas pueden funcionar a temperaturas de hasta 1100 °C [1].

Las superaleaciones son aquellas aleaciones que tienen una superlativa combinación de propiedades físicas y químicas. Estos materiales se clasifican de acuerdo con el componente principal de la aleación, que pueden ser de base cobalto, base hierro y base níquel, en este último se encuentra la aleación Haynes H-230 la cual será objeto de este estudio [2,3].

2.1 Superaleaciones base níquel

Las superaleaciones base níquel, entre todos los otros materiales metálicos, poseen la microestructura más compleja formada a partir de un método avanzado de fundición y de una avanzada tecnología de refinación. La matriz de níquel, llamada gamma (γ), endurece por solución sólida con una docena de elementos aleantes. Posteriormente mediante un endurecimiento por precipitación, la solución sólida saturada empieza a formar fases secundarias, tales como, las fases intermetálicas llamadas gamma prima

(γ'), carburos, nitruros, boruros y carbonitruros, además fases TCP (fases topológicamente compactas), las cuales no son deseables [4,5].

Gracias a la estabilidad superficial lograda por procesos termomecánicos y tratamientos térmicos, las piezas fabricadas de superaleación base níquel, son resistentes a la termofluencia, fatiga, corrosión, oxidación y su operación a temperaturas elevadas por largos periodos de tiempo [4,5].

Dentro de las superaleaciones base níquel se encuentran el Haynes H-230, la cual pertenece a las aleaciones forjadas. Las aleaciones forjadas se utilizan ampliamente en aplicaciones en medios corrosivos y a temperaturas elevadas [6]. Son más homogéneas que las aleaciones vaciadas, en las cuales suele haber segregación causada por un proceso de solidificación [7]. Los productos forjados finales toman ventaja de la ductilidad superior de las superaleaciones forjadas para producir ciertas formas grandes, tales como los discos para turbinas a gas [6].

2.2 Haynes H-230

La aleación Haynes H-230 es una aleación níquel-cromo-tungsteno-molibdeno (con un % en peso aproximado de 57-22-14-2 respectivamente), endurecida por solución sólida que combina una excelente resistencia a temperaturas elevadas, una resistencia sobresaliente a exposiciones prolongadas en medios oxidantes hasta 1149°C, una resistencia superior en medios nitrurantes, una buena resistencia a la carburización cuando se compara con muchas otras aleaciones industriales, excelente estabilidad térmica en periodos largos y una buena resistencia a la fragilización por hidrógeno [8,9].

La aleación tiene la característica de poseer una alta resistencia a la expansión térmica comparada con la mayoría de las superaleaciones, aleaciones hierro-níquel-cromo y aceros inoxidable austeníticos, ver Figura 1 [8,10].

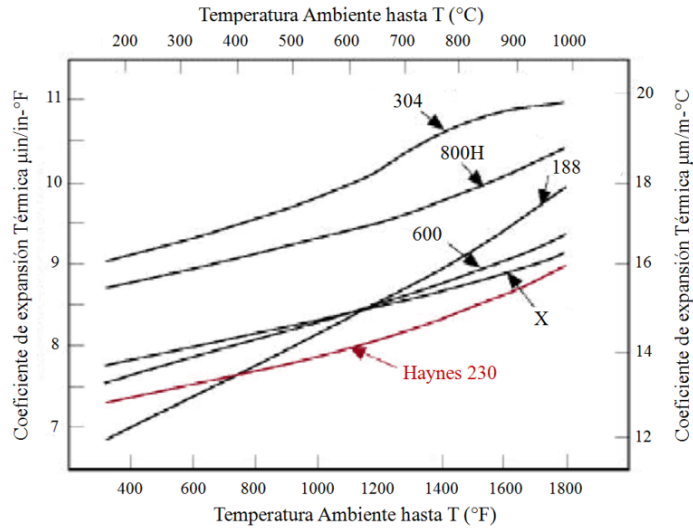


Figura 1.- Coeficientes de expansión térmica de varias aleaciones a diferentes temperaturas [8,modificado].

Otra característica atractiva incluye una marcada resistencia al crecimiento de grano por la exposición prolongada a temperaturas elevadas [9]. Las propiedades físicas típicas del Haynes H-230 se muestran en TABLA 1 [8,Modificado].

TABLA 1.- Propiedades físicas típicas del Haynes H-230		
	Temperatura, °C	Unidades Métricas
Densidad	Ambiente	$8.97 \text{ g}/\text{cm}^3$
Rango de punto de fusión	1301-1371	
Coeficiente de Expansión Térmica	25-100	$11.8 \times 10^{-6} \text{ m}/\text{m}\cdot\text{°C}$
	25-500	$13.6 \times 10^{-6} \text{ m}/\text{m}\cdot\text{°C}$
	25-1000	$16.1 \times 10^{-6} \text{ m}/\text{m}\cdot\text{°C}$
Módulo de elasticidad dinámico	Ambiente	211 GPa
	500	184 GPa
	1000	150 GPa
Conductividad Térmica	Ambiente	$8.9 \text{ W}/\text{m}\cdot\text{K}$
	500	$18.4 \text{ W}/\text{m}\cdot\text{K}$
	1000	$28.4 \text{ W}/\text{m}\cdot\text{K}$
Calor Específico	Ambiente	$397 \text{ J}/\text{Kg}\cdot\text{K}$
	500	$473 \text{ J}/\text{Kg}\cdot\text{K}$
	1000	$617 \text{ J}/\text{Kg}\cdot\text{K}$
Difusividad Térmica	Ambiente	$24.2 \times 10^{-3} \text{ cm}^2/\text{seg.}$
	500	$38.5 \times 10^{-3} \text{ cm}^2/\text{seg.}$
	1000	$48.2 \times 10^{-3} \text{ cm}^2/\text{seg.}$
Resistividad Eléctrica	Ambiente	125.0 microhm-cm
	500	130.2 microhm-cm
	1000	125.0 microhm-cm

2.2.1 Aplicaciones

La aleación Haynes H-230 combina propiedades que la hacen ideal para una amplia variedad de componentes aplicados a la industria aeroespacial e industria energética. Es utilizado para cámaras de combustión, retenes de flama, fundas para termopares y otros componentes importantes de las turbina a gas [8].

En los procesos químicos industriales, la aleación Haynes H-230 se utiliza como una rejilla catalizadora en quemadores de amoniaco, intercambiadores de calor para temperaturas elevadas, conductos, fuelles de alta temperatura y otros procesos clave intrínsecos [8- 10].

En calderas industriales, las aplicaciones de la aleación Haynes H-230 incluyen hornos de retorta, cadenas y accesorios, cubiertas de flama en quemadores, recuperadores internos, amortiguadores, hornos de nitruración internos, canastas para tratamiento térmico, parrillas, bandejas, tubos rociadores, tubos de protección para termopares y muchos más [8].

2.2.2 Composición química

La composición química nominal de la aleación Haynes H-230 se muestra a continuación en la TABLA 2 [8,10,Modificado].

TABLA 2.- Composición Química Nominal de la superaleación Haynes H-230			
Elemento	% en peso	Elemento	% en peso
Ni	57 ^a	Mn	0.5
Cr	22	Si	0.4
W	14	Al	0.3
Mo	2	C	0.1
Fe	3*	La	0.02
Co	5*	B	0.015*

^aBalance * Máximo

En la TABLA 3 se muestran los efectos de los diferentes aleantes en el Haynes H-230 [3-5,11,Modificado].

TABLA 3.- Efecto que ejercen los diferentes aleantes en las superaleación Haynes H-230.	
Efecto	Elementos
Endurece por solución sólida.	Co, Cr, Fe, Mo, W
Forma carburos MC.	C, Ti, Mo, W
Forma carburos $M_{23}C_6$.	C, Cr, Mo, W
Forma carburos M_6C .	C, Mo, W
Forma carbonitruros.	C, N
Forma compuestos intermetálicos, γ' .	Al, Ni, Ti
Aumenta la temperatura de solvus de γ' .	Co
Incrementa la resistencia a la oxidación.	Al, Cr, La
Mejora la resistencia a la corrosión en caliente.	La
Incrementa la resistencia al ataque por azufre.	Co, Cr, Si
Mejora la resistencia a la termofluencia.	B
Incrementa la resistencia a la fractura.	B
Refuerza el límite de grano.	B, C

2.2.3 Microestructura

La microestructura en la superaleación Haynes H-230 se constituye principalmente de las siguientes fases:

- Matriz austenítica con el nombre de gamma (γ)
- Precipitados intermetálicos llamados gamma prima (γ')
- Precipitados en forma de carburos
- Boruros [12-14]

La **matriz austenítica gamma (γ)**, tiene una estructura cristalina FCC (cúbica centrada en las caras) no-magnética, el endurecimiento de la matriz de níquel corresponde a la diferencia de tamaño atómico entre el material base y los átomos de sustitución. Los efectos de endurecimiento varían de acuerdo con el grado de desajuste entre radios atómicos, que van desde ligero (Co), moderados (Cr, Ti, Al, Fe) y fuertes

(Mo, W). El último grupo de elementos tiene un efecto adicional de endurecimiento, debido a que tienen más electrones de enlace que retrasan la difusión en sus cercanías. Por encima de $0.6 T_f$ (temperatura de fusión), el endurecimiento depende de la difusión, por lo tanto, depende de elementos de gran radio atómico de difusión lenta, tales como el molibdeno y tungsteno, que son los endurecedores más eficaces [7,11]. Estos a su vez, aumentan el esfuerzo de cedencia de la aleación mediante la disminución de la energía de falla de apilamiento de la matriz, reduciendo así el deslizamiento cruzado de las dislocaciones [5,12]. La superaleación Haynes H-230 contiene mínimas cantidades de aluminio y de titanio en la matriz [11].

La fase **gamma prima** (γ') tiene una estructura cristalina $L1_2$ ordenada derivada de la estructura FCC, su composición nominal es Ni_3Al , sin embargo, se describe de una forma más adecuada como A_3B , donde A es una mezcla de los elementos más electronegativos (Ni, Co, Fe) y B es una mezcla de los elementos más electropositivos (Al, Cr, Ti) [11]. Esta fase precipita en mínimas cantidades coherentes con la matriz austenítica γ a temperaturas menores a las del tratamiento térmico de solución. También es necesaria para incrementar la resistencia a la fluencia a temperatura ambiente y a temperaturas elevadas [5].

Los **carburos**, son componentes importantes que están presentes en el Haynes H-230. Se encuentran 3 tipos de carburos: **MC**, **$M_{23}C_6$** y **M_6C** (donde **M** representa uno o más elementos metálicos). Los carburos en estas superaleaciones tienen tres funciones principales. En la primera, cuando los carburos están debidamente formados en los límites de grano, lo refuerzan, previniendo o retardando su deslizamiento. La segunda función que tienen los carburos es la de precipitar en partículas finas en la matriz, esto causará un endurecimiento. Por último, los carburos pueden bloquear algunos elementos que de otro modo, promoverían la inestabilidad de fase durante su uso [5,11,12].

Los **carburos MC**, son de estructura cristalina FCC, por lo general se forman durante la solidificación. Generalmente muestra una morfología globular o irregular, se distribuyen a través de la aleación de manera heterogénea, tanto en posiciones

intergranulares como transgranulares. Se ha identificado poca o ninguna relación con la orientación de la matriz de la aleación. Los carburos MC son una fuente importante de carbono, los cuales se degradan a temperaturas de tratamiento térmico o en uso [5].

Un ejemplo de estos carburos es el TiC, el cual se encuentra entre los compuestos más estables en la naturaleza. En estos carburos los átomos de M pueden ser substituidos por elementos menos reactivos, principalmente molibdeno y tungsteno, lo que provoca un cambio en su estabilidad. Estas sustituciones debilitan la fuerza de enlace de los carburos MC, por lo cual ocurren reacciones de degradación. Por lo general, esto conduce a la formación de los compuestos más estables, como carburos tipo $M_{23}C_6$ y M_6C en el procesamiento de aleaciones durante o después del tratamiento térmico y/o en uso [5,12].

Los **carburos $M_{23}C_6$** tienen una estructura cristalina FCC, generalmente se presentan como películas ó partículas de forma globular. Estos carburos se forman durante tratamientos térmicos de relevado de esfuerzos a temperaturas más bajas y en uso, es decir, de 760 a 980°C por la degradación de carburos MC y por el carbono residual soluble en la matriz de la superaleación. Aunque suelen presentarse en los límites de grano, en ocasiones se producen en los límites de maclas y en fallas de apilamiento [5].

Cuando están debidamente formados en los límites de grano, aumenta la resistencia de los límites para balancear la resistencia de la matriz. Si bien, el cromo es el principal elemento M, pueden sustituirlo otros elementos metálicos, tales como el molibdeno y el tungsteno, su composición aproximada es $M_{23}C_6$ es $Cr_{21} (Mo,W)_2C_6$ [11]. Sin embargo, también se ha demostrado que el níquel puede sustituir al cromo de manera considerable, y que el cobalto y el hierro pueden sustituir al cromo en pequeñas cantidades [5].

La situación óptima es una cadena de partículas discretas globulares $M_{23}C_6$ en los límites de grano. Esta forma beneficia a la resistencia a la ruptura a través de la inhibición del deslizamiento de límite de grano. Sin embargo, si los carburos precipitan

como una película continua en el límite de grano, las propiedades se verán gravemente degradadas. [11] Las estructuras celulares de $M_{23}C_6$ causan fallas prematuras, pero pueden ser evitadas con un procesamiento y/o tratamiento térmico apropiado [5].

Los **carburos M_6C** tienen una estructura cúbica compleja FCC, pueden precipitar en una morfología globular dispersos en la matriz y con menos frecuencia en una morfología Widmanstättèn (acicular) intergranular. Estos últimos son causados por una inadecuada elección del procesamiento o de temperatura en el tratamiento térmico, y se deben evitar para una mejor ductilidad y vida a la fractura [5,11].

Es el carburo más comúnmente observado en las superaleaciones Haynes H-230 ya que tiene altos contenidos de molibdeno y tungsteno, sin embargo, otros elementos como el cromo, níquel o cobalto pueden sustituirlos en cierta medida. Precipitan típicamente en el rango de temperaturas de 815 a 980°C, comúnmente se disuelven durante el calentamiento antes de trabajar en caliente [11,15].

Las fórmulas típicas de M_6C son $(Ni,Co)_3Mo_3C$ y $(Ni,Co)_2W_4C$, la composición puede variar ampliamente a diferencia de la composición más estricta de los carburos $M_{23}C_6$. Los carburos M_6C son mucho más estables que los carburos $M_{23}C_6$, por lo cual, los carburos M_6C son más importantes al precipitar en los límites de grano para controlar el tamaño de grano durante el procesamiento de la aleación [5].

Los **boruros** tienen una estructura cristalina tetragonal, se añaden en pequeñas cantidades para mejorar las propiedades de ruptura por termofluencia y la resistencia a la fractura, la fracción volumétrica de los boruros tiende a ser bastante pequeña [5,15].

Cuando el boruro precipita, su forma varía, desde bloques hasta medias lunas. El boro también reduce la solubilidad del carbono en la matriz austenítica γ , lo que aumenta la precipitación de carburos de tamaños finos MC y $M_{23}C_6$. Si la adición de boro es lo suficientemente alta, se formaran boruros perjudiciales [5,15].

Los boruros son duros, frágiles y precipitan en los límites de grano retardando el deslizamiento del límite de grano. Son por lo general de composición M_3B_2 . El molibdeno, níquel y hierro pueden ser elementos “M” y las formulas típicas son $(Mo_{0.48}Ti_{0.07}Cr_{0.39}Ni_{0.3}Co_{0.3})_3B_2$ y $(Mo_{0.5}Ti_{0.15}Cr_{0.49}Ni_{0.3}Co_{0.3})_3B_2$ [5,15].

En la TABLA 4 se muestra un resumen de los componentes principales encontrados en la aleación Haynes H-230 [5,15,16,Modificado].

TABLA 4.- Componentes encontrados en Haynes H-230			
Fase	Estructura Cristalina	Fórmula	Características
γ'	FCC ($L1_2$ ordenada)	$Ni_3(Al,Ti)$	Incrementa la resistencia a temperaturas elevadas y a temperatura ambiente
MC	FCC	$(Mo,Ti,W)C$	Fuente importante de carbono para las formación de carburos secundarios
$M_{23}C_6$	FCC	$(Cr,Mo,W)_{23}C_6$	Inhibe el deslizamiento de los límites de grano cuando están debidamente formados
M_6C	FCC	$(Mo,W)_6C$	Controla el tamaño de grano durante el procesamiento de la aleación
M_3B_2	Tetragonal	$(Cr,Fe,Mo,Ni,Ti)_3B_2$	Reduce la solubilidad del carbono en la matriz austenítica

La microestructura influye en las propiedades mecánicas, existen dos tipos de propiedades mecánicas: [17]

- De corto plazo: resistencia tensil y compresiva
- De largo plazo: fatiga y termofluencia [17]

En el **endurecimiento por solución sólida** los átomos de soluto actúan de diferentes maneras: [17]

- Afectan los arreglos locales de átomos en un grano
- Limitan la difusión de átomos
- Cambian la falla de apilamiento de la matriz [17]

Este tipo de endurecimiento tiene un efecto positivo en las propiedades de corto plazo [17].

En el **endurecimiento por segundas fases**, las partículas obstruyen la deformación de los granos y el movimiento de los límites de grano, especialmente a temperaturas elevadas, dentro de estas partículas endurecedoras encontramos γ' , carburos y boruros. Existen factores importantes relacionados con el endurecimiento por partículas de segunda fase: [17]

- Precipitado esencial para el endurecimiento
- Ductilidad del precipitado
- Coherencia con la matriz γ
- Fracción de volumen de los precipitados
- Tamaño de partícula de los precipitados [17]

El tratamiento térmico controla los últimos dos factores. Este tipo de endurecimiento tiene efectos positivos sobre las propiedades de largo plazo [17].

2.2.4 Resistencia al crecimiento de grano

La aleación Haynes H-230 muestra una excelente resistencia al crecimiento de grano a temperaturas elevadas. Como consecuencia de la estabilidad en sus carburos primarios, las aleaciones Haynes H-230 pueden estar expuestas a temperaturas tan elevadas como 1204°C hasta por 24 horas sin exhibir un crecimiento significativo de grano, como se muestra en la TABLA 5. Materiales tales como Haynes H-188 aleación o la aleación Hastelloy® X, muestran un mayor crecimiento de grano en esas condiciones, como pasaría en la mayoría de las aleaciones base hierro, níquel y en aceros inoxidable [8,10].

TABLA 5.- Tamaño de grano para placas de aleaciones expuestas a temperaturas elevadas a diversos tiempos (ASTM)						
Tiempo de Exposición (horas)	Haynes H-230		Haynes 188		Hastelloy X	
	1177°C	1204°C	1177°C	1204°C	1177°C	1204°C
0	4 – 4.5	4 – 4.5	4 - 5	4 - 5	3.5	3.5
1	4 - 5	4 – 4.5	2 - 5	2 - 4	3.5	0 - 1
4	4 – 4.5	4 – 4.5	3.5	3	3.5	0 - 1
24	4	4 – 4.5	0 - 2	1 - 3	0 - 4	0 – 1.5

[8,Modificado]

2.3 Tratamientos térmicos para Haynes H-230

El primer tratamiento térmico en las superaleaciones Haynes H-230 es generalmente un tratamiento térmico de solución, con un rango de temperaturas de 1177°C a 1246°C, seguido por un enfriamiento rápido en agua para obtener una estructura y propiedades mecánicas óptimas [8,9] La temperatura en el rango de temperaturas de solución dependerá de las propiedades deseadas. Se especifica una temperatura más alta para propiedades óptimas de fractura por fluencia; se utiliza una temperatura más baja para propiedades de tensión óptimas de corto plazo a temperaturas elevadas, también mejorando la resistencia a la fatiga (con un tamaño de grano más fino), o una mejor resistencia en la ruptura por sensibilidad a la muesca [16].

La respuesta de las aleaciones Haynes H-230 a un tratamiento térmico de solución, depende en gran medida de la condición en que esté el material cuando se aplique el tratamiento. Cuando el material está en una condición exento de trabajo en frío o tibio, la principal respuesta al tratamiento térmico es un cambio en la cantidad y la morfología de las fases de carburos secundarios presentes. [16,18].

La temperatura en la parte alta del rango admisible, de un tratamiento térmico de solución, provocará algo de crecimiento en el tamaño de grano y una disolución más extensa de carburos. El objetivo principal es poner fases de endurecimiento en solución y disolver algunos carburos [16].

Cuando la aleación Haynes H-230 está suficientemente trabajada en frío, al aplicar un tratamiento térmico de solución a 1175°C podrá producir un tamaño de grano ASTM, entre 7 y 9, mientras que un tratamiento térmico de solución a 1230°C se podría esperar un tamaño de grano ASTM, de 4 a 6 [16].

Un tratamiento posterior al tratamiento térmico de solución es el relevado de esfuerzos, el cual se aplica a temperaturas inferiores a la del rango tratamiento térmico de solución, este producirá precipitaciones de carburos en el Haynes H-230, que pueden influir escasamente en la resistencia y en la ductilidad de la superaleación. La temperatura mínima de relevado de esfuerzos recomendada es de 1120°C [8,18].

2.3.1 Efecto del tiempo

El tiempo de la pieza de aleación Haynes H-230 en el horno variará según el tipo, geometría y capacidad del horno, y espesor del material. El monitoreo de la temperatura se determinará por medio de termopares adheridos a la pieza de aleación, siempre que esto sea posible, tomando en cuenta que haya el tiempo suficiente para que toda la pieza llegue a la temperatura del tratamiento térmico. La antigua directriz de permitir 1/2 hora por pulgada de espesor es apropiada, pero, no para piezas muy gruesas [18].

Una vez que toda la aleación esté a una temperatura uniforme, generalmente es suficiente un tiempo de espera entre 5 y 30 minutos, según el espesor de la pieza [18].

Las exposiciones por largos periodos de tiempo a temperaturas de solución pueden dar lugar a la disolución parcial de carburos primarios, con un crecimiento de tamaño de grano consiguiente u otros efectos perjudiciales [16,18].

2.3.2 Efectos de la velocidad de enfriamiento

Las propiedades de la aleación Haynes H-230 que siguen un tratamiento térmico de solución, pueden ser mucho más pronunciadas que las relacionadas con los tratamientos térmicos de relevado de esfuerzos. Esto es, porque el tratamiento térmico de solución coloca a la aleación en un estado de sobresaturación en relación al carbono, así la tendencia de la precipitación de carburos aumenta perceptiblemente debido al tipo de enfriamiento, sobre la del relevado de esfuerzos. Por ello, el enfriamiento debe ser lo más rápido posible teniendo en cuenta las limitaciones de equipo y la necesidad de minimizar la distorsión del componente debido a esfuerzos térmicos. El enfriamiento con agua debe ser usado donde sea posible [16,18].

CAPÍTULO 3

CRECIMIENTO NORMAL Y ANORMAL DE GRANO

La base teórica para el entendimiento del crecimiento de grano fue aportada hace más de 50 años en los trabajos de Smith (1948, 1952) y Burke-Turnbull (1952), y el conflicto evidente de la teoría con la experimentación, ha impulsado a algunos otros modelos teóricos durante un período de aproximadamente 30 años. La aplicación de las técnicas de simulación por computadora (Anderson et al., 1984), provee de un nuevo enfoque al problema, el interés y la controversia que rodea a las simulaciones por computadora dieron un estímulo al estudio a este tema. En este capítulo sólo se considera el crecimiento de grano debido a la fuerza impulsora de los límites de grano en el material. Sin embargo, se sabe que los límites de grano pueden ser inducidos a emigrar mediante la aplicación de fuerzas externas como son los esfuerzos o campos magnéticos [19].

3.1 Crecimiento de grano

El crecimiento de grano, no es precedido por la recristalización necesariamente, éstas pueden presentarse simultáneamente, ocurre en todos los materiales policristalinos, tanto en metales como en cerámicos. Existe una energía asociada con los límites de grano llamada la fuerza impulsora para el crecimiento del grano, a medida que el grano crece en tamaño, el área total de límite de grano disminuye, produciendo una reducción en la energía total [2,14,15].

El crecimiento de grano se produce por la migración de los límites de grano. Obviamente, no todos los granos pueden crecer, pero algunos crecen a expensas de otros que se reducen. Así, el tamaño promedio de grano aumenta con el tiempo, y en cualquier instante existe una gama de tamaños de grano [2,14,15].

Según el comportamiento de crecimiento de los granos, el crecimiento de grano puede ser clasificado en dos tipos: crecimiento de grano normal ó continuo y crecimiento de grano anormal ó discontinuo [15,19-21], siendo continua o discontinua la fuerza impulsora del crecimiento de grano [22,23].

3.2 Crecimiento normal de grano

El aspecto topológico del crecimiento de grano originalmente fue propuesta por Smith (1952) quien planteó el crecimiento de grano en términos de topología de grano y declaró que “El crecimiento normal de grano se genera por la interacción entre la necesidad topológica de llenado de espacio y la necesidad geométrica del equilibrio de la tensión superficial” [19].

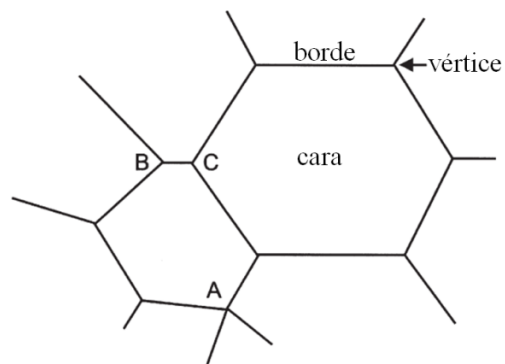


Figura 2.- Sección 2D una estructura de grano. El vértice de 4 bordes en A, tenderá a descomponerse en dos vértices de 3 bordes como B y C [19, Modificado].

Smith expuso los requisitos topológicos de llenado de espacio y el papel de las tensiones superficiales en 1952 y éstas fueron revisadas por Atkinson (1988). En 2D la microestructura consta de vértices unidos por bordes o lados que rodean las caras, como

se muestra esquemáticamente en la Figura 2. Las caras, bordes y vértices de cualquier estructura celular, obedecen la ley de conservación de la ecuación 1, conocida como ecuación de Euler, siempre que no se tomen en cuenta caras infinitas [19].

$$F - E + V = 1 \text{ (2-D)} \quad (1)$$

Donde E son los bordes, F las caras y V los vértices. El número de bordes unidos a un vértice es el número de coordinación z. Para estructuras topológicas estables, z=3 en 2-D. Así, en 2-D, un vértice A de 4 líneas como la que se muestra en la Figura 2, será inestable y se descompone en dos vértices de 3 líneas como B y C [19].

3.2.1 Microestructuras en dos dimensiones (2D)

En una microestructura en dos dimensiones, el material será dividido en granos o subgranos separados por límites y, si los límites son móviles, se establecerá un equilibrio mecánico local en los vértices de granos. Se suponen tres granos 1, 2 y 3 unidos como se muestra en la Figura 3, en ángulos α_1 , α_2 y α_3 . Los límites de grano tienen energías superficiales γ_{12} , γ_{13} , y γ_{23} (independientes en orientación [3,21]), y en equilibrio estas energías son equivalentes a las tensiones superficiales por unidad de longitud. Para los tres límites de la Figura 3 la condición estable es [19]

$$\frac{\gamma_{12}}{\sin \alpha_3} = \frac{\gamma_{13}}{\sin \alpha_2} = \frac{\gamma_{23}}{\sin \alpha_1} \quad (2)$$

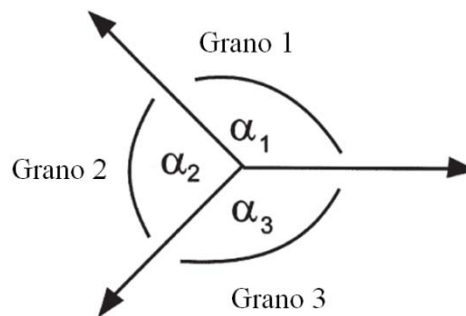


Figura 3.- Tensiones superficiales en un punto triple de límite [19, Modificado].

Si todos los límites tienen la misma energía, entonces la ecuación 2 muestra que los tres granos se encontrarán en ángulos de 120° , Figura 4. En esta condición una matriz de granos hexagonales de igual tamaño sería estable. Cualquiera que sea el arreglo de los granos en una microestructura bidimensional, se deduce de la ecuación 1, si $z=3$, el número promedio de lados por grano o celda será de 6 [19].

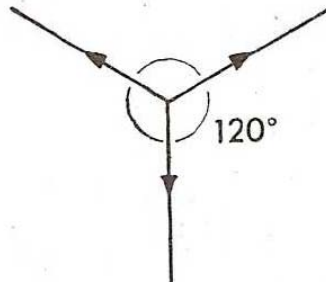


Figura 4.- Equilibrio de las tensiones superficiales de tres granos [22].

En metales de una sola fase, la tensión superficial del límite de grano de la mayoría de los límites de grano es similar, puesto que el ángulo de contacto es aproximadamente de 120° . En aleaciones multifase puede haber desviaciones importantes de 120° , debido a las diferentes tensiones superficiales en los límites de interfase [21].

Si en una microestructura, un grano tiene un número de bordes diferente de seis no puede estar en equilibrio, por ejemplo en la Figura 5 el grano de 5 lados, el equilibrio de la fuerza en las uniones puede alcanzarse según la ecuación 2 sólo si al menos un borde de grano es curvo. En un límite curvo actúa una fuerza para avanzar hacia su centro de curvatura, para minimizar el área de límite de grano. Si el límite de grano es desplazado, perturba el ángulo de equilibrio de 120° en las uniones terminales. Para restablecer el equilibrio los otros límites de grano en las uniones tienen que reajustarse por medio de la migración, que a su vez causa una curvatura de límite de grano, más movimiento, y así sucesivamente. Como consecuencia, no se podrá recobrar un equilibrio estable [3].

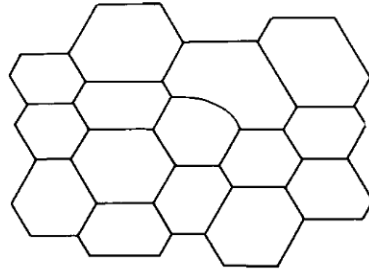


Figura 5.- Estructura bidimensional en equilibrio, exceptuando por un defecto, consiste en hexágonos con ángulos de contacto de 120° [3].

A temperaturas elevadas, donde los átomos son móviles, un grano con pocos lados tiende a reducirse, bajo la acción de las fuerzas de tensión superficial del límite de grano, mientras que uno con más lados tiende a crecer [3].

Se sabe por investigaciones morfológicas, que los granos con más de seis lados están formados por límites de grano con curvaturas principalmente cóncavas, mientras que los granos con menos de seis lados tienen límites curvos convexos para cumplir con la restricción de equilibrio en las uniones, Figura 6. Puesto que los granos grandes están rodeados por muchos granos pequeños, usualmente tienen más de seis lados, considerando que los pequeños granos suelen tener menos de seis lados. El movimiento de los límites hacia sus centros de curvatura tiene como fin el reducir su área de límite de grano, y esto causa que los granos grandes con más de seis lados crezcan, mientras los granos con menos de seis lados, es decir, los granos pequeños se reduzcan como se ilustra en la Figura 7 [21].

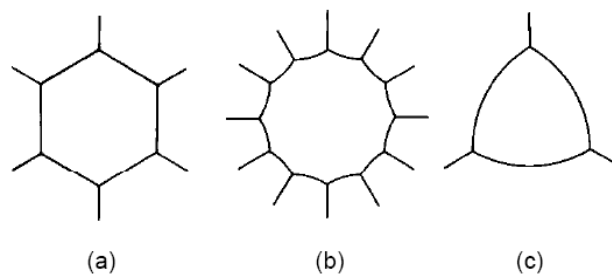


Figura 6.- Curvatura de los lados de polígonos regulares con diferentes números de esquinas y un ángulo de contacto de 120° [21].

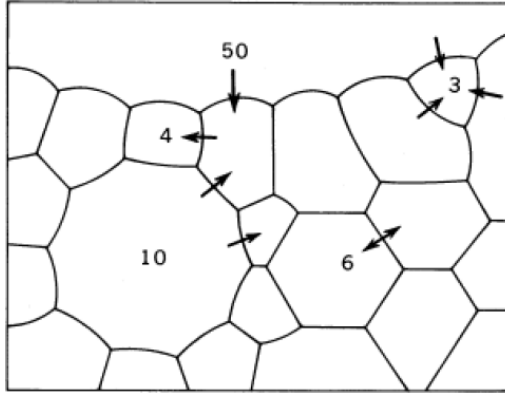


Figura 7.- Mecanismo de crecimiento de los granos (las flechas indican las direcciones de crecimiento) [21].

Se ha estimado que en el crecimiento de grano en dos dimensiones, más del 90% del cambio en el área de límite de grano es resultado directo de los procesos topológicos [14].

3.2.2 Distribución del tamaño de grano

Durante el crecimiento de grano no sólo cambia el tamaño de grano promedio sino también toda la distribución del tamaño de grano, y esto es diferente para crecimientos continuos y discontinuos de grano. Durante el crecimiento normal de grano, el tamaño de grano promedio (logarítmico) $\ln D_m$ se desplaza a valores más grandes, pero la altura de la desviación máxima y estándar, permanecen sin cambios, Figura 8. Este comportamiento de la distribución es también llamado auto-similitud, es decir, si la distribución se grafica contra el tamaño de grano logarítmico normalizado $\ln(D/D_m)$, la distribución no cambia durante el crecimiento normal de grano. Por supuesto, esto requiere que la distribución esté normalizada como cualquier distribución de probabilidad. La normalización en este contexto significa que toda la distribución tiene un valor constante, en este caso la unidad. Si esto no fuera así, el máximo de la distribución disminuiría, ya que cada vez permanecen menos granos durante el crecimiento de grano [21].

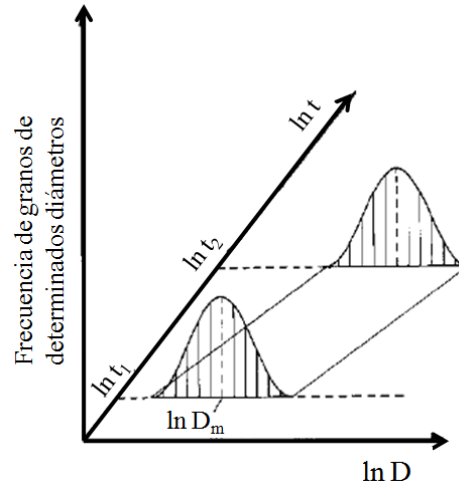


Figura 8.- La dependencia del tiempo de la distribución de tamaño de grano para el crecimiento normal de grano [21, Modificado].

3.2.3 Factores que afectan el crecimiento de grano

Los factores principales que influyen en el crecimiento de grano son:

- Temperatura

El crecimiento de grano implica la migración de límites de grano de ángulo grande, la cinética de los límites de grano es influida en gran medida por su dependencia a la temperatura. Debido a que la fuerza impulsora para el crecimiento de grano generalmente es muy pequeña, a menudo se encuentra un crecimiento de grano importante a temperaturas muy elevadas [19,24].

- Solutos y partículas

La obstaculización de límites de grano por solutos y por partículas de segunda fase, de los cuales se hablará más adelante, son de particular importancia [19,24].

- Tamaño de muestra

La velocidad de crecimiento de grano disminuye cuando el tamaño de grano supera al espesor de muestra, esto se presenta en secciones delgadas. En esta situación, los

granos columnares son curvos en una sola dirección en lugar de dos, y por lo tanto la fuerza impulsora es disminuida. Donde se intersecta la superficie de los límites de grano, se pueden desarrollar ranuras por ataque térmico, estos obstaculizarían aún más el crecimiento de grano [19,24].

- Textura

Un material con una textura fuerte (con una orientación de grano preferencial) inevitablemente contiene muchos límites de ángulo pequeño de energía baja, por lo tanto, hay una fuerza impulsora reducida para el crecimiento de grano [19,24].

3.2.4 El análisis de Burke y Turnbull de la cinética de crecimiento de grano

Burke (1949) y Burke-Turnbull (1952) dedujeron la cinética del crecimiento de grano sobre la suposición de que la presión impulsora (P) sobre un límite, se origina únicamente de la curvatura del límite. Si los radios principales de curvatura, de energía de límite γ_b son R_1 y R_2 entonces [19,23]

$$P = \gamma_b \left(\frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \right) \quad (3)$$

Si el límite es parte de una esfera de radio R, entonces $R=R_1=R_2$ y [19, 23]

$$P = \frac{2\gamma_b}{R} \quad (4)$$

Burke y Turnbull hicieron las siguientes suposiciones:

- γ_b es el mismo para todos los límites.
- El radio de curvatura (R) es proporcional al radio promedio (\bar{R}) de un grano individual, y por lo tanto [19,23]

$$P = \frac{\alpha\gamma_b}{\bar{R}} \quad (5)$$

donde α es una constante geométrica pequeña. [19,23]

- La velocidad de migración de los límites es proporcional a la presión impulsora P , y para $d\bar{R}/dt$, esto es, $d\bar{R}/dt = c_1 P$; donde c_1 es una constante [19,23].

Por lo tanto,

$$\frac{d\bar{R}}{dt} = \frac{\alpha c_1 \gamma_b}{\bar{R}} \quad (6)$$

por consiguiente

$$\bar{R}^2 - \bar{R}_0^2 = 2\alpha c_1 \gamma_b t$$

que puede ser escrito como

$$\bar{R}^2 - \bar{R}_0^2 = c_2 t \quad (7)$$

donde \bar{R} es el tamaño de grano promedio en un tiempo t , \bar{R}_0 es el tamaño de grano promedio inicial y c_2 es una constante que varía con la temperatura [2,15,19].

Esta ley de crecimiento parabólico se espera que sea válida para microestructuras 2D, aunque, según la ecuación 7 la constante c_2 será diferente para las dos situaciones. En el límite donde $\bar{R}^2 \gg \bar{R}_0^2$ [2,15,19]

$$\bar{R}^2 = c_2 t \quad (8)$$

Las ecuaciones 7 y 8 pueden ser escritas de forma más general

$$\bar{R}^n - \bar{R}_0^n = c_2 t \quad (9)$$

$$\bar{R} = c_2 t^{1/n} \quad (10)$$

la constante n , suele denominarse el exponente de crecimiento de grano que en este análisis es igual a 2 [2,15,19,25].

3.2.5 Comparación con la cinética medida experimentalmente

El uso de las ecuaciones 7 y 8 para describir la cinética del crecimiento de grano fueron comprobadas empíricamente por primera vez por Beck et al. (1949). Estos autores encontraron que n fue generalmente superior a 2 y que varió con la composición y temperatura. Cabe destacar que muy pocas mediciones de la cinética del crecimiento de grano han producido un exponente del crecimiento de grano de 2, predicho por las ecuaciones 7 y 8. Se ha reportado en muchos experimentos a diferentes metales y aleaciones, la tendencia de n hacia valores inferiores a temperaturas más altas [19].

El análisis de Burke y Turnbull supone que el comportamiento promedio del arreglo de todos los granos puede ser originado a partir de la velocidad de migración de una sección de un límite de grano y no considera la interacción entre granos o las restricciones impuestas por los requisitos del llenado de espacio de la microestructura [19]. No puede predecir diferentes velocidades de crecimiento para las diferentes clases de tamaño de grano presentes en la microestructura [25].

3.3 Interacción de partículas de segunda fase con los límites de grano

Una dispersión de partículas ejercerá una fuerza retardante o presión en los límites de grano de ángulo pequeño o de ángulo grande y esto puede tener un efecto profundo sobre los procesos de recristalización y crecimiento de grano. Este fenómeno es conocido como el efecto Zener, después del análisis original por Zener el cual fue publicado por Smith (1948) [3,19,26].

3.3.1 Fuerza de obstaculización ejercida por una sola partícula

Consideremos primero, la interacción de un límite con una energía superficial γ , con partículas esféricas de radio r que tiene una interfase incoherente. Si el límite

intersecta una partícula en un ángulo β como se muestra en la Figura 9, entonces la fuerza inhibitoria en el límite de grano es: [3,19,26]

$$F = 2\pi r \gamma \cos \beta \sin \beta \quad (11)$$

La fuerza inhibitoria máxima (F_s) se obtiene cuando $\beta = 45^\circ$, cuando [3,19,26]

$$F_s = \pi r \gamma \quad (12)$$

Como fue discutido por Nes et al. (1985), ha habido muchas derivaciones diferentes de esta fuerza, pero el resultado generalmente es similar a la anterior. Cabe señalar que cuando un límite cruza una partícula, la partícula elimina eficazmente una región de límite igual al área de intersección y por lo tanto la energía del sistema es reducida, y los límites son atraídos hacia las partículas. [3,19,26]

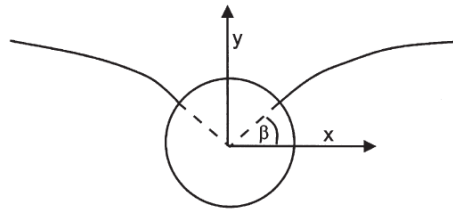


Figura 9.- Interacción entre un límite de grano y una partícula esférica [3,19,26].

La ecuación 12 predice que la fuerza de obstaculización ejercida por una partícula debería ser proporcional a la energía de límite de grano (γ) [3,19,26].

3.3.1.1 Partículas coherentes

Si un límite de grano de ángulo grande se mueve pasando una partícula coherente, entonces la partícula generalmente pierde coherencia durante el paso del límite. Cuando la energía de la interfase incoherente es mayor que la de la interfase coherente original, se necesita una energía para causar esta transformación, y esta energía debe ser suministrada por el límite en movimiento. Por lo tanto, como fue demostrado por Ashby

et al. (1969), las partículas coherentes serán más efectivas en obstaculizar los límites que las partículas incoherentes [19].

Tras el análisis de Nes et al. (1985), si los granos se designan como 1 y 2 y la partícula como 3, como en la Figura 10a, entonces hay ahora tres diferentes energías superficiales γ_{12} , γ_{13} y γ_{23} . Estos límites se encuentran en la superficie de la partícula, y si se estableció el equilibrio entonces [19]:

$$\gamma_{23} = \gamma_{13} + \gamma_{12} \cos \alpha \quad (13)$$

y

$$\cos \alpha = \frac{\gamma_{23} - \gamma_{13}}{\gamma_{12}} \quad (14)$$

La fuerza de arrastre entonces es

$$F_C = 2\pi r \gamma \cos(\alpha - \theta) \cos \theta \quad (15)$$

F_C es máximo cuando $\theta = \alpha/2$ y $\alpha = 0$, dando

$$F_C = 2\pi r \gamma \quad (16)$$

Por lo tanto las partículas coherentes son dos veces más efectivas en la obstaculización que las partículas incoherentes del mismo tamaño [19].

Una pequeña partícula incoherente será menos estable (efecto Gibbs-Thomson), también existen interacciones alternativas. Por ejemplo la partícula se puede disolver durante el paso de un límite y reprecipitar en una orientación coherente, también puede reorientarse en una orientación coherente o el límite puede cortar completamente a la partícula (Doherty 1982) [19].

Disolución: Hay evidencia experimental de que pequeñas partículas coherentes puede ser disueltas por un límite de grano en movimiento. El problema fue discutido por Doherty (1982) y por Nes et al. (1985). Estos últimos autores muestran que en estas circunstancias, la fuerza de obstaculización debido a una partícula coherente no solo

depende del tamaño de partícula, sino también en la concentración de estas en la aleación. Una vez disueltas, las partículas pueden reprecipitar coherentes detrás del límite de grano o pueden ocurrir precipitaciones discontinuas en el límite de grano [19].

Partículas coherentes en un límite estacionario: si no hay suficiente fuerza impulsora de un límite para pasar las partículas coherentes o para disolverlas entonces las partículas se convertirán en incoherentes a lo largo del límite. A consecuencia de esto, la forma de equilibrio de las partículas en el límite, se alterará como se muestra en la Figura 10b. El aumento del radio de curvatura de las partículas en el límite de grano causará que engrosen a expensas de las partículas esféricas coherentes más pequeñas, aumentando así la obstaculización del límite de grano (Howell y Bee 1980) [19].

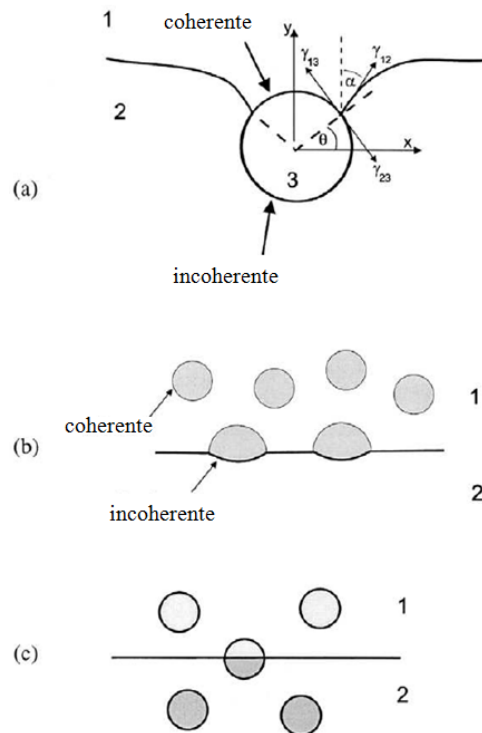


Figura 10.- Interacción entre una partícula coherente y un límite de grano de ángulo grande. a) El límite pasa por la partícula; b) El límite se detiene en las partículas; c) el límite corta a la partícula [19,Modificado].

Paso de un límite a través de partículas coherentes: En algunos casos, el precipitado puede ser cortado por el límite y experimentan el mismo cambio de orientación conforme el grano lo rodea, como se muestra en la Figura 10c. Esto se ha observado en aleaciones de níquel que contienen la fase γ' coherente a la matriz (Porter y Ralph 1981, Randle y Ralph 1986) [19].

3.3.2 Presión de obstaculización debido a una distribución de partículas

Habiendo calculado la fuerza de obstaculización de una sola partícula, ahora se calculará la presión inhibitoria en el límite debido a un arreglo de partículas distribuidas aleatoriamente [19].

Para una fracción volumétrica F_V de partículas esféricas distribuidas al azar de radio r , el número de partículas por unidad de volumen (N_V) es dado por [19]

$$N_V = \frac{3F_V}{4\pi r^3} \quad (17)$$

Si el límite de grano es plano, entonces las partículas dentro de una distancia r en ambos lados del límite, se intersectarán. Por lo tanto el número de partículas intersectando un área del límite de grano es [19]

$$N_S = 2rN_V = \frac{3F_V}{2\pi r^2} \quad (18)$$

La presión de obstaculización ejercida por las partículas en un área del límite es dada por [19,21]

$$P_Z = N_S F_S \quad (19)$$

y, por lo tanto las ecuaciones 12 y 18

$$P_Z = \frac{3F_V \gamma}{2r} \quad (20)$$

Este tipo de relación fue propuesta por Zener (Smith 1948). P_Z dada por la ecuación 20 es comúnmente conocida como la presión de obstaculización Zener [19,21].

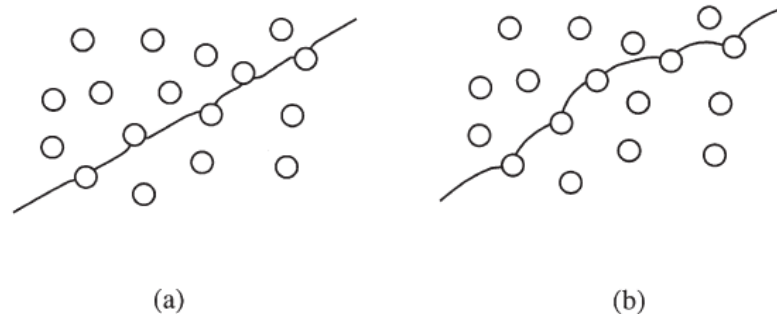


Figura 11.- Interacción de partículas con: (a) un límite plano rígido; (b) un límite flexible [19].

Es evidente que este cálculo no es riguroso, porque si se supuso que el límite es rígido, entonces, muchas partículas estarán empujando al límite en un sentido, a su vez lo empujarán en el otro sentido como se muestra en la Figura 11a, y la presión de obstaculización neta será nula. Por lo tanto el límite debe de pasar de una configuración plana, a una configuración flexible como muestra la Figura 11b, si es que ocurre una obstaculización [19].

3.4 Crecimiento anormal de grano

El crecimiento anormal de grano (también llamado crecimiento exagerado de grano, engrosamiento de grano o recristalización secundaria [8,19-21]) es un tipo de engrosamiento en la microestructura en donde algunos (o pocos) granos grandes crecen inusualmente rápido en una matriz de grano fino con velocidad de crecimiento muy lenta [19-21,26].

En cuanto a la microestructura, la distribución de tamaño de grano es bimodal, a diferencia de las condiciones de un crecimiento normal de grano con una distribución unimodal [21,26].

Durante el crecimiento anormal de grano, la distribución del tamaño de grano no presenta auto-similitud. Durante una recristalización secundaria incompleta se desarrolla una distribución bimodal; donde una distribución representa los granos en crecimiento lento y la otra distribución los granos en rápido crecimiento. La distribución de los granos en crecimiento lento se hace más pequeña y desaparecerá con el tiempo, pero su tamaño de grano promedio no cambia. En contraste con el crecimiento normal de grano, la distribución de algunos granos en el crecimiento anormal cambia significativamente, porque los respectivos tamaños de grano promedio $\ln D_{m,a}$ y la frecuencia máxima f_{\max} aumenta con el incremento en el tiempo de recocido hasta que el crecimiento anormal de grano haya concluido, ver Figura 12 [19,21].

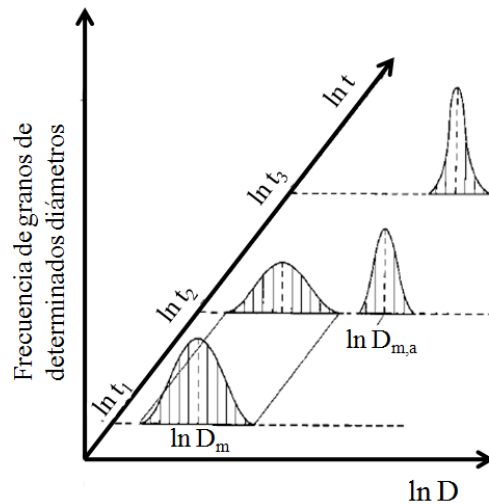


Figura 12.- La dependencia del tiempo de la distribución de tamaño de grano para el crecimiento anormal de grano [19,21,Modificado].

3.4.1 El fenómeno del crecimiento anormal de grano

Los métodos de inhibición del crecimiento anormal de grano a temperaturas elevadas representan un aspecto de gran importancia tecnológica en el control del tamaño de grano en aceros y otros materiales. La revisión más extensa que trata con el fenómeno de crecimiento anormal de grano fue publicada por Dunn y Walter en 1966 [19,27].

La fuerza impulsora para el crecimiento anormal de grano es la reducción de la energía superficial asociada a los límites de grano, como lo es para el crecimiento normal de grano. En general, el crecimiento anormal de grano ocurre mediante un proceso donde algunos granos poseen cierto tipo de ventaja especial durante el crecimiento sobre los granos vecinos y en general, la cinética de crecimiento anormal puede describirse fenomenológicamente mediante la ecuación cinética de Avrami-Johnson Mehl. En el año 1937, Kolmogorov formuló la ecuación cinética que describe los procesos regidos por la nucleación y crecimiento anormal de grano (JMAK), ecuación 21 [19,27].

$$X_V = 1 - \exp(-Bt^n) \quad (21)$$

donde:

X_V = fracción de material recristalizado

t = tiempo de incubación

n = exponente JMAK

B = $f \dot{N} \dot{G}^3 / 4$, f = factor de forma ($4\pi/3$, esfera), \dot{N} = velocidad de nucleación, \dot{G} = velocidad de crecimiento de grano en un material deformado

En 1987, Thompson et al. demostraron que, en un arreglo ideal de granos, es decir, un arreglo en el cual no hay impurezas (átomos o partículas), la velocidad de crecimiento de un grano con tamaño mayor que el tamaño de grano promedio del agregado es menor que la velocidad de crecimiento promedio en el material. Así que, la velocidad de crecimiento del grano, como es el caso particular de los granos anormalmente grandes, debe eventualmente incorporarse a la distribución normal de velocidades de crecimiento del agregado policristalino durante el proceso de recocido. Por lo tanto, se debe concluir que el crecimiento anormal de grano no puede ocurrir en un arreglo ideal de granos en un metal o aleación libre de impurezas [27].

Para que el crecimiento anormal de grano pueda llevarse a cabo, los granos “especiales” deben poseer, además de la ventaja de tamaño, ciertos factores que les otorga cierta ventaja adicional sobre los granos vecinos, los cuales se mencionan a continuación [27].

3.4.2 Factores que inducen el crecimiento anormal de grano

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

- a) La presencia de distribuciones especiales o de altas concentraciones de partículas de fases secundarias [3,14,15,26]
- b) La existencia de granos con orientaciones de crecimiento preferenciales [15,26, 27]
- c) Una elevada anisotropía en la energía superficial de los límites de grano [14,20, 27,28]

Si el crecimiento anormal de grano es inducido por una anisotropía en la energía superficial, la velocidad de crecimiento de los granos anormalmente grandes disminuirá cuando la energía de los límites de grano aumente. Esto es así porque el crecimiento normal de los granos de la matriz se obtiene más rápido con una mayor energía de límite de grano, mientras que el crecimiento anormal ocurre a la misma velocidad [20].

Para cualquier caso, el crecimiento anormal de grano es el resultado de la migración de límites de grano a velocidades locales muy altas. El entendimiento básico del crecimiento anormal de grano apenas está en sus comienzos [26].

La obstaculización de la migración de límites de grano por medio de partículas es debido a una fuerza impulsora en el límite de grano. Como se mencionó anteriormente, al entrar en contacto el límite de grano con una partícula, la superficie de la partícula reemplaza parte del límite de grano y la energía del límite de grano es reducida [21].

En aleaciones heterogéneas con un alto grado de dispersión, la fuerza obstaculizadora puede ser grande y por lo tanto, la recrystalización será retrasada (se requieren temperaturas más altas de recrystalización). Para aplicaciones comerciales las partículas son importantes para estabilizar el tamaño de grano después de la recrystalización primaria, porque la fuerza del efecto Zener afecta al crecimiento de grano, hasta incluso con un fuerza obstaculizadora mucho mayor que llegue a suprimir el crecimiento por completo [21].

3.4.3 Efecto de las partículas de segunda fase en el crecimiento de grano

Las partículas de segunda fase ejercen un fuerte efecto de obstaculización (efecto Zener) sobre los límites de grano, con una presión de obstaculización determinada principalmente por el tamaño, fracción volumétrica, la interfase y distribución de las partículas. Debido a que la presión impulsora para el crecimiento de grano es extremadamente baja, las partículas pueden tener una gran influencia tanto en la cinética del crecimiento de grano como en las microestructuras resultantes. Cabe señalar que a temperaturas elevadas en donde se produce el crecimiento de grano, la dispersión de las partículas de segunda fase, pueden ser inestables [19].

3.4.3.1 Cinética de crecimiento de grano ante una dispersión de partículas

Una dispersión estable de partículas de segunda fase reduce la velocidad del crecimiento de grano, porque, la presión de obstaculización (P_z) (ecuación 20) se opone a la presión impulsora para el crecimiento (P en la ecuación 5). Si esto se incorpora a una teoría simple del crecimiento de grano como el análisis de Burke y Turnbull (1952), la velocidad del crecimiento de grano se vuelve [19]:

$$\frac{dR}{dt} = M(P - P_z) = M \left(\frac{\alpha\gamma_b}{R} - \frac{3F_V\gamma_b}{2r} \right) \quad (22)$$

donde M es la movilidad del límite.

Ésta predice una velocidad de crecimiento la cual inicialmente es parabólica, pero que posteriormente se reduce y eventualmente se detiene cuando $P=P_z$ [19].

Hillert (1965) amplió su teoría del crecimiento normal de grano para incluir los efectos de la obstaculización por partículas en la cinética del crecimiento grano y sobre la distribución de tamaños de grano. La presión de obstaculización debido a las partículas produce una modificación de la velocidad de crecimiento para materiales de una fase (ecuación 23) [19]:

$$\frac{dR}{dt} = cM \gamma_b \left(\frac{1}{R_{crit}} - \frac{1}{R} \right) \quad (23)$$

$$\frac{dR}{dt} = cM \gamma_b \left(\frac{1}{R_{crit}} - \frac{1}{R} \pm \frac{z}{c} \right) \quad (24)$$

cuando $c=0.5$ para 2-D y 1 para 3-D y $z=3F_v/4r$

Para granos en el rango de tamaño de $1/R \pm z/c$, la presión neta para la migración de límites será cero y, por lo tanto, no habrá crecimiento ni reducción. Los granos mayores o menores que esto, crecerán o se reducirán a una velocidad pequeña. Hillert sugiere que la velocidad promedio de crecimiento será dada por [19]:

$$\frac{d\bar{R}^2}{dt} = \frac{cM\gamma_b}{2} \left(1 - \frac{z\bar{R}}{c} \right)^2 \quad (25)$$

la cual predice un retardo más gradual en la velocidad del crecimiento que la ecuación 22. Hillert (1965) también señala que la distribución de tamaños de grano se verá afectada por la obstaculización de partículas. Abbruzzese y Lücke (1992) han ampliado este modelo y demostraron que la anchura de la distribución de tamaños de grano durante el crecimiento normal de grano, debería ser reducida por la obstaculización de partículas, para la cual existe cierta evidencia experimental (Tweed et al. 1982) [19].

3.4.3.2 Tamaño de grano limitado por partículas

Zener (1948) demostró que cuando la presión sobre un límite debido a la obstaculización por partículas se igualó a la presión impulsora para el crecimiento de grano, el crecimiento cesaría y un tamaño limitante de grano sería alcanzado. La existencia de un tamaño limitante de grano es de gran importancia práctica en la prevención del crecimiento de grano durante el tratamiento térmico de aleaciones industriales [19].

3.4.4 Límite Zener

En las condiciones que fueron consideradas por primera vez por Zener, el límite de grano se considera macroscópicamente plano conforme interactúa con las partículas, y por lo tanto, la presión de obstaculización (P_z) está dada por ecuación 20. La presión impulsora para el crecimiento (P) surge de la curvatura de los límites de grano y está dado por ecuación 5. El crecimiento de grano cesará cuando $P=P_z$, es decir [19]:

$$\frac{\alpha\gamma_b}{\bar{R}} = \frac{3F_V \gamma_b}{2r} \quad (26)$$

Si se hace la suposición de que el radio promedio de grano (\bar{R}) es igual al radio de curvatura promedio entonces obtenemos un tamaño limitante de grano [19]:

$$D_Z = \frac{4\alpha r}{3F_V} \quad (27)$$

Ajustando $\alpha=1$ (algunos autores utilizan otros valores), resulta en el conocido tamaño limitante de grano Zener [19].

$$D_{Zener} = \frac{4r}{3F_V} \quad (28)$$

Desde hace tiempo se reconoció que ésta es sólo una solución aproximada, y que se han intentado numerosas aproximaciones alternativas. Hillert (1965) derivó un tamaño limitante de grano de la ecuación 24 al igualar $1/R_{crit}$ con z/c , para el caso cuando R es grande, dando un radio limitante de grano para un análisis 3-D, de $4r/3F_V$, es decir, un diámetro de grano de dos veces que el de la ecuación 28 (α es igual a 0.5 en la ecuación 27) [19].

Gladman (1966) desarrolló un modelo geométrico que consiste de granos tetrakaidecahedrales, considerado el efecto de partículas en el crecimiento y en la reducción de los granos. Concluyó que el tamaño limitante de grano fue dado por [19]:

$$D_G = \frac{\pi r}{3F_V} \left(\frac{3}{2} - \frac{2}{Z} \right) \quad (29)$$

donde Z es la relación entre el tamaño de grano máximo y el del tamaño de grano promedio, un parámetro que no es fácilmente calculado, pero que se espera que esté entre 1.33 y 2.0. La teoría del crecimiento de grano de Hillert (1965) indicó que $Z=1.6$, y Gladman sugirió $Z=2.0$. Usando este valor, modelo Gladman, el cual tiene la misma dependencia de F_v y r como en la ecuación 27, predice un tamaño limitante de grano que es menor que el de la ecuación 28, correspondiente a la ecuación 27 con $\alpha=0.375$ [19].

Se han llevado a cabo numerosas mejoras para la relación Zener (entre ellas está la de Louat 1982, Hellman y Hillert 1975, Hillert 1988) y estos generalmente predicen un tamaño limitante de grano que es de una forma similar a la ecuación 27 con $0.25 < \alpha < 0.5$, es decir, considerablemente menor que la que predijo la ecuación 28. Las mejoras en la relación Zener han sido exhaustivamente revisadas por Manohar et al. (1998) [19].

3.4.5 Observaciones experimentales

El crecimiento anormal de grano se ha reportado para un gran número de aleaciones que contienen fracciones volumétricas de partículas de entre 0.01 y 0.1, los detalles pueden encontrarse en Dunn y Walter (1966), Cotterill y Molde (1976) y Detert (1978). Sin embargo, hay muy poca evidencia en la literatura sobre las condiciones precisas necesarias para inducir o impedir este fenómeno. El hecho de que el crecimiento anormal de grano no ocurra más fácilmente en aleaciones que contienen partículas puede deberse a diversos factores [19].

(I) En muchos casos, el tamaño de los granos producidos durante la recristalización primaria es significativamente mayor que el tamaño de grano limitado por partículas, y Hillert (1965) señaló que ésta es una manera eficaz de suprimir el crecimiento anormal de grano. Según el análisis anterior, el crecimiento anormal de grano no será posible si el tamaño de grano es 4 veces más grande que tamaño limitante de grano para el crecimiento normal de grano [19].

(II) La ocurrencia del crecimiento anormal de grano puede estar limitada por “nucleación” en lugar de por consideraciones de crecimiento. La evidencia de esto, proviene de un gran número de observaciones experimentales las cuales muestran que el crecimiento anormal de grano probablemente ocurre conforme se eleva la temperatura de recocido y conforme la dispersión de partículas se torna inestable [19].

CAPÍTULO 4

METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

4.1 Introducción

En base a la revisión de literatura se espera lo siguiente:

- A) Aplicando un tratamiento térmico de solución a una temperatura de 1177°C , con un método de enfriamiento en agua hasta llegar a temperatura ambiente, se espera un crecimiento normal de grano y un tamaño de grano promedio menor al de la muestra base.
- B) Aplicando un tratamiento térmico de solución a una temperatura de 1177°C , con un enfriamiento parcial a temperatura ambiente hasta llegar a 1050°C y a partir de esa temperatura un enfriamiento inmediato en agua hasta llegar a temperatura ambiente, se espera un crecimiento normal de grano con un tamaño de grano promedio mayor en relación al otro tipo de enfriamiento descrito en el inciso A y menor al de la muestra base.
- C) Aplicando un tratamiento térmico de solución a una temperatura de 1197°C , con un método de enfriamiento en agua hasta llegar a temperatura ambiente, se espera crecimiento anormal de grano y un tamaño de grano promedio mayor al de los antes descritos en A y B.
- D) Aplicando un tratamiento térmico de solución a una temperatura de 1197°C , con un enfriamiento parcial a temperatura ambiente hasta llegar a 1050°C y a partir de esa temperatura un enfriamiento inmediato en agua hasta llegar a

temperatura ambiente, se espera un crecimiento anormal de grano más importante con un tamaño de grano promedio mayor al de todos los experimentos.

- E) Se espera que exista evidencia de granos anormalmente grandes causados por restricción de crecimiento de grano por obstrucción de partículas.
- F) Con los tratamientos térmicos de solución antes mencionados, se podría esperar una precipitación mínima de γ' y de carburos $M_{23}C_6$.
- G) Se puede esperar que con los tratamientos térmicos de solución antes mencionados precipiten carburos M_6C en su mayoría y posiblemente algunos pocos carburos MC.
- H) Se espera obtener una mayor dureza en las muestras que presenten una precipitación de carburos más finos.

4.2 Diseño de experimentos

Los experimentos consistieron en tratamientos térmicos de solución a probetas de aleación Haynes H-230. Las variables utilizadas fueron las temperaturas de 1177°C y 1197°C. Se eligió la temperatura de 1177°C, ya que está se encuentra en la parte baja del rango de temperaturas de tratamiento térmico de solución del Haynes H-230 (1177-1246°C), a esta temperatura se minimiza el fenómeno de crecimiento anormal de grano. Se optó por la temperatura de 1197°C, ya que los antecedentes nos indican que a temperaturas de 1190°C se ha presentado esporádicamente el fenómeno de crecimiento anormal de grano en condiciones industriales.

Se eligieron dos métodos de enfriamiento para cada temperatura, siendo el primer método, un enfriamiento inmediato en agua hasta que las probetas lleguen a temperatura ambiente, debido a que éste es el enfriamiento más recomendable para la aleación Haynes H-230, en el cual obtiene sus propiedades óptimas, evitando que precipiten fases perjudiciales en la matriz y minimizando la precipitación en los límites de grano. El segundo método fué un enfriamiento parcial a temperatura ambiente, hasta llegar a 1050°C y a partir de esa temperatura un enfriamiento inmediato en agua hasta que las probetas lleguen a temperatura ambiente, con la finalidad de comprobar si existe un cambio microestructural al utilizar este método de enfriamiento, simulando un proceso de enfriamiento en el cual la pieza disminuye su temperatura en el traslado hacia el enfriamiento en agua. Estas probetas se mantuvieron a las temperaturas de solución antes mencionadas por 30 min, considerando que éste fué el tiempo adecuado para que la pieza complete el tratamiento térmico de solución. Ver TABLA 6.

TABLA 6.- Tratamientos térmicos de solución			
Muestra	Temperatura (°C)	Exposición (min)	Método de enfriamiento (Agua)
A1	1177	30	Inmediato
A2	1177	30	Inmediato
A3	1177	30	Inmediato
A4	1177	30	Inmediato
A5	1177	30	Inmediato
B1	1177	30	A partir de 1050°C
B2	1177	30	A partir de 1050°C
B3	1177	30	A partir de 1050°C
B4	1177	30	A partir de 1050°C
B5	1177	30	A partir de 1050°C
C1	1197	30	Inmediato
C2	1197	30	Inmediato
D1	1197	30	A partir de 1050°C
D2	1197	30	A partir de 1050°C

4.3 Probetas para tratamientos térmicos de solución

Para los tratamientos térmicos se maquinaron probetas cilíndricas (10mm de diámetro x 15mm de altura), de un bloque de aleación Haynes H-230 proporcionado por Frisa Aerospace S.A. de C.V., el cual fue extraído de una barra de 248 mm de diámetro,

con número de colada 830567826-2. La composición química reportada por el proveedor se muestra en la TABLA 7.

TABLA 7.- Composición química del Haynes H-230	
Elemento	% Peso
Ni	59.5383
Cr	22
W	14.35
Fe	1.3154
Mo	1.2112
Mn	0.4509
Si	0.4091
Al	0.33
Co	0.2225
C	0.1
Cu	0.0436
Ti	0.01
La	0.008
P	0.005
B	0.004
S	0.002

4.4 Instrumental

A continuación se detallará el instrumental a utilizar en la parte experimental y en el análisis de las probetas.

- Inductor térmico

Los tratamientos térmicos antes descritos, se realizarán en un inductor térmico marca Ameritherm, programado con parámetros para acero, ya que se realizaron pruebas previas, dando como resultado un ciclo de calentamiento más estable.

- Termopares

Los procesos de calentamiento y enfriamiento, serán monitoreados por medio de termopares tipo K (Ni-Cr + y Ni-Al -) con una rango de utilización de -200°C a 1372°C. Las temperaturas fueron registradas mediante una tarjeta de adquisición de datos National Instruments, con el software LabVIEW incluido en la tarjeta.

- Cortadora

Se empleará una cortadora automática de precisión Accutom-5 marca Struers, utilizando un disco de diamante de alta concentración 330CA marca Struers, con un sistema de enfriamiento de herramienta por agua.

- Pulidora

Se utilizará una pulidora LabPol marca Struers, con lijas 120, 220, 320, 500, 800 y 1200, empleando alúminas de 1.0, 0.3 y 0.05 μ m para acabado final.

- Celda electrolítica

Se empleará una fuente de poder marca Epsco, en un electrolito que se compone de 95ml de HCl y 5gr de ácido oxálico, siendo el cátodo una laminilla de acero inoxidable y el ánodo la misma muestra.

- Microscopio óptico (MO)

Se utilizara un microscopio óptico Epiphot-TME marca Nikon con magnificaciones de 50, 100, 200 y 400x. Requiriéndose el software Clemex Vision, con el cual se podrán capturar las imágenes en formato electrónico.

- Microscopio electrónico de barrido (MEB)

Se analizaran las muestras en un microscopio electrónico de barrido JSM-6510LV marca Jeol con magnificaciones de 5 hasta 300,000x. Los análisis de energía dispersiva de rayos X (EDAX) se archivan con ayuda del software marca Ametek.

- Software para medición de partículas y de granos

Se efectuará una medición de partículas y de granos utilizando el software Image J de National Institute of Health en E.U.A. Las mediciones de tamaños de grano promedio serán de acuerdo al estándar ASTM E-112.

- Microdurómetro

Se realizarán ensayos de microdureza con un microdurómetro Vickers HMV-2 marca Shimadzu.

4.5 Procedimiento experimental

Los tratamientos térmicos de solución se realizaron en un inductor térmico, programándolo con dos ciclos, el primero de calentamiento con duración de 5min (un incremento de aproximadamente 4°C por segundo) hasta llegar a las temperaturas indicadas en la TABLA 6 y el segundo ciclo que mantuvo la temperatura de solución constante por 30 min, las temperaturas se registraron por medio de termopares insertados en la probeta. Los enfriamientos se realizaron en agua a temperatura ambiente.

Las figuras a continuación ejemplifican las etapas de los tratamientos térmicos de solución y su correspondiente método de enfriamiento, siendo la Figura 13 para los grupos de muestras A y C, y para los grupos de muestras B y D la Figura 14.

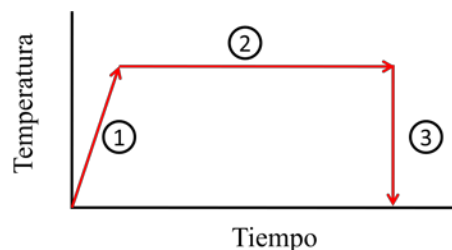


Figura 13.- Etapa 1- Calentamiento (4°C por seg.), Etapa 2- Temperatura constante por 30 min, Etapa 3- Enfriamiento en agua.

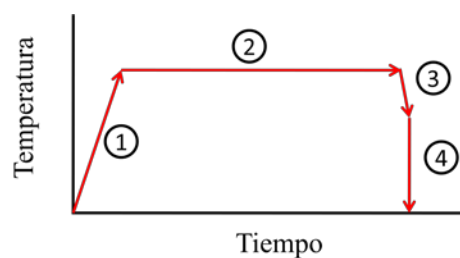


Figura 14.- Etapa 1- Calentamiento (4°C por seg.), Etapa 2- Temperatura constante por 30 min, Etapa 3- Enfriamiento parcial a Temp. ambiente hasta 1050°C , Etapa 4- Enfriamiento en agua.

Posterior a los tratamientos térmicos de solución se procedió a cortar las probetas transversalmente de acuerdo a las dimensiones en la Figura 15, para obtener una muestra de la sección a analizar.

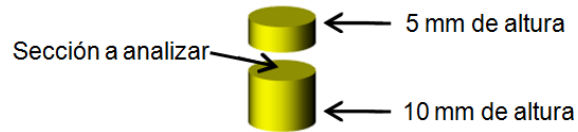


Figura 15.- Corte transversal en probetas.

La sección a analizar fue desbastada con lijas 120, 220 y 320, después se pulió con lijas 500, 800 y 1200. Se realizó un pulido fino con alúminas de 1, 0.3 y 0.05 μm para terminar las muestras en acabado espejo y así efectuar el ataque electrolítico correspondiente. A la celda electrolítica se le aplicaron 6 volts durante 8 segundos, logrando con este proceso revelar los límites de grano y carburos presentes.

Se realizó un análisis microestructural de las muestras a partir de imágenes tomadas en MO a 50x y 100x. Se midieron tamaños de grano con ayuda del Image J, se utilizó el método de intercepción de granos, también conocido como el procedimiento de Heyn del estándar ASTM E-112, en el cual se trazaron tres líneas de 500 μm , una horizontal, una vertical y una en diagonal, se les dió el valor de 1 a los granos interceptados, cuando la línea pasó por un punto triple se le dió un valor de 1.5 y cuando las líneas terminaron dentro de un grano se le dió el valor de 0.5, teniendo todos los valores por cada línea se sumaron. Por último se dividieron 500 μm entre el valor de intercepción de cada línea, lo cual resultó en el tamaño promedio de grano interceptado, se calculó el promedio de las tres líneas por imagen y este valor se convirtió a tamaño de grano ASTM utilizando la tabla 4 del estándar ASTM E-112. Se obtuvo un promedio de tamaño ASTM de 12 imágenes por cada muestra.

En base al diagnóstico de imágenes en el MO, se eligieron algunas muestras para analizar en el MEB a 100x y 500x, se efectuaron análisis EDAX de la matriz y otras fases presentes. Se capturaron imágenes por electrones retrodispersados en MEB las cuales fueron utilizadas para realizar una medición de tamaño de partícula promedio en

el software Image J. En el Apéndice A se describe el método de análisis para obtener el área de partículas y la fracción de área de la imagen analizada.

Por último se realizaron ensayos de microdureza a las muestras, estas pruebas tuvieron una carga de 2.942 N (0.3kgf) la cual fue aplicada por 15 segundos a temperatura ambiente. Se hicieron 20 mediciones de dureza en diferentes puntos de cada muestra al azar.

4.6 Análisis de muestra sin tratamiento térmico

Se tomó una probeta sin tratamiento térmico para realizar un análisis microestructural en MO, MEB y el ensayo de microdureza para comparar los cambios presentados en las probetas tratadas térmicamente.

CAPÍTULO 5

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

A continuación se exponen los resultados obtenidos en los experimentos que consistieron en tratamientos térmicos de solución, análisis de microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido, mediciones de tamaños de grano promedio y de partículas, así como ensayos de microdureza realizados a las muestras de aleación Haynes H-230, los cuales servirán para discutir los cambios y fenómenos presentados en cada muestra y grupo de muestras.

5.1 Análisis de muestra base

El material base se recibió sin previo conocimiento del historial térmico, por lo cual se procedió a tomar una muestra para efectuar un análisis microestructural y de microdureza, que fue de 262 HV_{0.3}, para posteriormente compararlas con las muestras en las que se efectuaron los tratamientos térmicos de solución. En la Figura 16, se observa una metalografía representativa de la muestra base, en donde se obtuvo un tamaño de grano promedio ASTM de 3.5. En esta muestra no se presentó crecimiento anormal de grano.

En la Figura 17, se observa una dispersión de partículas globulares precipitadas de color blanco en la matriz. Haciendo un análisis EDAX por medio del MEB a estas partículas blancas, presentaron una composición química de carburos tipo M₆C, con tamaño de partícula promedio de 7.81 μm² y una fracción de área promedio de 2.58 %.

En la Figura 18, se muestran cadenas de partículas globulares y películas en tonalidad gris en algunas zonas en los límites de grano, a las cuales también se les

practicó un análisis EDAX por medio del MEB, arrojando como resultado una composición química de carburos tipo $M_{23}C_6$. En el Apéndice B se muestran los espectros en EDAX característicos de la matriz γ , de los carburos M_6C y $M_{23}C_6$ en este material. También se explica el método para la identificación de las fases presentes.

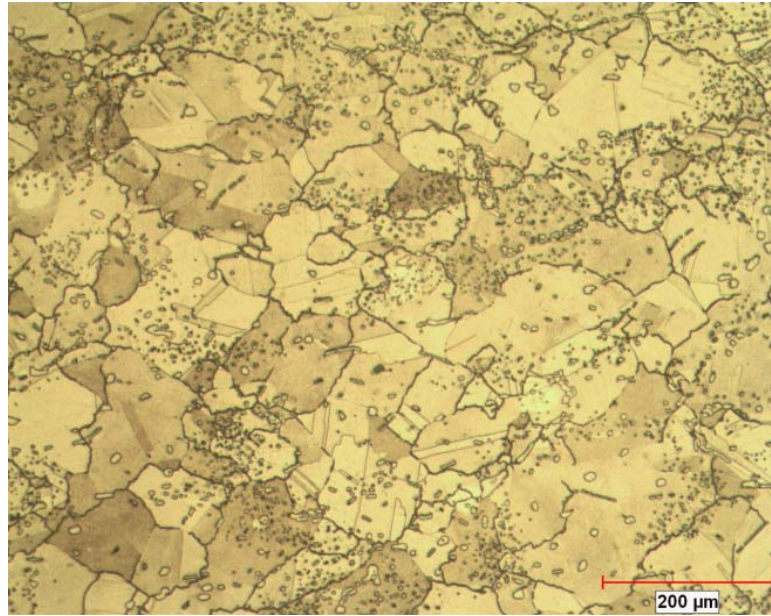


Figura 16.- Muestra base a 100x en MO.

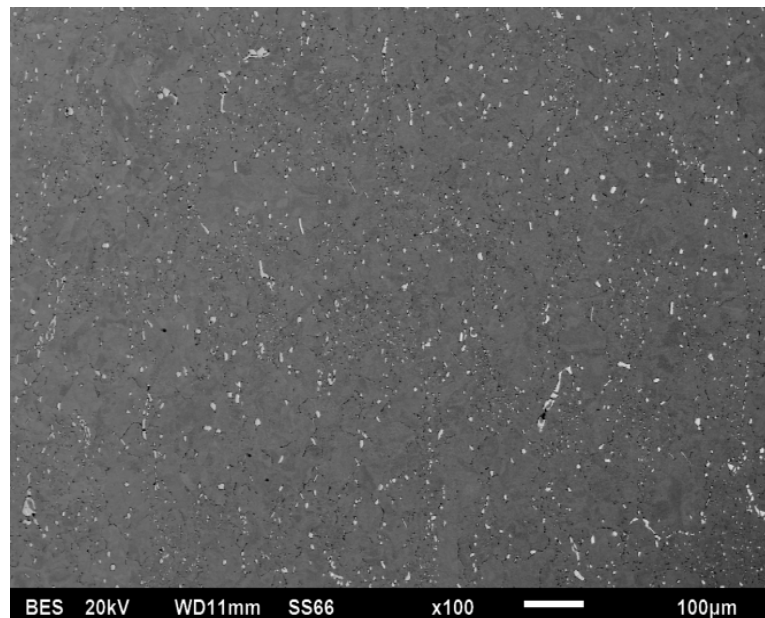


Figura 17.- Muestra base a 100x en MEB.

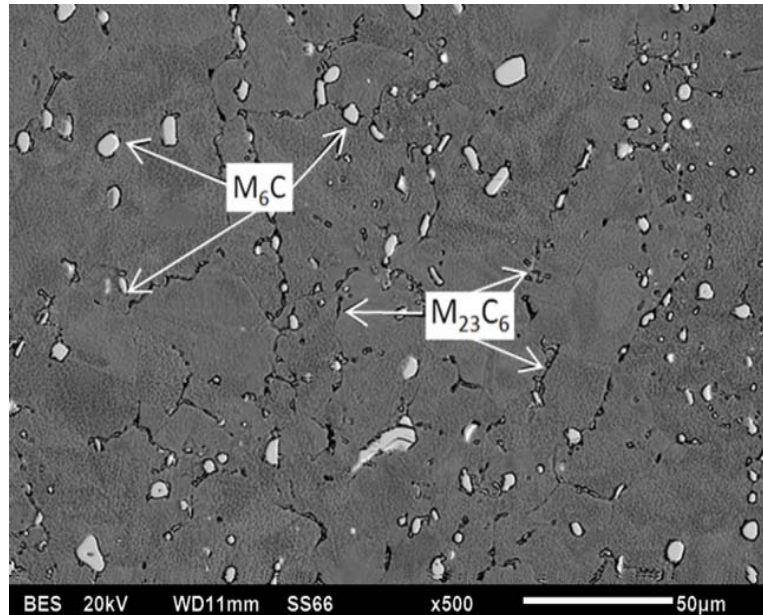


Figura 18.- Muestra base mostrando dos tipos de carburos: $M_{23}C_6$ intergranular y M_6C disperso en la matriz, a 500x en MEB.

Se puede deducir que el material ya había sido tratado térmicamente en solución, con un posterior relevado de esfuerzos debido a que existe precipitación de carburos $M_{23}C_6$ en los límites de grano. También se puede inferir que este material tuvo un proceso de forja en caliente debido a que esta superaleación se utiliza en la fabricación de anillos para la industria de la generación de energía.

5.2 Tratamiento térmico de solución

En cada ciclo de tratamiento térmico de solución (TABLA 6), se obtuvieron datos de tiempo y temperatura los cuales se utilizaron para generar gráficas de calentamiento-enfriamiento. La Figura 19 muestra una gráfica representativa, las demás gráficas se encuentran en el Apéndice C.

En algunos casos el comportamiento del calentamiento no fue lineal, como se observa en la Figura 19, debido a que de los parámetros para el inductor fueron considerados en base a pruebas previas en acero.

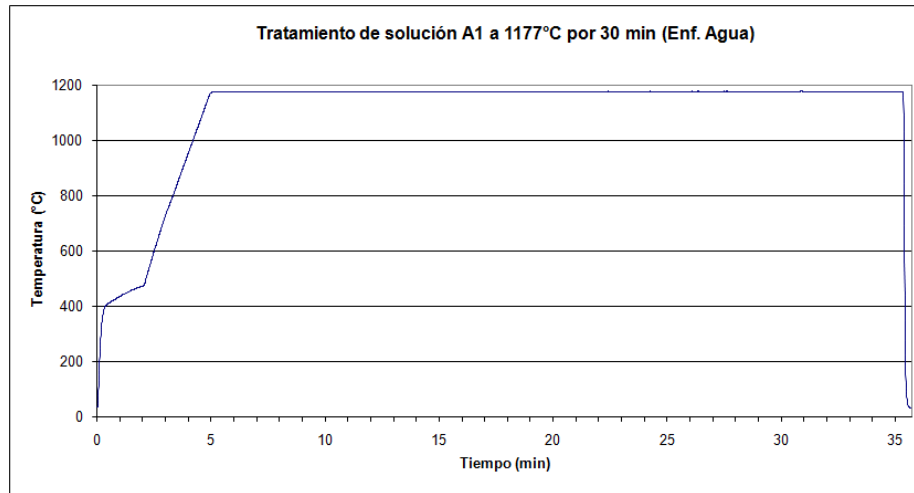


Figura 19.- Tratamiento térmico de solución en probeta A1.

5.2.1 Análisis del grupo de muestras A

Este grupo de muestras fue tratado térmicamente por solución a una temperatura de 1177°C por 30 minutos con un enfriamiento en agua hasta llegar a temperatura ambiente. A este grupo también se le practicó un ensayo de microdureza el cual dio como resultado un promedio de 237 HV_{0.3}. Se realizó una medición de tamaño de grano a las 5 muestras y se encontró un tamaño de grano promedio ASTM de 4.6, ver Figura 20. En este grupo no se presentó crecimiento anormal de grano.

Se observaron partículas globulares e irregulares color blanco dispersas en la matriz a las cuales se le practicó un análisis EDAX en MEB, se obtuvieron composiciones químicas típicas de carburos M₆C, mostrados en la Figura 21. Se midió el tamaño promedio de los carburos M₆C de las muestras analizadas del grupo en el MEB, este fue de 14.56 μm² y con una fracción de área promedio de 2.76 %.

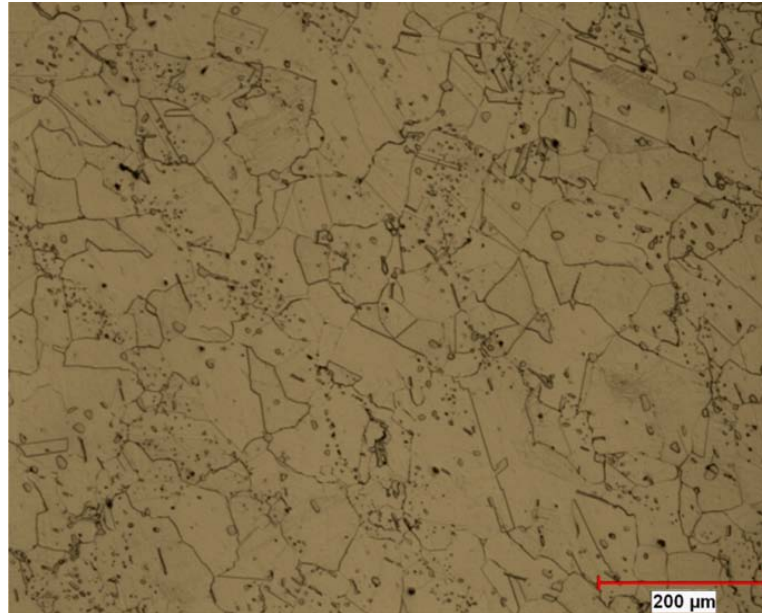


Figura 20.- Muestra A2 con tratamiento térmico de solución a 1177°C con un enfriamiento en agua a 100x en MO.

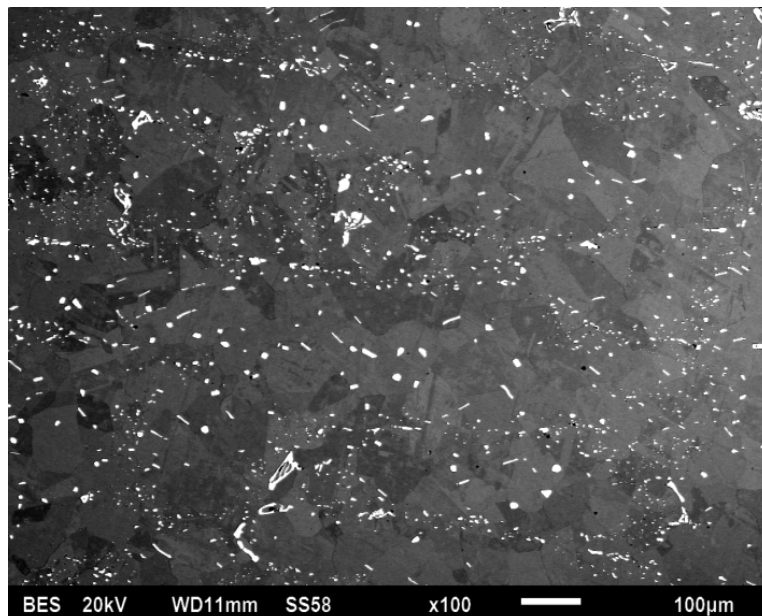


Figura 21.- Muestra A2 exhibiendo carburos M_6C en color blanco, a 100x en MEB.

También se presentaron en cantidades mínimas otro tipo de partículas globulares e irregulares color gris en la matriz, se realizó el análisis EDAX de esas partículas en MEB obteniendo una composición química característica de carburos $M_{23}C_6$, ilustrados en la Figura 22.

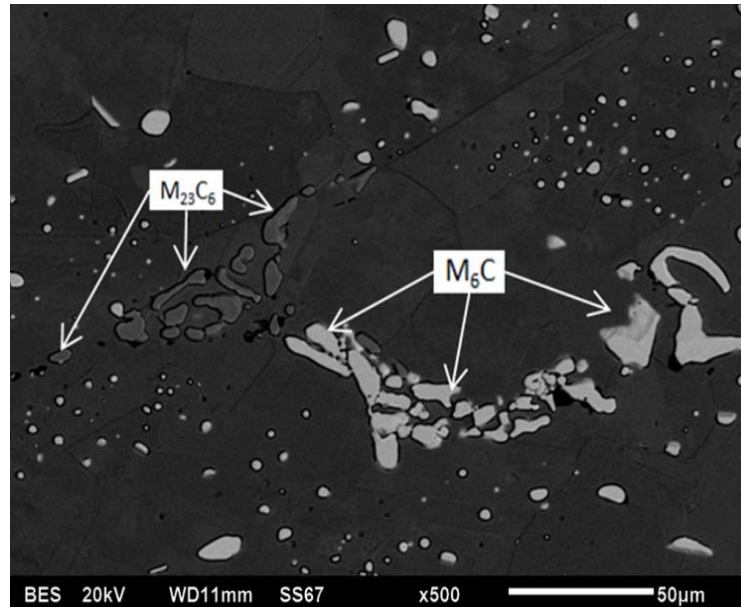


Figura 22.- Muestra A2 con tratamiento térmico de solución a 1177°C con un enfriamiento en agua, presentando dos tipos de carburos: $M_{23}C_6$ en color gris oscuro y M_6C en color gris claro, a 500x en MEB.

Este grupo presentó un crecimiento normal de grano, ya que se aplicó el tratamiento térmico en la zona óptima del rango de temperaturas de solución, con un enfriamiento que promueve la precipitación de carburos M_6C . El tamaño de grano promedio disminuyó respecto al de la muestra base debido a que el tratamiento térmico final para la muestra base fue un relevado de esfuerzos con un enfriamiento en aire y para los experimentos fue un tratamiento térmico de solución con enfriamiento en agua, el cual extrae más rápido la energía del sistema lo que provoca que el crecimiento de grano cese antes que en el enfriamiento en aire, también hubo precipitación de carburos M_6C más grandes en promedio y de forma homogénea, lo cual posiblemente pudo haber dado un mayor control del tamaño de grano promedio.

En la muestra A2 la precipitación de carburos $M_{23}C_6$ fue mínima, esto se podría atribuir al enfriamiento en el tratamiento térmico de solución, el cual pudo ser más lento en algunas zonas del material dando oportunidad a la precipitación de algunos carburos $M_{23}C_6$. El resto de las imágenes en MO de este y de los demás grupos de muestras que no serán presentadas en este capítulo, se encuentran en el Apéndice D.

5.2.2 Análisis del grupo de muestras B

Este grupo de muestras fue tratado térmicamente por solución a una temperatura de 1177°C por 30 minutos con un enfriamiento parcial a temperatura ambiente hasta 1050°C seguido por un enfriamiento en agua hasta llegar a la temperatura ambiente. Se realizaron ensayos de microdureza y mediciones de tamaño de grano ASTM a las 5 muestras, las cuales arrojaron una dureza promedio de 234 HV_{0.3} y un promedio ASTM de 4.4 respectivamente, ver Figura 23.

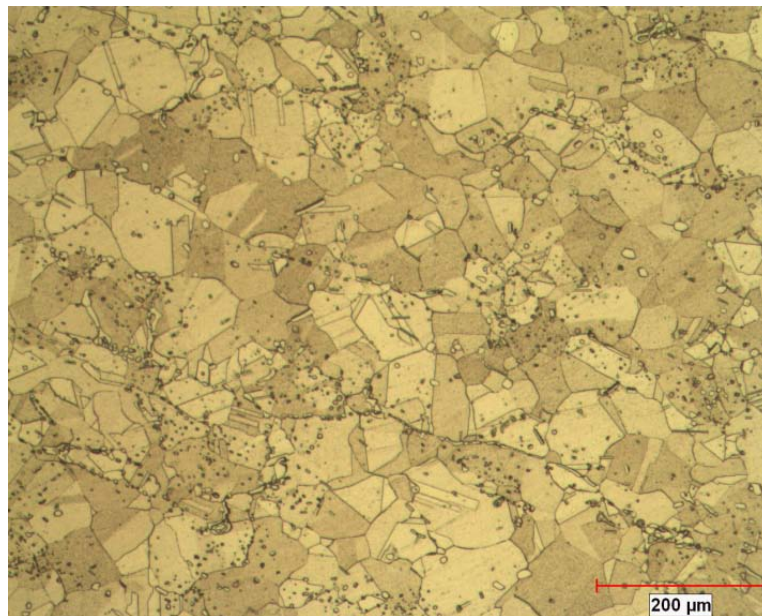


Figura 23.- Muestra B5 con tratamiento térmico de solución a 1177°C con un enfriamiento parcial a temperatura ambiente hasta 1050°C seguido por un enfriamiento en agua a 100x en MO.

Se encontraron partículas globulares e irregulares color blanco dispersas en la matriz que al igual que en el grupo de muestras A, tenían una composición química de carburos tipo M_6C , los cuales se ilustran en la Figura 24. Se midió el tamaño de partículas M_6C dando un tamaño promedio de $19.16 \mu m^2$ y una fracción de área promedio de 2.36 %. No se detectó la presencia de carburos $M_{23}C_6$ en las 5 muestras de este grupo. Se percibe que de forma general existe una tendencia a formar cadenas de carburos, como se aprecia en la Figura 25.

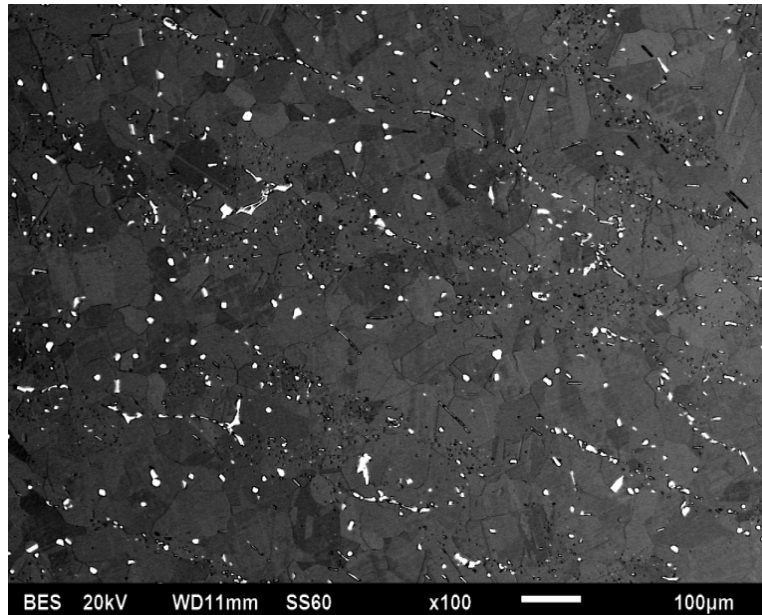


Figura 24.- Muestra B5 mostrando carburos M₆C, en color blanco, las manchas color negro, son huecos dejados al arrancar carburos M₆C en el pulido, a 100x en MEB.

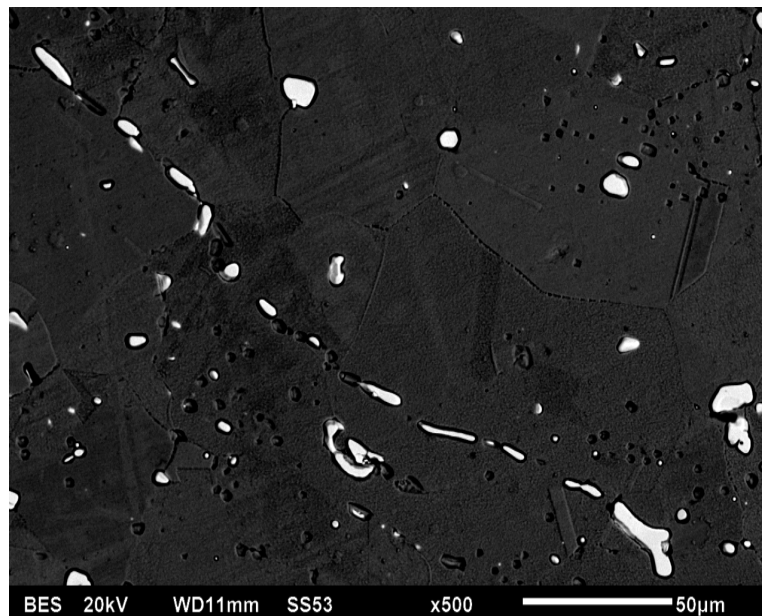


Figura 25.- Muestra B5 exhibiendo una cadena de carburos M₆C a 500x en MEB.

Este grupo, a excepción de la muestra B1, presentó un crecimiento normal de grano. El tamaño de grano promedio fue similar al del grupo A, su ligero aumento en tamaño se puede atribuir al tipo de enfriamiento, el cual se prolongó dando oportunidad a un aumento de tamaño de grano promedio en el crecimiento de grano, también se presentó

un tamaño promedio de carburos M_6C más grande que el del grupo A, con una fracción de área promedio menor que en A, lo que resultó en una menor obstrucción por partículas y un mayor crecimiento de grano.

La muestra B1 presento crecimiento anormal de grano en la superficie analizada en el MO, Figura 26, se obtuvo un tamaño de grano ASTM de 4.6 y una microdureza de 234 HV_{0.3}. La mayoría de los granos anormalmente grandes encontrados, estuvieron delimitados por una serie de cadenas de partículas globulares color blanco, como se aprecia en la Figura 27.

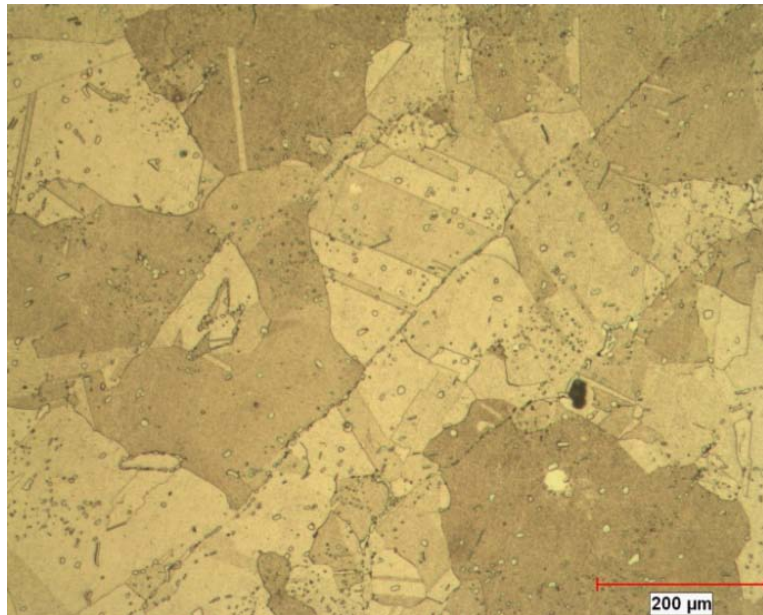


Figura 26.- Muestra B1 presentando crecimiento anormal de grano a 100x en MO.

Analizando las partículas que se presentaron alrededor de esos granos anormalmente grandes por EDAX en MEB, se encontró que estas eran carburos M_6C , ver Figura 27. El tamaño promedio de estas partículas fue de $12.59 \mu m^2$ y con una fracción de área promedio de 2.58 %. En este grupo de muestras no se logró detectar la precipitación de carburos $M_{23}C_6$, aunque no se descarta la posibilidad de que existan en cantidades mínimas.

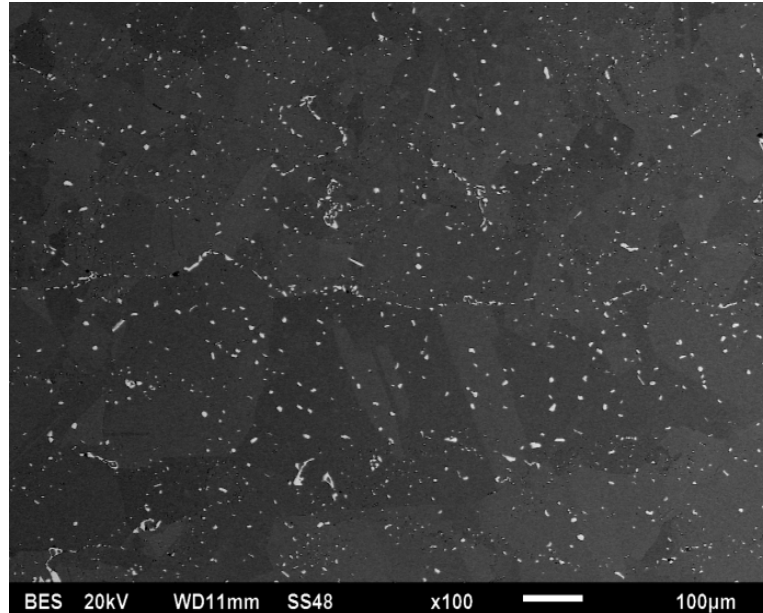


Figura 27.- Muestra B1 exhibiendo un crecimiento de grano delimitado por carburos M_6C , en color blanco, a 100x en MEB.

En las Figuras 26, 27, 28, 29 y 30, los granos anormalmente grandes estuvieron delimitados por cadenas de carburos M_6C globulares en algunas secciones del límite de grano, los cuales posiblemente en su movimiento se encontraron con estas partículas, entraron en contacto y las partículas eliminaron la zona de intersección, por lo cual es probable que se haya reducido la energía del sistema inhibiendo el crecimiento de grano por el efecto de obstaculización Zener.

El tamaño promedio de partícula en la muestra B1 fue el tercero más fino de todas las muestras con tratamiento térmico, después de las muestras del grupo C, por lo tanto, en donde se formaron cadenas de carburos existía una mayor fuerza de obstrucción ejercida sobre los límites de grano, por lo cual se inhibía el crecimiento de grano en esa dirección por el efecto Zener, a esto se le agrega el tipo de enfriamiento que permitía el crecimiento de grano por un periodo de tiempo más largo.

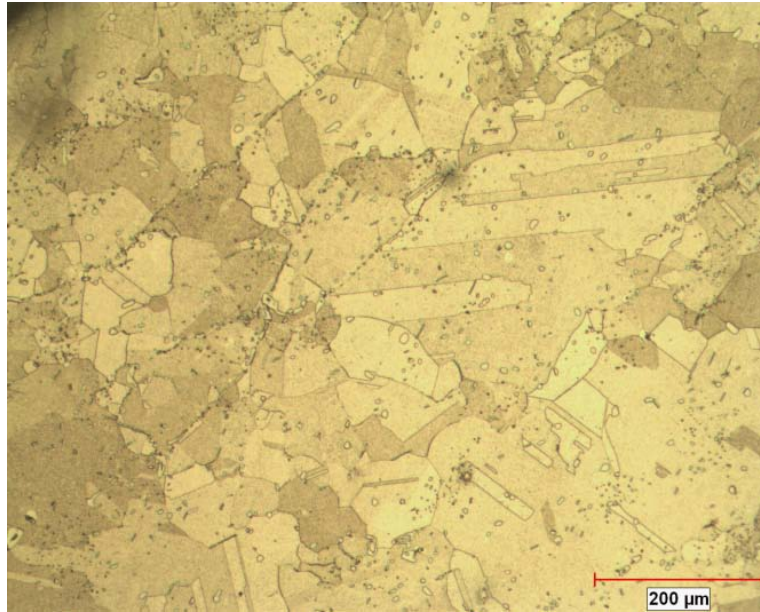


Figura 28.- Grano anormalmente grande en muestra B1 a 100x en MO.

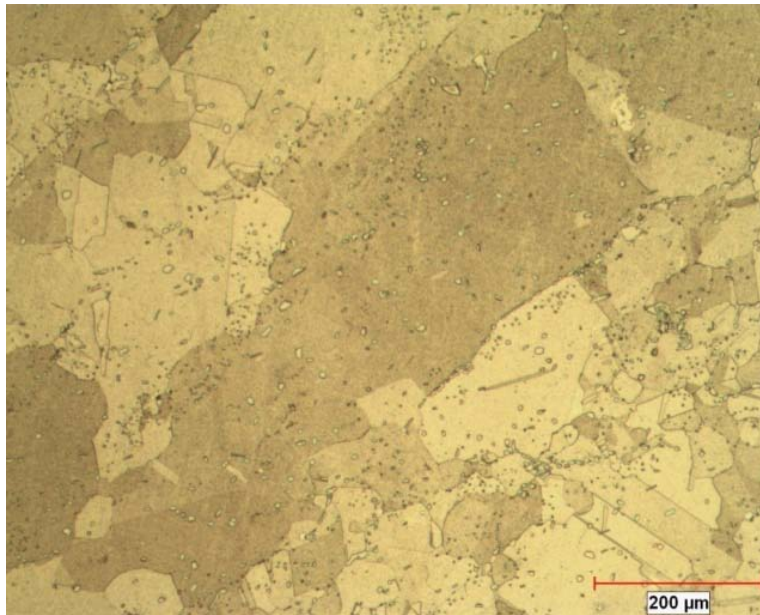


Figura 29.- Grano anormalmente grande en muestra B1 a 100x en MO.

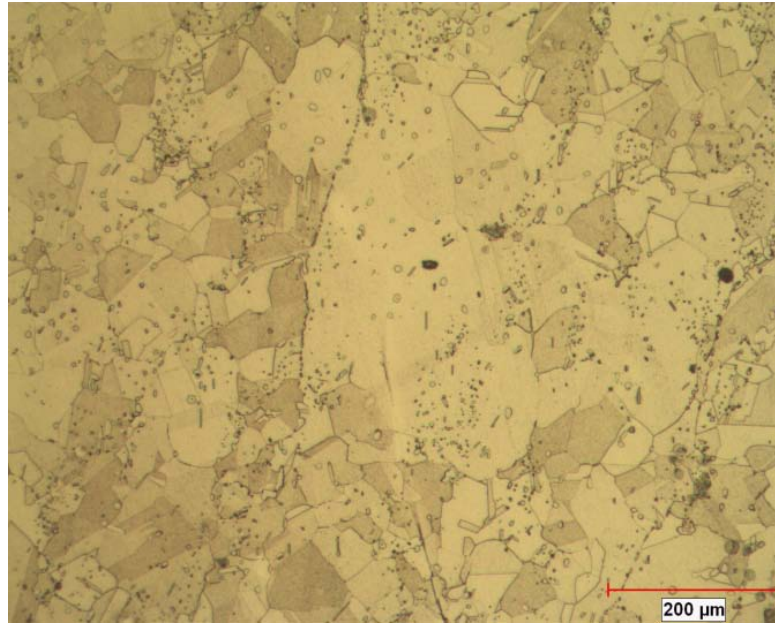


Figura 30.- Grano anormalmente grande en muestra B1 a 100x en MO.

En la TABLA 8 se muestran las mediciones de área de los granos anormalmente grandes con su respectivo tamaño de grano ASTM para la muestra B1.

TABLA 8.- Mediciones de granos anormalmente grandes en la muestra B1.			
Muestra	Figura	Área en μm^2	Tamaño de grano ASTM
B1	26 esquina	69597.6	1
	27	279462	00
	28 centro	94260.8	0.5
	28 esquina	96767.9	0.5
	29	237844.7	00
	30	76564.3	0.8

En el Apéndice E se describe el método de medición de área de los granos anormalmente grandes de todas las muestras donde existió crecimiento anormal de grano, y una vez con ésta, se logró obtener el tamaño de grano ASTM de éstos.

5.2.3 Análisis del grupo de muestras C

Este grupo de muestras fue tratado térmicamente por solución a una temperatura de 1197°C por 30 minutos con un enfriamiento en agua hasta llegar a temperatura ambiente. Se les practicó un ensayo de microdureza el cual nos dio como resultado un promedio de 242 HV_{0.3}. Se realizó una medición de tamaño de grano a las 2 muestras y se encontró un tamaño de grano promedio ASTM de 4.2, ver Figura 31.

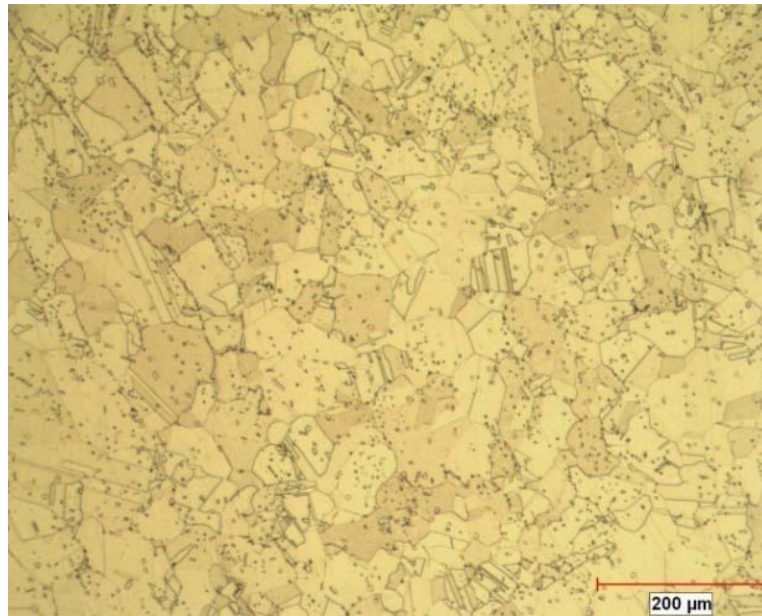


Figura 31.- Muestra C1 con tratamiento térmico de solución a 1197°C con un enfriamiento en agua, a 100x en MO.

En este grupo se observa dispersión de partículas globulares en la matriz y cadenas de estas mismas partículas en color blanco. Estas partículas fueron analizadas por EDAX en MEB, el cual arrojó una composición química característica de carburos M_6C , que se ilustra en la Figura 32, con un tamaño promedio de partícula de $11.92 \mu m^2$ y una fracción de área promedio de 2.11 %. En este grupo no se encontró precipitación de carburos $M_{23}C_6$, aunque no se descarta la posibilidad de que existan en cantidades mínimas.

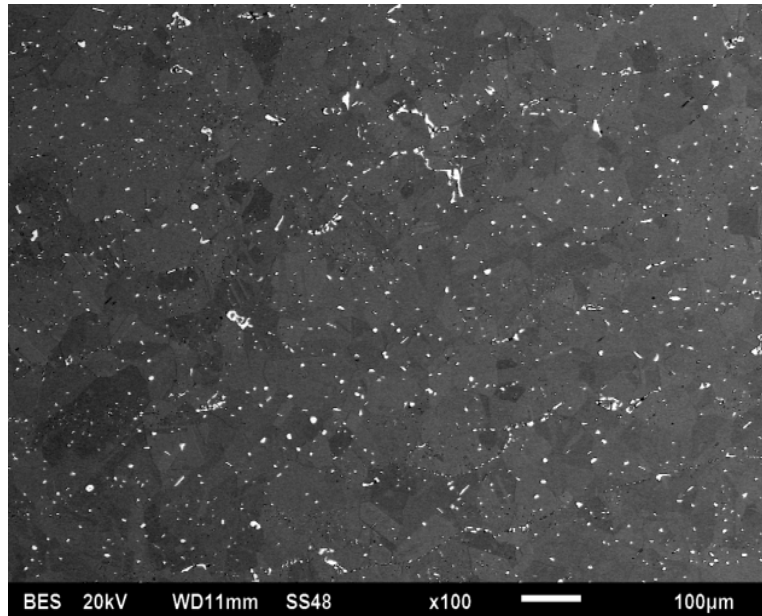


Figura 32.- Muestra C1 evidenciando carburos M_6C , en color blanco, a 100x en MEB.

En este grupo se detectó la existencia de crecimiento anormal de grano en las dos muestras. El tamaño promedio de grano del grupo de muestras C, resultaron ser mayor que en el grupo A y B, posiblemente porque este grupo presentó una precipitación más fina de carburos M_6C que en los grupos A y B, podría haber originado un menor control de tamaño de grano mediante los carburos, lo que pudo haber permitido un crecimiento de grano adicional. Además el tratamiento térmico de solución se efectuó a mayor temperatura lo que da más oportunidad de crecimiento de grano en el enfriamiento.

En algunos granos anormalmente grandes se presentó la posible inhibición de crecimiento de grano por el efecto Zener, presentando cadenas de carburos M_6C en los límites de grano, como se muestra en la Figuras 33, 34, 35, 36 y 37.

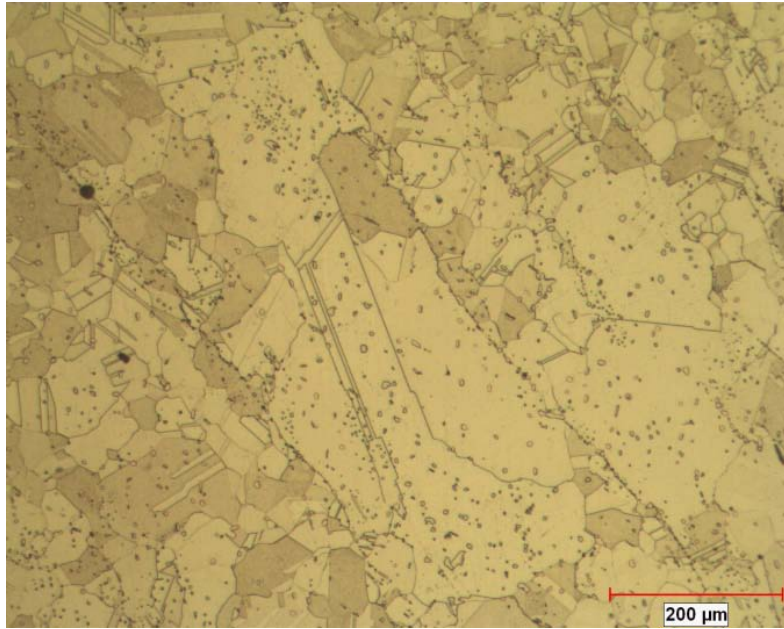


Figura 33.- Grano anormalmente grande en muestra C1 a 100x en MO.

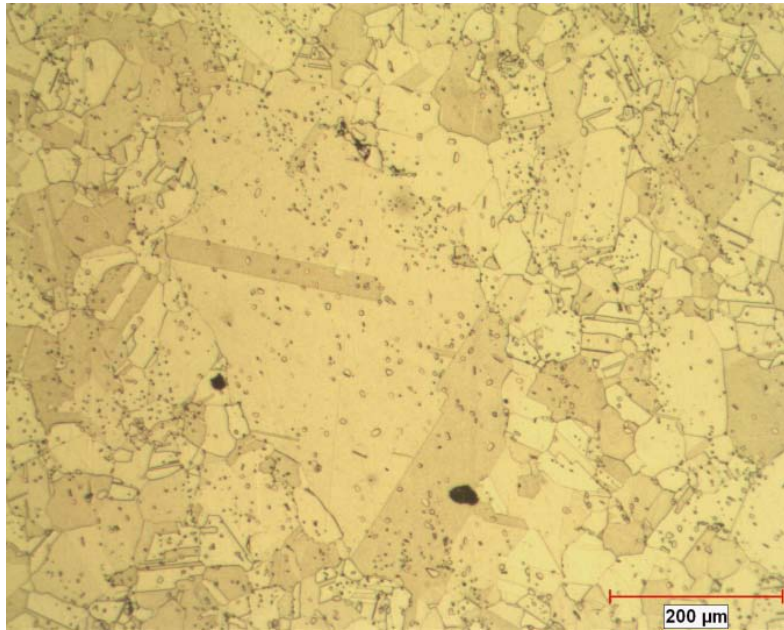


Figura 34.- Grano anormalmente grande en muestra C1 a 100x en MO.

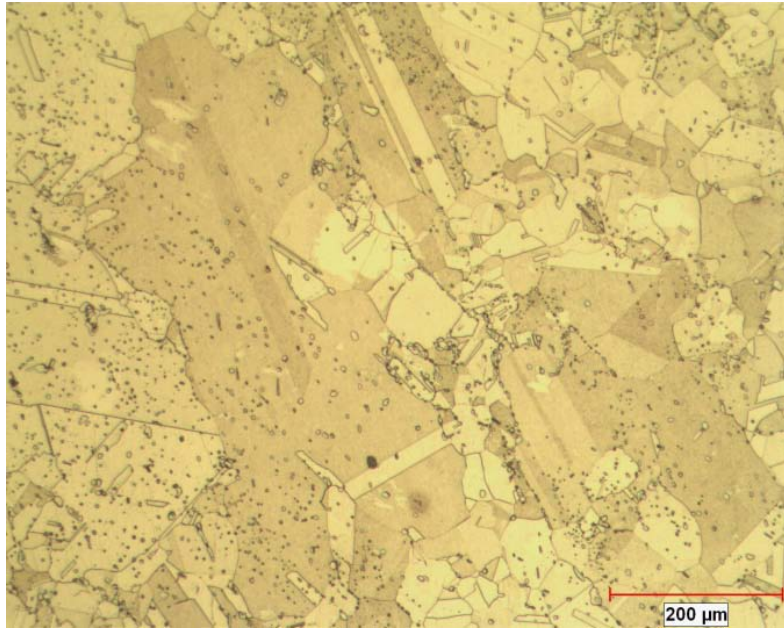


Figura 35.- Grano anormalmente grande en muestra C1 a 100x en MO.

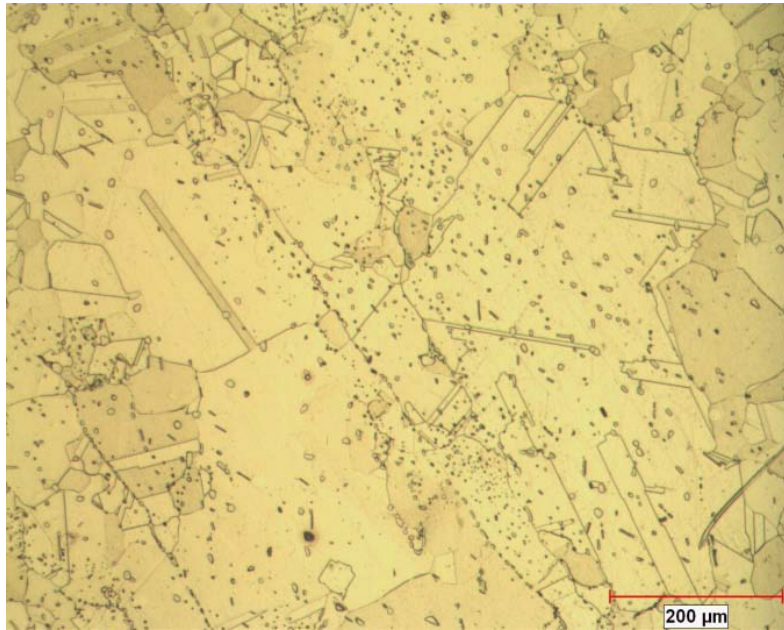


Figura 36.- Granos anormalmente grandes en muestra C1 a 100x en MO.

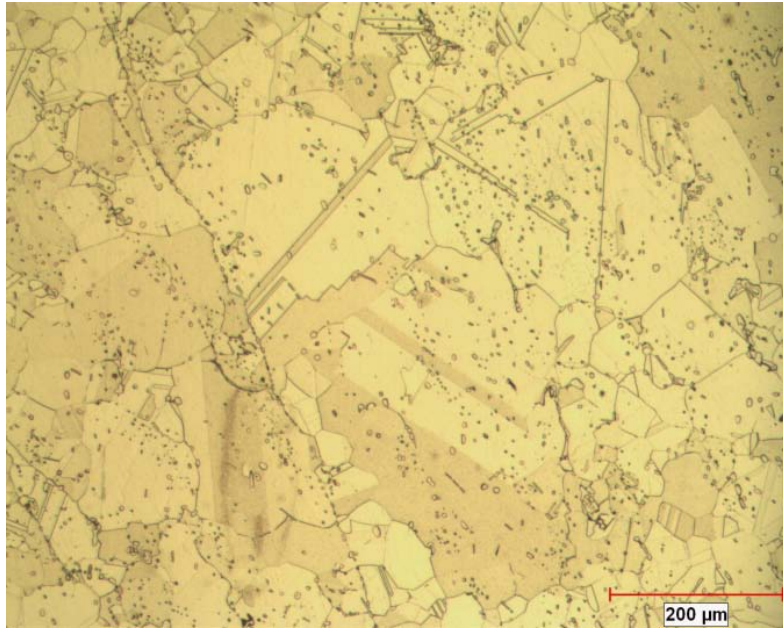


Figura 37.- Grano anormalmente grande en muestra C1 a 100x en MO.

Para el resto de los granos anormalmente grandes se pueden atribuir a la temperatura elevada que otorgó más tiempo para que los granos siguieran creciendo aunada a la dispersión de carburos globulares M_6C de tamaño promedio menor al de todos los grupos, las cuales probablemente disminuyeron el control del crecimiento de grano, pudiendo haber originado un crecimiento anormal de grano. Esto se muestra en las Figuras 38-51.

La disminución en la fracción de área promedio y en el tamaño promedio de partículas se puede atribuir a la temperatura más alta ($1197^{\circ}C$), lo que puso en solución mayor cantidad de carbono por lo que se redujo la precipitación de carburos M_6C , y esto a su vez posiblemente influyó en el crecimiento de grano.

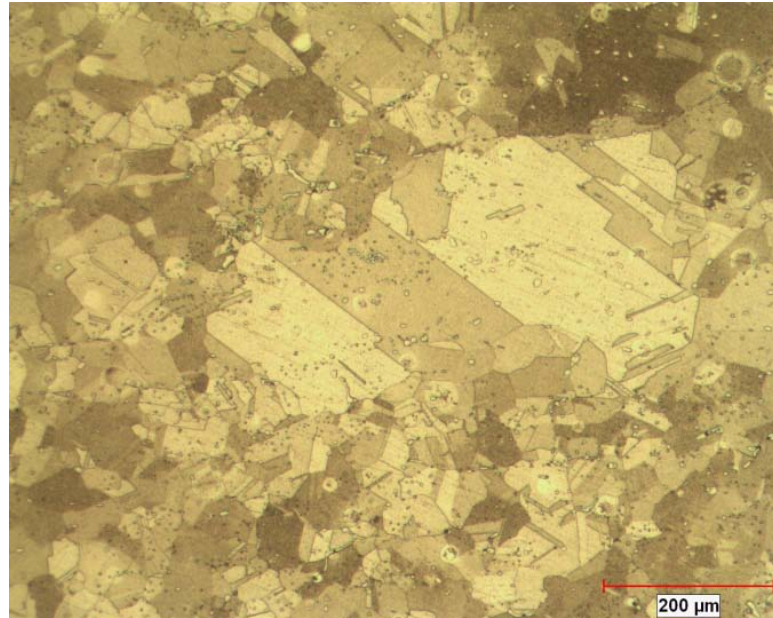


Figura 38.- Grano anormalmente grande en muestra C1 a 100x en MO.

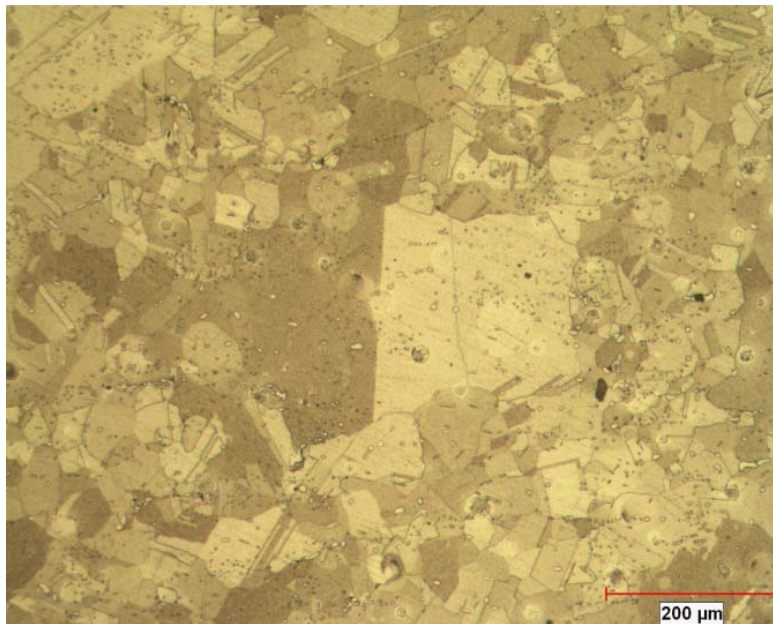


Figura 39.- Grano anormalmente grande en muestra C1 a 100x en MO.

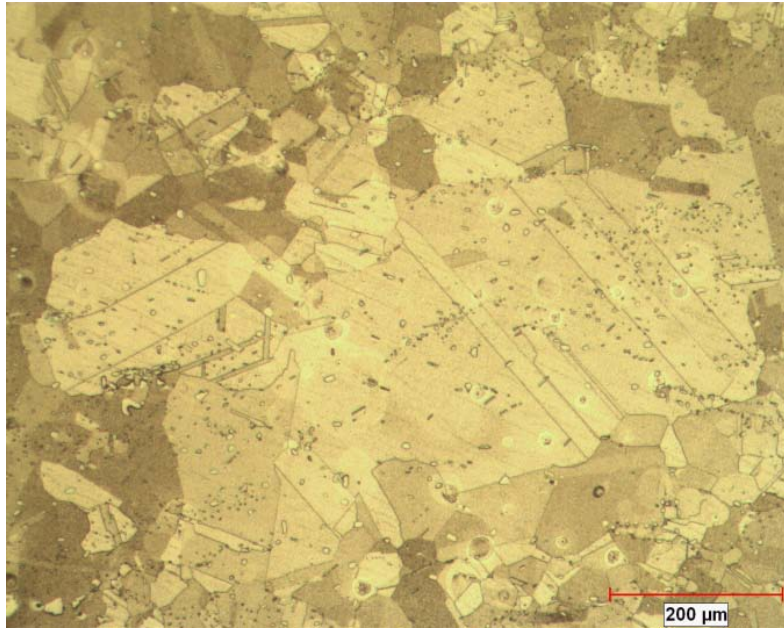


Figura 40.- Grano anormalmente grande en muestra C1 a 100x en MO.

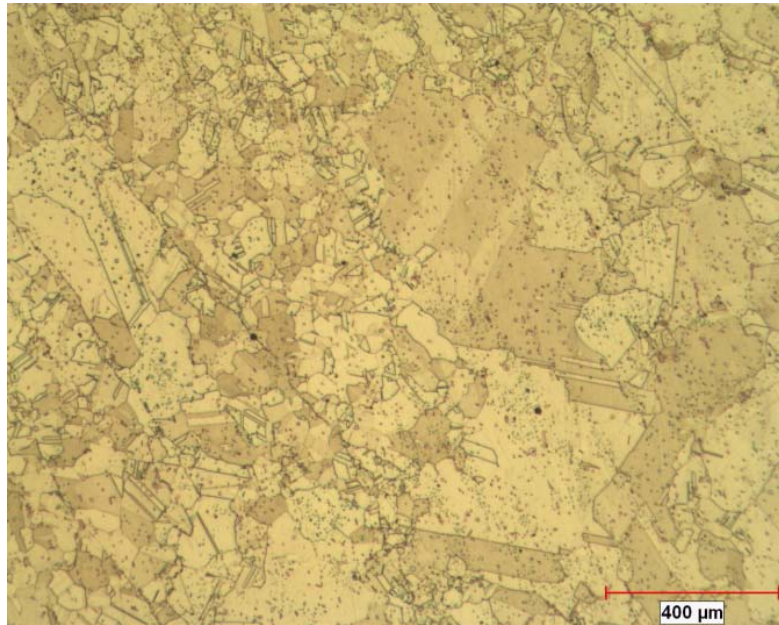


Figura 41.- Grano anormalmente grande en muestra C1 a 50x en MO.

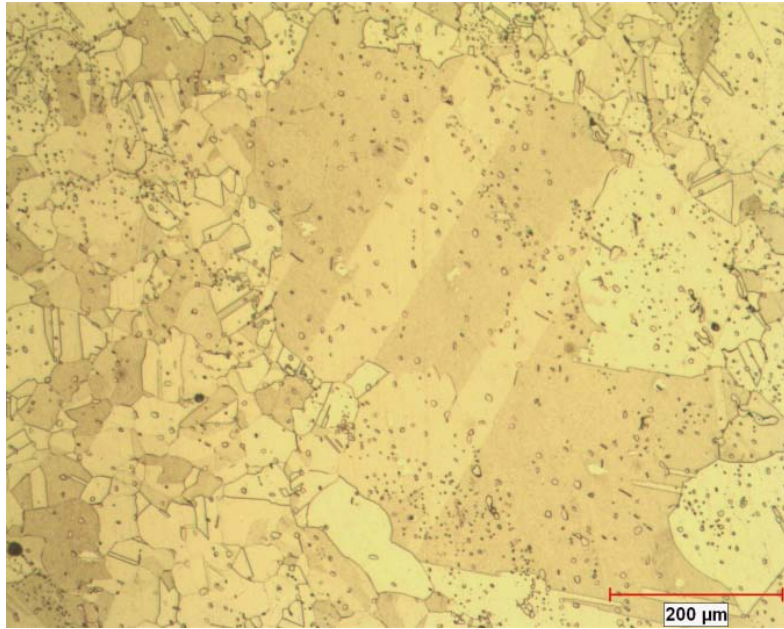


Figura 42.- Grano anormalmente grande en muestra C1 a 100x en MO.

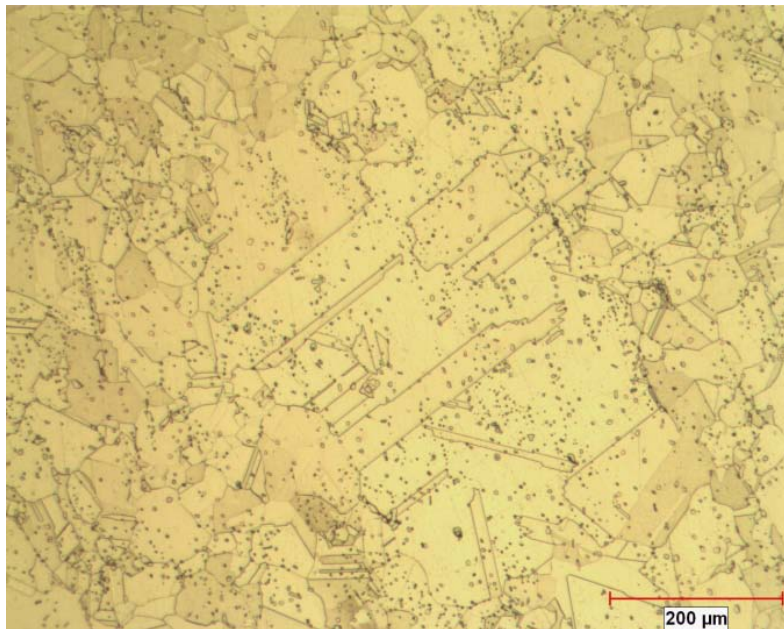


Figura 43.- Grano anormalmente grande en muestra C1 a 100x en MO.

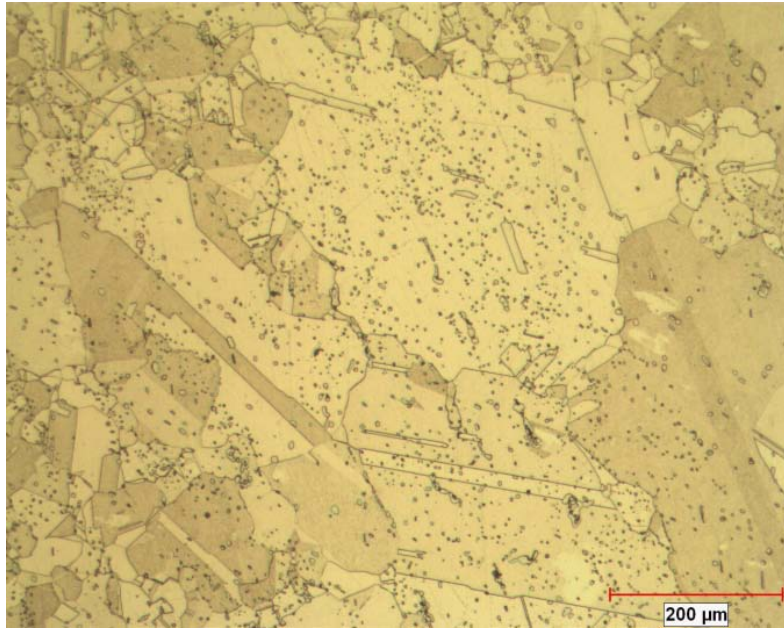


Figura 44.- Granos anormalmente grandes en muestra C1 a 100x en MO.

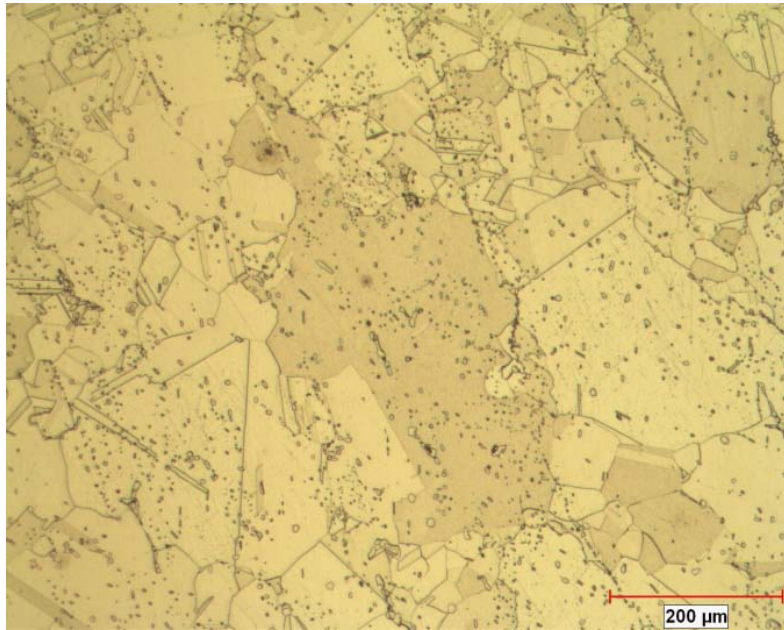


Figura 45.- Grano anormalmente grande en muestra C1 a 100x en MO.

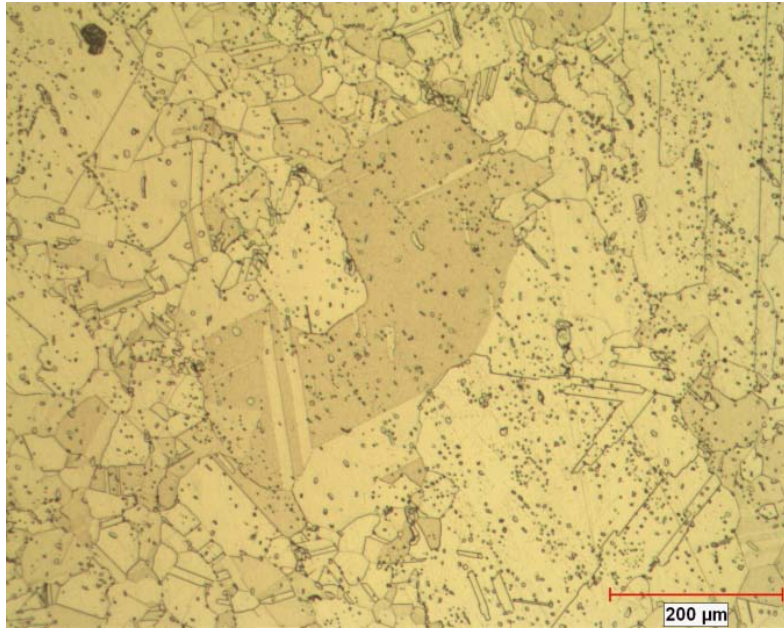


Figura 46.- Grano anormalmente grande en muestra C1 a 100x en MO.

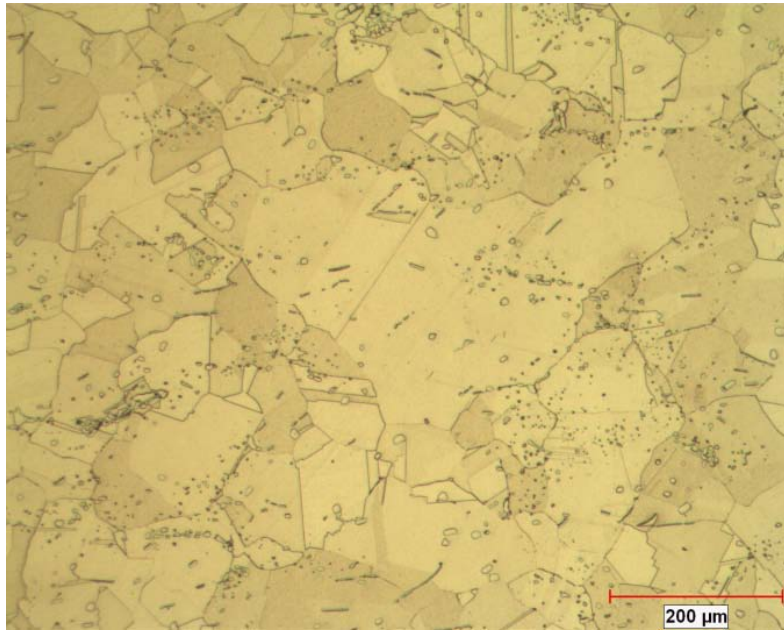


Figura 47.- Grano anormalmente grande en muestra C2 a 100x en MO.

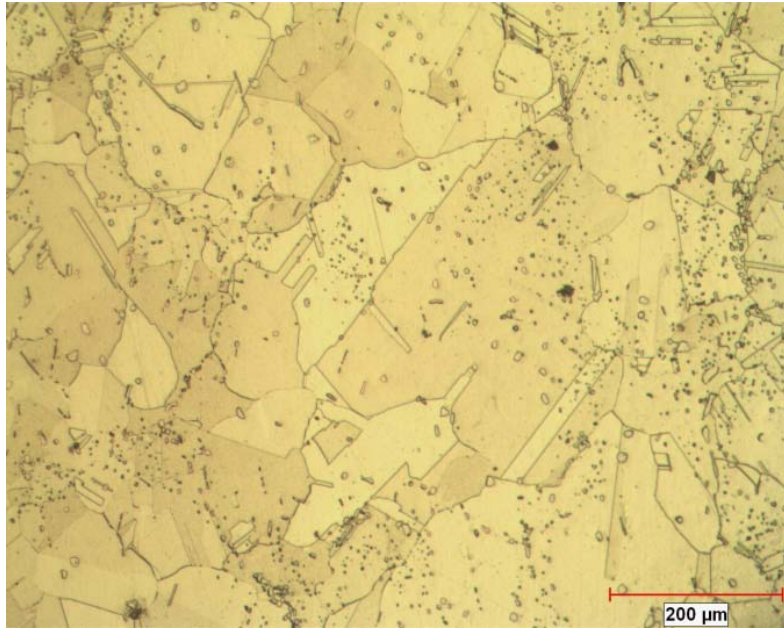


Figura 48.- Grano anormalmente grande en muestra C2 a 100x en MO.

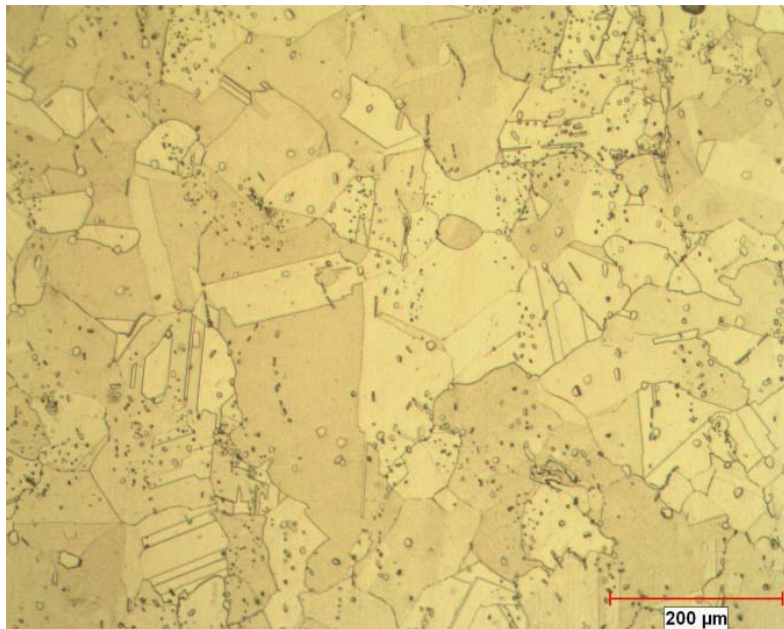


Figura 49.- Grano anormalmente grande en muestra C2 a 100x en MO.

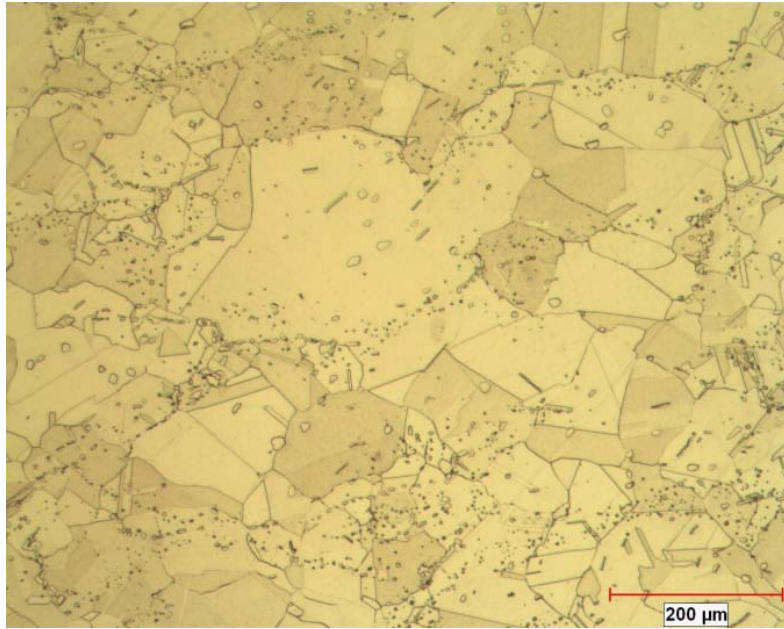


Figura 50.- Grano anormalmente grande en muestra C2 a 100x en MO.

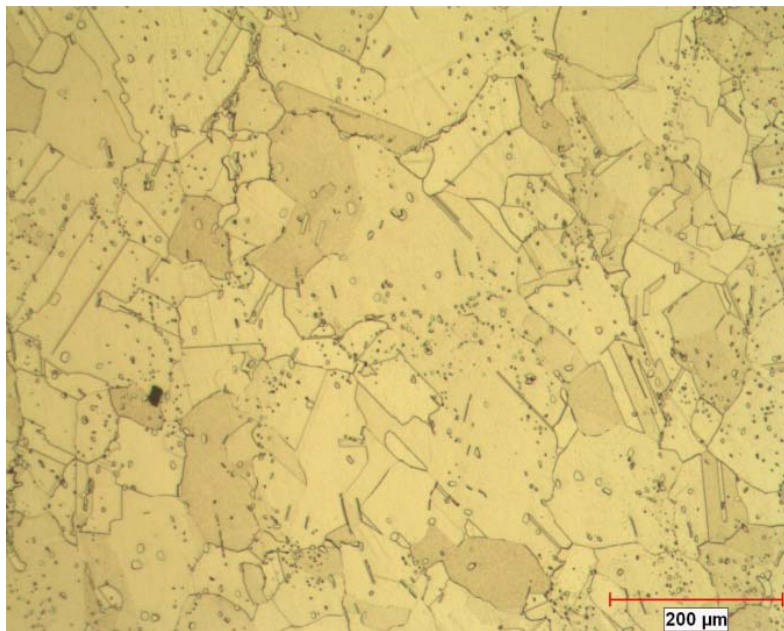


Figura 51.- Grano anormalmente grande en muestra C2 a 100x en MO.

En la TABLA 9 se muestran las mediciones de área de los granos anormalmente grandes con su respectivo tamaño de grano ASTM para el grupo C.

TABLA 9.- Mediciones de granos anormalmente grandes en el grupo de muestras C.			
Muestra	Figura	Área en μm^2	Tamaño de grano ASTM
C1	33	97905.3	0.5
	34	159228.2	0
	35	138588.5	0
	36	139821	0
	36	65538.1	1
	37	59137.1	1.1
	38	119407.6	0.2
	39	101913.8	0.4
	40	169442.4	0
	41	498970.7	00
	42	241962.1	00
	43	213912.2	00
	44	119080.7	0.2
	44	107983.4	0.3
	45	108558.6	0.3
	46	95844.3	0.5
C2	47	101923.8	0.4
	48	158299	0
	49	89316.1	0.6
	50	77034.4	0.8
	51	88887.1	0.6

5.2.4 Análisis del grupo de muestras D

Este grupo de muestras fue tratado térmicamente por solución a una temperatura de 1197°C por 30 minutos con un enfriamiento parcial a temperatura ambiente hasta 1050°C seguido por un enfriamiento en agua hasta llegar a la temperatura ambiente. En las dos muestras se practicó un ensayo de microdureza que dio como resultado una dureza promedio de 236 HV_{0.3}. Se realizó una medición de tamaño de grano y se obtuvo un promedio ASTM de 4.1, ver Figura 52.

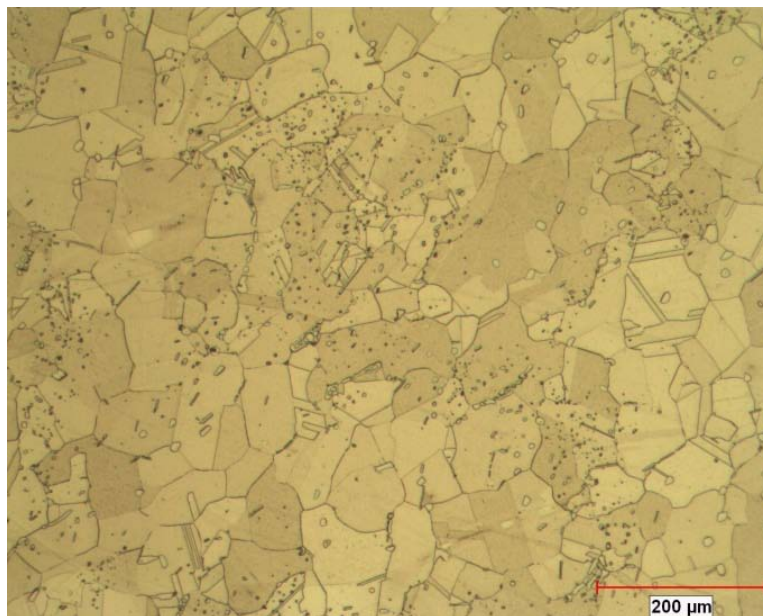


Figura 52. Muestra D1 con tratamiento térmico de solución a 1197°C con enfriamiento parcial a temperatura ambiente hasta 1050°C seguido por un enfriamiento en agua a 100x en MO.

En las dos muestras se observó una dispersión de partículas globulares en la matriz de color blanco, las cuales fueron analizadas por EDAX en MEB, dando composiciones químicas típicas de carburos M_6C , ver Figura 53. Se realizó una medición de partículas obteniendo un promedio de $16.17 \mu m^2$ y una fracción de área promedio de 2.18 %. En este grupo de muestras tampoco se logró detectar precipitación de carburos $M_{23}C_6$, aunque no se descarta la posibilidad de que exista.

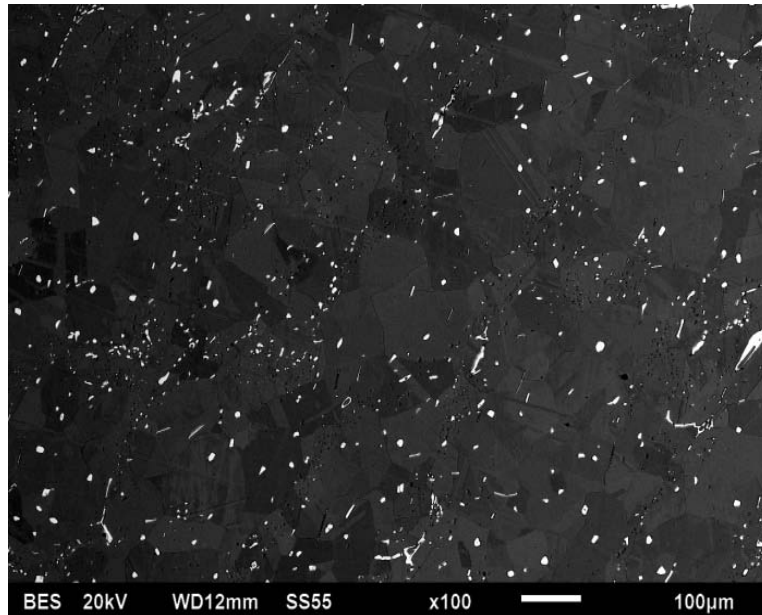


Figura 53. Muestra D1 exhibiendo partículas dispersas M_6C , en color blanco, a 100x en MEB.

En este grupo las dos muestras presentaron crecimiento anormal de grano, se presentaron granos anormalmente grandes delimitados por cadenas y bandas de carburos M_6C , lo que nos indica una posible inhibición de crecimiento de grano por partículas, efecto Zener, esto se muestra en las Figuras 54, 55 y 56.

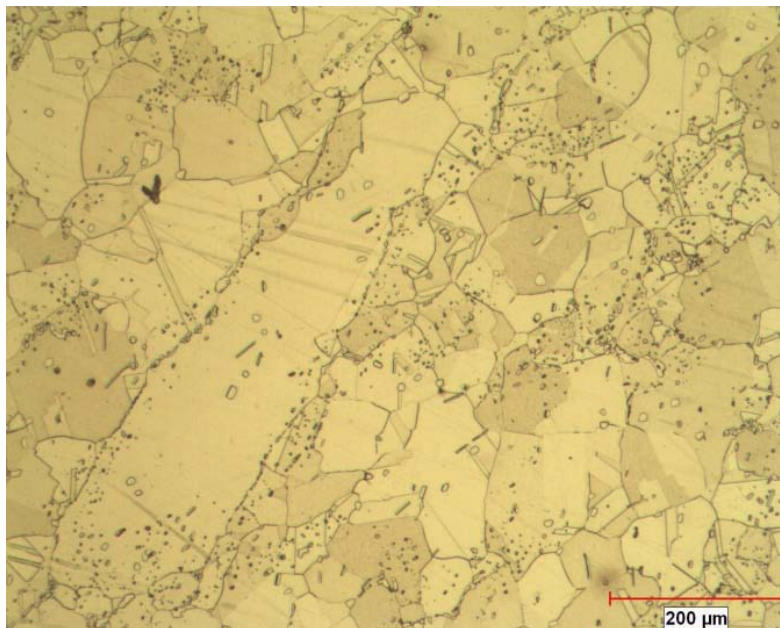


Figura 54.- Grano anormalmente grande en muestra D1 a 100x en MO.

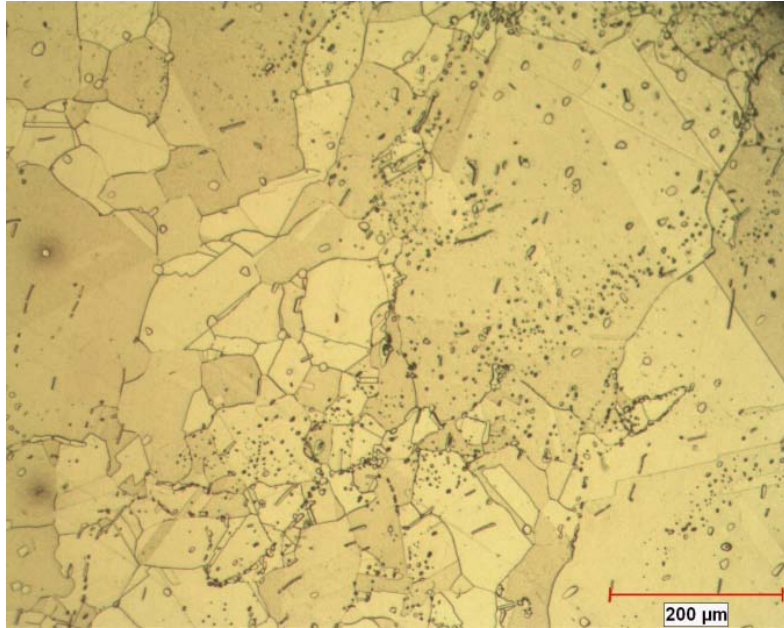


Figura 55.- Grano anormalmente grande en muestra D1 a 100x en MO.

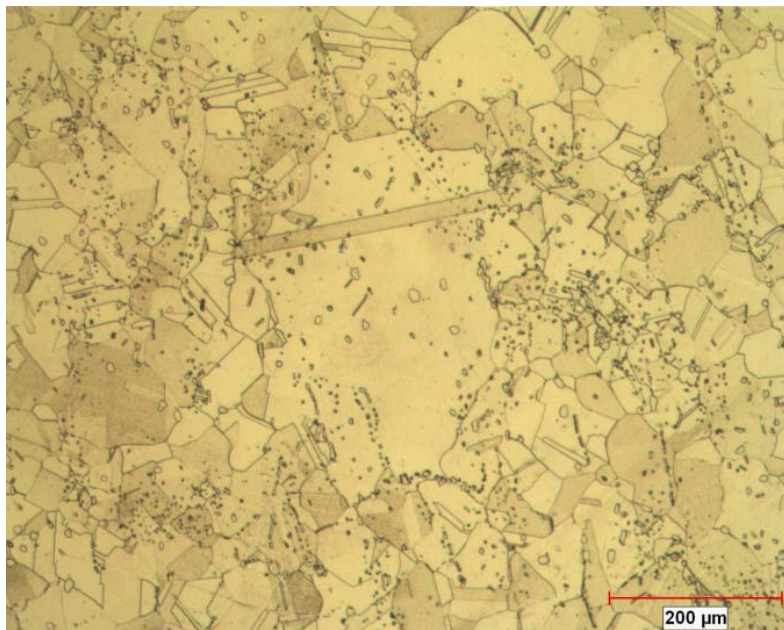


Figura 56.- Grano anormalmente grande en muestra D2 a 100x en MO.

La precipitación de carburos M_6C en la matriz fue la más heterogénea de todos los grupos, con tamaños de partícula más grandes y con una fracción de área de 2.18 %, similar al del grupo C. El tamaño de grano promedio fue el mayor de todos los experimentos, hecho que se puede atribuir a la temperatura más elevada con el método de enfriamiento más lento, lo que podría permitir más tiempo para que crecieran más los granos y a un menor control de tamaño de grano por carburos M_6C con una distribución heterogénea.

Los demás granos anormalmente grandes, pudieron haber crecido debido a las distribuciones especiales de carburos M_6C debido a la dispersión heterogénea, aunado a lo antes mencionado en relación a la temperatura y método de enfriamiento. Esto se muestra en las Figuras 57-66.

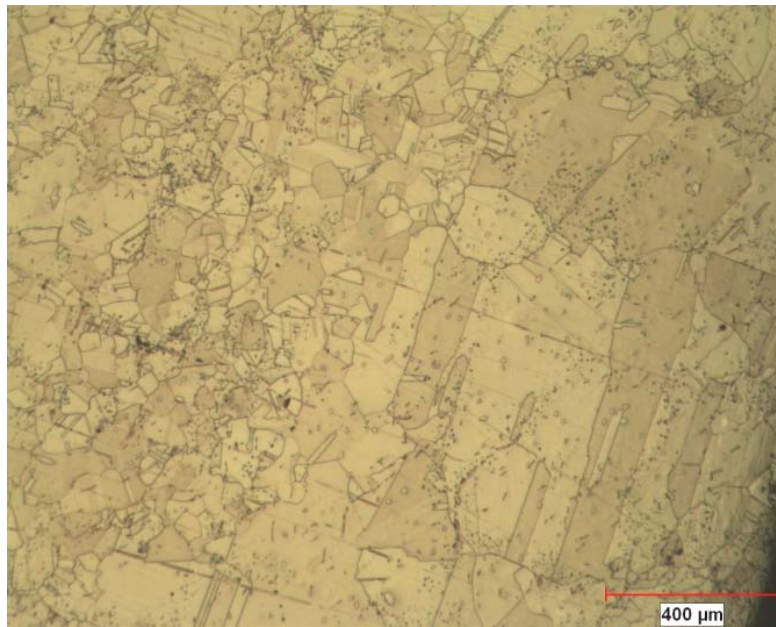


Figura 57.- Grano anormalmente grande en muestra D1 a 50x en MO.



Figura 58.- Grano anormalmente grande en muestra D1 a 100x en MO.

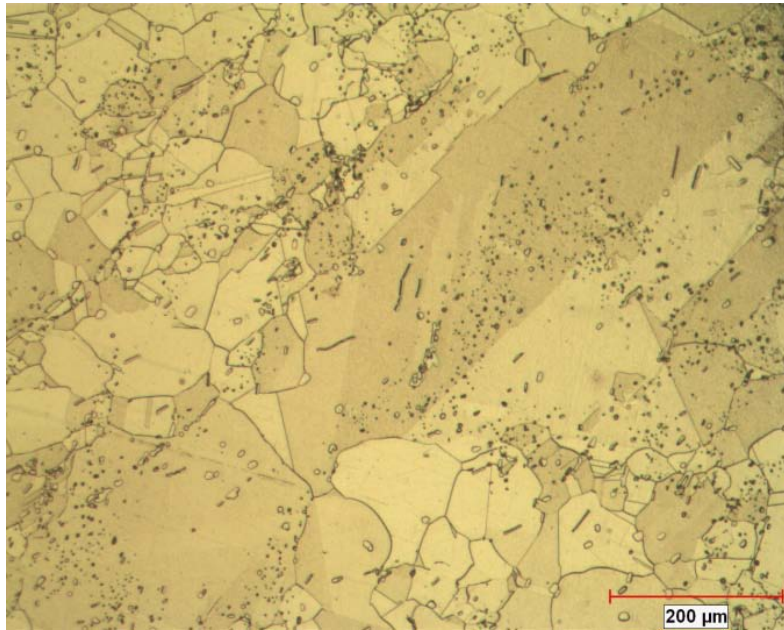


Figura 59.- Grano anormalmente grande en muestra D1 a 100x en MO.

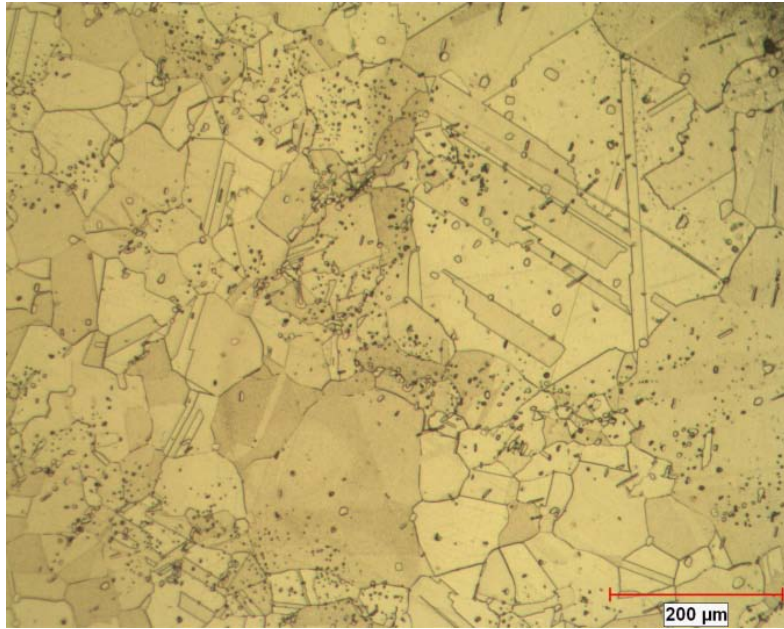


Figura 60.- Grano anormalmente grande en muestra D1 a 100x en MO.

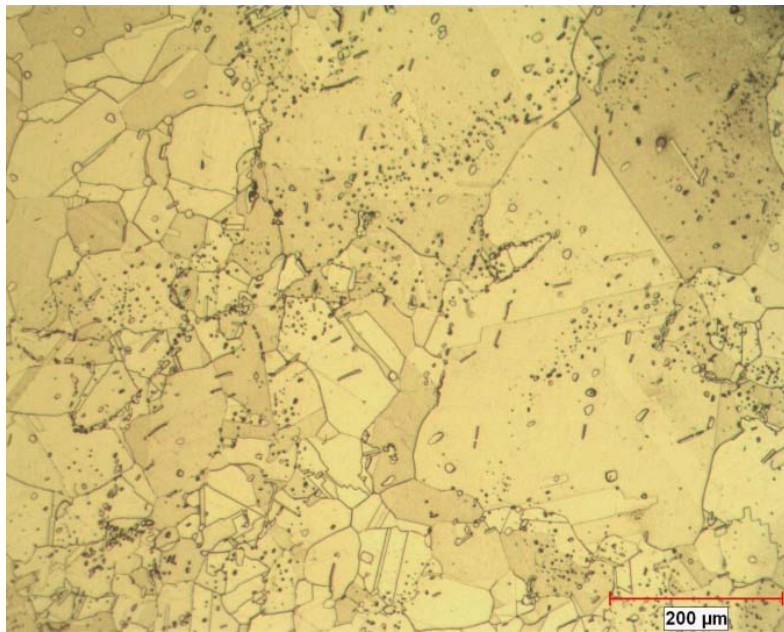


Figura 61.- Grano anormalmente grande en muestra D1 a 100x en MO.

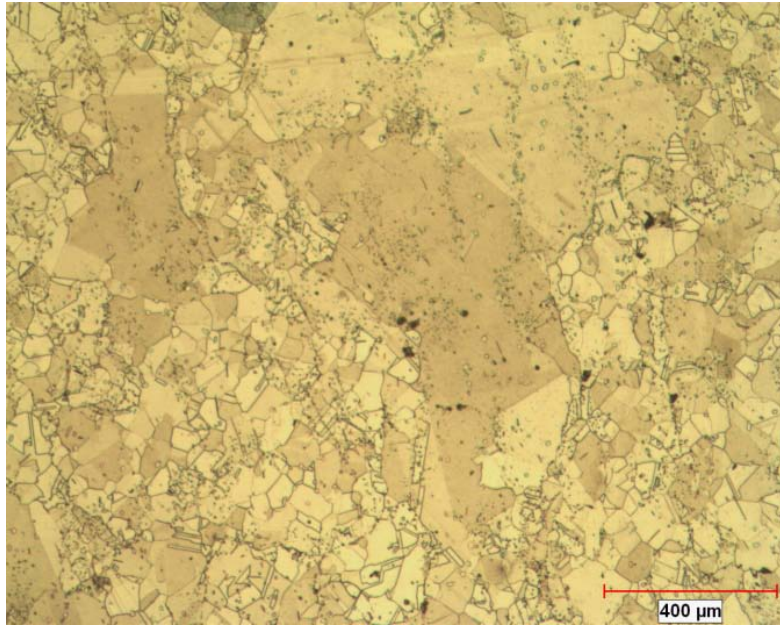


Figura 62.- Grano anormalmente grande en muestra D2 a 50x en MO.

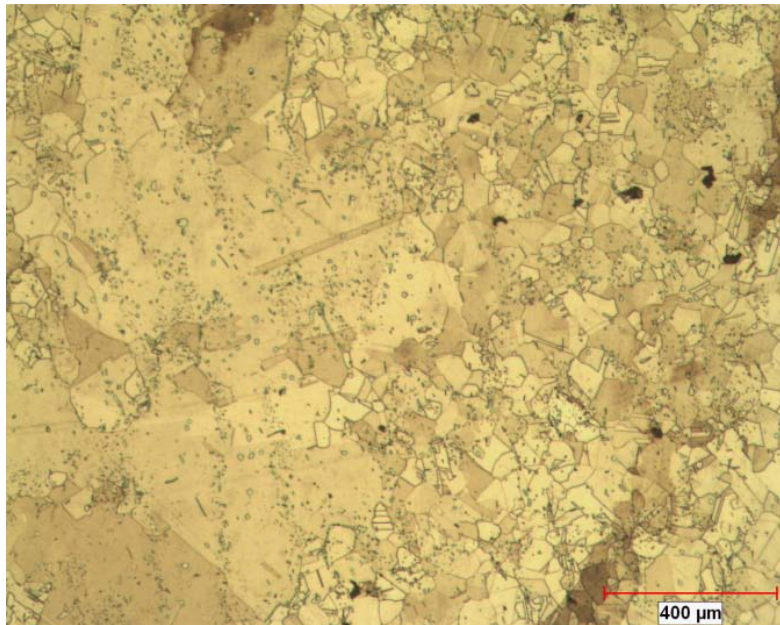


Figura 63.- Continuación de la Figura 62 de grano anormalmente grande en muestra D2, a 50x en MO.

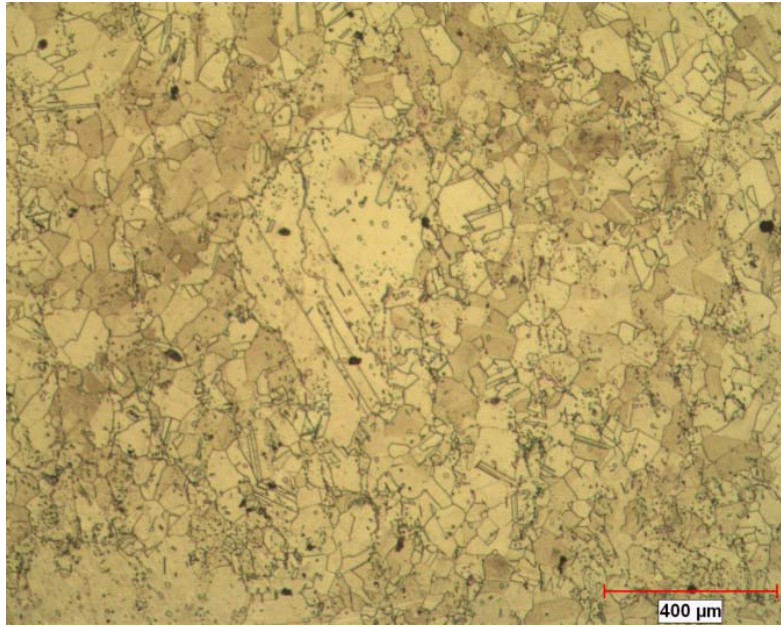


Figura 64.- Grano anormal en muestra D2 a 50x en MO.

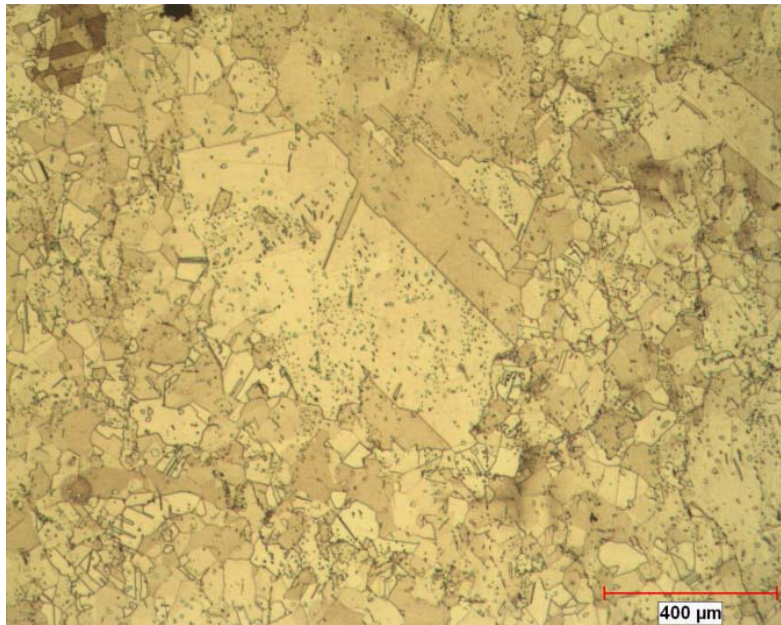


Figura 65.- Grano anormalmente grande en muestra D2 a 50x en MO.

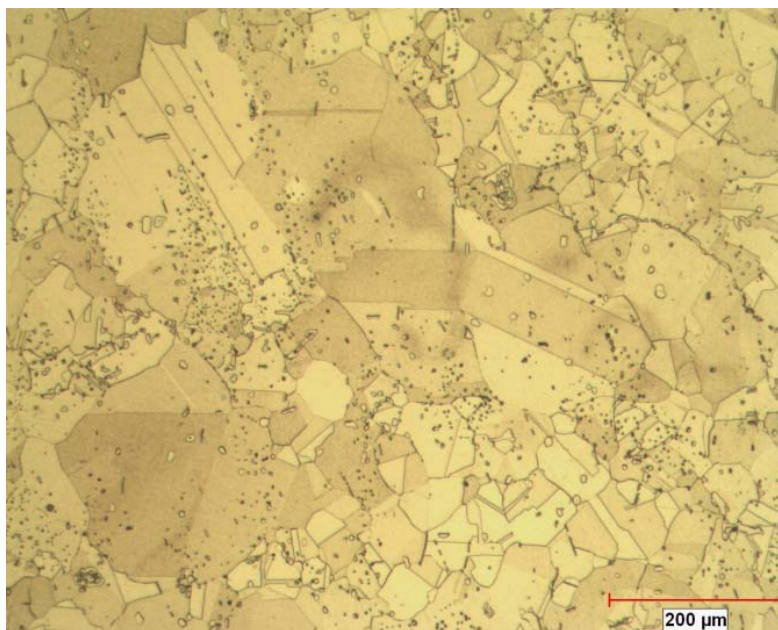


Figura 66.- Grano anormalmente grande en muestra D2 a 100x en MO.

En la TABLA 10 se muestran las mediciones de área de los granos anormalmente grandes con su respectivo tamaño de grano ASTM para el grupo D.

TABLA 10.- Mediciones de granos anormalmente grandes en el grupo de muestras D.				
Muestra	Figura	Grano Anormal	Área en μm^2	Tamaño de grano ASTM
D1	54	E34	90026.5	0.6
	55	E40	128601.2	0
	57	E35	535452.4	00
	58	E36	333395.1	00
	59	E37	225075.7	00
	60	E39	127801.8	0
	61	E41	169386.2	0
D2	56	E49	91969.2	0.5
	62	E45 izquierdo	110573.9	0.3
	62 y 63	E45 derecho y E46	1117699.8	00
	64	E47	203630.7	00
	65	E48	639746.7	00
	66	E50 centro	96907.8	0.5

5.3 Discusión general de resultados

Además del análisis y discusión individual por grupos de tratamientos térmicos, también hay aspectos generales los cuales se mencionarán a continuación. En la TABLA 11 se condensan todos los resultados del análisis de las muestras sujetas al estudio.

TABLA 11.- Tratamientos térmicos de solución y resultados experimentales

Muestra	Temperatura (°C)	Tiempo de Exposición (min)	Método de enfriamiento (Agua)	Tamaño de grano ASTM	Crecimiento anormal de grano	Análisis SEM	Fases precipitadas	Tamaño promedio de partículas M_6C en μm^2	Dureza $HV_{0.3}$
Base	-	-	-	3.5	No	Sí	M_6C y $M_{23}C_6$	7.81	262
A1	1177	30	Inmediato	4.5	No	No	M_6C	-	236
A2	1177	30	Inmediato	4.7	No	Sí	M_6C y $M_{23}C_6$	16.23	236
A3	1177	30	Inmediato	4.9	No	Sí	M_6C	12.89	244
A4	1177	30	Inmediato	4.5	No	No	M_6C	-	229
A5	1177	30	Inmediato	4.4	No	No	M_6C	-	238
B1	1177	30	A partir de 1050°C	4.6	Si	Sí	M_6C	12.59	234
B2	1177	30	A partir de 1050°C	4.4	No	No	M_6C	-	235
B3	1177	30	A partir de 1050°C	4.2	No	No	M_6C	-	232
B4	1177	30	A partir de 1050°C	4.5	No	Sí	M_6C	22.52	239
B5	1177	30	A partir de 1050°C	4.3	No	Sí	M_6C	22.36	231
C1	1197	30	Inmediato	4.3	Sí	Sí	M_6C	11.49	241
C2	1197	30	Inmediato	4.1	Sí	Sí	M_6C	12.34	242
D1	1197	30	A partir de 1050°C	4	Sí	Sí	M_6C	17.38	233
D2	1197	30	A partir de 1050°C	4.2	Sí	Sí	M_6C	14.97	239

El crecimiento de grano posiblemente se vio influenciado por el tipo de distribuciones de carburos M_6C , los cuales representaban la mayoría de los carburos en la superaleación. En la muestra B1, en el grupo C y en el grupo D en donde se presentó el fenómeno de crecimiento anormal de grano se detectaron distribuciones especiales de carburos, las cuales fueron: distribución homogénea, heterogénea, cadenas y bandas de carburos M_6C , también se presentaron combinaciones de distribuciones. Las distribuciones antes mencionadas se describen en el Apéndice F.

Se obtuvo un tamaño de grano promedio ASTM del grupo A y B fueron una unidad de tamaño ASTM más fino con respecto al de la muestra base, y en los grupos C y D se obtuvo media unidad de tamaño ASTM más fino con respecto al de la muestra base.

En cuanto a las fracciones de área de los carburos M_6C , se obtuvo una menor fracción de área promedio en los tratamientos térmicos de solución a 1197 °C. Esto puede ser originado por que al estar a una mayor temperatura, entra más carbono en solución, lo que provoca una menor precipitación de carburos. Los tamaños promedio de carburos M_6C más grandes, se presentaron en los grupos de muestras B y D, los cuales fueron enfriados más lentamente, lo que pudo haber provocado un crecimiento adicional de las partículas.

En ninguna probeta se pudo detectar la presencia de carburos MC, ya que en tamaño y en color son muy parecidos a los M_6C , solo se podrían identificar por medio de su composición química. De los análisis efectuados por EDAX en MEB, no se obtuvo ningún resultado característico de carburos MC, sin embargo, pudieron presentarse en la matriz en cantidades mínimas, suponiendo que se formaron carburos de titanio, los cuales son más estables.

No se detectó γ' , aunque no se descarta alguna precipitación mínima; las partículas de γ' son demasiado pequeñas y se tendrían que haber utilizado aumentos superiores a 50,000x en MEB. Los aumentos utilizados en MEB fueron a 100x y 500x.

Debido al tipo de análisis de microscopía y magnificaciones utilizadas, difícilmente se pudieron haber detectado boruros en la aleación Haynes H-230 ya que contiene un máximo de boro de 0.015 % en peso.

En relación a las propiedades mecánicas, las durezas que se obtuvieron en todas las muestras, nos revelaron que fueron similares para todos los grupos, con una desviación estándar de 3.87 HV_{0.3}, y en promedio 9.45% menor al de la muestra base.

La TABLA 12 muestra los promedios de las mediciones obtenidas de los grupos de muestras.

TABLA 12.- Resultados promedio por grupo					
Grupo de muestras	Tamaño de grano ASTM	Crecimiento anormal de grano	Tamaño de carburos M₆C en μm^2	Fracción de área de carburos M₆C	Dureza HV_{0.3}
Base	3.5	No	7.81	2.58	262
A	4.6	No	14.56	2.76	237
B	4.4	Si (muestra B1)	19.16	2.36	234
C	4.2	Sí	11.92	2.11	242
D	4.1	Sí	16.17	2.18	236

CAPÍTULO 6

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

6.1 Conclusiones

- Aplicando un tratamiento térmico de solución a 1197°C a una muestra, se puede esperar un crecimiento anormal de grano y carburos M_6C gruesos con una distribución heterogénea en la matriz para cualquiera de los dos enfriamientos utilizados en la experimentación.
- El método de enfriamiento influye en el tamaño promedio de los carburos M_6C precipitados, en el enfriamiento más rápido (agua) los carburos precipitados fueron de tamaño promedio más fino y para el enfriamiento más lento (enfriamiento parcial en aire a 1050°C seguido por un enfriamiento en agua) los precipitados fueron de tamaño promedio más grueso con respecto a la misma temperatura de solución.
- En el proceso del enfriamiento para tratamientos térmicos de solución, si la pieza no es enfriada en agua inmediatamente, aumentará la probabilidad de provocar un crecimiento anormal de grano.
- Las durezas obtenidas de todas las muestras sujetas a experimentación, fueron similares.
- Debido a la alta cantidad de granos anormalmente grandes en los grupos C y D, se podrían propiciar fracturas intergranulares en su uso.
- Según la teoría, se esperaría obtener mejores propiedades con el tratamiento térmico de solución para el grupo de muestras A, se puede deducir que esto se debe a que se promueve un tamaño de grano más fino y una distribución más homogénea de carburos M_6C , siendo este menos susceptible al agrietamiento.

6.2 Recomendaciones

- Realizar deformaciones en caliente con un posterior tratamiento de solución a 1177°C y 1197°C , para analizar microestructura.
- Realizar experimentos con probetas de aleación Haynes H-230, aplicándoles un tratamiento térmico de solución a temperaturas de 1190°C y 1210°C , utilizando un enfriamiento en agua con el fin de corroborar si a temperaturas alrededor de los 1197°C se presenta crecimiento anormal de grano.
- Calcular la disminución real de temperatura que sufre la pieza en el proceso de traslado al enfriamiento rápido y aplicarlo al método de enfriamiento de experimentaciones futuras.

BIBLIOGRAFÍA

- 1.- Bowman R.; “Superalloys: A primer and history”, The Minerals, Metals & Materials Society (TMS), 2000
- 2.- Callister Jr, William D.; “Introducción a la ciencia e ingeniería de los materiales”, edición en español, Barcelona, editorial Reverté, 1997.
- 3.- Smallman R. E.; Ngan A. H. W., “Physical metallurgy and advanced materials”, séptima edición, Oxford, Elsevier Butterworth-Heinemann, 2007.
- 4.- Petronić S.; “Heat treatment effect on multicomponent nickel alloys structure”, FME Transactions, pag. 189-193, 2007
- 5.- ASM International, “Specialty handbook: Heat-resistant materials”, decima edición, The material information society, 2002.
- 6.- Donachie Matthew J.; Donachie Stephen J., “Superalloys: a technical guide”, segunda edición, The material information society, 2002
- 7.- ASM International, “Vol. 2, Properties and selection: Nonferrous alloys and special purpose materials”, decima edición, The material information company, 2002.
- 8.- Haynes International, Inc., “H-3000H, Haynes 230 alloy brochure”, haynesintl.com
- 9.- U.S. Department of Transportation (DOT), “Metallic materials properties development and standardization”, DOT/FAA/AR-MMPDS-01, enero 2003.
- 10.- Schweitzer, Philip A.; “Fundamentals of metallic corrosion”, segunda edición, U.S., CRC Press, 2007.
- 11.- Russell Alan M.; Lee Kok L., “Structure–property relations in nonferrous metals”, primera edición, New jersey, Wiley-Interscience, 2005.
- 12.- ASM International, “Vol. 19, Fatigue and fracture”, decima edición, The material information company, 2002.
- 13.- Suriya, “Superalloys, MMat 380”, Ubon Rajathanee University
- 14.- Dehoff R. T.; “Engineering of microstructures”, Material research, Vol. 2, No. 3, pag 111-126, 1999

- 15.- ASM International, "Vol. 9, Metallography and microstructures", decima edición, The material information company, 2002.
- 16.- ASM International, "Vol. 4, Heat treating", decima edición, The material information company, 2002.
- 17.- Dye, D.; "Níquel superalloys", Imperial College, London
- 18.- Haynes International, Inc., "H-33159, Fabrication of Haynes and Hastelloy solid solution strengthened high-temperature alloys", <http://www.haynesintl.com>.
- 19.- Humphreys F.J., Hatherly M.; "Recrystallization and related annealing phenomena", segunda edición, Oxford, Elsevier Ltd., 2004.
- 20.- Jung, Hwang, Park, Joo; "Effect of grain boundary energy on surface-energy induced abnormal grain growth in columnar-grained film", Metals and Materials International, Vol. 8, No. 1, pag. 1-5, 2002.
- 21.- Gottstein, G.; "Physical foundations of materials science", Springer, Alemania, 2005.
- 22.- Rangel, Siciliano, Zschommler, Lesley, Padilha; "Nucleation and growth during Recrystallization", Materials Research, Vol. 8, No. 3, pag. 225-238, 2005.
- 23.- Mishra, S.; Debroy, T.; "Grain growth in the heat-affected zone of fusion welds", The Pennsylvania State University, Department of Materials Science and Engineering.
- 24.- Verlinden B. et al; "Thermo-mechanical processing of metallic materials", primera edición, Oxford, Pergamon, 2007.
- 25.- Blikstein P.; Tschiptschin A.; "Monte Carlo simulation of grain growth", Materials Research, Vol.2, No. 3, pag. 133-137, 1999.
- 26.- Kang, Suk-Joong L.; "Sintering: Densification, grain growth and microstructure", primera edición, Oxford, Elsevier Butterworth-Heinemann, 2005.
- 27.- Ramos, Bueno, Rendón; "Estudio de la recristalización secundaria en un acero de bajo carbono laminado a alta temperatura", Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales, No. 27, pag. 59-67, 2007.
- 28.- Christian J.W.; "The theory of transformations in metals alloys", primera edición, Oxford, Pergamon, 2002.

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1.- Coeficientes de expansión térmica de varias aleaciones a diferentes temperaturas.....	6
Figura 2.- Sección 2D una estructura de grano. El vértice de 4 bordes en A, tenderá a descomponerse en dos vértices de 3 bordes como B y C.....	18
Figura 3.- Tensiones superficiales en un punto triple de límite.....	19
Figura 4.- Equilibrio de las tensiones superficiales de tres granos.....	20
Figura 5.- Estructura bidimensional en equilibrio, exceptuando por un defecto, consiste en hexágonos con ángulos de contacto de 120°	21
Figura 6.- Curvatura de los lados de polígonos regulares con diferentes números de esquinas y un ángulo de contacto de 120°	21
Figura 7.- Mecanismo de crecimiento de los granos.....	22
Figura 8.- La dependencia del tiempo de la distribución de tamaño de grano para el crecimiento normal de grano.....	23
Figura 9.- Interacción entre un límite de grano y una partícula esférica.....	27
Figura 10.- Interacción entre una partícula coherente y un límite de grano de ángulo grande. a) El límite pasa por la partícula; b) El límite se detiene en las partículas; c) el límite corta a la partícula.....	29
Figura 11.- Interacción de partículas con: (a) un límite plano rígido; (b) un límite flexible.....	31
Figura 12.- La dependencia del tiempo de la distribución de tamaño de grano para el crecimiento anormal de grano.....	32
Figura 13.- Etapa 1- Calentamiento (4°C por seg.), Etapa 2- Temperatura constante por 30 min, Etapa 3- Enfriamiento en agua.....	45
Figura 14.- Etapa 1- Calentamiento (4°C por seg.), Etapa 2- Temperatura constante por 30 min, Etapa 3- Enfriamiento parcial a Temp. ambiente hasta 1050°C , Etapa 4- Enfriamiento en agua.....	45
Figura 15.- Corte transversal en probetas.....	46
Figura 16.- Muestra base en MO a 100x.....	49

Figura 17.- Muestra base a 100x en MEB.....	49
Figura 18.- Muestra base mostrando dos tipos de carburos: $M_{23}C_6$ intergranular y M_6C disperso en la matriz, a 500x en MEB	50
Figura 19.- Tratamiento térmico de solución en probeta A1.....	51
Figura 20. Muestra A2 con tratamiento térmico de solución a 1177°C con un enfriamiento en agua a 100x en MO.....	52
Figura 21. A2 exhibiendo carburos M_6C en color blanco, a 100x en MEB	52
Figura 22. Muestra A2 con tratamiento térmico de solución a 1177°C con un enfriamiento en agua, presentando dos tipos de carburos: $M_{23}C_6$ en color gris oscuro y M_6C en color gris claro, a 500x en MEB	53
Figura 23. Muestra B5 con tratamiento térmico de solución a 1177°C con un enfriamiento parcial a temperatura ambiente hasta 1050°C seguido por un enfriamiento en agua a 100x en MO.....	54
Figura 24. Muestra B5 mostrando carburos M_6C , en color blanco, las manchas color negro, son huecos dejados al arrancar carburos M_6C en el pulido, a 100x en MEB	55
Figura 25. Muestra B5 exhibiendo una cadena de carburos M_6C a 500x en MEB.....	55
Figura 26. Muestra B1 presentando crecimiento anormal de grano a 100x en MO.....	56
Figura 27. Muestra B1 exhibiendo un crecimiento de grano delimitado por carburos M_6C , en color blanco, a 100x en MEB.....	57
Figura 28.- Grano anormalmente grande en muestra B1 a 100x en MO.....	58
Figura 29.- Grano anormalmente grande en muestra B1 a 100x en MO.....	58
Figura 30.- Grano anormalmente grande en muestra B1 a 100x en MO.....	59
Figura 31. Muestra C1 con tratamiento térmico de solución a 1197°C con un enfriamiento en agua, a 100x en MO.....	60
Figura 32. Muestra C1 evidenciando carburos M_6C , en color blanco, a 100x en MEB.....	61
Figura 33.- Grano anormalmente grande en muestra C1 a 100x en MO.....	62
Figura 34.- Grano anormalmente grande en muestra C1 a 100x en MO.....	62

Figura 35.- Grano anormalmente grande en muestra C1 a 100x en MO.....	63
Figura 36.- Granos anormalmente grandes en muestra C1 a 100x en MO.....	63
Figura 37.- Grano anormalmente grande en muestra C1 a 100x en MO.....	64
Figura 38.- Grano anormalmente grande en muestra C1 a 100x en MO.....	65
Figura 39.- Grano anormalmente grande en muestra C1 a 100x en MO.....	65
Figura 40.- Grano anormalmente grande en muestra C1 a 100x en MO.....	66
Figura 41.- Grano anormalmente grande en muestra C1 a 50x en MO.....	66
Figura 42.- Grano anormalmente grande en muestra C1 a 100x en MO.....	67
Figura 43.- Grano anormalmente grande en muestra C1 a 100x en MO.....	67
Figura 44.- Granos anormalmente grandes en muestra C1 a 100x en MO.....	68
Figura 45.- Grano anormalmente grande en muestra C1 a 100x en MO.....	68
Figura 46.- Grano anormalmente grande en muestra C1 a 100x en MO.....	69
Figura 47.- Grano anormalmente grande en muestra C2 a 100x en MO.....	69
Figura 48.- Grano anormalmente grande en muestra C2 a 100x en MO.....	70
Figura 49.- Grano anormalmente grande en muestra C2 a 100x en MO.....	70
Figura 50.- Grano anormalmente grande en muestra C2 a 100x en MO.....	71
Figura 51.- Grano anormalmente grande en muestra C2 a 100x en MO.....	71
Figura 52. Muestra D1 con tratamiento térmico de solución a 1197°C con enfriamiento parcial a temperatura ambiente hasta 1050°C seguido por un enfriamiento en agua a 100x en MO.....	73
Figura 53. Muestra D1 exhibiendo partículas dispersas M_6C , en color blanco, a 100x en MEB.....	74
Figura 54.- Grano anormalmente grande en muestra D1 a 100x en MO.....	74
Figura 55.- Grano anormalmente grande en muestra D1 a 100x en MO.....	75
Figura 56.- Grano anormalmente grande en muestra D2 a 100x en MO.....	75
Figura 57.- Grano anormalmente grande en muestra D1 a 50x en MO.....	76
Figura 58.- Grano anormalmente grande en muestra D1 a 100x en MO.....	77
Figura 59.- Grano anormalmente grande en muestra D1 a 100x en MO.....	77
Figura 60.- Grano anormalmente grande en muestra D1 a 100x en MO.....	78
Figura 61.- Grano anormalmente grande en muestra D1 a 100x en MO.....	78
Figura 62.- Grano anormalmente grande en muestra D2 a 50x en MO.....	79

Figura 63.- Continuación de la Figura 62 de grano anormalmente grande en muestra D2 a 50x en MO.....	79
Figura 64.- Grano anormal en muestra D2 a 50x en MO.....	80
Figura 65.- Grano anormalmente grande en muestra D2 a 50x en MO.....	80
Figura 66.- Grano anormalmente grande en muestra D2 a 100x en MO.....	81
Figura 1A.- Selección de área a analizar en muestra A2.....	96
Figura 2A.- Imagen en 2 colores muestra A2.....	97
Figura 3A.- Selección de área a analizar en muestra A2.....	97
Figura 1B.- a) Espectro de composición de la matriz gamma γ , b) Zona de análisis puntual, c) composición química.....	108
Figura 2B.- a) Espectro de composición de los carburos $M_{23}C_6$, b) Zona de análisis puntual, c) composición química.....	109
Figura 3B.- a) Espectro de composición de los carburos M_6C , b) Zona de análisis puntual, c) composición química.....	110
Figura 1C.- Tratamiento térmico de solución en probeta A2.....	111
Figura 2C.- Tratamiento térmico de solución en probeta A3.....	111
Figura 3C.- Tratamiento térmico de solución en probeta A4.....	112
Figura 4C.- Tratamiento térmico de solución en probeta A5.....	112
Figura 5C.- Tratamiento térmico de solución en probeta B1.....	112
Figura 6C.- Tratamiento térmico de solución en probeta B2.....	113
Figura 7C.- Tratamiento térmico de solución en probeta B3.....	113
Figura 8C.- Tratamiento térmico de solución en probeta B4.....	113
Figura 9C.- Tratamiento térmico de solución en probeta B5.....	114
Figura 10C.- Tratamiento térmico de solución en probeta C1.....	114
Figura 11C.- Tratamiento térmico de solución en probeta C2.....	114
Figura 12C.- Tratamiento térmico de solución en probeta D1.....	115
Figura 13C.- Tratamiento térmico de solución en probeta D2.....	115
Figura 1D.- Muestra A1 a 100x en MO.....	116
Figura 2D.- Muestra A3 a 100x en MO.....	116
Figura 3D.- Muestra A4 a 100x en MO.....	117
Figura 4D.- Muestra A5 a 100x en MO.....	117

Figura 5D.- Muestra B1 a 100x en MO.....	118
Figura 6D.- Muestra B2 a 100x en MO.....	118
Figura 7D.- Muestra B3 a 100x en MO.....	119
Figura 8D.- Muestra B4 a 100x en MO.....	119
Figura 9D.- Muestra C2 a 100x en MO.....	120
Figura 10D.- Muestra D2 a 100x en MO.....	120
Figura 1E.- Grano anormalmente grande delineado en muestra 1C a 100x en MO.....	121
Figura 2E.- Área de grano anormalmente grande a medir en muestra 1C a 100x en MO.....	122
Figura 1F.- Carburos M_6C finamente dispersos y también formando cadenas en muestra A5.....	123
Figura 2F.- Carburos M_6C con distribución heterogénea y también formando cadenas influyendo en el crecimiento de grano en muestra D1.....	124
Figura 3F.- Carburos M_6C con distribución homogénea y formando cadenas globulares que influyeron en el crecimiento de grano en muestra C1.....	125
Figura 4F.- Carburos M_6C formando bandas en muestra B4.....	126

ÍNDICE DE TABLAS

TABLA 1.- Propiedades físicas típicas del Haynes H-230.....	6
TABLA 2.- Composición Química Nominal de la superaleación Haynes H-230.....	7
TABLA 3.- Efecto que ejercen los diferentes aleantes en las superaleación Haynes H-230.....	8
TABLA 4.- Componentes encontrados en Haynes H-230.....	12
TABLA 5.- Tamaño de grano para placas de aleaciones expuestas a temperaturas elevadas a diversos tiempos (ASTM).....	14
TABLA 6.- Tratamientos térmicos de solución.....	42
TABLA 7.- Composición química del Haynes H-230.....	43
TABLA 8.- Mediciones de granos anormalmente grandes en la muestra B1.....	59
TABLA 9.- Mediciones de granos anormalmente grandes en el grupo de muestras C.....	72
TABLA 10.- Mediciones de granos anormalmente grandes en el grupo de muestras D.....	81
TABLA 11.- Tratamientos térmicos de solución y resultados experimentales.....	82
TABLA 12.- Resultados promedio por grupo.....	84
TABLA 1A.- Conteo de partículas de las muestras analizadas en MEB en base a su área.....	98
TABLA 2A.- Medición de partículas en muestra base-a.....	99
TABLA 3A.- Medición de partículas en muestra base-b.....	99
TABLA 4A.- Medición de partículas en muestra A2-a.....	100
TABLA 5A.- Medición de partículas en muestra A2-b.....	100
TABLA 6A.- Medición de partículas en muestra A3-a.....	101
TABLA 7A.- Medición de partículas en muestra A3-b.....	101
TABLA 8A.- Medición de partículas en muestra B1-a.....	102
TABLA 9A.- Medición de partículas en muestra B1-b.....	102
TABLA 10A.- Medición de partículas en muestra B4-a.....	103
TABLA 11A.- Medición de partículas en muestra B4-b.....	103

TABLA 12A.- Medición de partículas en muestra B5.....	104
TABLA 13A.- Medición de partículas en muestra C1-a.....	104
TABLA 14A.- Medición de partículas en muestra C1-b.....	105
TABLA 15A.- Medición de partículas en muestra C2-a.....	105
TABLA 16A.- Medición de partículas en muestra C2-b.....	106
TABLA 17A.- Medición de partículas en muestra D1-a.....	106
TABLA 18A.- Medición de partículas en muestra D1-b.....	107
TABLA 19A.- Medición de partículas en muestra D2.....	107

APÉNDICE A

La medición de partículas M_6C se efectuó mediante el paquete computacional Image J, se utilizaron imágenes en MEB debido al contraste de color entre los carburos y la matriz del Haynes H-230, facilitando así su análisis. Todas las imágenes que se analizaron fueron tomadas a 100x. Los pasos para que el software hiciera la medición del área de partícula y la fracción de área son los siguientes:

- 1.- La imagen a analizar debe estar en escala de grises.
- 2.- Seleccionar el área a analizar, ver Figura 1A.
- 3.- Dar la escala.
- 4.- Convertir la imagen a dos únicos colores con la herramienta balance de color, ver Figura 2A.
- 5.- Con la herramienta threshold seleccionar el área a analizar, ver Figura 3A.
- 6.- Se ejecuta el analizador de partículas.

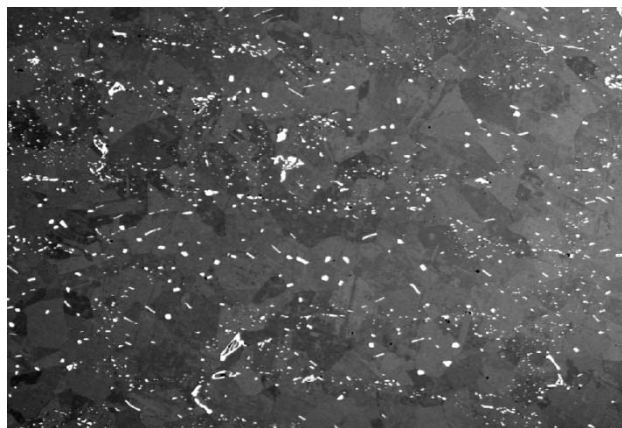


Figura 1A.- Selección de área a analizar en muestra A2.

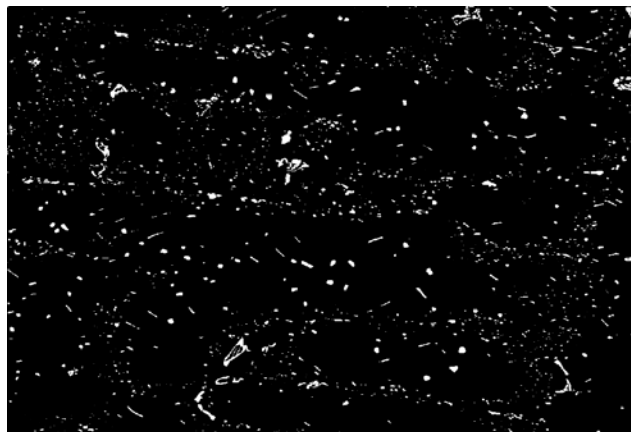


Figura 2A.- Imagen en 2 colores muestra A2.

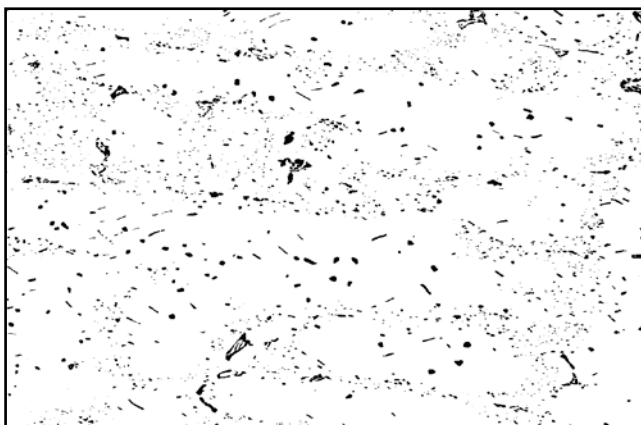


Figura 3A.- Selección de área a analizar en muestra A2.

Se realizaron mediciones en las 18 imágenes que fueron tomadas en MEB a 100x para obtener la medición de cada partícula y la fracción de área de la imagen analizada. Cabe mencionar, que este análisis nos da una aproximación al tamaño promedio y al número de partículas reales.

En la TABLA 1A se muestran un conteo de partículas por rango de área. Se analizaron dos imágenes de cada muestra analizada en MEB, a excepción de las muestras B5 y D1 donde solo se conto con una imagen.

La medición de estas partículas se encuentra resumida en las TABLAS 2A-19A, para cada imagen de MEB a 100x analizada.

TABLA 1A.- Conteo de partículas de las muestras analizadas en MEB en base a su área

Rango de área de partícula en μm^2	Frecuencias de partículas por muestra																	
	Base-a	Base-b	A2-a	A2-b	A3-a	A3-b	B1-a	B1-b	B4-a	B4-b	B5	C1-a	C1-b	C2-a	C2-b	D1-a	D1-b	D2
0 - 5	2816	1974	1061	984	1195	1076	1044	1125	468	660	497	1340	815	1009	1129	698	571	958
5.01 - 10	757	539	406	292	397	419	404	445	112	153	173	450	323	296	327	221	155	222
10.01 - 15	297	248	219	148	193	231	282	214	51	80	102	211	177	157	159	138	107	109
15.01 - 20	130	142	110	86	129	133	178	142	47	59	71	109	119	83	113	78	71	82
20.01 - 25	73	102	85	67	67	98	96	84	36	56	58	86	80	54	74	71	61	64
25.01 - 50	113	175	231	148	201	206	202	203	110	134	168	150	134	154	175	144	152	128
50.01 - 75	30	42	74	52	53	55	51	43	65	77	76	30	47	49	37	57	69	65
75.01 - 100	10	12	30	33	24	13	15	13	36	31	25	13	8	16	21	36	27	29
100.01 - 200	11	8	36	39	23	15	22	14	35	32	32	14	15	14	13	23	21	25
200.01 - 300	4	1	9	8	6	2	3	2	8	5	4	3	2	3	4	4	4	4
300.01 - 400	0	1	4	1	1	0	1	1	3	1	1	1	1	1	0	0	2	2
400.01 - 500	0	0	1	0	0	0	0	0	1	0	1	0	0	1	1	0	0	2
500.01 - 600	0	0	0	0	0	0	0	0	1	1	1	0	0	0	2	0	0	0
600.01 - 700	0	0	1	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0
Total partículas	4241	3244	2267	1859	2289	2248	2298	2286	973	1289	1209	2407	1721	1837	2056	1470	1240	1690

Tabla 2A.- Medición de partículas en muestra base-a									
Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2
1	39	9	17	17	1	25	1	33	4
2	1	10	8	18	5	26	3	34	2
3	9	11	3	19	2	27	1	35	7
4	1	12	1	20	3	28	7	36	1
5	5	13	5	21	2	29	16	37	2
6	12	14	2	22	9	30	24	38	3
7	1	15	18	23	6	31	2	39	1
8	1	16	2	24	3	32	5	40	6
....
4202	3	4210	5	4218	5	4226	1	4234	2
4203	5	4211	4	4219	6	4227	3	4235	5
4204	11	4212	2	4220	3	4228	3	4236	1
4205	4	4213	3	4221	2	4229	2	4237	1
4206	2	4214	13	4222	3	4230	5	4238	3
4207	4	4215	4	4223	1	4231	1	4239	3
4208	6	4216	6	4224	3	4232	17	4240	1
4209	11	4217	8	4225	2	4233	5	4241	2

Tabla 3A.- Medición de partículas en muestra base-b									
Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2
1	6	9	5	17	8	25	11	33	1
2	10	10	2	18	1	26	2	34	1
3	3	11	27	19	5	27	35	35	4
4	31	12	1	20	10	28	6	36	47
5	4	13	2	21	5	29	3	37	3
6	49	14	17	22	2	30	15	38	2
7	3	15	4	23	4	31	2	39	4
8	27	16	6	24	2	32	2	40	13
....
3205	60	3213	4	3221	2	3229	5	3237	2
3206	1	3214	9	3222	1	3230	23	3238	3
3207	1	3215	3	3223	12	3231	9	3239	4
3208	1	3216	3	3224	2	3232	4	3240	4
3209	2	3217	3	3225	7	3233	7	3241	1
3210	1	3218	4	3226	2	3234	17	3242	4
3211	3	3219	6	3227	8	3235	15	3243	1
3212	2	3220	7	3228	3	3236	7	3244	3

Tabla 4A.- Medición de partículas en muestra A2-a									
Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2
1	33	9	21	17	5	25	6	33	2
2	31	10	15	18	1	26	6	34	1
3	1	11	15	19	1	27	10	35	4
4	1	12	8	20	5	28	6	36	3
5	28	13	41	21	4	29	14	37	2
6	3	14	2	22	25	30	9	38	31
7	2	15	2	23	10	31	4	39	3
8	26	16	1	24	3	32	3	40	3
....
2228	10	2236	10	2244	25	2252	4	2260	1
2229	23	2237	2	2245	14	2253	1	2261	52
2230	3	2238	1	2246	4	2254	7	2262	33
2231	4	2239	93	2247	2	2255	25	2263	10
2232	108	2240	15	2248	10	2256	31	2264	14
2233	3	2241	25	2249	5	2257	3	2265	11
2234	1	2242	3	2250	16	2258	6	2266	25
2235	28	2243	5	2251	6	2259	15	2267	7

Tabla 5A.- Medición de partículas en muestra A2-b									
Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2
1	2	9	11	17	1	25	1	33	1
2	3	10	1	18	1	26	1	34	1
3	1	11	11	19	7	27	20	35	1
4	2	12	6	20	14	28	9	36	1
5	4	13	1	21	2	29	2	37	1
6	25	14	1	22	3	30	2	38	1
7	3	15	2	23	7	31	1	39	37
8	6	16	13	24	4	32	20	40	4
....
1820	20	1828	2	1836	64	1844	9	1852	40
1821	1	1829	35	1837	43	1845	2	1853	1
1822	2	1830	8	1838	1	1846	1	1854	32
1823	10	1831	6	1839	57	1847	41	1855	2
1824	7	1832	1	1840	5	1848	1	1856	57
1825	3	1833	46	1841	7	1849	1	1857	96
1826	7	1834	1	1842	1	1850	4	1858	62
1827	30	1835	1	1843	3	1851	1	1859	8

Tabla 6A.- Medición de partículas en muestra A3-a									
Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2
1	12	9	38	17	3	25	29	33	7
2	4	10	5	18	6	26	3	34	2
3	7	11	2	19	16	27	36	35	1
4	1	12	2	20	5	28	7	36	2
5	8	13	10	21	8	29	29	37	3
6	152	14	3	22	19	30	15	38	1
7	5	15	6	23	13	31	8	39	34
8	5	16	4	24	9	32	6	40	10
....
2250	24	2258	29	2266	1	2274	2	2282	12
2251	5	2259	63	2267	2	2275	26	2283	32
2252	7	2260	9	2268	16	2276	6	2284	4
2253	2	2261	118	2269	12	2277	11	2285	1
2254	1	2262	37	2270	1	2278	32	2286	2
2255	35	2263	12	2271	6	2279	3	2287	14
2256	69	2264	1	2272	2	2280	2	2288	2
2257	3	2265	5	2273	22	2281	2	2289	4

Tabla 7A.- Medición de partículas en muestra A3-b									
Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2
1	2	9	12	17	1	25	29	33	11
2	5	10	1	18	2	26	3	34	2
3	14	11	3	19	36	27	5	35	1
4	38	12	11	20	8	28	1	36	36
5	1	13	2	21	21	29	34	37	29
6	1	14	18	22	7	30	30	38	24
7	45	15	5	23	45	31	25	39	9
8	3	16	19	24	62	32	22	40	15
....
2209	12	2217	7	2225	12	2233	2	2241	1
2210	2	2218	53	2226	113	2234	1	2242	3
2211	8	2219	11	2227	3	2235	2	2243	4
2212	4	2220	8	2228	1	2236	18	2244	5
2213	8	2221	2	2229	47	2237	38	2245	17
2214	38	2222	8	2230	38	2238	15	2246	3
2215	7	2223	15	2231	10	2239	9	2247	2
2216	2	2224	3	2232	10	2240	39	2248	3

Tabla 8A.- Medición de partículas en muestra B1-a									
Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2
1	200	9	5	17	9	25	10	33	12
2	19	10	2	18	5	26	6	34	2
3	17	11	11	19	46	27	3	35	15
4	1	12	1	20	85	28	13	36	1
5	3	13	1	21	31	29	5	37	1
6	3	14	2	22	2	30	23	38	22
7	5	15	25	23	2	31	12	39	9
8	123	16	12	24	3	32	14	40	3
....
2259	1	2267	7	2275	7	2283	6	2291	6
2260	6	2268	1	2276	12	2284	27	2292	3
2261	20	2269	6	2277	10	2285	20	2293	2
2262	7	2270	1	2278	20	2286	5	2294	1
2263	75	2271	9	2279	42	2287	1	2295	2
2264	3	2272	8	2280	5	2288	28	2296	36
2265	5	2273	9	2281	63	2289	47	2297	11
2266	4	2274	1	2282	1	2290	7	2298	2

Tabla 9A.- Medición de partículas en muestra B1-b									
Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2
1	3	9	8	17	13	25	43	33	12
2	6	10	9	18	6	26	8	34	1
3	2	11	2	19	10	27	5	35	2
4	7	12	18	20	7	28	9	36	3
5	21	13	16	21	4	29	41	37	7
6	4	14	5	22	17	30	6	38	2
7	9	15	68	23	4	31	3	39	3
8	4	16	9	24	9	32	11	40	8
....
2247	23	2255	2	2263	7	2271	14	2279	22
2248	23	2256	2	2264	3	2272	7	2280	1
2249	1	2257	5	2265	4	2273	20	2281	2
2250	2	2258	5	2266	1	2274	68	2282	2
2251	16	2259	1	2267	9	2275	3	2283	19
2252	40	2260	1	2268	72	2276	2	2284	1
2253	12	2261	6	2269	42	2277	4	2285	2
2254	23	2262	6	2270	6	2278	2	2286	4

Tabla 10A.- Medición de partículas en muestra B4-a									
Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2
1	23	9	11	17	4	25	2	33	64
2	8	10	2	18	34	26	11	34	45
3	59	11	12	19	9	27	2	35	52
4	1	12	1	20	6	28	1	36	18
5	42	13	10	21	2	29	2	37	4
6	145	14	57	22	19	30	24	38	69
7	15	15	61	23	40	31	3	39	114
8	1	16	26	24	2	32	13	40	1
....
934	3	942	7	950	15	958	41	966	1
935	1	943	5	951	1	959	7	967	75
936	5	944	71	952	5	960	1	968	28
937	1	945	34	953	19	961	1	969	1
938	4	946	10	954	1	962	5	970	16
939	43	947	5	955	1	963	1	971	2
940	18	948	20	956	5	964	2	972	3
941	6	949	119	957	2	965	1	973	2

Tabla 11A.- Medición de partículas en muestra B4-b									
Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2
1	10	9	7	17	31	25	1	33	1
2	1	10	1	18	6	26	2	34	2
3	43	11	8	19	3	27	3	35	2
4	62	12	1	20	1	28	2	36	2
5	1	13	28	21	5	29	1	37	73
6	10	14	2	22	18	30	3	38	1
7	32	15	6	23	1	31	4	39	1
8	1	16	2	24	2	32	51	40	9
....
1250	23	1258	1	1266	1	1274	8	1282	3
1251	20	1259	16	1267	4	1275	25	1283	55
1252	2	1260	2	1268	8	1276	14	1284	37
1253	55	1261	11	1269	1	1277	11	1285	5
1254	1	1262	24	1270	7	1278	12	1286	7
1255	19	1263	5	1271	8	1279	18	1287	5
1256	100	1264	8	1272	3	1280	2	1288	3
1257	25	1265	4	1273	75	1281	6	1289	2

Tabla 12A.- Medición de partículas en muestra B5									
Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2
1	3	9	4	17	186	25	21	33	9
2	4	10	6	18	2	26	3	34	2
3	35	11	14	19	2	27	53	35	16
4	2	12	13	20	19	28	2	36	16
5	18	13	1	21	3	29	40	37	2
6	46	14	54	22	75	30	7	38	3
7	1	15	6	23	57	31	52	39	23
8	1	16	20	24	29	32	20	40	4
1170	1	1178	179	1186	10	1194	8	1202	2
1171	12	1179	3	1187	2	1195	1	1203	15
1172	39	1180	1	1188	40	1196	10	1204	12
1173	5	1181	1	1189	28	1197	3	1205	5
1174	92	1182	14	1190	34	1198	25	1206	3
1175	1	1183	22	1191	9	1199	2	1207	86
1176	4	1184	8	1192	1	1200	25	1208	5
1177	1	1185	129	1193	4	1201	11	1209	1

Tabla 13A.- Medición de partículas en muestra C1-a									
Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2
1	2	9	14	17	3	25	9	33	7
2	2	10	12	18	29	26	6	34	15
3	1	11	2	19	5	27	31	35	2
4	2	12	5	20	5	28	1	36	2
5	1	13	206	21	2	29	35	37	2
6	3	14	4	22	21	30	13	38	10
7	48	15	103	23	3	31	2	39	7
8	3	16	49	24	6	32	44	40	5
....
2368	3	2376	29	2384	23	2392	1	2400	16
2369	14	2377	3	2385	1	2393	2	2401	33
2370	8	2378	2	2386	2	2394	7	2402	2
2371	11	2379	20	2387	1	2395	1	2403	11
2372	30	2380	2	2388	22	2396	4	2404	3
2373	1	2381	3	2389	1	2397	3	2405	8
2374	5	2382	5	2390	11	2398	3	2406	4
2375	5	2383	1	2391	12	2399	6	2407	2

Tabla 14A.- Medición de partículas en muestra C1-b									
Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2
1	20	9	102	17	2	25	33	33	4
2	52	10	30	18	5	26	2	34	1
3	10	11	13	19	12	27	8	35	21
4	15	12	29	20	42	28	7	36	1
5	45	13	29	21	11	29	2	37	3
6	5	14	5	22	5	30	11	38	2
7	7	15	1	23	9	31	1	39	3
8	33	16	2	24	13	32	2	40	36
....
1682	16	1690	3	1698	5	1706	16	1714	5
1683	3	1691	1	1699	22	1707	1	1715	6
1684	1	1692	23	1700	6	1708	2	1716	3
1685	4	1693	64	1701	8	1709	6	1717	14
1686	21	1694	6	1702	1	1710	18	1718	1
1687	1	1695	4	1703	20	1711	1	1719	1
1688	4	1696	3	1704	8	1712	3	1720	1
1689	1	1697	6	1705	4	1713	23	1721	2

Tabla 15A.- Medición de partículas en muestra C2-a									
Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2
1	5	9	23	17	5	25	7	33	35
2	23	10	48	18	7	26	27	34	10
3	1	11	1	19	19	27	1	35	2
4	1	12	6	20	25	28	5	36	9
5	3	13	2	21	84	29	1	37	5
6	4	14	7	22	14	30	1	38	83
7	11	15	4	23	17	31	3	39	19
8	1	16	4	24	7	32	12	40	10
....
1798	3	1806	3	1814	1	1822	1	1830	7
1799	6	1807	1	1815	15	1823	2	1831	6
1800	7	1808	1	1816	5	1824	4	1832	1
1801	6	1809	2	1817	3	1825	1	1833	2
1802	20	1810	13	1818	14	1826	8	1834	1
1803	12	1811	16	1819	5	1827	2	1835	4
1804	18	1812	10	1820	20	1828	1	1836	4
1805	15	1813	18	1821	9	1829	1	1837	3

Tabla 16A.- Medición de partículas en muestra C2-b									
Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2
1	25	9	7	17	16	25	97	33	8
2	32	10	1	18	2	26	2	34	15
3	1	11	20	19	8	27	1	35	1
4	2	12	5	20	5	28	48	36	2
5	44	13	15	21	3	29	3	37	2
6	3	14	1	22	1	30	1	38	14
7	3	15	2	23	12	31	17	39	1
8	4	16	1	24	5	32	2	40	1
....
2017	1	2025	11	2033	5	2041	18	2049	4
2018	6	2026	1	2034	1	2042	5	2050	12
2019	36	2027	11	2035	39	2043	1	2051	2
2020	4	2028	16	2036	2	2044	50	2052	18
2021	14	2029	1	2037	15	2045	14	2053	1
2022	71	2030	18	2038	6	2046	8	2054	1
2023	26	2031	10	2039	29	2047	2	2055	3
2024	35	2032	11	2040	7	2048	17	2056	4

Tabla 17A.- Medición de partículas en muestra D1-a									
Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2
1	19	9	8	17	7	25	1	33	15
2	25	10	28	18	20	26	21	34	1
3	1	11	1	19	28	27	1	35	2
4	13	12	18	20	73	28	2	36	32
5	4	13	13	21	1	29	1	37	8
6	1	14	1	22	1	30	3	38	3
7	33	15	16	23	16	31	7	39	69
8	42	16	15	24	6	32	1	40	1
....
1431	4	1439	2	1447	15	1455	2	1463	1
1432	3	1440	8	1448	2	1456	17	1464	1
1433	8	1441	4	1449	33	1457	33	1465	35
1434	10	1442	2	1450	3	1458	48	1466	29
1435	16	1443	30	1451	20	1459	76	1467	14
1436	7	1444	2	1452	128	1460	85	1468	14
1437	7	1445	19	1453	21	1461	2	1469	2
1438	117	1446	16	1454	11	1462	1	1470	7

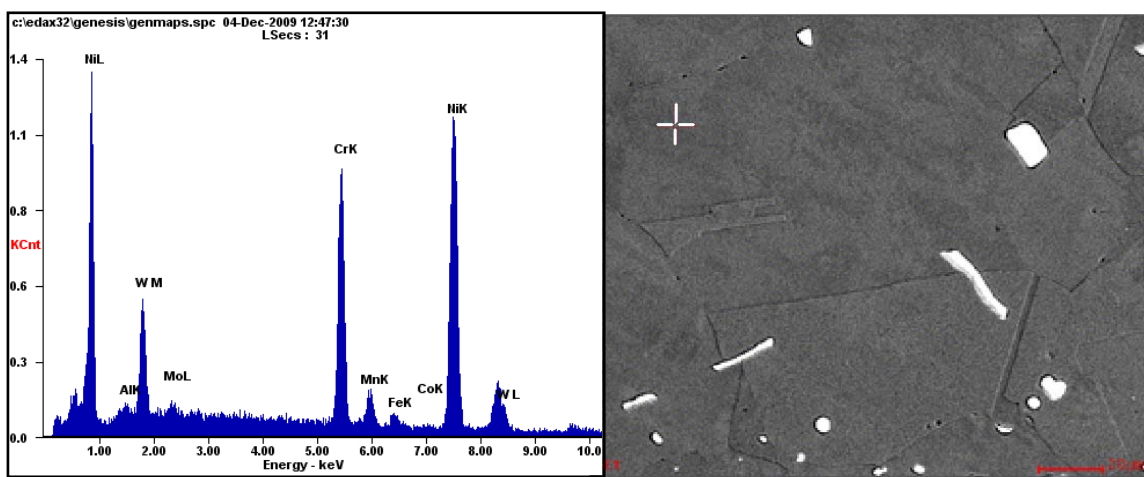
Tabla 18A.- Medición de partículas en muestra D1-b									
Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2
1	54	9	52	17	8	25	9	33	11
2	7	10	7	18	30	26	24	34	1
3	38	11	1	19	5	27	4	35	27
4	6	12	82	20	16	28	23	36	18
5	17	13	5	21	14	29	2	37	23
6	24	14	16	22	21	30	1	38	5
7	56	15	2	23	13	31	19	39	3
8	2	16	11	24	29	32	10	40	36
....
1201	7	1209	1	1217	35	1225	30	1233	5
1202	11	1210	61	1218	3	1226	56	1234	1
1203	30	1211	21	1219	8	1227	3	1235	1
1204	11	1212	140	1220	8	1228	1	1236	3
1205	23	1213	9	1221	3	1229	16	1237	24
1206	4	1214	1	1222	23	1230	1	1238	13
1207	30	1215	69	1223	29	1231	4	1239	3
1208	3	1216	46	1224	3	1232	14	1240	6

TABLA 19A.- Medición de partículas en muestra D2									
Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2	Partícula	Área μm^2
1	73	9	1	17	2	25	11	33	8
2	29	10	1	18	2	26	2	34	9
3	3	11	3	19	3	27	1	35	7
4	1	12	2	20	7	28	1	36	1
5	5	13	6	21	1	29	1	37	7
6	38	14	7	22	60	30	9	38	7
7	4	15	2	23	3	31	42	39	97
8	3	16	9	24	9	32	40	40	35
....
1651	2	1659	2	1667	17	1675	51	1683	1
1652	22	1660	4	1668	22	1676	98	1684	2
1653	1	1661	9	1669	72	1677	2	1685	5
1654	2	1662	18	1670	1	1678	77	1686	1
1655	6	1663	6	1671	1	1679	3	1687	4
1656	4	1664	72	1672	75	1680	2	1688	4
1657	9	1665	1	1673	1	1681	4	1689	10
1658	1	1666	12	1674	1	1682	1	1690	3

APÉNDICE B

Se realizaron análisis puntuales EDAX en MEB los cuales arrojaron un espectro de elementos, % en peso y % atómico con los cuales se identificaron las fases presentes en las muestras analizadas.

Debido a que gamma γ es la matriz de la aleación, no hubo dificultad alguna para identificarla, ver Figura 1B.



a)

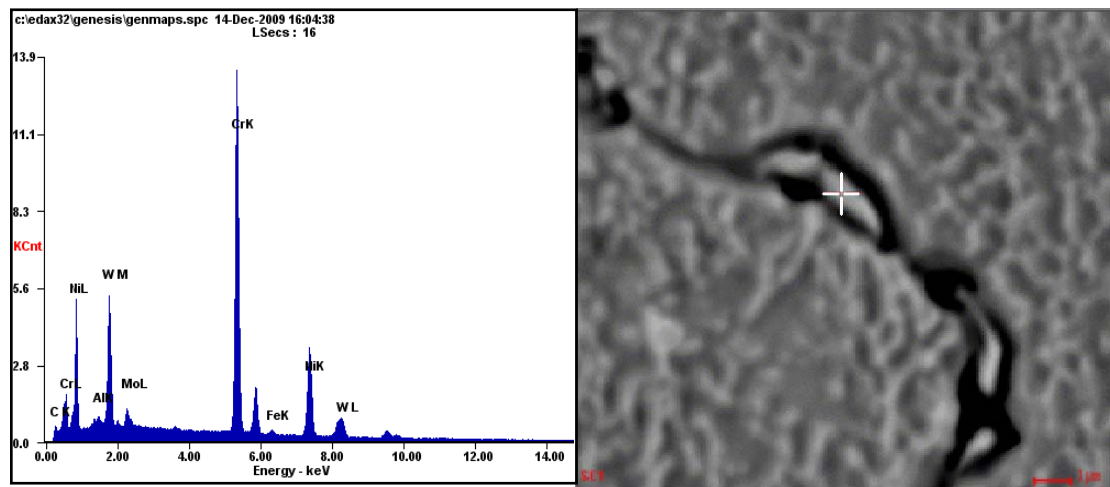
b)

Element	Wt%	At%
AlK	0.88	2.01
MoL	1.71	1.10
CrK	22.15	26.31
MnK	0.64	0.72
FeK	1.60	1.77
CoK	0.51	0.53
NiK	60.36	63.48
WL	12.15	4.08
Matrix	Correction	ZAF

c)

Figura 1B.- a) Espectro de composición de la matriz gamma γ , b) Zona de análisis puntual, c) composición química.

Los carburos $M_{23}C_6$ son formados principalmente por el Cr (que es el elemento M), sin embargo, el níquel puede sustituir al cromo de manera considerable. En las imágenes MEB los elementos más pesados brillarán más que los más ligeros. Es característico de los carburos $M_{23}C_6$ un color gris oscuro, ya que el Cr es más ligero que el W, el cual es el principal componente de los carburos M_6C , además es típico de los carburos $M_{23}C_6$ precipitar en los límites de grano, ver Figura 2B.



a)

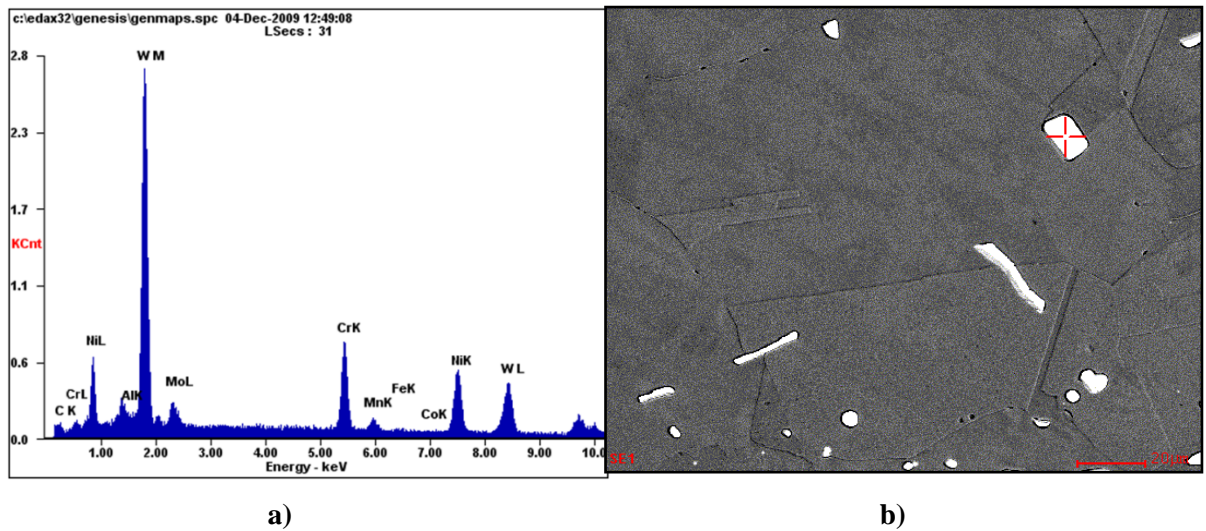
b)

Element	Wt%	At%
CK	4.38	18.81
AlK	0.95	1.82
MoL	3.23	1.74
CrK	51.66	51.21
FeK	0.53	0.49
NiK	24.99	21.94
WL	14.25	3.99
Matrix	Correction	ZAF

c)

Figura 2B.- a) Espectro de composición de los carburos $M_{23}C_6$, b) Zona de análisis puntual, c) composición química.

Los carburos M_6C se forman cuando el W o el Mo toman parte como elemento M, en su mayor parte por W; a diferencia de los carburos $M_{23}C_6$ que tienen una composición más rígida, la composición de los carburos M_6C puede variar ampliamente. En imágenes MEB se presentan en color blanco ya que el W es más pesado que el Cr, además los carburos M_6C , son los más abundantes en la supealeación Haynes 230, coincidiendo esto con las muestras obtenidas, ver Figura 3B.



Element	Wt%	At%
CK	3.31	22.20
AlK	0.66	1.96
MoL	5.37	4.50
CrK	12.86	19.90
MnK	0.41	0.61
FeK	0.56	0.80
CoK	0.35	0.48
NiK	17.23	23.61
WL	59.25	25.93
Matrix	Correction	ZAF

Figura 3B.- a) Espectro de composición de los carburos M_6C , b) Zona de análisis puntual, c) composición química.

APÉNDICE C

Los registros de temperaturas con respecto al tiempo para cada tratamiento térmico se muestran a continuación.

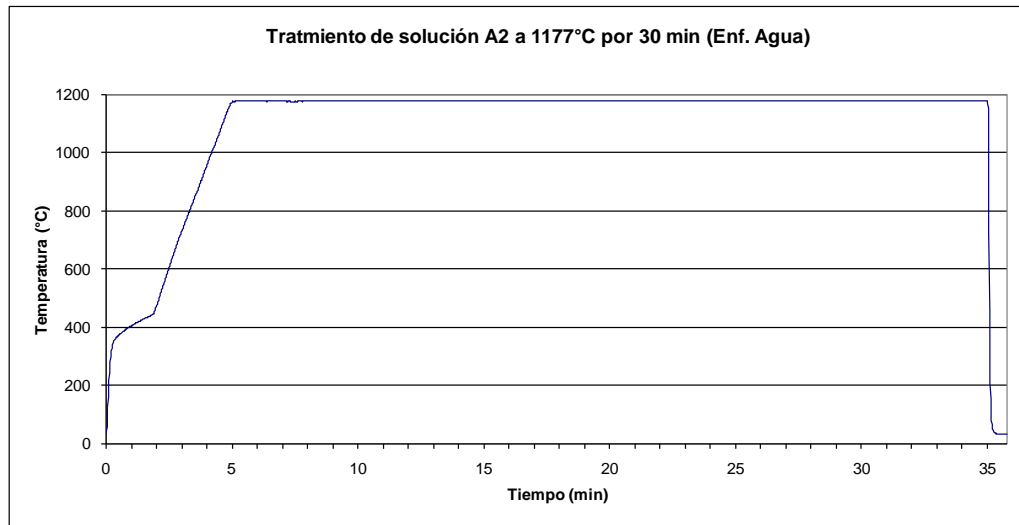


Figura 1C.- Tratamiento térmico de solución en probeta A2.

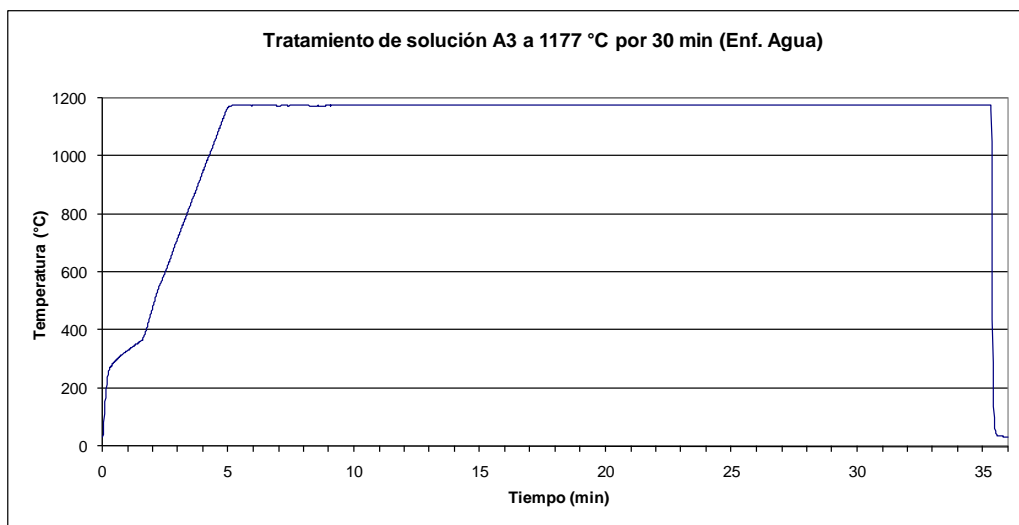


Figura 2C.- Tratamiento térmico de solución en probeta A3.

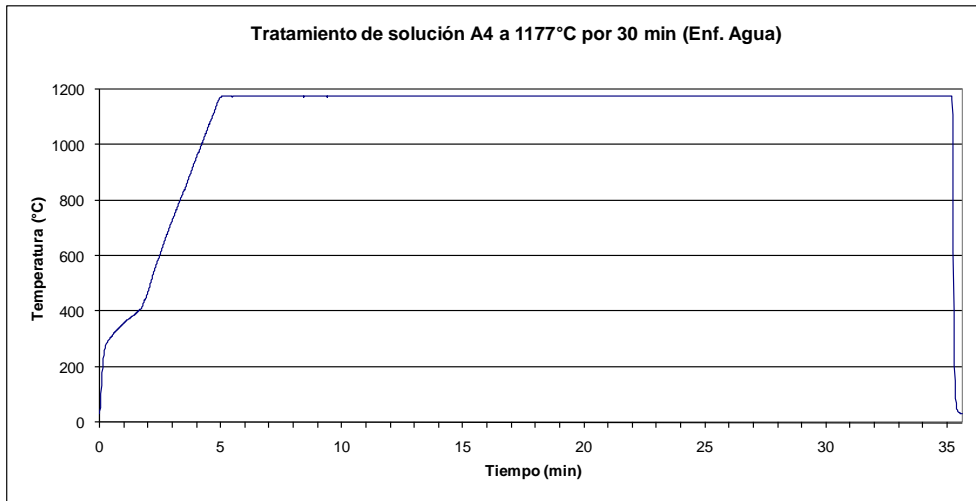


Figura 3C.- Tratamiento térmico de solución en probeta A4.

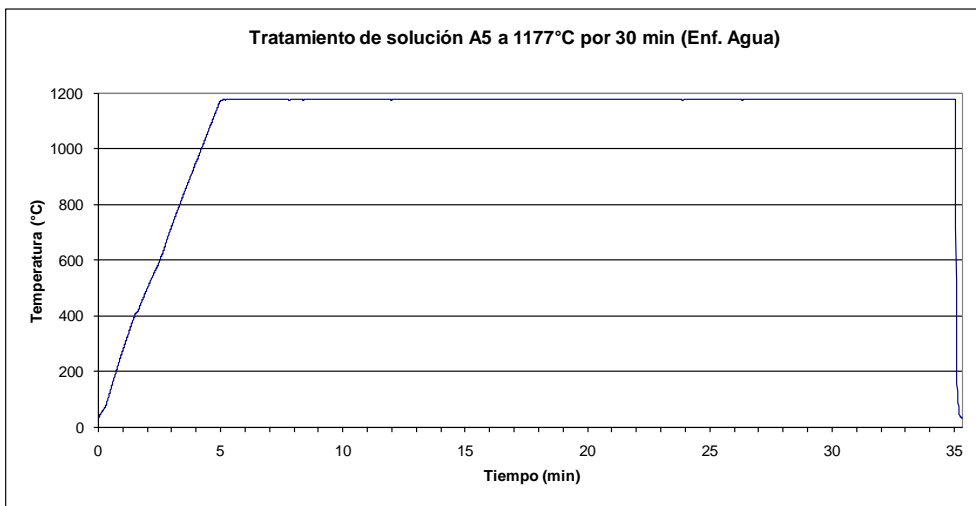


Figura 4C.- Tratamiento térmico de solución en probeta A5.

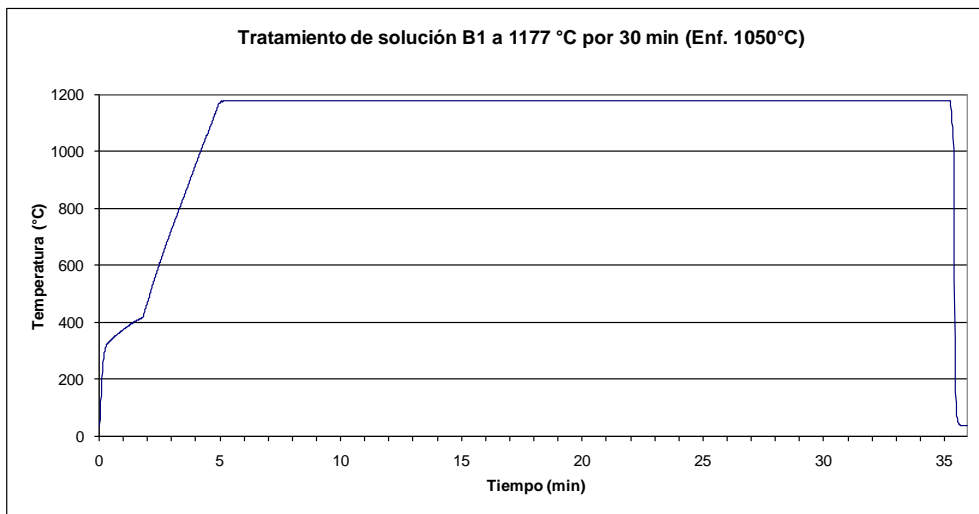


Figura 5C.- Tratamiento térmico de solución en probeta B1.

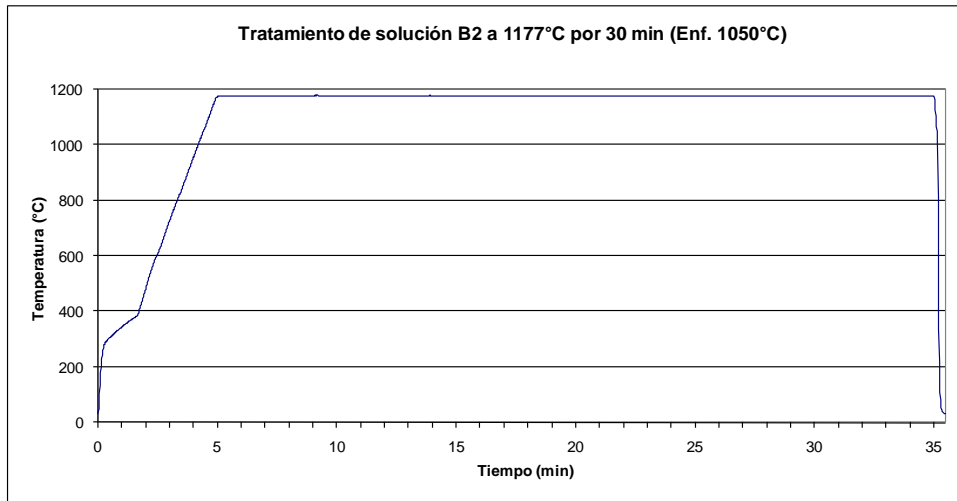


Figura 6C.- Tratamiento térmico de solución en probeta B2.

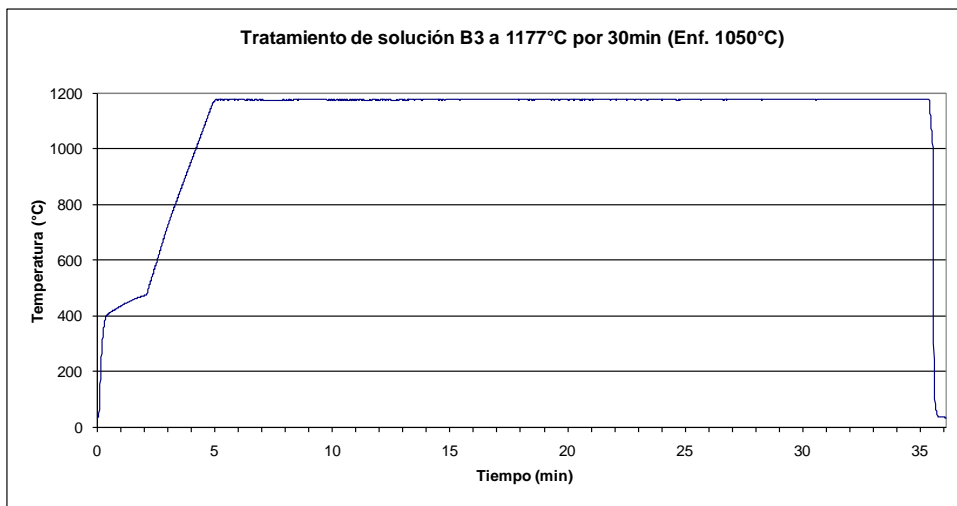


Figura 7C.- Tratamiento térmico de solución en probeta B3.

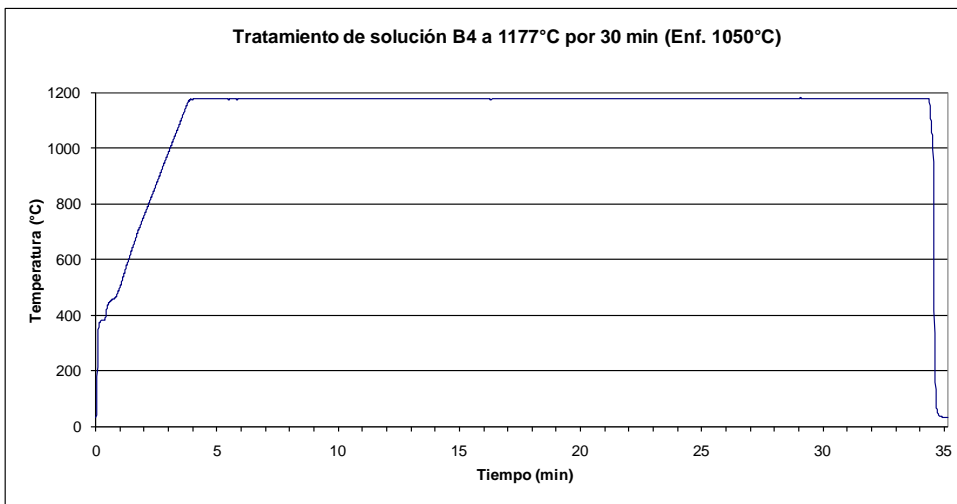


Figura 8C.- Tratamiento térmico de solución en probeta B4.

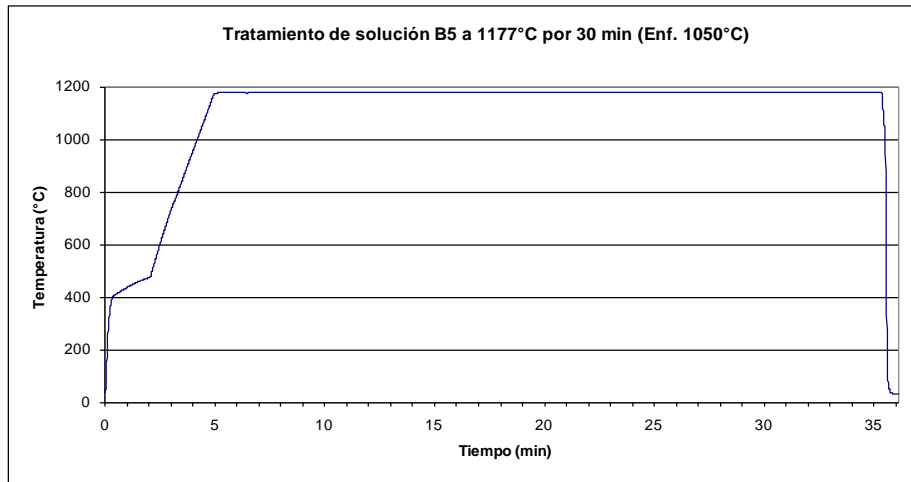


Figura 9C.- Tratamiento térmico de solución en probeta B5.

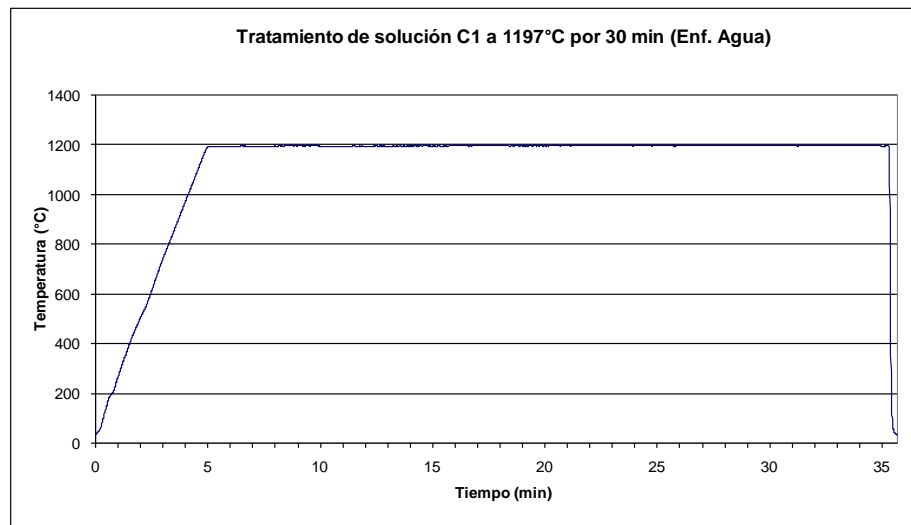


Figura 10C.- Tratamiento térmico de solución en probeta C1.

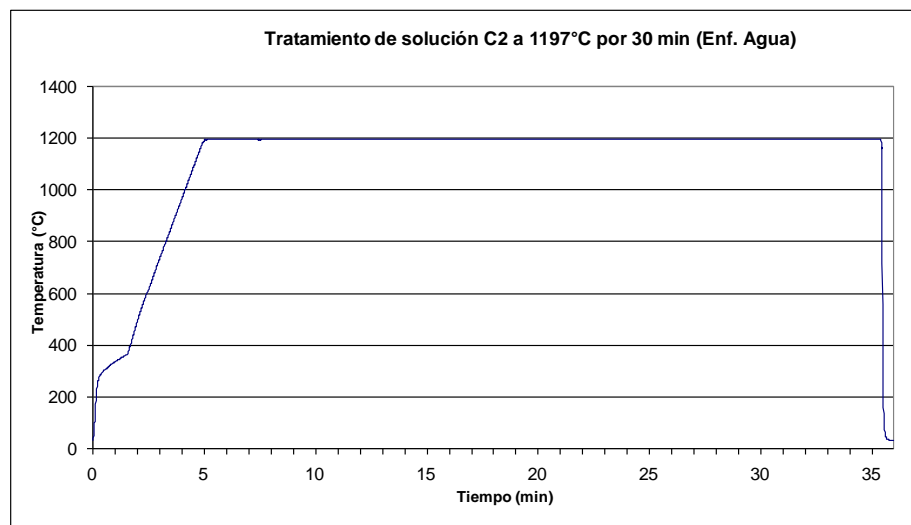


Figura 11C.- Tratamiento térmico de solución en probeta C2.

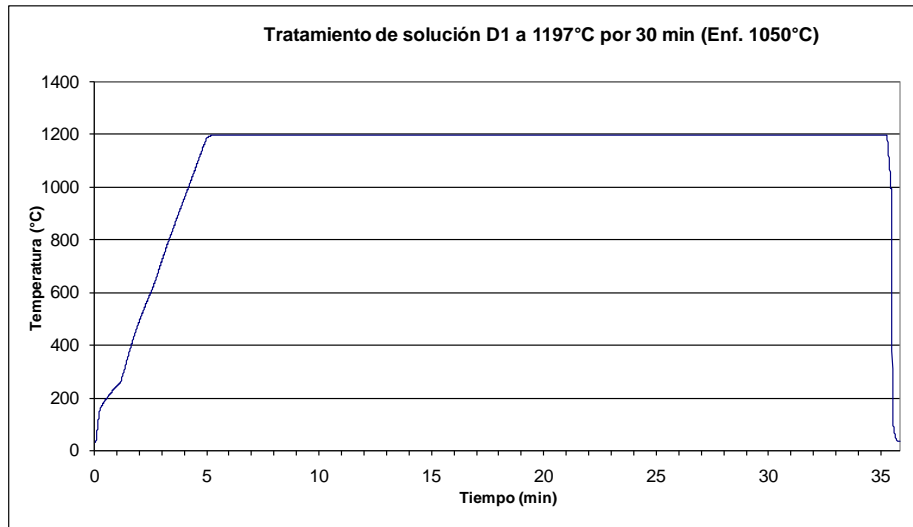


Figura 12C.- Tratamiento térmico de solución en probeta D1.

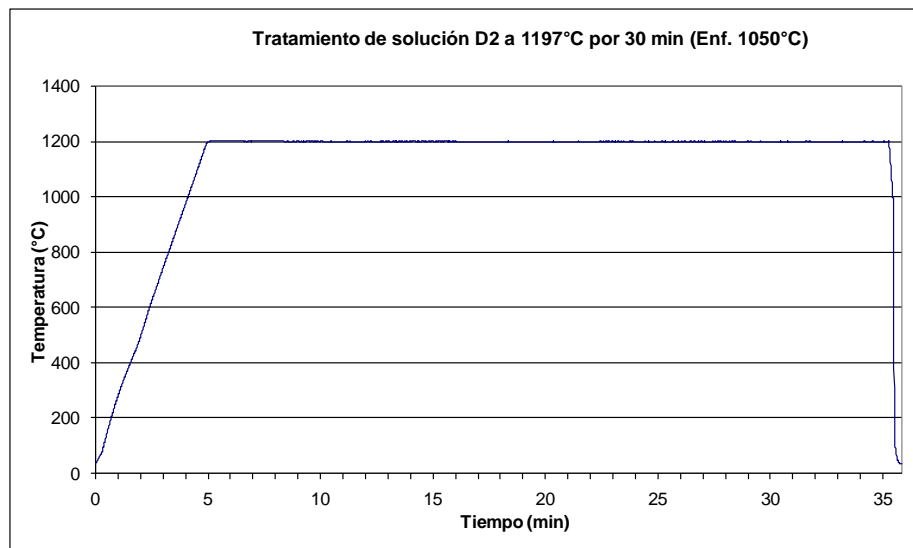


Figura 13C.- Tratamiento térmico de solución en probeta D2.

APÉNDICE D

En esta sección se muestran imágenes en MO a 100x de las muestras que no fueron presentadas en el capítulo 5.

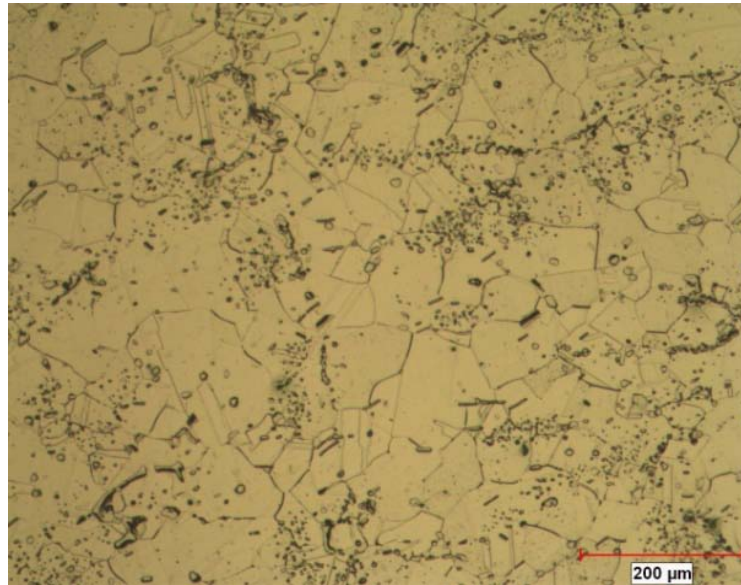


Figura 1D.- Muestra A1 a 100x en MO.

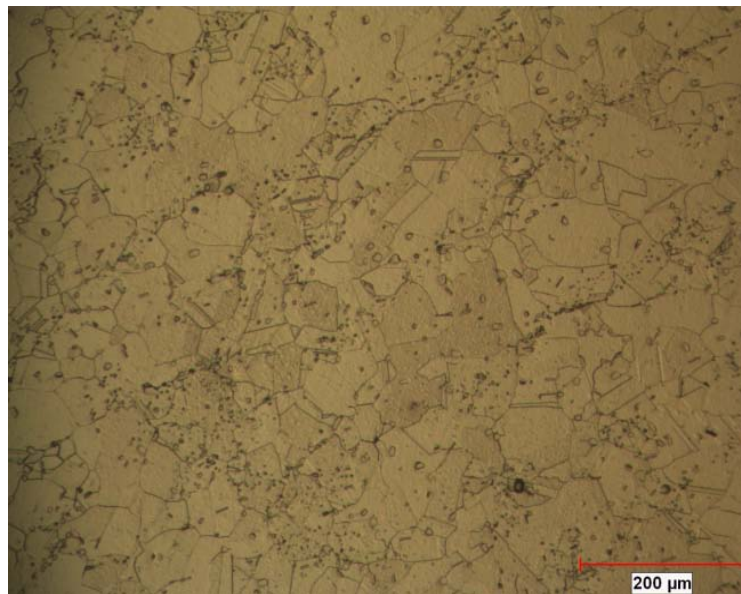


Figura 2D.- Muestra A3 a 100x en MO.

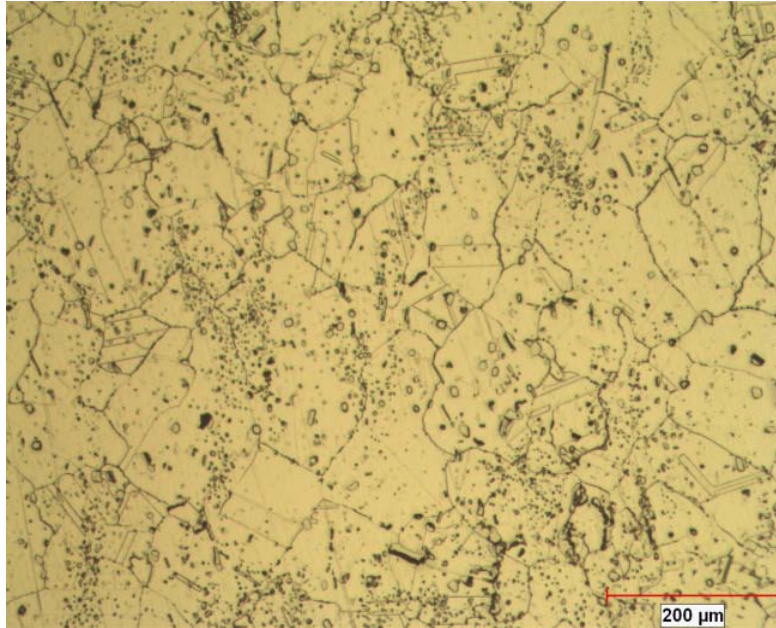


Figura 3D.- Muestra A4 a 100x en MO.

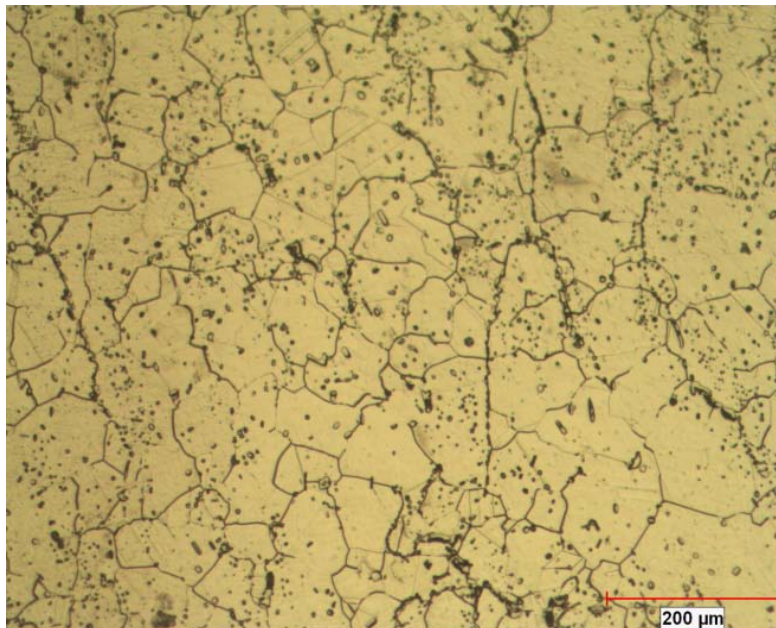


Figura 4D.- Muestra A5 a 100x en MO.

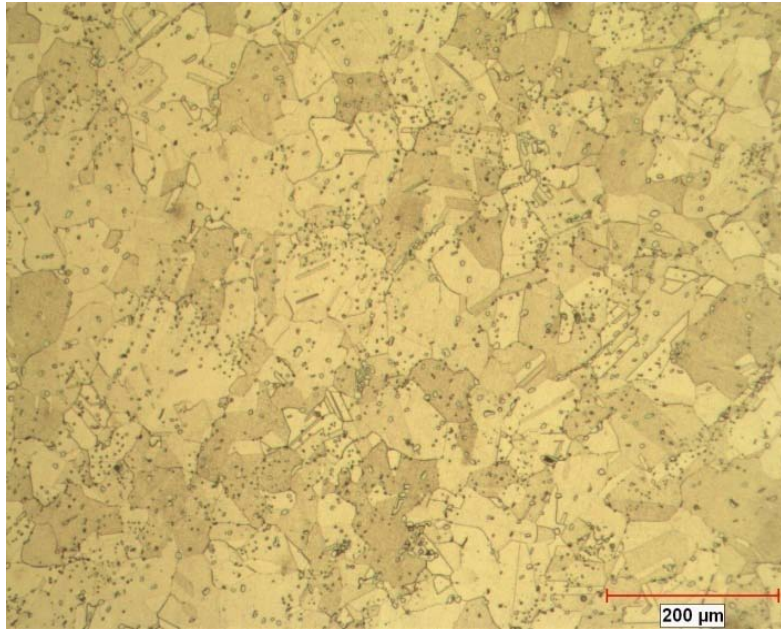


Figura 5D.- Muestra B1 a 100x en MO.

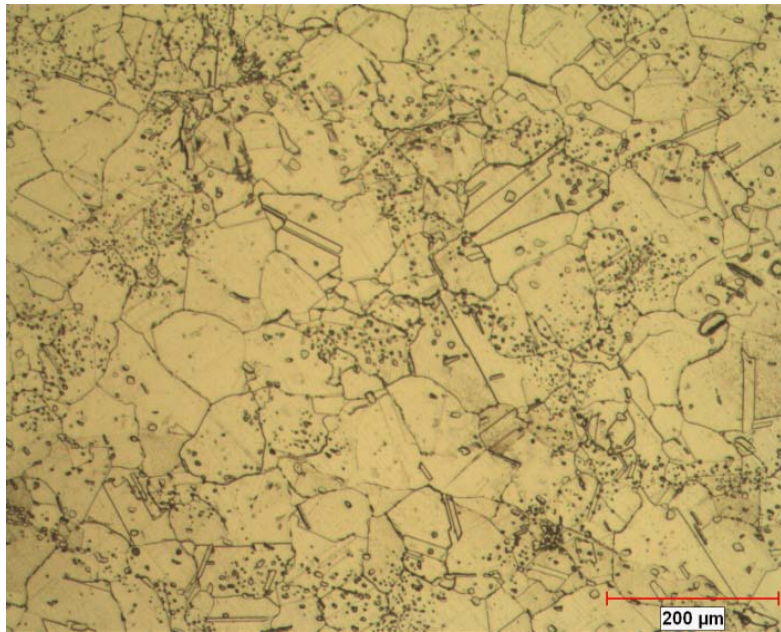


Figura 6D.- Muestra B2 a 100x en MO.

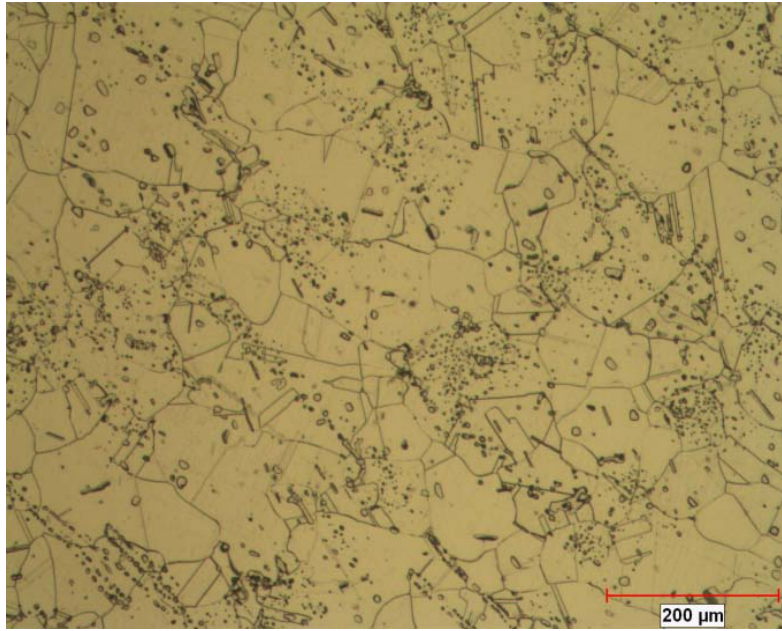


Figura 7D.- Muestra B3 a 100x en MO.

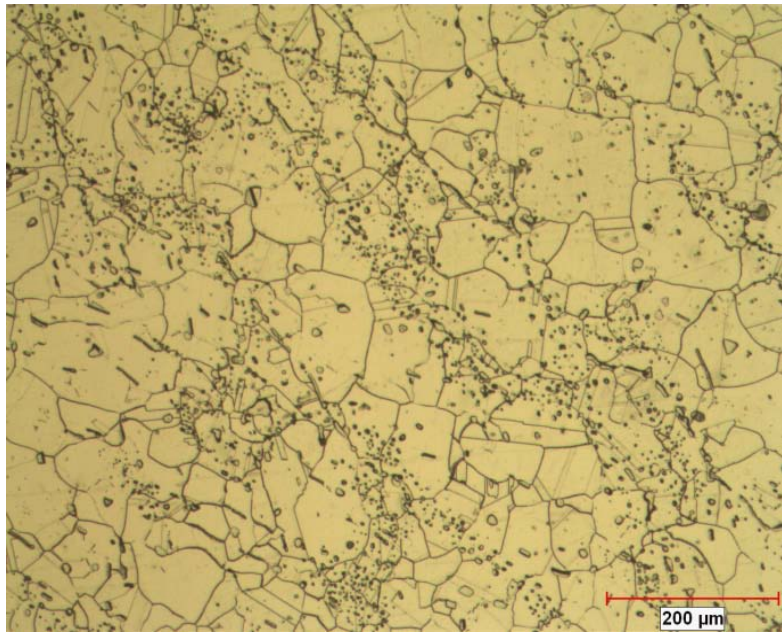


Figura 8D.- Muestra B4 a 100x en MO.

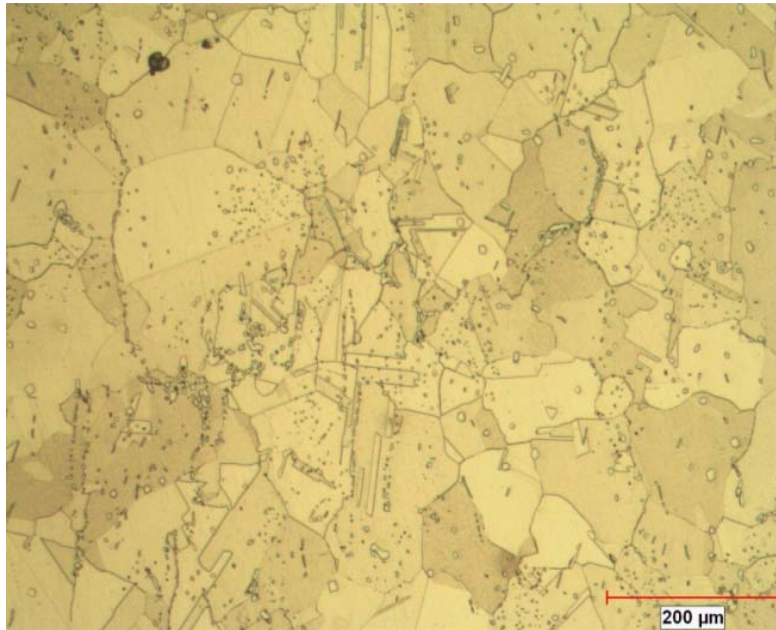


Figura 9D.- Muestra C2 a 100x en MO.

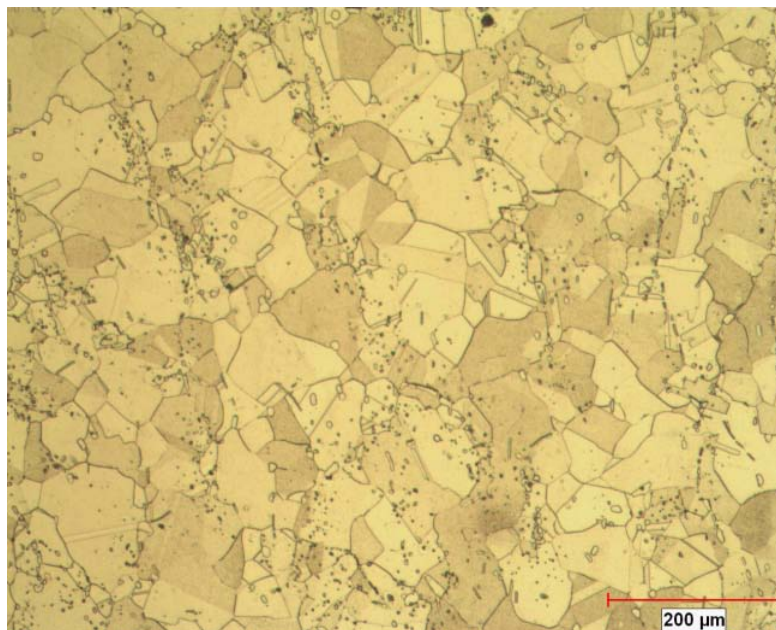


Figura 10D.- Muestra D2 a 100x en MO.

APÉNDICE E

En esta sección se presentan las imágenes en MO a 50 y 100x de las muestras donde se manifestó el crecimiento anormal de grano. Se realizaron mediciones a los granos anormales con el software Image J, calculando el área en μm^2 , después se utilizó la tabla 4 del estándar ASTM E-112, para obtener el tamaño de grano ASTM de los granos anormalmente grandes.

A continuación se describen los pasos realizados para calcular el área de los granos anormalmente grandes:

1. Delimitar el contorno del grano anormalmente grande, Figura 1E.
2. Cambiar la imagen a escala de grises.
3. Con la herramienta de balance de color, se debe dejar visible solamente el contorno antes delineado.
4. Seleccionar el área a analizar con la herramienta threshold, Figura 2E.
5. Ejecutar el analizador de partículas.

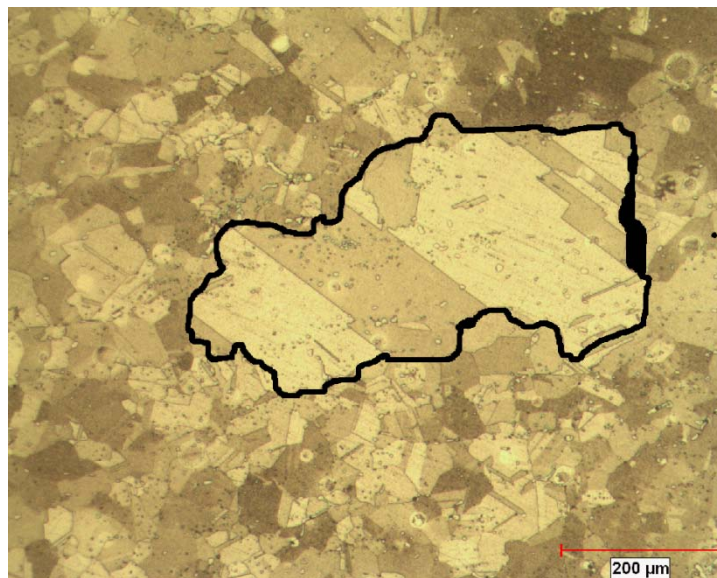


Figura 1E.- Grano anormalmente grande delimitado en muestra C1 a 100x en MO.

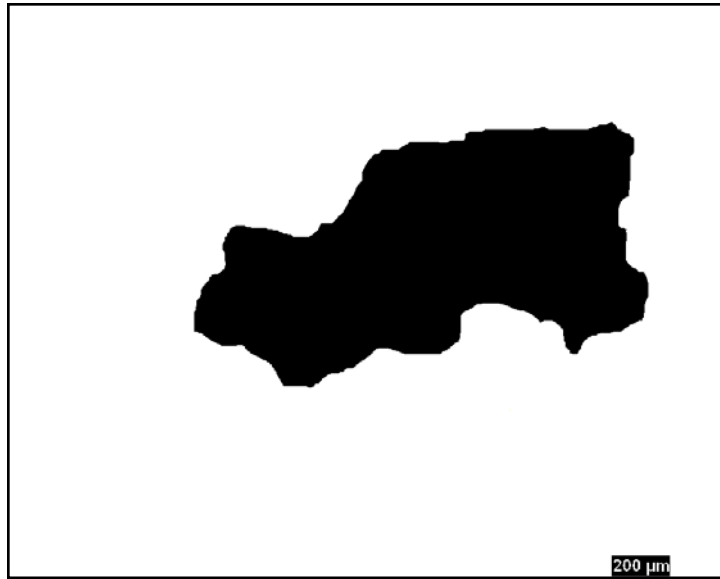


Figura 2E.- Área de grano anormalmente grande a medir en muestra C1 a 100x en MO.

APÉNDICE F

En el análisis de imágenes en MO se encontraron diversas distribuciones de los carburos M_6C , que influyeron de manera evidente en el cambio dinámico de la forma de los granos en el crecimiento de grano.

En la Figura 1F, se aprecia una fina dispersión de carburos que controla el tamaño de grano y a su vez se observan cadenas de carburos globulares los cuales evidentemente formaron una barrera para el crecimiento de grano, puesto que actúan como inhibidores de crecimiento, aunque no se presentara crecimiento anormal de grano.

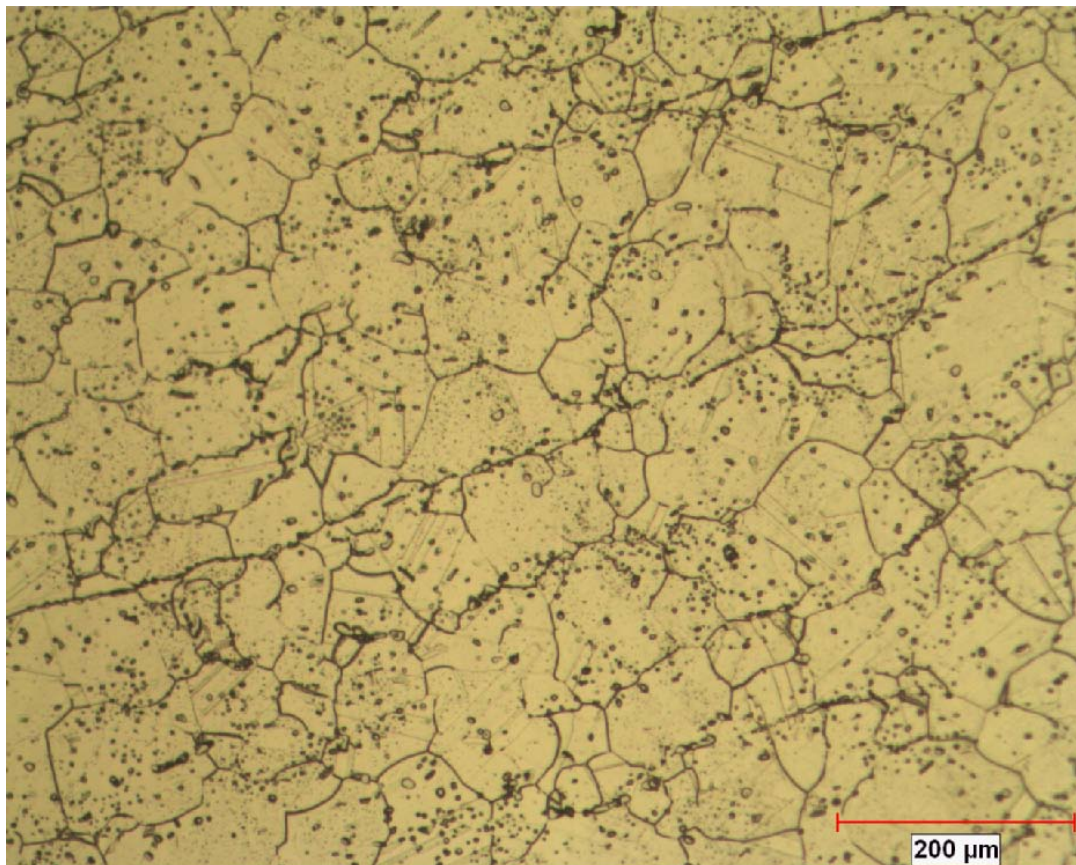


Figura 1F.- Carburos M_6C finamente dispersos y también formando cadenas en muestra

A5.

En contraste, en la Figura 2F, se presenta una distribución heterogénea lo que provoca una desviación estándar mayor del tamaño de granos y en este caso las cadenas de carburos si influyeron para que existiera un crecimiento anormal. Todo esto debido al efecto de inhibición de crecimiento de grano por obstaculización Zener.

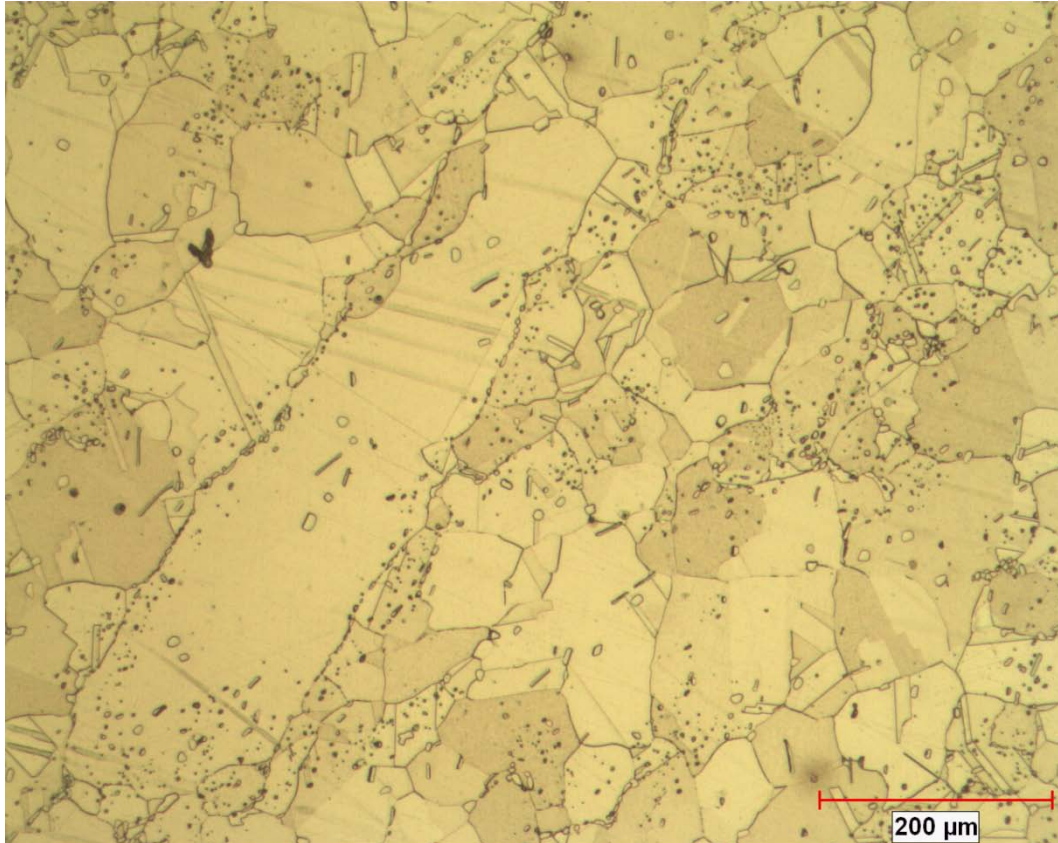


Figura 2F.- Carburos M_6C con distribución heterogénea y también formando cadenas influyendo en el crecimiento de grano en muestra D1.

En la Figura 3F se presentó una dispersión más homogénea, aunque más pobre en carburos y de igual manera presentó cadenas de carburos globulares los cuales obstruyeron el crecimiento de grano debido al efecto Zener, provocando un crecimiento anormal de grano.

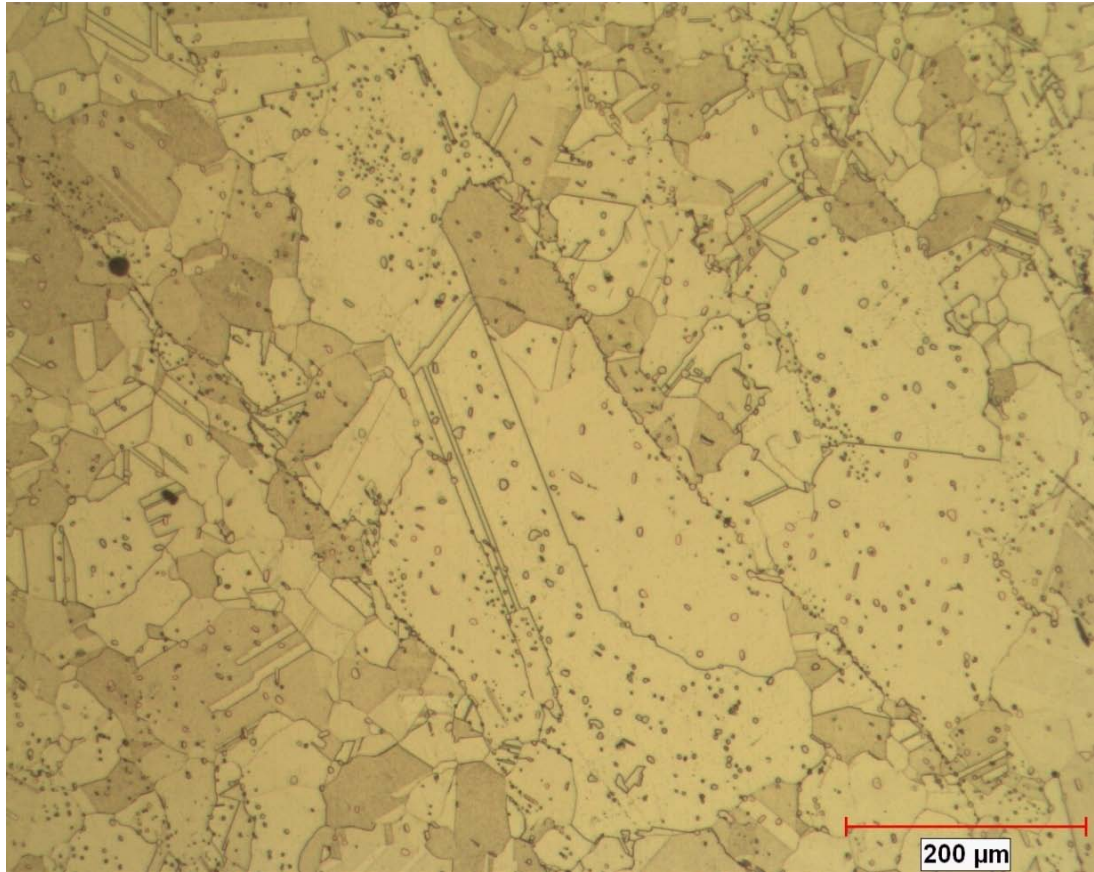


Figura 3F.- Carburos M_6C con distribución homogénea y formando cadenas globulares que influyeron en el crecimiento de grano en muestra C1.

También hay distribuciones que forman bandas de carburos, como se muestra en la Figura 4F, los granos que se encuentran dentro de las bandas de carburos se ven limitados en crecimiento, en los que se encuentran a los lados y entre las bandas se aprecia claramente que tuvieron más libertad para crecer, debido a que las bandas actúan como obstáculos.

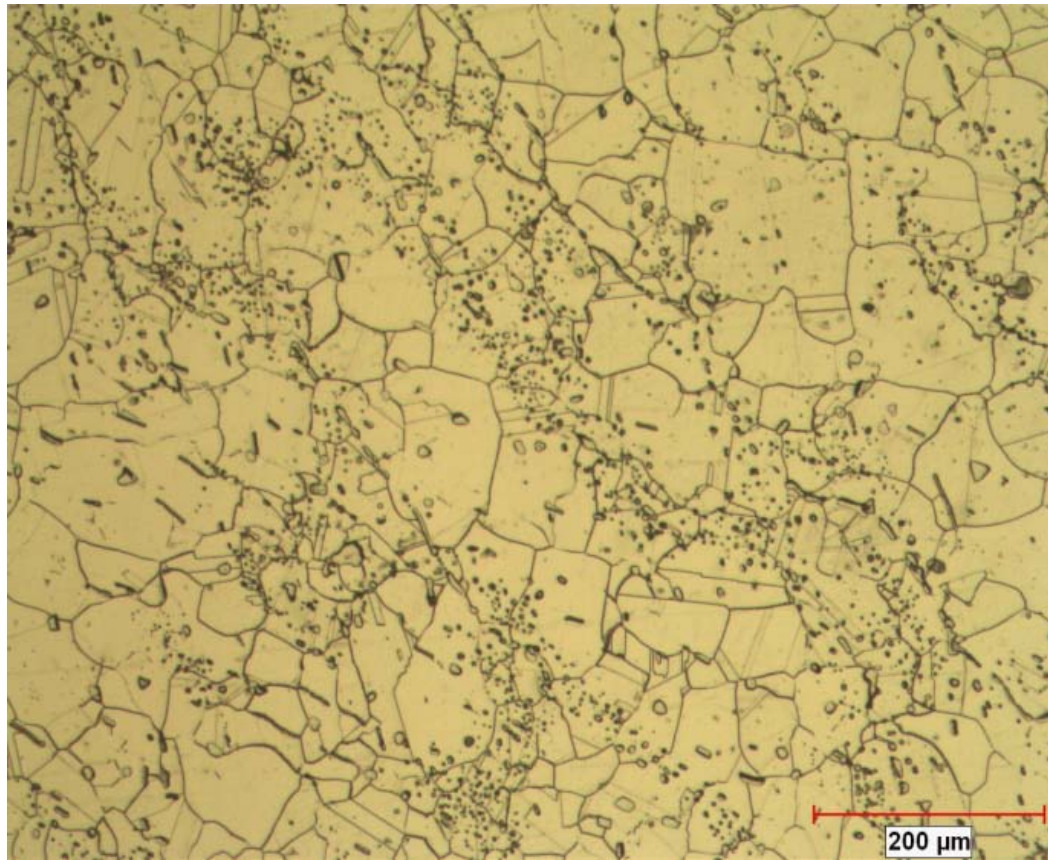


Figura 4F.- Carburos M_6C formando bandas en muestra B4