

Instituto Tecnológico de Costa Rica
Universidad de Costa Rica

Escuela de Ciencia e Ingeniería de los Materiales

Diagnostico preliminar para la preparación de probetas y pruebas de laboratorio en la caracterización de dislocaciones y precipitaciones en la superaleación Nimonic 80A y Ti3Al con diferentes tratamientos térmicos y ensayos por fatiga de alta frecuencia

Elaborado por:

Dr.-Ing. Teodolito Guillén Girón

Ing. Jose Luis Leon Salazar (PhD)

V. 08 de mayo de 2015

Tabla de Contenido

Resumen.....	4
1 Introducción	5
2 Marco Teórico	6
3 Materiales y Metodología	9
3.1 Análisis por medio de Microscopía Electrónica de Transmisión.....	9
3.2 Preparación de probetas TEM en el TEC.....	11
3.2.1 Proceso de corte.....	11
3.2.2 Lijado y pulido previo	12
3.2.3 Preparación de la mascara	13
3.2.4 Ataque electrolítico	13
3.3 Análisis TEM en TEC	15
4 Resultados y Discusión	15
4.1 Análisis manométrico de las probetas TEM.....	15
4.1.1 Nimonic 80A y Ti3Al sin tratamiento ni deformación mecánica.....	16
4.1.2 Nimonic 80A después de varios procesos de envejecimientos	18
4.1.3 Deformación mecánica por medio de fatiga.....	19
4.1.4 Nimonic 80A con envejecimientos y deformación mecánica por medio de fatiga 20	
4.2 Resultados de las probetas TEM preparadas en el TEC	21
Conclusiones	22
Recomendaciones	23
Agradecimientos	23
Referencias.....	23
Apéndices	26

Código del Proyecto

5401-1490-2101

Nombre del proyecto o actividad:

Diagnostico preliminar para la preparación de probetas y pruebas de laboratorio en la caracterización de dislocaciones y precipitaciones en la superaleación Nimonic 80A y Ti3Al con diferentes tratamientos térmicos y ensayados por fatiga de alta frecuencia.

Departamento Académico responsable:

Escuela de Ciencia e Ingeniería de los Materiales.

Investigador(a) responsable:

Dr.-Ing. Teodolito Guillén Girón.

Otros investigadores:

Ing. Jose Luis Leon Salazar (PhD).

Resumen

En este trabajo se analizaron probetas TEM (Microscopia Electrónica de Transmisión) de materiales usados en aplicaciones aeronáuticas. El principal objetivo de este proyecto es analizar los defectos intercrystalinos presentes en probetas de la superaleación Nimonic 80A al ser sometidas inicialmente a un tratamiento térmico y luego someterlas a esfuerzos cíclicos y el intermetálico Ti3Al cuando se somete a esfuerzos cíclicos únicamente. El intermetálico Ti3Al se utilizará en sustitución de la aleación Ni201 ya que el Ti3Al es un material más moderno y con más potencial en aplicaciones aeronáuticas en países como Alemania. Las probetas fueron preparadas en la universidad de Siegen en Alemania para ser analizadas por medio de TEM en el TEC, para poder simular las condiciones de trabajo de las turbinas de avión y otro tipo de aplicaciones aeronáuticas similares, la probetas se sometieron a fatiga de alta frecuencia (1 000 Hz y 20 000 Hz). Este tipo de esfuerzos mecánicos generan muchas deformaciones o defectos manométricos en estos materiales, los cuales se demuestran por medio de las dislocaciones. Este tipo de defectos son posibles de observar solo empleando técnicas microscopia muy potentes como el TEM. En el análisis TEM en las muestras de Nimonic 80A se observan precipitados característicos de esta aleación al ser sometida a tratamientos térmicos. Adicionalmente, esta aleación evidencia dislocaciones características luego de los ensayos mecánicos, a diferencia del intermetálico que no presento dislocaciones.

Palabras claves: TEM, dislocaciones, precipitaciones, superaleación, fatiga

1 Introducción

Este trabajo consistió en el análisis por medio de Microscopía Electrónica de Transmisión de probetas de Nimonic 80A y Ti3Al previamente preparadas en Alemania. Las probetas de Nimonic 80A fueron preparadas y estudiadas previamente en el trabajo del Dr. Stoecker [1]. Este informe no pretende presentar como suyos la preparación previa de los materiales, tratamientos térmicos, ensayos de fatiga a alta frecuencia, ni la preparación de las probetas TEM. En el TEC no existen los recursos técnicos para preparar probetas metálicas para su posterior análisis en TEM. Adicionalmente, este trabajo tampoco pretende presentar como nuevos los resultados obtenidos, que si bien es cierto son muy interesantes y representan un importante avance en el TEC sobre este tipo de análisis, nunca podrán ser presentadas como autóctonas por las razones antes mencionadas. Es por eso, que el principal objetivo de este proyecto fue analizar el potencial del equipo TEM adquirido en el TEC para el estudio de probetas metálicas, nunca antes realizado en la institución. Aun así, este informe presenta un análisis técnico de las muestras, defectos manométricos y resultados luego de los tratamientos térmicos realizados en la Universidad de Siegen, Alemania. Todas las micrografías TEM mostradas en los resultados de este informe fueron obtenidas por medio del equipo JEOL JEM-2100, el cual está localizado en el laboratorio de nanotecnología.

La superaleación Nimonic 80A y el intermetálico Ti3Al son materiales utilizados en la industria aeronáutica, ya que soportan altas cargas mecánicas a elevadas y oscilantes temperaturas. Sin embargo, para motores que requieran mayores flujos de aire necesarios para alcanzar mayores velocidades se necesitan que los materiales posean superiores propiedades mecánicas. Esto es necesario para permitir el buen funcionamiento de estos materiales a altas cargas y altas temperaturas. Las condiciones de funcionamiento de estos elementos son por ejemplo: cargas a las que son sometidos, temperaturas de operación, tratamientos térmicos aplicados repercuten en cambios de las propiedades mecánicas incluyendo el comportamiento microestructural y la deformación plástica de los elementos. La deformación plástica y la posterior falla de materiales policristalinos se dan principalmente debido a la formación, acumulación y movimiento de las dislocaciones, que son defectos lineales cristalográficos, en sectores como los bordes de granos. La caracterización de las dislocaciones y otros defectos microestructurales nos permiten entender las deformaciones plásticas microestructurales ocurridas en las aleaciones en condiciones variadas. Para poder observar las dislocaciones es necesario microscopios muy potentes como los microscopios electrónicos, entre ellos el microscopio de transmisión electrónica (TEM, por sus siglas en inglés) es el que brinda mayores ventajas en cuanto a la alta magnificación que se pueden obtener manteniendo una alta resolución en la imagen.

El objetivo de este trabajo fue analizar microestructuralmente los materiales preparados en Alemania para ser analizados por medio de microscopía electrónica de transmisión. El equipo adquirido (TEM) permitió una caracterización profunda de los defectos cristalográficos y microestructurales ocurridos por deformaciones plásticas en las probetas. Adicionalmente, como objetivo secundario se planteó el diseño de una guía de preparación de muestras TEM y explorar cuales técnicas de preparación de muestras podrían ser implementadas en el TEC. Esto puede fortalecer los laboratorios del TEC y además ayudará a muchos docentes e investigadores para incrementar el nivel y profundidad de la caracterización de los materiales. En el desarrollo de este proyecto se observa que está íntimamente relacionados con las políticas del TEC

respecto al esfuerzo, al desarrollo de campos del conocimiento, que contribuyan a resolver los problemas científicos involucrando la convergencia de disciplinas [2].

2 Marco Teórico

El entendimiento profundo de defectos cristalinos ha sido fundamental en el avance de la metalurgia, sin embargo, las limitaciones tecnológicas han detenido su avance por algún tiempo. Actualmente se cuenta con tecnologías como el TEM para la obtención de imágenes a escala atómica que les permiten a los científicos comprobar las teorías respectivas. Este conocimiento transferido a la industria es, y continuará siendo, un pilar del siglo XXI para la mejora de las propiedades de los materiales, desde sus estructuras básicas, permitiendo superar obstáculos en la calidad de los productos y en las aplicaciones de los materiales

En la técnica de TEM un haz de electrones acelerados debido a un campo eléctrico aplicado incide sobre la muestra e interactúa con los átomos presentes en el material. En esta técnica se utilizan voltajes de 100 a 400 kV para acelerar los electrones. El diámetro y forma transversal del haz es manipulada por medio de campos magnéticos, los lentes y aperturas del microscopio. Los electrones se comportan como partículas y como ondas en su interacción con la materia. En la figura 1 se pueden observar las posibles señales que los electrones van a generar en el material sobre el que inciden. La interacción de los electrones con la muestra es interpretada por medio de la recepción de las señales en pantallas y sistemas electrónicos. Estas señales nos permiten conocer la morfología, estructura y la composición del material estudiado. La resolución del microscopio es controlada por medio de la manipulación de la longitud de onda de los electrones, que gracias a la constante de Planck se relaciona con el momentum de la partícula, el cual, es inversamente proporcional a la diferencia de potencial aplicado en el equipo [3].

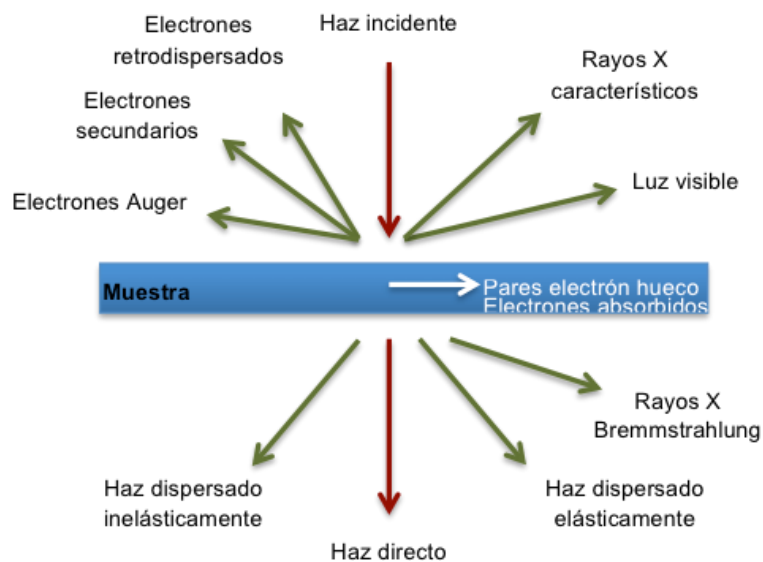


Figura 1. Interacción de electrones acelerados con materiales sólidas [3].

En el TEM las señales utilizadas son las que atraviesan la muestra y experimentan dispersión por la interacción del electrón con las nubes electrónicas y los núcleos de los átomos. El ángulo y la

energía del electrón dispersado son analizados para generar las imágenes y los patrones de difracción, así como los rayos X emitidos son analizados para proveer el análisis y mapeo elemental que se obtienen del TEM. Si la muestra es muy gruesa los electrones no pueden atravesarla y únicamente se obtendrán señales de electrones retrodispersados (backscattered), que no son de utilidad en TEM. Para poder asumir que el electrón está transmitiendo información de un átomo en específico es preciso asegurar que ocurra un único evento de dispersión, lo cual se logra colocando una muestra lo suficientemente delgada para evitar múltiple eventos de dispersión. La ocurrencia de múltiples eventos de dispersión hace que sea más difícil la interpretación de la señal. La probabilidad de que ocurra un único evento de dispersión es directamente proporcional al voltaje aplicado e inversamente proporcional al peso atómico del material estudiado. Por ejemplo, para el aluminio, utilizando una energía de los electrones de 100 kV, se pueden analizar espesores de hasta 1 mm, mientras para el acero sería tan solo 200 nm. Sin embargo, de forma invariable se asume en TEM que las muestras deben tener un espesor preferiblemente menor a 50 nm, aunque puede ser de hasta 100 nm. Al utilizar voltajes superiores se pueden observar muestras más gruesas pero se corre el riesgo de dañar el material por efecto del haz de electrones [3].

El tipo de materiales que se estudian con el TEM incluyen nanomateriales, como partículas y capas delgadas, así como macromateriales, incluyendo toda la variedad existente en fase sólida: materiales biológicos, cerámicas, metales, polímeros, compuestos y semiconductores. Para cada uno de estos materiales se requiere un procedimiento de preparación de las muestras específico, que debe cumplir con dos requisitos. Primero, el espesor debe asegurar la adecuada interacción con los electrones, según se explica en el párrafo anterior. Segundo, la preparación de la muestra no debe modificar la microestructura del material, no deben ocurrir cambios físicos ni químicos que influyan en el ordenamiento atómico de la muestra. Para llevar a cabo la preparación de la muestra a partir de un macromaterial es preciso una minuciosa selección del área a analizar. Posteriormente se realiza la reducción robusta y fina del espesor de la muestra hasta alcanzar las dimensiones requeridas. A continuación se detallan algunos métodos para la preparación de muestras TEM utilizados en otros países.

Perforación

Al igual que en la mayoría de los instrumentos de este tipo, en el TEM del TEC la muestra debe ser de un diámetro máximo de 3mm. Por lo tanto es preciso perforar la muestra del material, lo cual se realiza de forma mecánica al aplicar presión en cuchillas, sin embargo esto puede inducir deformaciones en la muestra. Otra técnica es la perforación electrolítica [4].

Reducción robusta del espesor:

Dimple grinding (pulido con esfera/disco): Se alcanza un espesor entre 10 y 100 μm . Para metales la presión ejercida por la esfera o el disco durante el pulido no debe sobrepasar los 10 g de fuerza, de lo contrario es posible introducir dislocaciones adicionales durante el proceso de preparación. Se utiliza una suspensión de partículas de diamante en aceite o agua, preferiblemente en aceite para evitar la evaporación [5].

Reducción fina del espesor

Electropolishing: Se realiza en equipos utilizando soluciones químicas específicas para cada metal o aleación y proporcionando un voltaje dado. La temperatura es generalmente ambiente [6].

Ion milling (pulido iónico): La técnica se basa en la remoción de los átomos superficiales de la muestra por medio de plasma, método conocido como sputtering (eyección atómica por plasma) o plasma etching. Durante el mecanizado de la superficie por plasma se debe controlar el voltaje y la orientación del haz, evitando modificar la microestructura original de la muestra. Se utiliza un haz iónico de Ar de baja intensidad de corriente para bombardear la muestra durante largos períodos de tiempo (ej. 7h) con el fin de reducir el espesor. Se realiza en presencia de N₂ líquido para evitar modificaciones estructurales a la muestra[5].

Focused Ion Beam – FIB (haz iónico concentrado/focalizado): Se utiliza un haz controlado de iones de Ga, no de Ar como los usados en Ion milling. El equipo es extremadamente caro, similar al precio del TEM mismo [4].

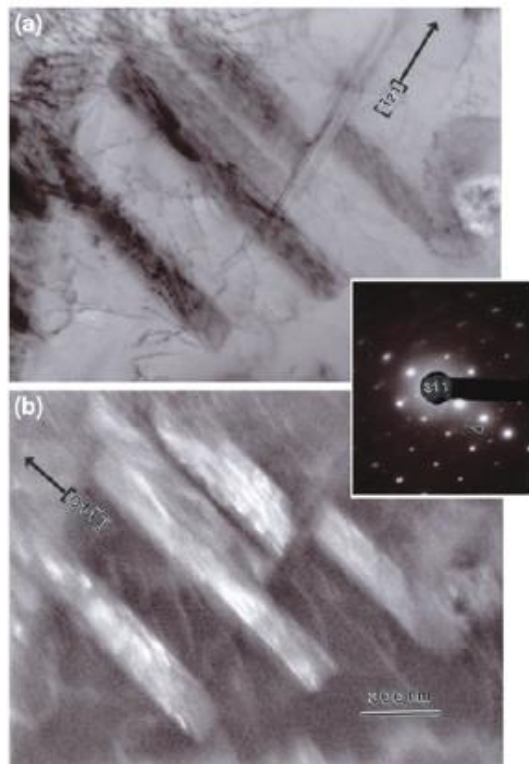


Figura 2. Imagen TEM y patrón de difracción de Nimonic 80A [5].

Para monitorear el espesor de la muestra se utilizan sistemas automatizados como la transmisión de radiación infrarroja sobre pantallas fotovoltaicas que apagan el sistema al generarse el primer agujero. También se puede realizar por medio de inspección visual, gracias a la formación de los llamados “anillos de Newton” que se forman en superficies curvas pulidas de muestras ultradelgadas. Estos anillos son aros concéntricos que se generan por la interferencia de ondas reflejadas y transmitidas, y toman un color violeta oscuro cuando la muestra tiene el espesor requerido para el TEM [5], [6].

Aleaciones a base de TiAl/Ti₃Al tienen muchas ventajas sobre aleaciones convencionales de Titanio, como por ejemplo, mayor modulo elástico, menor densidad, mejores propiedades mecánicas a elevadas temperaturas y mayor Resistencia a la corrosión [7], [8]. La superaleación Nimonic 80A consiste en aleación forjada de níquel y cromo, endurecible por precipitación, adicionada con elementos que proveen resistencia Ti, Al y C, desarrollada para trabajar a altas temperaturas (815° C máx.) [9]. La superaleación Nimonic 80A posee complejos sistemas de

fases que dificultan su deformabilidad plástica. Se encuentran presentes fases con composición $Ni_3(Al,Ti)$, carburos tipo MC, y carburos precipitados en el borde de grano ricos en Cr de la composición M23C6, todo esto en una matriz NiCr. Las mejores propiedades mecánicas se obtienen con granos finos homogéneos [10]. Las aplicaciones incluyen ambientes altamente corrosivos a elevadas temperaturas, como turbinas de avión y reactores industriales. Algunas microestructuras encontradas en este tipo de aleación incluyen dendrítica, laminar, de fibras dispersas en una matriz continua que corresponden a las fases precipitadas, como se puede ver en las imágenes de TEM y el patrón de difracción de investigaciones similares a la que se espera realizar (ver figura 2) [6].

El TEM es un instrumento muy útil en la caracterización de dislocaciones y otros tipos de defectos lineales y planares presentes en aleaciones metálicas. Estos defectos son de interés científico e industrial para comprender los mecanismos de deformación que se llevan a cabo en materiales metálicos al ser sometidos a esfuerzos específicos durante su aplicación final. Por medio de la técnica a implementar es posible identificar el vector de Burgers que caracteriza las dislocaciones, así como los planos, fases y direcciones en las que se hacen presentes los defectos. De esta forma es posible correlacionar variables como la tensión y la temperatura de servicio con el desarrollo o movilización de las dislocaciones. En el caso específico de las fallas por fatiga se puede estudiar también la correlación con los ciclos y la generación de las primeras fallas nanométricas que eventualmente desencadenarán la falla final del material [11].

3 Materiales y Metodología

3.1 Análisis por medio de Microscopía Electrónica de Transmisión

Muestras ensayadas a fatiga de alta frecuencia

La probetas de Nimonic 80A y Ti3Al fueron preparadas siguiendo especificaciones técnicas desarrolladas en el trabajo de Stoecker [1] para poder ser analizadas bajo cargas de fatiga de alta frecuencia por medio de la máquina MTS 810 (Figura 3).

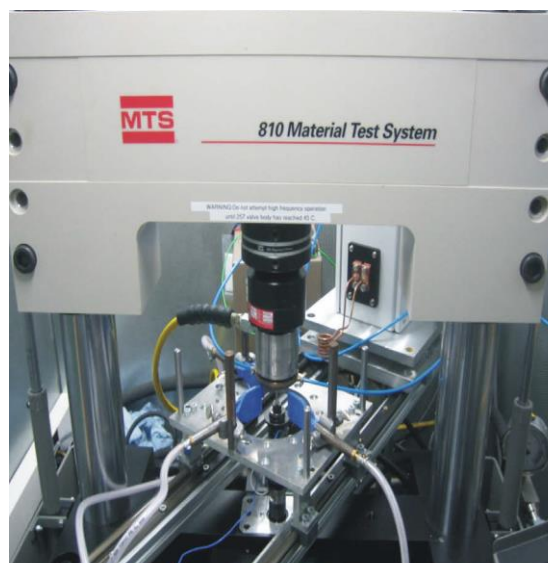


Figura 3. Máquina de ensayos de fatiga MTS 810 [1].

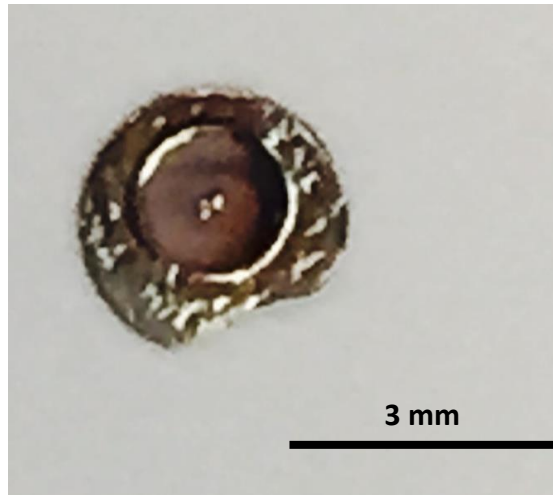


Figura 5. Probeta TEM de Nimonic 80 A al final del proceso de preparación.

3.2 Preparación de probetas TEM en el TEC

Teniendo en cuenta los materiales y equipo disponibles en el TEC, se propuso el siguiente método para la elaboración de muestras metálicas, basado en la búsqueda de metodologías usadas en la preparación de probetas TEM que se puede encontrar en el Apéndice A.

3.2.1 Proceso de corte

Para el corte se utiliza la cortadora con un disco de boro, teniendo en cuenta las siguientes condiciones que se pueden apreciar esquemáticamente en la figura 6:

1. Se debe colocar la muestra en el sujetador de tal manera que quede centrada y a una distancia de 0.25 mm del disco para efectuar el corte.
2. Antes de iniciar el proceso de corte se debe colocar agua en el recipiente que tiene el equipo para lubricar el disco.
3. Se debe colocar el contra peso adecuado para que el disco desbaste adecuadamente el material.
4. Se debe elegir una velocidad de giro adecuada para que el disco no vibre en el proceso de corte. Dentro de la escala del equipo se recomienda entre 4 y 5.
5. Se debe tener cuidado en la etapa final del corte pues dependiendo de la velocidad y el peso puede quedar una rebaba en la muestra que dificultara el proceso de lijado.

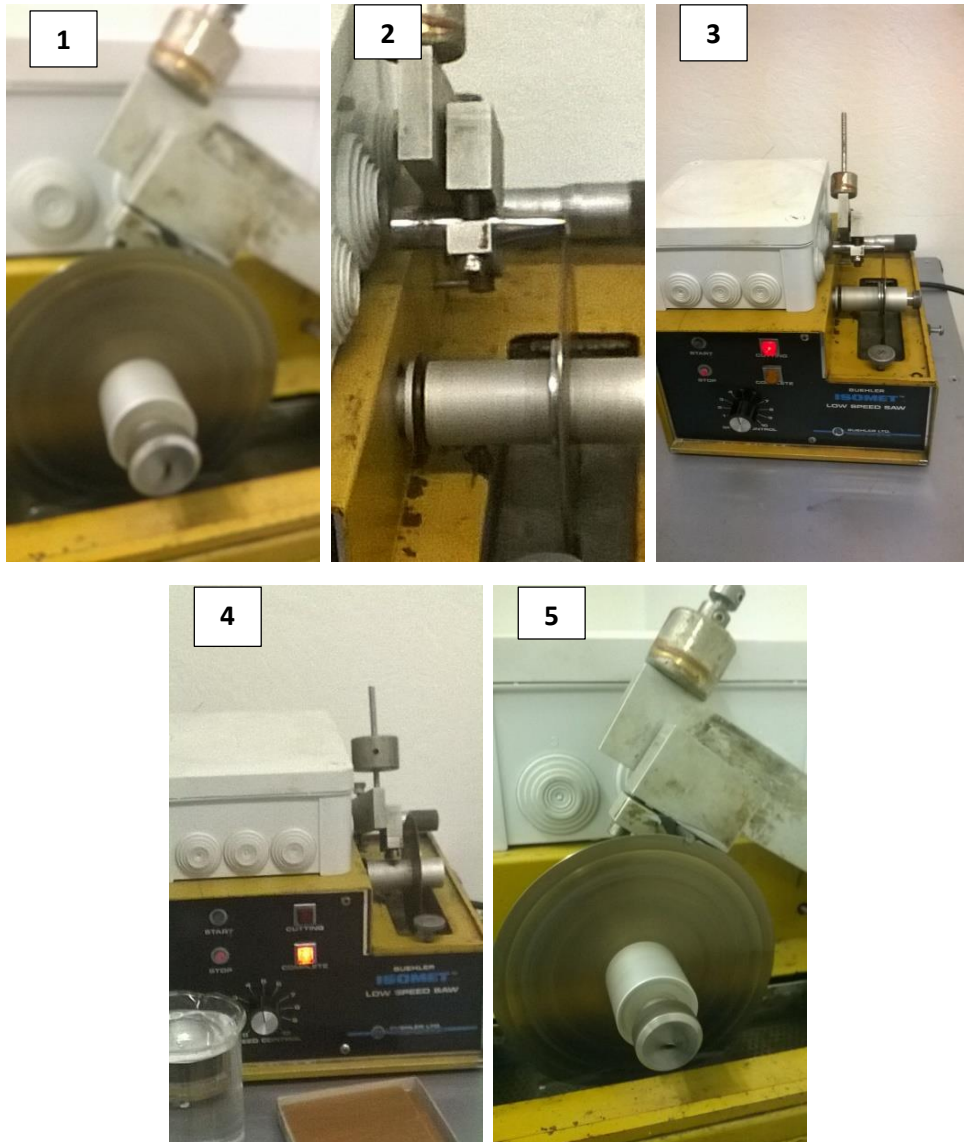


Figura 6. Máquina de corte fino utilizado en CIEMTEC; en las imágenes se muestran los pasos descritos anteriormente en orden secuencial: 1) montaje de las probetas, 2) suministro de agua, 3) contra peso, 4) establecimiento de velocidad de giro, 5) corte de la probeta

3.2.2 Lijado y pulido previo

Luego del corte se debe alcanzar un espesor de la probeta de al menos 0.005 mm, para esto se desbasta la muestra con lijas número 1000 a 3500. Con el uso de un soporte el cual se coloca la muestra con resina soluble o pegamento para su respectiva inmovilización. Antes de esto se debe utilizar un disco de lija número 100, y con el uso de pinzas remover la rebaba que quede (si es el caso) del proceso de corte para así poder colocar la muestra en el soporte (Figura 7a).

Posteriormente se debe utilizar la pulidora automática, usando un soporte para sujetar la muestra y darle el pulido final (Figura 7b).

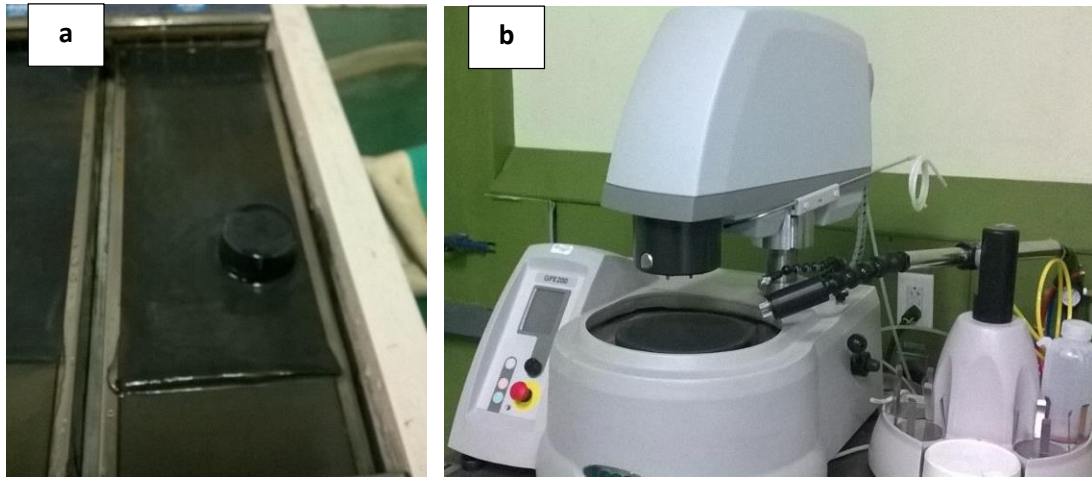


Figura 7. a) Equipo para pulir la muestra con las lijas y el soporte utilizado para montar la muestra, b) Equipo utilizado para el acabado final de la lija. Todos presentes en el CIEMTEC.

3.2.3 Preparación de la máscara

Luego del proceso de lijado se debe fabricar una máscara para focalizar el posterior ataque electrofítico en un punto central de la muestra (Figura 8). Ya que para lograr la transparencia electrónica la muestra tiene que tener un espesor máximo de 500 nm. Esta máscara tiene la función que tiene el recubrimiento polimérico que se describe en el electropulido para aleaciones metálicas.

Este tiene un diámetro máximo de 4 cm, en el centro se produce una huella de 3 mm, en la cual se monta la muestra, y un agujero de 0.5 mm de diámetro en el centro. Este se fabricó de poliestireno pues no se degrada con los ácidos utilizados para realizar el ataque. Además se debe colocar un aislante entre la unión de la máscara y la muestra, por su resistencia a ácidos y por su función de pegado se recomienda utilizar un barniz o pintura transparente en base oleosa.



Figura 8. Mascara y portamuestra utilizados en el estudio.

3.2.4 Ataque electrofítico

Dependiendo de la muestra se debe utilizar la mezcla de ácidos adecuados para producir el ataque electrofítico, se recomienda utilizar una fuente de corriente alterna pues el ataque se realiza de forma más rápida y controlada. También para muestras metálicas se recomienda

utilizar entre 1 a 6 V y una corriente de 0.1 a 0.5 A para producir el ataque. Para acero se recomienda utilizar ácido nítrico al 20% en agua o agua regia para un ataque más severo. La figura 9 muestra el equipo de ataque electro-lítico que se utilizó, el cual consta de los siguientes equipos:

- Electrodo de grafito
- Juego de lagartos y cables para conectar
- Fuente de corriente alterna
- Base universal
- Beaker abierto de 300 ml de base ancha
- Mezcla de ácidos adecuados para la muestra



Figura 9. Etapas del montaje del equipo de electro-pulido. Las etapas son las siguientes: 1) mezcla de reactivos, 2) montaje de electrodos, 3) establecimiento de valores de corriente y voltaje, 4) pulido de las probetas.

Las etapas del montaje para el pulido electro-lítico mostradas en la Figura 9 son las siguientes:

1. Primero se debe medir las proporciones de la mezcla a utilizar para un total de 300 ml de ácido.

2. Luego se tiene que montar los electrodos de grafito como el cátodo y la muestra como el ánodo para cerrar el circuito. Esto se debe hacer con los lagartos y los conectores de la fuente siguiendo el estándar de colores, rojo para cátodo y negro para el ánodo.
3. Se debe poner los valores de voltaje y corriente adecuado para realizar el ataque, luego de iniciar el ataque se debe mover y observar atentamente que la muestra no se esté desintegrando pues el ataque es severo y rápido.
4. Luego de terminado el ataque se debe tener mucho cuidado con la manipulación, se deben utilizar guantes.

Previo a observar las probetas preparadas en el microscopio electrónico de transmisión es necesario realizar un baño ultrasónico para limpiar la muestra y remover los vestigios particulares del proceso.

3.3 Análisis TEM en TEC

El análisis TEM fue realizado en el equipo JEOL, modelo JEM-2100 localizado en el laboratorio de nanotecnología en el TEC (Figura 10).



Figura 10. Microscopio de Transmisión Electrónica JEOL JEM-2100

La potencia de trabajo del TEM durante el análisis fue de 200 kV bajo condiciones de alto vacío. El cátodo de trabajo fue de LaB6 y se empleó un posicionamiento simple de las probetas durante todo el análisis realizado.

4 Resultados y Discusión

4.1 Análisis manométrico de las probetas TEM

La figura 11 muestra el área estudiada dentro de las probetas TEM. En esta imagen se puede apreciar que el área que se puede analizar por medio de TEM es inferior a los 50 μm . Esto se debe al tipo de preparación de las muestras. Como se explicó en el capítulo 3.1 y 3.2 las probetas se someten a un desbaste por pulido electrolítico el cual comienza en el centro de la probeta lo que produce un hueco. Esto quiere decir que el desbaste se da del centro hacia las paredes de la probeta circular, siendo las secciones más delgadas aquellas más cercanas al hueco central.

Esto es importante para que se dé la transmisión de electrones a través de una muestra metálica, ya que los espesores deben ser muy delgados, generalmente menores de 100 nm [12]. Esto es importante de tomar en cuenta, ya que los defectos o alteraciones nanométricas que se presenten en el material deben estar en este rango de distancia.

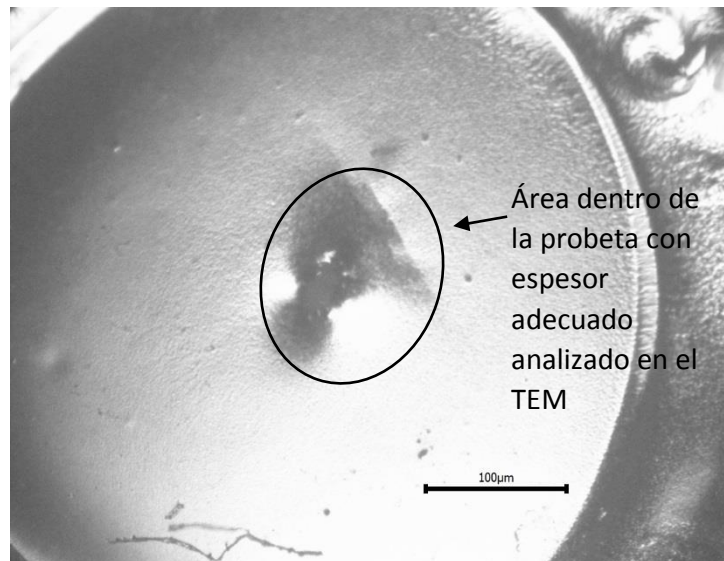


Figura 11. Micrografía de probeta TEM preparada en Siegen, Alemania.

En este trabajo se observó que la preparación de las probetas TEM requiere mucha pericia y equipos avanzados para la manipulación de la muestra y lograr los espesores deseados. Parte de los objetivos de este proyecto era poder evaluar los equipos existentes en la institución y valorar si con ellos se podían obtener probetas con las características deseadas.

En el análisis y estudio de las probetas en el TEM se inició con las muestras enviadas por la universidad de Siegen en Alemania y las analizamos en el siguiente orden las muestras:

1. sin ningún tratamiento térmico ni deformación por fatiga.
2. con tratamientos térmicos
3. con deformación mecánica por medio de fatiga de alta frecuencia.
4. Con tratamientos térmicos y luego deformadas mecánicamente por medio de fatiga de alta frecuencia.

4.1.1 Nimonic 80A y Ti3Al sin tratamiento ni deformación mecánica

La figura 12 muestra la nanoestructura de la muestra de Nimonic 80A. En ella se logra identificar una estructura libre de cualquier deformación de la microestructura. Las líneas que se logran identificar corresponden a los bordes de granos.

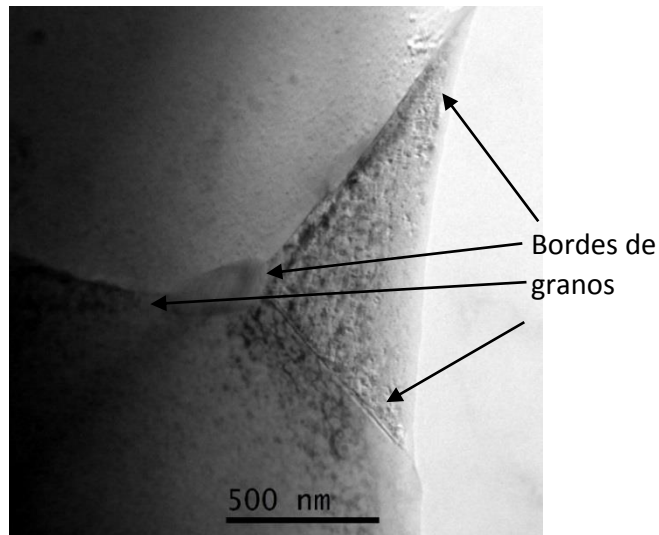


Figura 12. Nanoestructura de Nimonic 80A sin tratamiento térmico ni deformación mecánica

Un aspecto interesante en la Figura 12 es el hecho que se logre identificar diferentes granos a diferentes posiciones volumetricas. Hay que recordar que los granos en un metal no son geometrías planas, sino volumetricas [13].

Por otro lado, la estructura observada de las muestras de Ti3Al corresponde a una estructura tipo "lath" o laminas. Esto podría corresponder a estructuras α localizadas paralelamente una junto a otras a lo largo de las colonias que forman este tipo de estructuras. Trabajos anteriores [14], [15] presentan resultados similares a los obtenidos en este análisis, lo que hace pensar que las estructuras son típicas de este tipo de aleación.

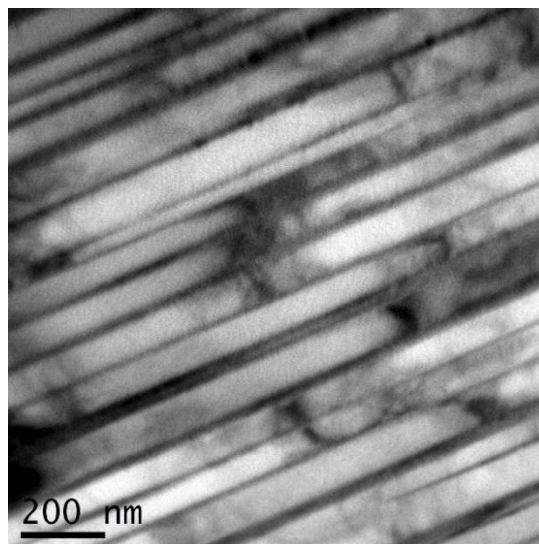


Figura 13. Nanoestructura de Ti3Al sin deformación mecánica.

Las estructuras de los materiales analizados en estado "de recepción" (sin ningún tratamiento térmico o deformación mecánica) son un gran apoyo en la identificación de los resultados obtenidos en las otras probetas. Esto debido a que brindan una base de comparación y poder observar más claramente los cambios sufridos por estos dos materiales luego de los tratamientos térmicos y deformación mecánica aplicada.

4.1.2 Nimonic 80A después de varios procesos de envejecimientos

La figura 14 muestra la aleación Nimonic 80A después de un envejecimiento peak-aged a 800°C aplicado por 7, 50, 100 y 299 horas. En las nanografías se puede apreciar que luego del envejecimiento, aparecen precipitaciones en diferentes formas y cantidad.

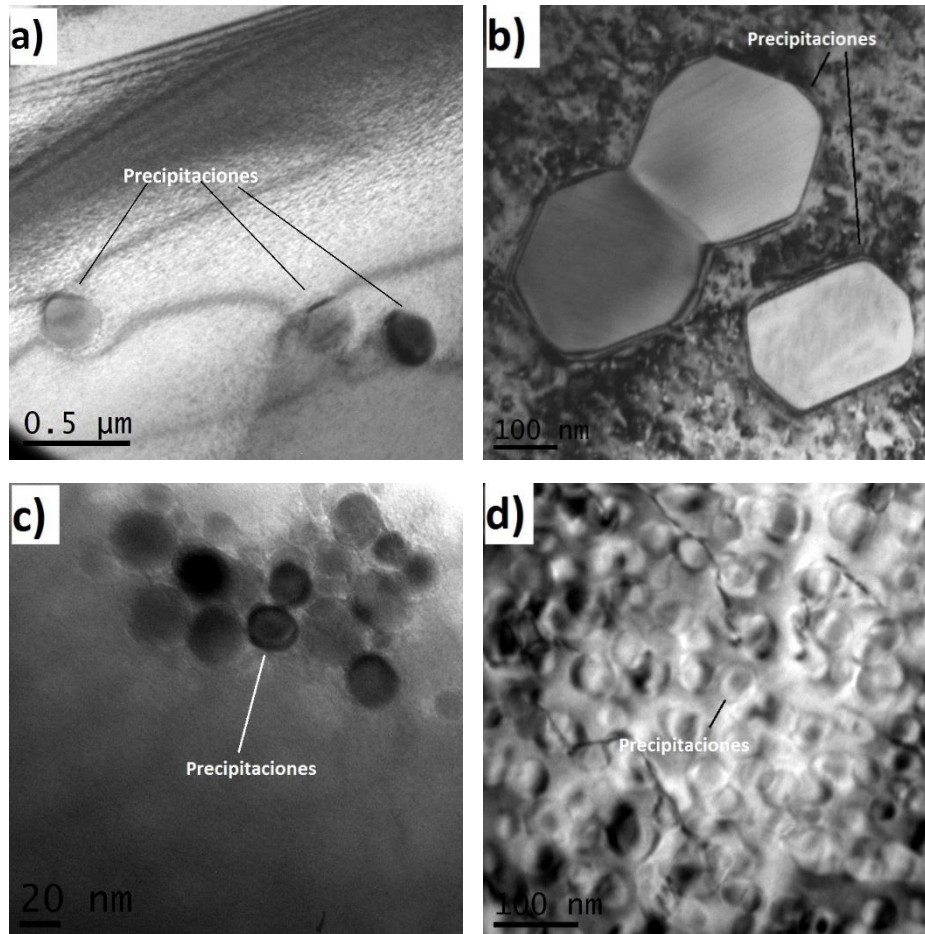


Figura 14. Nimonic 80A envejecido por peak-aged a 800°C por: a) 7 horas, b) 50 horas, c) 100 horas, d) 299 horas.

La morfología más común de las precipitaciones encontradas son las correspondientes a los llamados Anillos de Orowan formados por los mecanismos de Orowan [16]. Estos anillos fueron encontrados en las probetas envejecidas a 7, 100 y 299 horas. La probeta envejecida a 50 horas presenta una excepción al evidenciarse la formación de precipitaciones con una morfología más equidistante y regular.

Otro aspecto importante a destacar es que la densidad de precipitaciones por unidad de área, estos aumentan conforme aumenta el tiempo de envejecimiento, así como también el tamaño unitario de cada precipitación.

Las precipitaciones y la densidad de ellas en una microestructura van a influir en la dureza y resistencia de la aleación envejecida [16]. Por lo tanto, en este proyecto se buscó influir en la resistencia a la fatiga de la aleación Nimonic 80A por medio de la creación de precipitaciones en su microestructura. Esto tuvo que ser revisado y analizado tomando en cuenta el mecanismos

de deformación mecánica obtenido durante los ensayos de fatiga. Con esta información y analizando el mecanismo de formación de precipitaciones obtenidas durante el envejecimiento se pretende poder saber la influencia de las precipitaciones sobre la deformación mecánica sufrida en la aleación analizada.

4.1.3 Deformación mecánica por medio de fatiga

Las probetas de Nimonic 80A sometidas a cargas (dinámicas) de fatiga de alta frecuencia evidencian la formación de dislocaciones (ver figura 15). La forma y mecanismo de formación de las dislocaciones son la evidencia más clara del mecanismo de deformación plástica de las probetas que sufrieron en el ensayo de fatiga. Las probetas analizadas muestran básicamente dos tipos de dislocaciones: las mostradas en la figura 15a que evidencian una mezcla de dislocaciones de deslizamiento aleatorias y distribuidas por todo un plano cristalográfico; y las mostradas en la Figura 15b, las cuales corresponden a dislocaciones de bandas (slip-band).

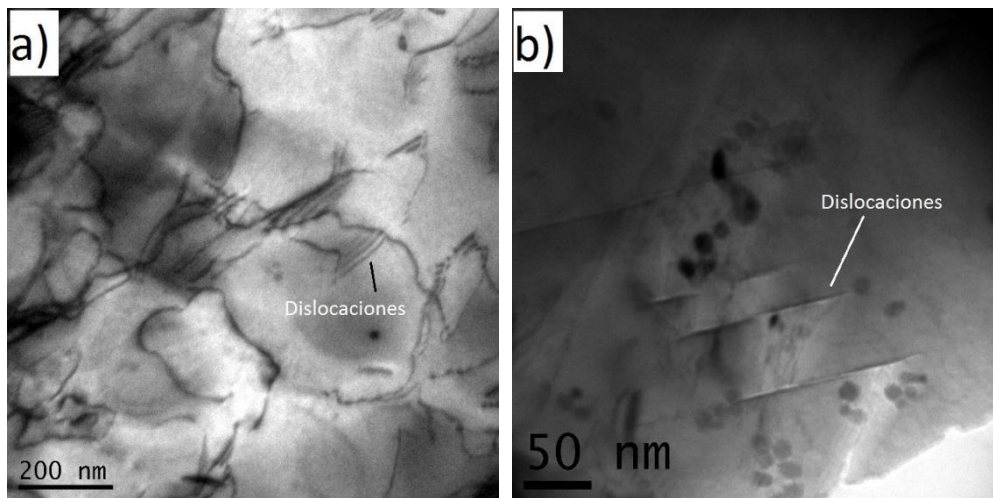


Figura 15. Nimonic 80 A luego de aplicar deformación mecánica por medio de fatiga de alta frecuencia: a) dislocaciones de deslizamiento aleatorias, b) slip-bands.

Las muestras de Ti3Al deformadas mecánicamente muestran un comportamiento similar a las mostradas en la aleación Nimonic 80A. En la nanoestructura revelada en la figura 16 muestra la presencia de dislocaciones como evidencia de deformación plástica sufrida como producto del ensayo de fatiga.

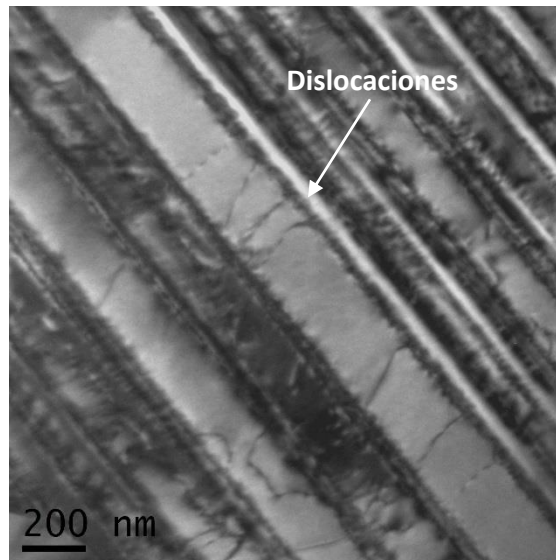


Figura 16. Ti3Al después de la deformación mecánica por fatiga.

La figura 16 muestra que entre las láminas, muy características de la microestructura de la aleación Ti3Al, se da la formación de dislocaciones y estas se distribuyen a través y en medio de las láminas (laths). Según se observa en esta figura, se puede apreciar un patrón regular en la formación y acomodamiento de las dislocaciones. Esto hace pensar que las dislocaciones en esta aleación también se dan en forma de slip-bands.

4.1.4 Nimonic 80A con envejecimientos y deformación mecánica por medio de fatiga

La figura 17 muestra los resultados de las probetas de Nimonic 80A luego de ser tratadas térmicamente por medio de envejecimiento peak-aged y después de haber sido ensayadas por medio de fatiga de alta frecuencia. El mecanismo predominante de formación de dislocaciones es el slip-bands y esto se logra apreciar en todas las probetas analizadas. En la figura 17 a) se observa como estas bandas de dislocaciones se mueven hasta llegar al borde de grano y se acumulan “apilándose” dependiendo de la dirección en la cual se aplicó la carga. En la figura 17b se observa que la densidad de dislocaciones no es tan alta como en la probeta anterior. Esto lo puede ocasionar la carga y el tiempo de deformación, que probablemente fueron menores que en la figura previa. Es muy interesante observar en las figuras 17 c y d) donde las precipitaciones que se encontraron dentro de las nanoestructuras interfieren dentro de la “ruta” de movimiento de las dislocaciones.

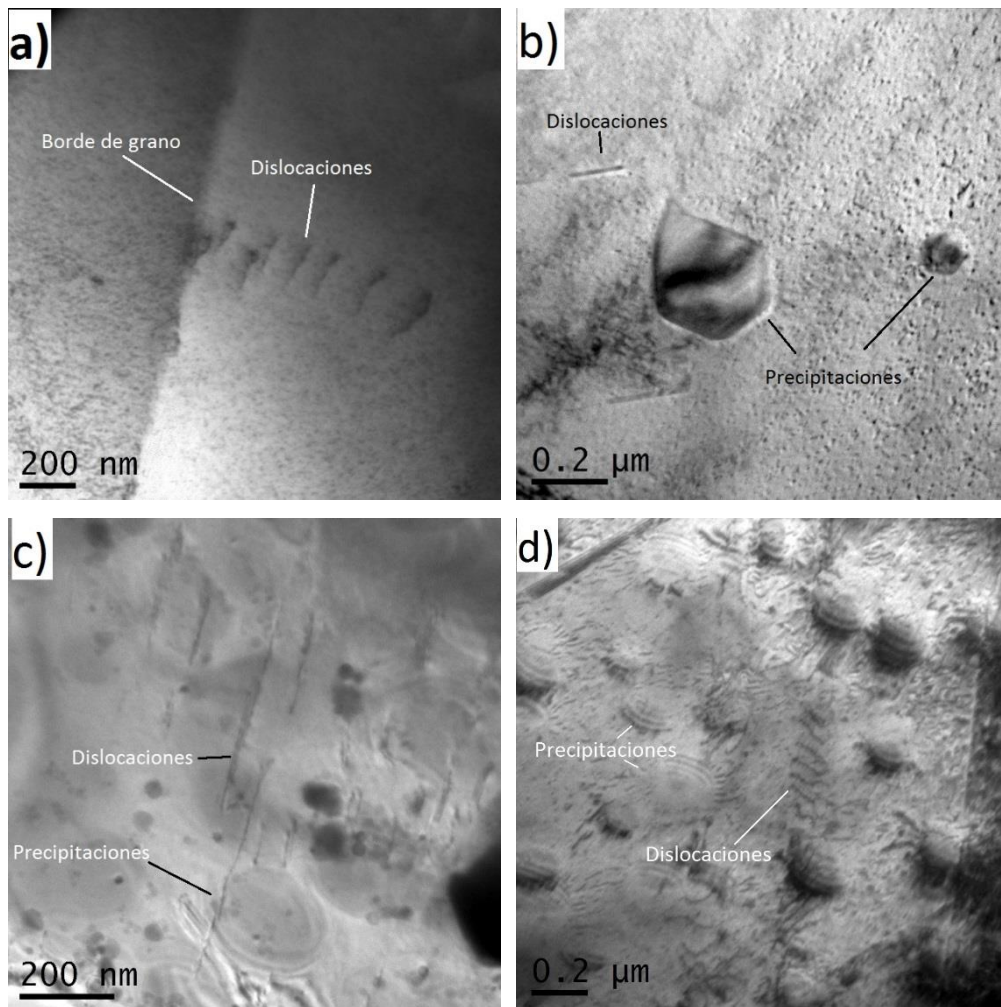


Figura 17. Nimonic 80A envejecido por peak-aged a 800°C por medio de fatiga de alta frecuencia por: a) 7 horas, b) 50 horas, c) 100 horas, d) 299 horas y luego de aplicar deformación mecánica.

En forma general, en este estudio se encontró que las precipitaciones afectan la trayectoria de movimiento de las dislocaciones en los diferentes planos cristalinos. Esto se puede explicar debido a la distorsión que las precipitaciones crean en la microestructura de las aleaciones estudiadas. La figura 17 muestra el efecto de las precipitaciones en el movimiento de las dislocaciones en un plano cristalográfico determinado, como en un grano de la aleación Nimonic 80A.

4.2 Resultados de las probetas TEM preparadas en el TEC

Las probetas TEM preparadas en el TEC siguieron un procedimiento ajustado acorde a las capacidades dentro de la institución. Esto limitó en gran medida la calidad y profundidad de análisis que se quería alcanzar. Sin embargo, los investigadores de este proyecto siempre tomaron este aspecto en cuenta y la intención siempre fue generar una zona de análisis TEM con las características de una muestra que se prepara en otros laboratorios a nivel mundial.

La figura 18 se presenta los resultados del análisis TEM de una barra de acero de bajo carbono preparada con el procedimiento descrito en el capítulo 3.2. Seleccionamos este material ya que contábamos a disposición barras de 3 mm de diámetro, lo cual evitaría la construcción de una

troqueladora de films metálicos de 3 mm (según el procedimiento mencionado en el capítulo 3.1). Los resultados TEM obtenidos en la figura 18 se evidencian un espesor muy alto de la muestra para poder ser analizada por medio de TEM. Esto debido a la naturaleza de esta técnica, en el cual, el haz de electrones debe de transmitirse a través del volumen de la probeta.

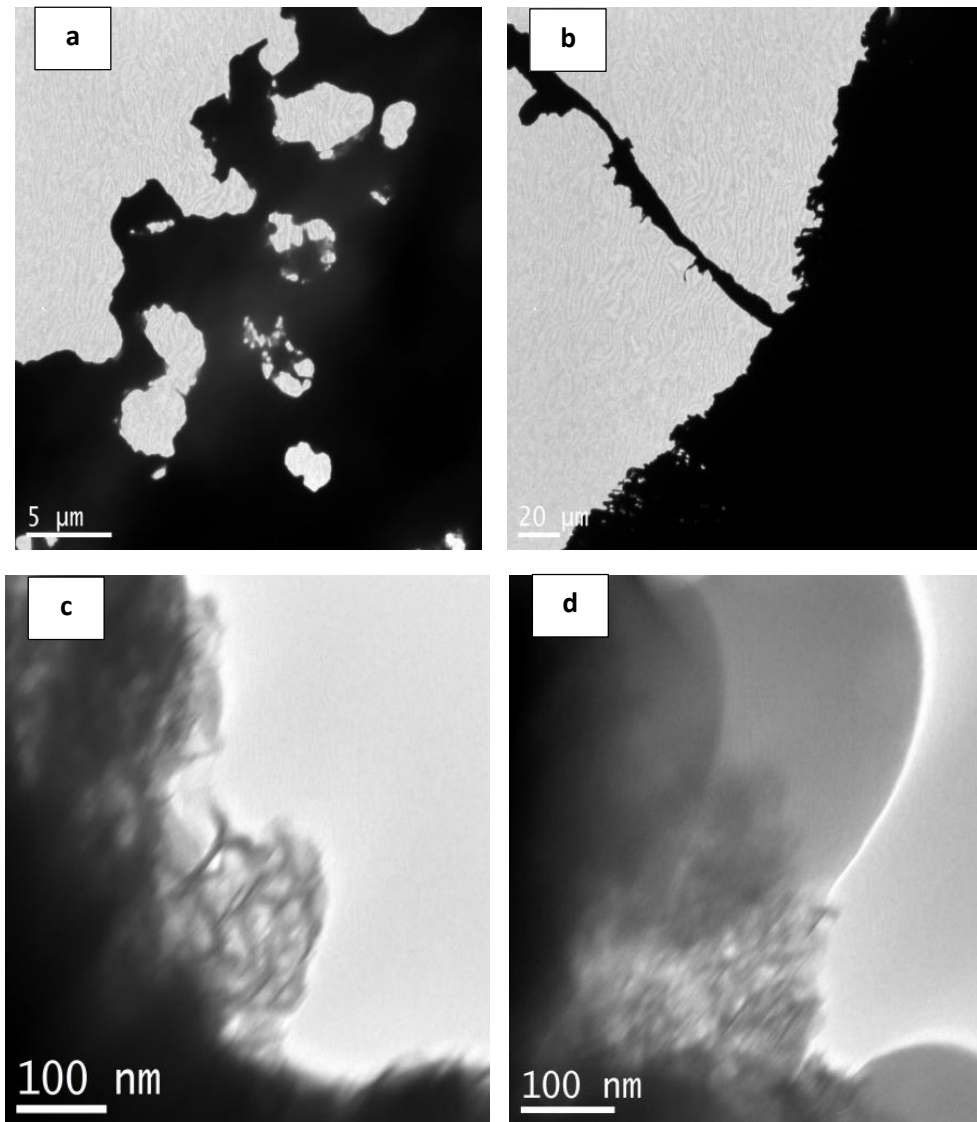


Figura 18. Resultados del análisis de una muestra de acero 1020, siguiendo el procedimiento descrito anteriormente. Para este análisis se utilizó agua regia (50% HCl en agua)

La micrografía del material analizado no puede darse debido a la poca claridad y área TEM efectiva de análisis. En esta figura es posible observar que el área efectiva no supera los 300 nm. Esta área no es suficiente para poder realizar un análisis correcto de los materiales metálicos.

Conclusiones

La identificación de defectos y alternaciones nanoestructurales en materiales ensayados por medio de deformaciones mecánicas es posible realizarla en el TEC gracias al Microscopio de Transmisión Electrónica JEOL JEM-2100. La calidad de imagen y versatilidad de este equipo es muy alta y constituye un paso importante para realizar investigaciones aplicadas de alto nivel en

Costa Rica. Las muestras ensayadas mecánicamente y preparadas en Alemania para su observación en el TEM del TEC mostraron resultados técnicos muy interesantes. Se logró determinar un patrón de crecimiento y aumento en la cantidad de precipitaciones en función al tiempo de envejecimiento de las probetas Nimonic 80A. El efecto de los ensayos mecánicos en las aleaciones Nimonic 80A y Ti3Al mostraron como las dislocaciones afectan la nanoestructuras, lo que provoca alteraciones de las macro propiedades de estos materiales. Las probetas tratadas térmicamente y posteriormente deformadas mecánicamente presentan una influencia positiva de las precipitaciones en el mecanismo de formación, crecimiento y movimiento de las dislocaciones en la microestructura de los materiales estudiados en este proyecto.

Las probetas TEM preparadas en le TEC no lograron ser observadas correctamente en el TEM. Esto debido principalmente a limitaciones técnicas con el equipo que se utilizó para la preparación de las probetas. Sin, embargo estos resultados permiten obtener una retroalimentación importante sobre los requerimientos para futuras investigaciones en esta área.

Recomendaciones

Los resultados obtenidos con las probetas TEM preparadas en el TEC no se comparan con las preparadas en Alemania. Esto podría hacer pensar que no se obtuvieron los resultados deseados respecto a la preparación, pues el área de transparencia electrónica (área TEM efectiva) fue demasiado limitado y los resultados no son determinantes en términos estructurales. Sin embargo, los autores consideran que es posible optimizar el método y obtener mejor calidad de probetas TEM. Esto nos ayuda a tomar decisiones respecto a la ruta que se debe tomar para obtener una mejor preparación de las probetas TEM. Los autores de este informe recomiendan que técnicamente y económicamente la mejor alternativa, es usar un equipo automatizado comercial como por ejemplo el TenuPol-5 de la marca Struers [4] para la preparación de muestras TEM metálicas. Solo invirtiendo en este tipo de equipo es que se puede llegar a preparar correctamente las probetas TEM para futuras investigaciones.

Agradecimientos

Se agradece el apoyo económico de la Vicerrectoría de Investigación y Extensión del TEC por el proyecto 5401-1490-2101.

Se agradece al Dr. Stoecker y la Universidad de Siegen por la cooperación y envió de las probetas TEM.

Un especial agradecimiento al Ing. Luis Fernando Alvarado Marchena por su tiempo y dedicación en la operación del TEM.

Referencias

- [1] C. Stöcker, *Einfluss des Versetzungsgleitverhaltens und der Vorgeschichteabhängigkeit auf das Ermüdungsverhalten von Nickelbasis-Superlegierungen im VHCF-Bereich*. Siegen, Germany: Siegener werkstoffkundliche Berichte, 2013.

- [2] R. Fournier Zepeda, M. Arguedas Gamboa, E. Agüero Calvo, S. Garita Medaglia, P. Alvarado Moya, J. Castro Mora, G. Meza Cascante, and M. Rojas Cháves, “Ejes de conocimiento estratégicos para el ITCR.” Asamblea Institucional Representativa, 2011.
- [3] D. B. Williams and C. B. Carter, *Transmission Electron Microscopy: A Textbook for Materials Science*, vol. V1–V4. 2009.
- [4] S. T.-5 A/S, “Automatic electrolytic thinning of specimens for transmission electron microscopy.” 2010.
- [5] E. Muller and D. Abou-Ras, “Preparation of cross-section samples for transmission electron microscopy (TEM),” *Microsc. Res. Tech.*, vol. 23, no. 3, pp. 248–251, 1992.
- [6] L. E. Murr, E. Martinez, S. M. Gaytan, D. a. Ramirez, B. I. MacHado, P. W. Shindo, J. L. Martinez, F. Medina, J. Wooten, D. Ciscel, U. Ackelid, and R. B. Wicker, “Microstructural architecture, microstructures, and mechanical properties for a nickel-base superalloy fabricated by electron beam melting,” *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.*, vol. 42, no. 11, pp. 3491–3508, 2011.
- [7] D. . Dimiduk, “Gamma titanium aluminide alloys — an assessment within the competition of aerospace structural materials,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 263, no. 2, pp. 281–288, 1999.
- [8] S. Djanarthany, J. C. Viala, and J. Bouix, “An overview of monolithic titanium aluminides based on Ti3Al and TiAl,” *Materials Chemistry and Physics*, vol. 72, no. 3. pp. 301–319, 2001.
- [9] Special Metals Corporation, “NIMONIC alloy 80A-Specification sheet,” *Smc-099*, pp. 1–24, 2004.
- [10] S. Bombac, D. Fazarinc, M. Kugler, G. Spajic, “Microstructure development of Nimonic 80A superalloy during hot deformation,” *RMZ-Materials and Gioenvironment*, vol. 55, no. 3, pp. 319–328, 2008.
- [11] O. V. Antonova, B. a. Greenberg, and a. Y. Volkov, “Deformation behavior and dislocation structure of CuAu ordered alloy,” *Gold Bull.*, vol. 41, no. 4, pp. 326–335, 2008.
- [12] M. Zimmermann, C. Stoecker, and H. J. Christ, “High temperature fatigue of nickel-based superalloys during high frequency testing,” *Procedia Eng.*, vol. 55, pp. 645–649, 2013.
- [13] V. Á. G. González, *Geometría de Cristales en la Cinética de Cristalización o Solidificación*. Mexico: Academia de Ingeniería, 2009.
- [14] H. T. Zhang, H. Y. Zhao, and W. X. He, “Microstructure and fracture behaviour of Ti 3 Al / TC4 dissimilar materials joints welded by electron beam,” vol. 33, no. 6, pp. 707–711, 2010.

- [15] J. Li, C. Chen, Z. Lin, and T. Squartini, "Phase constituents and microstructure of laser cladding Al₂O₃/Ti₃Al reinforced ceramic layer on titanium alloy," *J. Alloys Compd.*, vol. 509, no. 14, pp. 4882–4886, 2011.
- [16] B. Reppich, P. Schepp, and G. Wehner, "Some new aspects concerning particle hardening mechanisms in γ' precipitating nickel-base alloys—II. Experiments," *Acta Metallurgica*, vol. 30, no. 1, pp. 95–104, 1982.

Apéndices A: Manual de preparación de probetas metálicas para TEM