

Investigación de la microestructura y propiedades físicas de la aleación intermetálica Ni₃Al P/M consolidada por HIP bajo diferentes parámetros de compactación

U.D. Hünicke*, P. Adeva**, W. Kowalski**, P. Acosta*, G. Schulz** y K.H. Mundt**

Resumen

El objetivo de este trabajo ha sido estudiar la viabilidad del empleo de ensayos no destructivos, para estudiar la influencia de los parámetros de compactación en la microestructura y en las constantes elásticas de la aleación pulvimetalúrgica Ni₃Al con adiciones de molibdeno. Además, la homogeneidad del material y la presencia de defectos como poros, grietas se evaluaron con ayuda de la técnica de rayos-X. Las cápsulas enteras, consolidadas mediante HIP a tres diferentes temperaturas, 900, 1100 and 1250 °C han sido estudiadas mediante las técnicas de rayos-X, ultrasonidos y corrientes inducidas. Posteriormente se examinaron partes concretas de éstas, determinando en ellas parámetros como la velocidad de transmisión de ondas longitudinales y transversales en ultrasonidos, la atenuación de la señal en ultrasonidos para frecuencias elevadas, la conductividad eléctrica y la densidad, parámetros a partir de los cuales se evaluaron las constantes físicas E₀, G₀ y μ₀. Las señales de reflexión y reverberación obtenidas por la técnica de ultrasonidos han sido analizadas con ayuda de la transformada rápida de Fourier, FFT (Fast Fourier Transformation) obteniendo para ambas, un espectro de frecuencias, siendo interpretadas en forma de funciones tipo AMS (Acoustic Materials Signature). El incremento lineal de E₀ y G₀, a medida que aumenta la temperatura de consolidación, se ha relacionado con el estado de consolidación de las latas alcanzándose los máximos valores a 1.250 °C. Estos resultados están de acuerdo con las medidas de la densidad. Resultados similares se han obtenido para las medidas de conductividad eléctrica ya que el valor más alto se obtiene para el material consolidado a 1.250 °C, lo que indicaría la ausencia de defectos y por ello la temperatura óptima de consolidación.

Palabras clave Ni₃Al. Intermetálicos. Pulvimetalurgia. Ensayos no destructivos.

Effect of some consolidation parameters on the microstructure and physical properties of a PM-Ni₃Al alloy

Abstract

The aim of this work is to study the viability of using no-destructive techniques to study the effect of consolidation parameters in the microstructure and elastic constants of a PM Ni₃Al with molybdenum additions synthesised by rapid solidification and hot isostatic pressing (HIP). Furthermore the homogeneity of the compacts and presence of pores and cracks were evaluated by X-ray. For this purpose, three capsules of the alloy consolidated by HIP at different temperatures, 900, 1100 and 1250 °C, have been studied using X-ray techniques, ultrasonic measurements and Eddy-current. Parameters such as ultrasonic velocity measurements of longitudinal and transverse waves, the ultrasonic signal attenuation for high frequency, electrical conductivity and density were determined to evaluate the physical constants E₀, G₀ and μ₀. The reflected and reverberation signals have been analysed using the Fast Fourier Transformation obtaining for both a frequency spectrum that have been interpreted as Acoustic Materials Signature functions. A lineal increase of E₀ and G₀ with an increase of the consolidation temperature has been measured which has been related to the capsules densification condition. Similar results have been obtained by measuring the electrical conductivity of the capsules. Thus, the highest value was exhibited by the capsule HIPped at 1250 °C indicating that no defects are present and therefore reaching the optimal consolidation temperature.

Keywords Ni₃Al. Intermetallics. Powder metallurgy. Non-destructive tests.

(*) Institut für Werkstoffkunde. Universidad de Rostock. Albert-Einstein-Straße, 2. 18051 Rostock (Alemania).

(**) Centro Nacional de Investigaciones Metalúrgicas, CSIC. Av. Gregorio del Amo, 8. 28040 Madrid (España).

1. INTRODUCCION

Las aleaciones pulvimetalúrgicas (P/M) Ni₃Al pertenecen al grupo de los Intermetálicos para Aplicaciones Estructurales a Altas Temperaturas y son especialmente interesantes para el sector aerospacial y del automóvil. Las propiedades de la aleación intermetálica pueden mejorarse mediante el control de la microestructura. Así, un buen diseño de la aleación para una aplicación específica exige una elección adecuada de los elementos de adición y de la técnica de síntesis y procesado^[1].

La pulvimetalurgia (PM) mediante compactación isostática en caliente (HIP) es una técnica muy útil para la fabricación de piezas de forma compleja. Estudios realizados en materiales procesados por PM para aplicaciones a elevadas temperaturas indican que las propiedades mecánicas del producto final dependen de las características del polvo de partida (tamaño de partícula, distribución de tamaños, forma, microestructura, etc.) y de los parámetros de consolidación (temperatura, presión, tiempo, etc.)^[2 y 3]. Así, un material consolidado presenta mejores propiedades si las partículas iniciales de polvo son esféricas, si tienen un contenido bajo de gases atrapados, y si su superficie externa está relativamente poco oxidada. De otro modo, la unión entre las partículas, tras la consolidación, será imperfecta, lo que causa, durante las sollicitaciones mecánicas, problemas de descohesión. Otro defecto importante que, a veces, presentan los materiales pulvimetalúrgicos consolidados por HIP y que influye de una manera importante en sus propiedades mecánicas, es la presencia de porosidad residual. El empleo de métodos físicos no destructivos en la caracterización de materiales presenta la ventaja fundamental de poder utilizarse directamente sobre una pieza o componente estructural. El desarrollo de estas técnicas, para determinar las propiedades de los materiales y caracterizar su estado, comienza en los años 50. A partir de la medida de la velocidad de ondas ultrasónicas es posible determinar, mediante relaciones sencillas, las constantes elásticas del material y su evolución con la temperatura^[4].

El objetivo del presente trabajo es analizar la viabilidad de las técnicas de ultrasonidos y corrientes inducidas, en la determinación de las constantes elásticas E₀, G₀ y μ₀ y conductividad eléctrica k, en Ni₃Al consolidado por HIP a diferentes temperaturas. Además, la homogeneidad de los materiales y la presencia de defectos como poros, grietas se evalúan con ayuda de la técnica de rayos-X. Los

resultados han permitido establecer los parámetros óptimos de compactación isostática en caliente a partir de la interrelación entre microestructura y las propiedades físicas medidas.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Se obtuvieron polvos de composición Ni-10Al-3.5 Mo (% en masa) por solidificación rápida mediante atomización con argón. Los polvos se tamizaron y clasificaron en diferentes fracciones de tamaños. Polvos de la fracción 100-200 μm se encapsularon en latas de acero cilíndricas de 40 mm de diámetro y 60 mm de altura, se desgasificaron a 2 Pa y 673 K durante 2 h y finalmente se sellaron. La consolidación por compactación isostática en caliente (HIP) fue realizada a 150 MPa durante 2 h a 900, 1.100 y 1.250 °C.

La homogeneidad de las cápsulas se estudió mediante medidas de densidad con una balanza de Mohr-Westphal y técnicas de inspección radiográfica. Dicha inspección se realizó a largo de la generatriz del cilindro o lata, empleando un voltaje comprendido entre 285 y 310 kV y exposiciones de 25 mA·min.

Las cápsulas se dividieron en cuatro rodajas, con las caras perfectamente plano-paralelas, numerándose del 1 al 4, comenzando por la parte superior de la cápsula. La microestructura de los materiales consolidados se estudió mediante microscopía óptica y electrónica de barrido.

La determinación de las constantes elásticas E₀, G₀ y μ₀ se realizó mediante la técnica de ultrasonidos. Se calcularon las velocidades de transmisión de ondas longitudinales y transversales en cada rodaja, en la dirección axial de las mismas (de base a base de las rodajas). Para ello se midió el tiempo de transmisión de la onda ultrasónica en la probeta con ayuda de un ultrapreciso aparato de medición del tiempo, verificando la onda medida con ayuda de un osciloscopio. Las ondas ultrasónicas longitudinales fueron generadas con un cabezal tipo CLF4 (f=15MHz) y las transversales con un MQ4 (f = 4 MHz). Se hicieron al menos 30 medidas para poder realizar el análisis estadístico de los resultados.

Los valores de las constantes elásticas se obtienen a partir de las siguientes igualdades:

$$\mu_0 = [1/2 \cdot (C_T / C_L)^2] / [1 - (C_T / C_L)^2]$$

$$G_0 = \rho \cdot C_T^2$$

$$E_0 = 2 \cdot G_0 \cdot (1 + \mu_0)$$

Siendo:

C_T = velocidad de transmisión transversal, m/s
 C_L = velocidad de transmisión longitudinal, m/s
 ρ = densidad, kg/m^3
 E_o = módulo de elasticidad, GPa
 G_o = módulo de elasticidad transversal ó de Coulomb, GPa
 μ_o = constante de Poisson

Para la determinación de la variación de la conductividad eléctrica a lo largo de las probetas se utilizó la técnica de las corrientes de Eddy y el sistema de medida Sigmascoppe, el cual trabaja con un palpador absoluto y una frecuencia constante $f=68$ kHz. El palpador se coloca sobre la superficie metálica y se lee directamente en pantalla el valor de la conductividad. Se ha estimado una profundidad media de penetración de las corrientes de 1,6 mm y un valor para la permeabilidad $\mu_r \approx 1$. Los ensayos se realizaron en cada una de las cuatro rodajas, a una temperatura de 20 °C. También se hicieron 30 medidas por rodaja.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La inspección radiográfica de las tres cápsulas no evidenció la presencia de poros en ninguna de las latas, aunque hay que tener en cuenta que el límite de detección con esta técnica se sitúa en 0,1mm. Sí se observó, sin embargo, en las radiografías realizadas en los tres compactos, la presencia de unas pocas áreas brillantes de alta densidad. Este hecho creemos que es una contaminación y está asociado probablemente a la presencia de virutas o rebabas procedentes del corte de tubo de acero utilizado para preparar el contenedor y que pese haber sido limpiados, quedaron atrapadas en el interior.

La microestructura de los materiales consolidados es similar en los tres casos. Está constituida por granos de tamaño heterogéneo, siendo posible reconocer las partículas originales de polvo. En la figura 1 (izquierda) se muestra una sección metalográfica del material compactado a la temperatura más baja (900 °C).

Las medidas de la densidad realizada en las tres cápsulas indican que ésta aumenta con la temperatura de consolidación desde 7.520 kg/m^3 a 900 °C hasta 7.585 kg/m^3 a 1.250 °C (Fig. 2). Estos resultados se tienen que relacionar con una consolidación incompleta y con la presencia de poros < 0.1mm, especialmente en la cápsula compactada a la menor temperatura. Para comprobar esta hipótesis se examinaron las rodajas del extremo

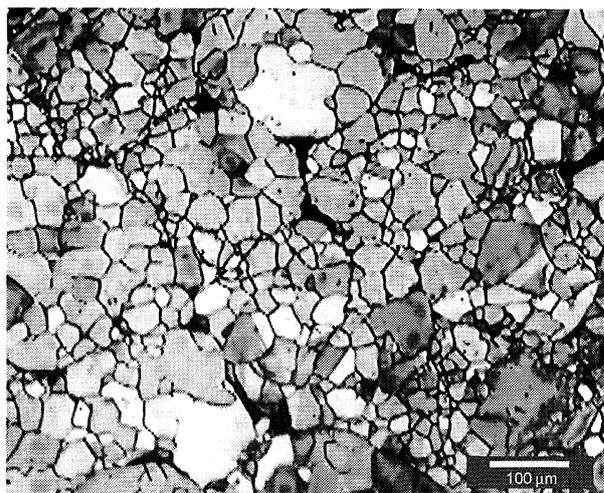


Figura 1. Microestructura del material consolidado a 900 °C.

Figure 1. Microstructure of the material consolidated by HIP at 900 °C.

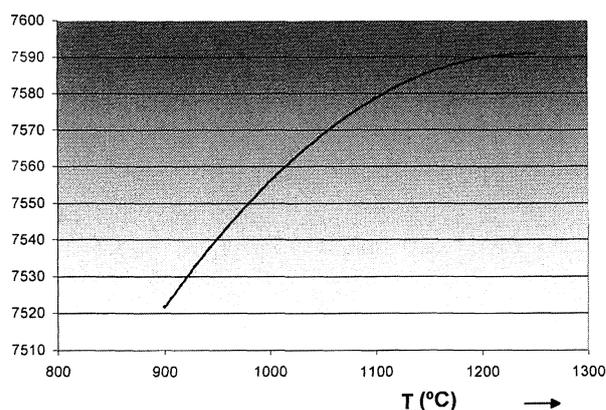


Figura 2. Variación de la densidad de los compactos, ρ , en función de la temperatura de consolidación.

Figure 2. Density of the compacts, ρ , as a function of the consolidation temperature.

inferior de las cápsulas (rodajas n° 4) y, en el caso del material consolidado a 900 °C, se observó la presencia de poros, de diferente tamaño, situados en las uniones entre partículas originales de polvo como se muestra en la figura 3. Una fracción de volumen del orden de un 1,7 % fue medida mediante metalografía cuantitativa.

Los resultados obtenidos mediante la técnica de ultrasonidos para determinar las constantes elásticas indican que, en los tres, el módulo de Young, E_o , aumenta linealmente con la temperatura de compactación (Fig. 4). La variación de G_o es similar, a diferencia del coeficiente de Poisson, μ_o , que presenta un máximo para la temperatura de compactación de 1.100 °C como se ve en la figura 5. Este incremento de E_o y G_o , a medida que aumenta

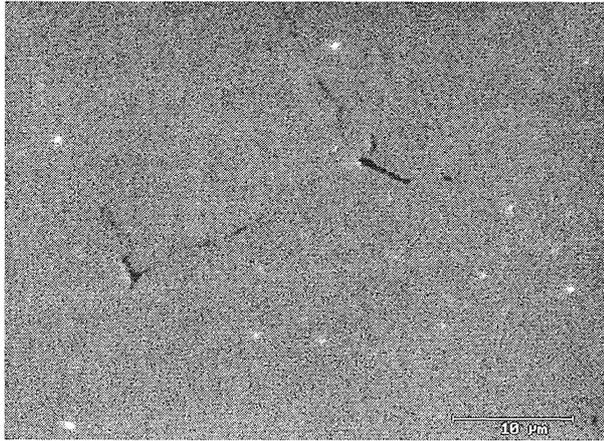


Figura 3. Detalle de una zona donde se observan poros.

Figure 3. Detail of a region showing pores temperature.

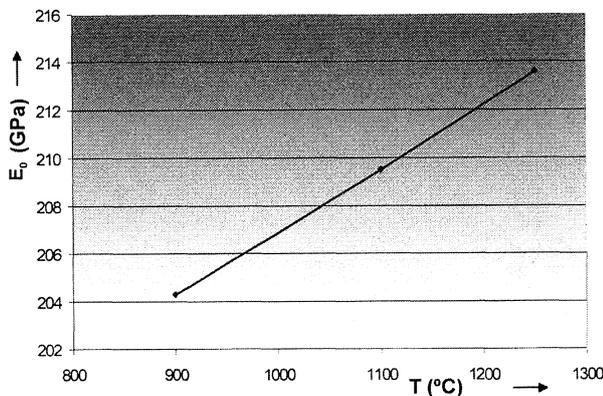


Figura 4. Variación de E_o con la temperatura de compactación.

Figure 4. E_o evolution with consolidation temperature.

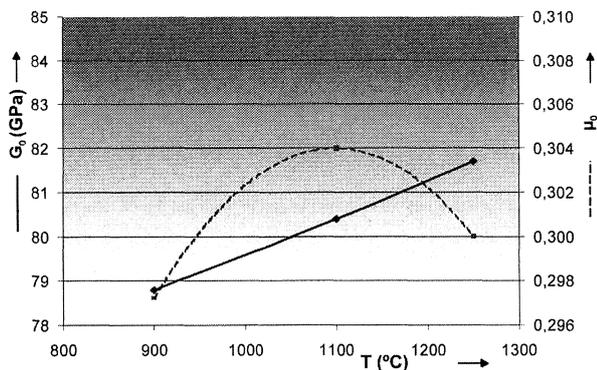


Figura 5. Variación de G_o y μ_o con la temperatura de compactación.

Figure 5. G_o and μ_o evolution with consolidation temperature.

la temperatura de consolidación, puede asociarse al estado de consolidación de las latas y los máxi-

mos valores se alcanzan a 1.250 °C porque se ha alcanzado la unión completa de las partículas. Estos resultados están de acuerdo con los obtenidos para la densidad

Es importante señalar que los valores de los parámetros medidos en el material aquí estudiado, un Ni₃Al policristalino e isotrópico, están de acuerdo con los calculados por Prikhodo *et al.* para el Ni₃Al estequiométrico^[5].

Por otra parte, la conductividad eléctrica, medida en cada uno de los compactos, presenta valores similares (las variaciones caen dentro del error experimental) para las temperaturas de 900 y 1.100 °C, pero se observa un aumento apreciable a 1.250 °C (Fig. 6). Este comportamiento podría explicarse por el estado de consolidación de los materiales. La presencia de defectos de compactación conduciría a valores bajos de conductividad y su ausencia, en el caso de la consolidación a 1.250 °C, conduciría al aumento de este parámetro.

Finalmente, con objeto de relacionar los valores de las magnitudes físicas medidas con el estado del material consolidado, se ha determinado el valor del módulo de elasticidad E_o a lo largo de la dirección longitudinal de la cápsula. En la figura 7 se representan dichos valores para los tres materiales. Se observa claramente que el material consolidado a 1.250 °C presenta la mejor homogeneidad.

Para comprobar si el resto de los parámetros físicos medidos informan sobre el estado de homogeneidad de los compactos, se ha introducido el término número de homogeneidad, HGZ. Este número se ha definido del siguiente modo:

$$\text{N}^\circ \text{ homogeneidad} = 1 / [(\Delta Y_{\text{máx}} / (\bar{Y}) \cdot 100)]$$

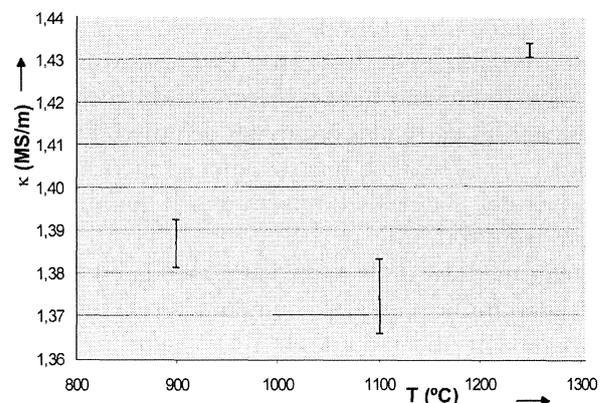


Figura 6. Variación de la conductividad eléctrica K con la temperatura de consolidación.

Figure 6. Electrical conductivity variation with consolidation temperature.

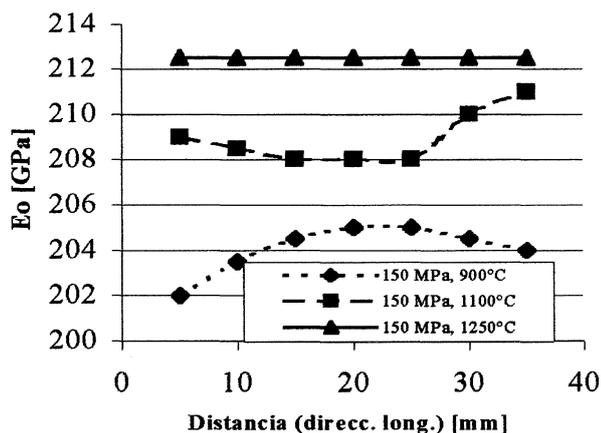


Figura 7. Variación de E_o en dirección longitudinal de la cápsula para los tres materiales consolidados.

Figure 7. E_o values along the longitudinal direction of the capsule for the three materials.

Siendo:

Y, una magnitud física concreta

$$\Delta Y_{\text{máx}} = Y_{\text{máx}} - Y_{\text{mín}}$$

\bar{Y} , el valor medio de dicha magnitud

En la figura 8 se ha representado el valor de las magnitudes físicas módulo de elasticidad, conductividad eléctrica y densidad, en función del N° de homogeneidad para los tres materiales compactados a las tres temperaturas. Igual que para el módulo de elasticidad de la figura 6, parece deducirse que el material consolidado a 1.250 °C es el más

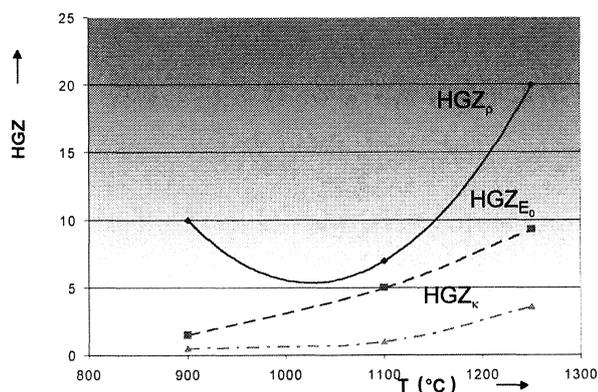


Figura 8. N° homogeneidad para el módulo de elasticidad, E_o , conductividad eléctrica, k , y densidad, ρ .

Figure 8. Homogeneity number for Young's module, E_o , Conductivity, k , and density, ρ .

homogéneo ya que las tres magnitudes muestran los valores más elevados de este número, a dicha temperatura.

4. CONCLUSIONES

El empleo de técnicas físicas no destructivas para estudiar las constantes elásticas de tres compactos de la aleación pulvimetalúrgica $Ni_3Al-3,5Mo$, consolidados a 900, 1.100 y 1.250 °C permite concluir lo siguiente:

- La densidad del material crece a medida que lo hace la temperatura de consolidación lo cual está relacionado con el estado de densificación del compacto. A 1.250 °C se alcanza los valores más altos de la densidad.
- Los módulos elásticos E_o y G_o crecen casi linealmente con la temperatura de compactación. El coeficiente de Poisson μ_o , sin embargo, presenta un máximo a 1.100 °C. Los valores más elevados de la conductividad eléctrica se alcanzan a 1.250 °C.
- Se ha comprobado que la técnica de ultrasonidos permite diagnosticar el grado de homogeneidad de los compactos y por tanto estado de densificación. Para ello basta con seguir la evolución de alguna de las constantes a lo largo de la dirección longitudinal del compacto.

Agradecimientos

Trabajo realizado dentro de un proyecto DAAD y de la Accion Integrada Hispano-Alemana HA-1997-0045 llevada a cabo entre el IWK de la Universidad de Rostock y el Cenim del CSIC.

REFERENCIAS

- [1] M. YAMAGUCHI, H. INUI y K. ITO, *Acta Mater.* 48 (2000) 307-322.
- [2] P. PÉREZ, J.L. GONZÁLEZ CARRASCO, G. CARUANA, M. LIEBLICH y P. ADEVA, *Mater. Charac.* 33 (1994) 349-356.
- [3] P. PÉREZ, J.L. GONZÁLEZ CARRASCO y P. ADEVA, *Mater. Sci. Eng.* A199 (1995) 211-218.
- [4] G.G. LEIK y A. SAIGAL, *Scr. Mater* 33 (1995) 1151-1157.
- [5] S.V. PRIKHODKO, J.D. CARNES, D.G. ISASK, H. YANG y A.J. ARDELL, *Metall. Mater. Trans.* 30 (1999) 2403-2408.