

2016

Proyecto HOTC – PROCESADO DE ALEACIONES TENDENTES AL AGRIETAMIENTO EN CALIENTE MEDIANTE TECNOLOGÍAS DE FABRICACIÓN ADITIVA POR HAZ LÁSER

Nº Expte IMAMCC/2016/1

Documento resumen del resultado del proyecto



PAQUETE DE TRABAJO 1. ESTADO DEL ARTE DE MATERIALES CON TENDENCIA AL AGRIETAMIENTO EN CALIENTE

Los objetivos de este paquete de trabajo son:

1. Establecer el estado del arte de los materiales que tienen tendencia al agrietamiento en caliente así como los potenciales usos (mercados) de estos materiales.
2. Establecer los procedimientos que actualmente se utilizan para la obtención de estos materiales.
3. Seleccionar el material a estudiar

En este paquete de trabajo 1 se han realizado las siguientes actividades:

Tarea 1.1. Revisión bibliográfica de los materiales con tendencia al agrietamiento en caliente

Tarea 1.2. Selección del material a procesar por SLM

Tarea 1.3. Vigilancia tecnológica

Tarea 1.1. Revisión bibliográfica de los materiales con tendencia al agrietamiento en caliente

AGRIETAMIENTO POR SOLIDIFICACIÓN

El agrietamiento por solidificación, se presenta normalmente en piezas de fundición y lingotes, y en la soldadura por fusión, como se muestra en la figura 1 (izquierda). Tal agrietamiento, como se muestra en la figura 1 (derecha), es intergranular, es decir, a lo largo de los límites de grano del metal soldado [1].

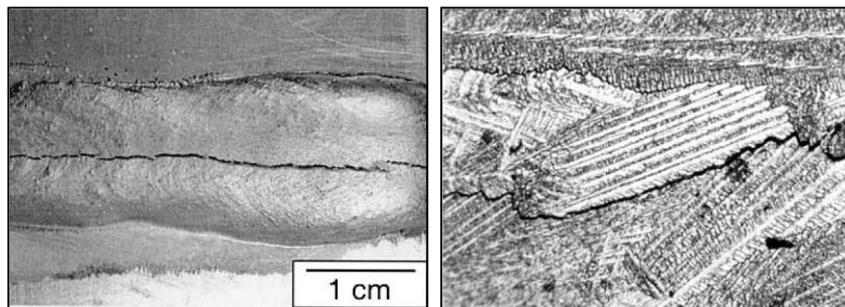


Figura 1. Agrietamiento por solidificación de una aleación de aluminio 6061 soldada por GMAW (izquierda) y una aleación 7075 soldada con autógena (derecha)

Se produce durante la fase terminal de la solidificación, cuando las tensiones de tracción desarrolladas a través de los granos adyacentes superan la resistencia del metal de soldadura casi completamente solidificado [2-4]. El metal de soldadura solidificado tiende a contraerse debido a la contracción de solidificación y a la contracción térmica. El metal base circundante

también tiende a contraerse, pero no tanto, porque no está fundido ni caliente tanto del promedio. Por lo tanto, la contracción del metal que está solidificando puede ser obstaculizada por el metal base, especialmente si la pieza de trabajo está limitada y no puede contraerse libremente. En consecuencia, se desarrollan tensiones de tracción en el metal de soldadura que está solidificando. La gravedad de tales tensiones de tracción aumenta con el grado de restricción y el espesor de la pieza de trabajo. El término “agrietamiento en caliente” se utiliza ampliamente en la literatura para describir una serie de fenómenos de agrietamiento a elevadas temperaturas, realmente se refiere a tres tipos distintos de agrietamiento. El *agrietamiento por solidificación de la soldadura* se produce en la zona de fusión al final de la solidificación. Normalmente, esta forma de agrietamiento se asocia con las películas de líquido a lo largo de las fronteras de grano de solidificación (SGBs). El *agrietamiento por licuación de la ZAC* se produce en la zona parcialmente fundida (*Partially Melted Zone, PMZ*) de la ZAC. También es intergranular y se debe a películas de líquido continuas que se forman a elevadas temperaturas. El *agrietamiento por licuación del metal soldado* es exclusivo del metal soldado recalentado y se observa con mayor frecuencia en las soldaduras de varias pasadas o después de la soldadura de reparación. Estas grietas se pueden formar en los SGBs o en los límites de grano migrados (MGBs) y son el resultado de la refusión de estos límites durante el recalentamiento a elevadas temperaturas.

Si una cantidad suficiente de metal líquido está presente cerca de las grietas, puede “rellenar” y “curar” las grietas incipientes. La “fase terminal de la solidificación” se refiere a una fracción de sólido, f_s , cerca de 1, y no necesariamente una temperatura cerca del límite inferior del intervalo de temperatura de solidificación. Dependiendo de la forma en que varía con la temperatura en una aleación, f_s puede estar cerca de 1 y se puede formar una red sólida entrelazada coherente a pesar de que la temperatura está sólo ligeramente por debajo de la temperatura de *liquidus*. De hecho, Matsuda et al. [5, 6] han reportado que el agrietamiento por solidificación se produce en algunos aceros al carbono y aceros inoxidable a temperaturas ligeramente por debajo de su temperatura de *liquidus*.

FACTORES QUE INFLUYEN EN EL AGRIETAMIENTO POR SOLIDIFICACIÓN

- **Control de la composición química.**

El efecto de un elemento de aleación o impureza individual generalmente está influenciado sinérgicamente por la presencia de otros elementos en la aleación así que es necesario tener en cuenta todos los elementos presentes cuando se trata de predecir la susceptibilidad al agrietamiento por solidificación. Para muchos sistemas de aleación, se han desarrollado relaciones empíricas para predecir la susceptibilidad al agrietamiento basadas en la composición química y la más sencilla de ellas fue desarrollada por Bailey y Jones de TWI para aceros C-Mn [7]:

$$CS_{TWI} \text{ (wt.\%)} = 230C + 190S + 75P + 45Nb + 12.3Si + 5.4Mn - 1$$

Si $CS_{TWI} < 20$, el material es resistente a la formación de grietas. Esta fórmula demuestra el efecto deletéreo del carbono (más de 0.08 wt.%) y azufre, y el efecto beneficioso del silicio y manganeso en estos aceros. Se sabe que el manganeso forma un compuesto MnS estable antes de la solidificación, y, por lo tanto, la adición de Mn reduce el nivel “efectivo” del S en el baño de soldadura [8, 9]. El efecto del Si no es tan sencillo puesto que se añade como desoxidante y también mejora las características de flujo y mojado del baño de soldadura. El diagrama de la figura 2(izquierda) fue desarrollado por Karjalainen et al. [10] a partir de datos de publicados de soldabilidad de los aceros estructurales. Se muestra claramente el efecto del comportamiento de solidificación en la susceptibilidad al agrietamiento en estos aceros. A medida que aumenta el valor de Ni equivalente (Ni_{eq}), hay una transición de aceros resistentes a susceptibles para aceros con diferentes valores de Cr equivalente (Cr_{eq}). Esta transición refleja el cambio en el comportamiento de solidificación de ferrita primaria (BCC), para un bajo valor de Ni_{eq} , a austenita primaria (FCC) para altos valores de Ni_{eq} . Este diagrama puede servir de guía al evaluar la susceptibilidad potencial. En la figura 2(derecha) se muestra la relación entre la proporción Mn/S y el contenido de carbono [11].

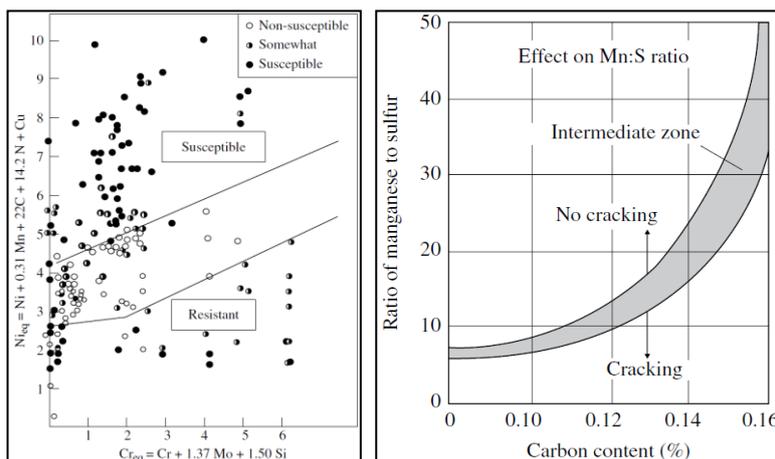


Figura 2. Izquierda: Susceptibilidad al agrietamiento de aceros basado en composición química [10], derecha: Efecto de la relación Mn/S y el contenido de carbono en el agrietamiento por solidificación de aceros [11]

El Mn se utiliza para contrarrestar el efecto del S, pero una baja relación Mn/S promueve la formación de grietas, sobre todo con alto contenido de carbono. El efecto neto es que altos niveles de carbono promueven la solidificación como austenita y, en presencia de altos niveles de azufre (baja relación Mn/S) aumenta la susceptibilidad a la formación de grietas. En general, manteniendo la cantidad de ferrita (FN) por encima de 3 es suficiente para evitar el agrietamiento, incluso en soldaduras con grandes restricciones. Este es un resultado directo del control del modo de solidificación primaria. Cuando la ferrita es la fase primaria de la solidificación, la susceptibilidad al agrietamiento es bastante baja. Para los aceros inoxidables austeníticos que solidifican como austenita, la susceptibilidad al agrietamiento por

solidificación es mucho más alta, particularmente si los niveles de impurezas son altos. En sistemas de materiales que presentan una reacción eutéctica, el agrietamiento de solidificación generalmente muestra un aumento en la susceptibilidad hasta un máximo y luego una disminución, como se muestra esquemáticamente en la figura 3 (izquierda).

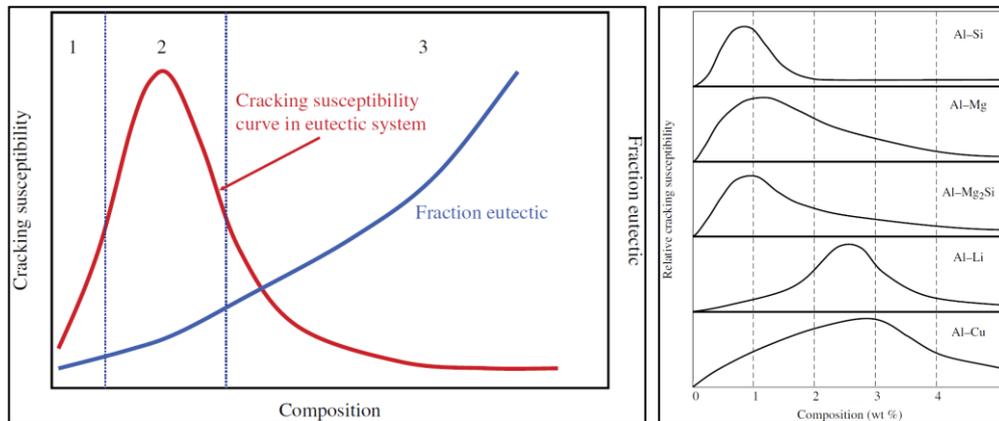


Figura 3. Izquierda: Curva de susceptibilidad al agrietamiento por solidificación en una aleación que contiene una reacción eutéctica. **Derecha:** Susceptibilidad al agrietamiento por solidificación en sistemas binarios de aleaciones de aluminio [12-16]

En la región 1, va aumentando el intervalo de temperatura y la fracción eutéctica. Inicialmente, la susceptibilidad es baja porque no hay suficiente líquido para recubrir los SGBs (borde de subgranos) y el intervalo de temperatura de solidificación es pequeño. En la región 2, la película eutéctica recubre los límites de subgranos y el intervalo de temperatura de solidificación está en su máximo. En la región 3, se genera suficiente cantidad de líquido de la composición eutéctica para promover la curación/sellado de las grietas. Esto se conoce como “curación/sellado eutéctico” y se puede utilizar para reducir la susceptibilidad al agrietamiento, incluso cuando el intervalo de temperatura de solidificación es grande. Este enfoque es particularmente importante en las **aleaciones de aluminio**. La figura 3(derecha) muestra la susceptibilidad al agrietamiento por solidificación en sistemas binarios de aleaciones de aluminio teniendo en cuenta la teoría contracción-fragilidad [12-16]. Todos estos sistemas de aleaciones de aluminio muestran esencialmente el mismo comportamiento que se ilustra en la figura 3(izquierda), con un aumento inicial del agrietamiento seguido por una disminución a medida que aumenta la fracción de líquido eutéctico presente en el final de la solidificación. Esto demuestra la importancia del relleno de grietas en los sistemas eutécticos como un método potencial para reducir la susceptibilidad al agrietamiento. Utilizando la relación para la determinación de la fracción eutéctica es posible calcular (para un sistema binario) la fracción eutéctica que está presente en el máximo de susceptibilidad al agrietamiento para cada sistema de aleación en la figura 3(derecha).

- **Película de líquido en los límites de grano**

Se requieren películas de líquido en los límites de grano para el agrietamiento por solidificación. A medida que aumenta la cantidad de líquido que se solidifica isotérmicamente durante la etapa final del enfriamiento, generalmente la susceptibilidad al agrietamiento disminuye. Este fenómeno es la base para el diseño de muchas composiciones de metales de aporte y para la soldadura fuerte. El nivel crítico de líquido en los límites de grano parece ser esa cantidad que apenas, pero completamente, moja el límite a una temperatura suficientemente por debajo de la temperatura de solidificación del material macizo. Para las aleaciones de aluminio, el nivel crítico parece estar en el rango de 2.4 a 5.5 vol.% y para otros sistemas de aleación, la cantidad dependerá de las características de mojado del líquido, como se muestra en la figura 4.

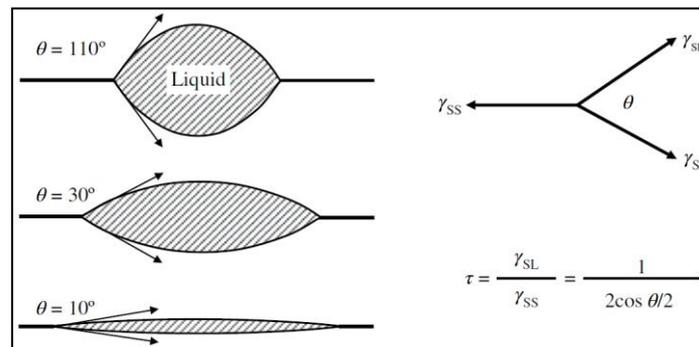


Figura 4. Mojado del límite de grano

En la práctica, por lo general es imposible saber los valores de las energías interfaciales relativas en sistemas de aleaciones complejas, y por lo tanto, las características de mojado de los límites son muy difíciles de cuantificar. Por lo general, no es práctico el control del mojado de los límites de grano como forma de reducir el agrietamiento por solidificación, aunque se cree que la reducción del nivel de azufre o el aumento del contenido de oxígeno reduce el mojado de los límites de grano en muchas aleaciones ferrosas. También se cree que impurezas tales como fósforo y boro mejoran las características de mojado, como el silicio que se añade a muchos metales de aporte de soldadura para mejorar la fluidez.

- **Efecto de la restricción**

La restricción de soldadura surge de contribuciones intrínsecas (internas) y extrínsecas (externas). Las restricciones intrínsecas primarias resultan de la reducción volumétrica (contracción) asociada con la solidificación – esto está en el intervalo de 3 a 8% para los sistemas metálicos. La forma del cordón de soldadura y las propiedades de material base y ZAC circundante también contribuyen a la restricción intrínseca. La forma del charco macroscópico puede tener una influencia significativa en la susceptibilidad al agrietamiento por solidificación. Una zona de soldadura en forma de “lágrima” alargada generalmente es

susceptible a un agrietamiento por la línea central debido al aumento en la segregación de elementos de aleación e impurezas (solidificación macroscópica) y a consideraciones geométricas (Figura 5).

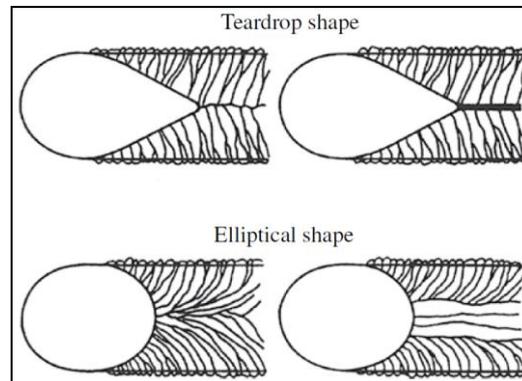


Figura 5. Ilustración de las zonas/piscinas de soldadura elípticas y en forma de lágrima

La línea central es normal a la restricción máxima tanto intrínseca como extrínseca. Esta situación normalmente se puede eliminar mediante la reducción de la velocidad de avance de la soldadura, pulsando la corriente de soldadura u oscilando el cordón de lado a lado. Un factor importante que influye en la susceptibilidad de un material al agrietamiento por solidificación puede ser simplemente el perfil del cordón de soldadura. El perfil afecta el nivel de restricción que se acumula en la soldadura durante la fase final de la solidificación. Las soldaduras cóncavas que unen toda la junta producen más restricciones que las convexas más pequeñas. Manteniendo un perfil de soldadura plano o ligeramente convexo puede evitar el agrietamiento por solidificación en algunas situaciones. Soldaduras grandes cóncavas son comunes en la fabricación real, ya que su uso optimiza la eficiencia del proceso mediante el aumento de los índices de deposición y reduciendo los tiempos de soldadura. Cuando se producen graves problemas de agrietamiento, a menudo se requiere un enfoque intermedio, lo que reduce el nivel de restricción en la solidificación. Esto generalmente se logra mediante la reducción de la entrada de calor y con más pasadas para rellenar la junta. Ajustando la relación profundidad/anchura también se puede reducir la restricción dentro de la soldadura durante la solidificación. Con algunos procesos, como la soldadura por haz de electrones, esto puede ser difícil debido a la naturaleza inherente del proceso. **En los sistemas de aleación que son endurecidos por precipitación, tales como superaleaciones base níquel, la susceptibilidad al agrietamiento por solidificación se puede reducir mediante la reducción de la resistencia del metal base a través de un recocido de disolución y con un tratamiento de envejecimiento post-soldadura se restaura la resistencia del metal base y la soldadura.** El nivel de restricción de la soldadura que está presente durante la solidificación y la forma en que dicha deformación se acomoda a lo largo de los límites que son mojados con una película de líquido es difícil de cuantificar y controlar. En general, la restricción de soldadura sólo se puede controlar cualitativamente mediante un diseño de junta adecuado, fijación, parámetros

de proceso de soldadura y la selección y preparación de de materiales. Como se señaló anteriormente, simples cambios en la geometría de la soldadura pueden ser útiles en la prevención de grietas en materiales que tienen susceptibilidad marginal al agrietamiento por solidificación. Se pueden utilizar modelos de elementos finitos para predecir el nivel de tensiones de soldadura sobre la base de la geometría y propiedades de los materiales. Tal enfoque puede ser útil en la reducción de las tensiones de soldadura a un nivel en el que se evita el agrietamiento.

IDENTIFICACIÓN DEL AGRIETAMIENTO POR SOLIDIFICACIÓN

La identificación del agrietamiento por solidificación en la mayoría de los materiales es relativamente sencilla. Mediante análisis metalográfico, las grietas casi siempre se producen a lo largo de los límites de subgranos (SGBs). En aleaciones en las que el agrietamiento es severo, las grietas también pueden ocurrir a lo largo de celdas y dendritas, pero esto es poco común. En aceros estructurales y aleaciones de titanio, donde la difusión y las transformaciones a elevada temperatura han eliminado cualquier resto de la estructura de solidificación, la evidencia metalográfica no es tan clara y puede ser necesario realizar un análisis de la superficie de fractura (análisis fractográfico). Esto se lleva a cabo normalmente utilizando un SEM a aumentos de 500x o superiores. La superficie de fractura de grietas de solidificación suele ser bastante distinta. Ellas tienden a mostrar una morfología celular o dendrítica, a menudo descrito como un aspecto “caja de huevos (eggcrate)”. Esto resulta de la separación de frentes celulares o dendríticos opuestos, a lo largo de una fina película líquida al final de la solidificación. Como se ha descrito anteriormente, es raro observar alguna evidencia de puente sólido-sólido en la superficie de fractura ya que esto se manifestaría por un modo de fractura dúctil. La fractura plana o dendrítica no suele observarse en los fallos de soldadura actuales derivados del agrietamiento por solidificación. En general, un cambio de fractura dendrítica a plana es probablemente indicativo de una transición a estado sólido (agrietamiento de ductilidad profunda), particularmente en aceros inoxidable austeníticos y aleaciones base níquel y también se debe analizar con microscopía electrónica de barrido (SEM) ya que está en la escala de micras. Se proporcionan algunos ejemplos/casos representativos de caracterización metalográfica y fractográfica del agrietamiento por solidificación. **Los materiales que se solidifican como austenita (FCC) son generalmente más susceptibles al agrietamiento que los que solidifican como ferrita (BCC). Entre estos materiales son muchos de los aceros inoxidable austeníticos, algunos de los aceros estructurales y todas las aleaciones base níquel.** El ejemplo mostrado en la figura 6 es una superaleación base níquel, la aleación 718 (Ni-20Cr-15Fe-5Nb-3Mo), que es endurecible por precipitación por adición de Nb. El Nb segrega fuertemente en la mayoría de las aleaciones base Ni resultando en una reacción eutéctica con una estructura de solidificación final que consta de carburo de niobio (NbC), fase de Laves rica en Nb o una mezcla de estas fases. El efecto neto de la segregación Nb es la ampliación del intervalo de temperaturas de solidificación y un aumento en la susceptibilidad al agrietamiento. Se observa los restos de una

película líquida continua a lo largo de un SGB con la posible presencia de NbC y la fase de Laves.

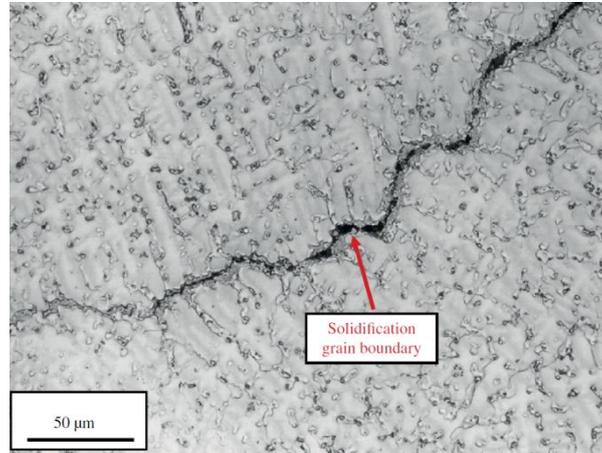


Figura 6. Agrietamiento por solidificación de una superaleación base níquel 718

También se puede presentar agrietamiento por solidificación en materiales que se solidifican como una estructura cristalina bcc. Esto incluye la mayoría de los aceros al carbono y de baja aleación; aceros ferríticos, aceros martensíticos, aceros inoxidables dúplex y aleaciones de titanio.

ESTRATEGIAS PARA REDUCIR EL AGRIETAMIENTO POR SOLIDIFICACIÓN

- **Control de la composición química del metal o aleación.**

Para evitar o reducir el agrietamiento por solidificación, se deben evitar metales base de composiciones susceptibles. Sin embargo, cuando se ha de soldar un metal base con una composición química susceptible al agrietamiento, se puede seleccionar un metal de aportación de una composición química adecuada para ajustar la composición del metal de soldadura a un nivel menos susceptible.

- **Control de la estructura de solidificación**

Afino del grano. Como se mencionó anteriormente, las soldaduras con granos columnares gruesos son a menudo más susceptibles a agrietamiento por solidificación que aquellos con granos equiaxiales finos. Por lo tanto, se recomienda refinar el grano del metal de soldadura. De hecho, los metales de aportación de aluminio 2219 y 2319 están diseñados de tal manera que tienen un contenido de cobre sensible al agrietamiento y también pequeñas cantidades de agentes de afinado del grano, tales como Ti y Zr para reducir al mínimo el agrietamiento por solidificación.

Oscilación del arco magnético. Kou y Le [17-19] estudiaron el efecto de la oscilación del arco magnético en la estructura de grano y agrietamiento por solidificación de soldaduras de aleación de aluminio. La oscilación transversal del arco a bajas frecuencias puede producir granos columnares alternados. La figura 7 muestra que este tipo de estructura de grano puede ser eficaz en la reducción del agrietamiento de solidificación [17]. Como se ilustra en la figura 8, granos columnares que invierten su orientación a intervalos regulares fuerzan a la grieta a cambiar su dirección periódicamente, lo que hace difícil la propagación de grietas [18].

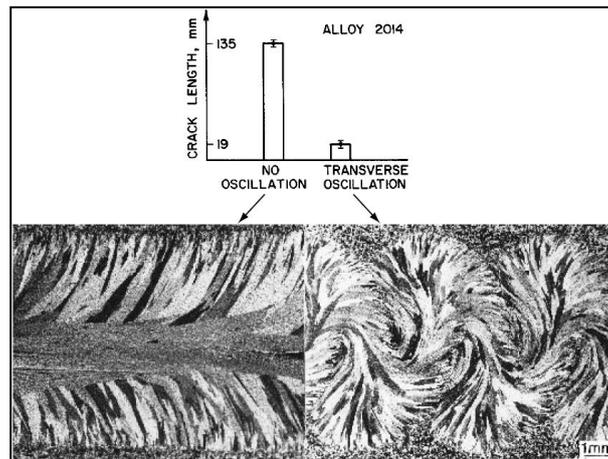


Figura 7. Efecto de la oscilación transversal del arco (1 Hz) en la formación de grietas en soldadura GTAW para una aleación de aluminio 2014.

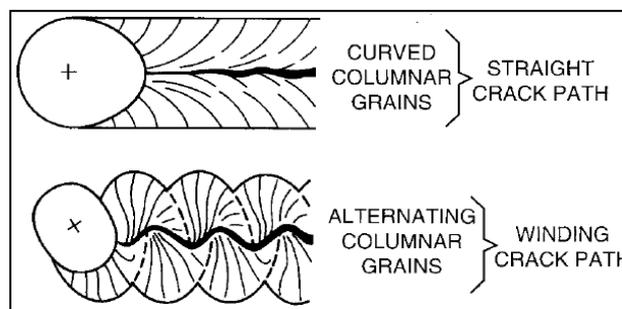


Figura 8. Esquema que muestra el efecto de la oscilación de arco en la formación de grietas por solidificación.

- **Uso de condiciones de soldadura favorables**

Reducción de deformaciones. El uso de fuentes de calor de alta intensidad (haz láser o de electrones) reduce significativamente la distorsión de la pieza de trabajo y por lo tanto las deformaciones inducidas térmicamente. Menos restricciones y un precalentamiento adecuado de la pieza de trabajo también pueden ayudar a reducir tensiones.

Mejora de la geometría de la soldadura. La forma del cordón de soldadura también puede afectar el agrietamiento por solidificación. Cuando una soldadura cóncava de una sola pasada se enfría y se contrae, la superficie exterior se tensiona (figura 9a). Se puede considerar que la superficie exterior está siendo tirada hacia el borde y la raíz. Sin embargo, haciendo la superficie externa convexa (figura 9b), tirando hacia la raíz realmente comprime la superficie exterior y compensa la tensión causada tirando hacia los dedos de los pies. En consecuencia, se reducen los esfuerzos de tracción a lo largo de la superficie exterior y se disminuye la tendencia a la formación de grietas desde la superficie externa. Sin embargo, debe señalarse que una convexidad excesiva puede producir concentraciones de tensión e inducir la formación de grietas de fatiga o por hidrógeno en el borde.

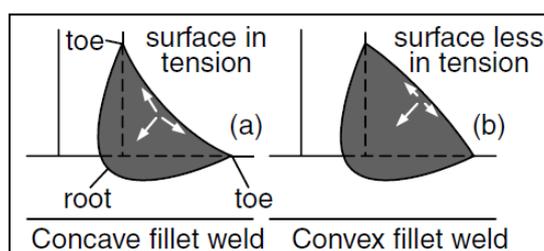


Figura 9. Efecto de la forma del cordón de soldadura en el estado tensional del centro de la superficie exterior: (a) soldadura de filete cóncavo; (b) soldadura de filete convexo.

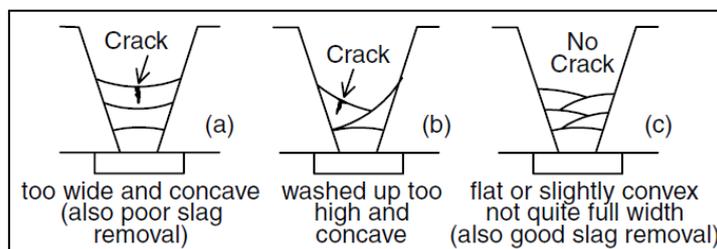


Figura 10. Efecto de la forma del cordón de soldadura en la solidificación de una soldadura de varias pasadas: (a) cóncava; (b) cóncava; (c) convexa.

En una soldadura de varias pasadas (figura 10), la formación de grietas de solidificación también puede iniciar desde la superficie de la soldadura si las pasadas son demasiado anchas y cóncavas [58]. La relación anchura y profundidad de la soldadura también puede afectar a la formación de grietas de solidificación. Como se representa en la figura 11, soldaduras estrechas y profundas con una baja relación de anchura a profundidad pueden ser susceptibles a la formación de grietas en la línea central de la soldadura. Esto es debido al ángulo empinado del pilar entre los granos columnares que crecen desde los lados opuestos de la zona de soldadura. Este tipo de agrietamiento se observa a menudo en las soldaduras profundas y estrechas producidas por EBW o SAW.

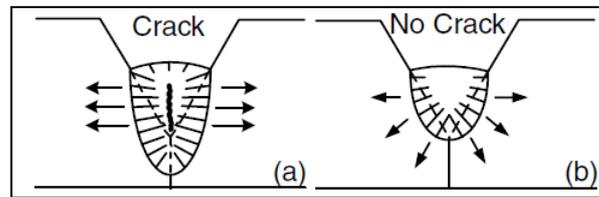


Figura 11. Efecto de la relación profundidad/anchura de soldadura en el agrietamiento de la línea central: (a) Relación demasiado alta; (b) relación correcta.

Tarea 1.2. Selección del material a procesar por SLM

Como pudimos constatar en la tarea anterior, los materiales metálicos susceptibles al agrietamiento son: aleaciones de aluminio, aceros al carbono, aceros aleados, aceros inoxidables, aleaciones de titanio, aleaciones de magnesio y superaleaciones base níquel. Las **aleaciones de aluminio** son más frecuentemente soldadas que cualquier otro tipo de aleaciones no ferrosas, debido a sus amplias aplicaciones y buena soldabilidad. En general, las aleaciones de aluminio de mayor resistencia son más susceptibles a:

- Agrietamiento en caliente en la zona de fusión y la zona parcialmente fundida (PMZ)
 - Pérdidas de resistencia/ductilidad en la ZAC
- Las aleaciones de aluminio-litio y las aleaciones de aluminio pulvimetalúrgicas pueden ser bastante susceptibles a porosidad en la zona de fusión.

Los **aceros al carbono y los aleados** se sueldan con más frecuencia que cualquier otro material debido a sus amplias aplicaciones y buena soldabilidad. En general, los aceros al carbono y aleados con niveles más altos de resistencia son más difíciles de soldar debido al riesgo de agrietamiento por hidrógeno. Los **aceros inoxidables** son ampliamente utilizados en diversas industrias debido a su resistencia a corrosión. La soldadura de aceros inoxidables, especialmente los grados austeníticos, es importante en los sistemas relacionados con la energía, por ejemplo, los sistemas de generación de energía y petroquímicas. La tabla 1-izquierda resume los problemas típicos de soldadura en los aceros inoxidables y algunas soluciones recomendadas.

Tabla 1. Problemas típicos de los aceros inoxidables (izquierda) y aleaciones base Ni (derecha)

Typical Problems		Solutions
Austenitic	Solidification cracking	Use proper filler wires and dilution to keep 4-10% ferrite
	Weld decay	Use stabilized grades (321 347) or low-carbon grades (304L and 316L) Postweld heat-treat to dissolve carbides, followed by quenching
	Knife-line attack (in stabilized grades)	Use low-carbon grades Add La and Ce to stabilized grades Postweld heat-treat to dissolve carbides
	Hot cracking in partially melted zone	Switch from 347 to 304 or 316 Use low heat inputs
Ferritic	Low toughness due to HAZ grain growth and grain-boundary martensite	Use low heat inputs or add carbide and nitride formers to suppress grain growth Add Ti or Nb to reduce martensite
Martensitic	Hydrogen cracking	Preheat and postheat Use low-hydrogen or austenitic stainless steel electrodes

Typical Problems	Alloy Types	Solutions
Low strength in HAZ	Heat-treatable alloys	Resolution and artificial aging after welding
Reheat cracking	Heat-treatable alloys	Use less susceptible grade (Inconel 718) Heat treat in vacuum or inert atmosphere Welding in overaged condition (good for Udimet 500) Rapid heating through critical temperature range, if possible
Hot cracking in PMZ	All types	Reduce restraint Avoid coarse-grain structure and Laves phase

Debido a su alta resistencia y buena resistencia a la corrosión a altas temperaturas, las **aleaciones base níquel** se han convertido en los materiales metálicos más utilizados para aplicaciones de alta temperatura. Un superaleación, o aleación de alto rendimiento, es una aleación que presenta una excelente resistencia mecánica y resistencia a la fluencia a altas temperaturas, buena estabilidad de la superficie, y la corrosión y resistencia a la oxidación. El desarrollo de las superaleaciones ha dependido en gran medida en la industria química y la innovación de procesos ha sido impulsada principalmente por la industria aeroespacial y de energía. Las aplicaciones típicas se encuentran en la industria aeroespacial, turbinas de gas industriales y la industria de turbinas marinas, por ejemplo, álabes de turbina para secciones calientes de los motores a reacción. La tabla 1-derecha resume problemas típicos de las aleaciones base Ni y soluciones recomendadas.

Teniendo en cuenta que el objetivo de este proyecto es aportar conocimiento respecto a la fenomenología del agrietamiento en caliente de materiales susceptibles o tendientes y al procesado mediante tecnologías FA, y además de determinar la viabilidad de introducir la técnica de procesado de estos materiales en la industria metal mecánica de la Comunidad Valenciana y mejorar sus capacidades de cara a poder ampliar su horizonte industrial y entrar en sectores hasta ahora fuera del campo de actividad habitual, se han seleccionado las superaleaciones base níquel muy susceptibles al agrietamiento (con alto contenido de fase γ') como el material innovador para poder trabajar en este estudio.

Otra de las razones por las que se ha seleccionado las superaleaciones base níquel es porque algunos avances históricos en el procesado de superaleaciones han posibilitado importantes aumentos en la temperatura de operación de estos materiales. Las superaleaciones fueron originalmente aleaciones base hierro trabajadas en frío (forja) y la aparición de aleaciones de

moldeo de base cobalto permitió un aumento notable de las temperaturas de servicio. El desarrollo de la fusión en vacío en la década de los cincuenta permitió un mejor control de la composición química de las superaleaciones disminuyendo en gran medida la contaminación. Este hecho condujo a una revolución en las técnicas de procesado apareciendo la solidificación direccional (DS) de las aleaciones y las superaleaciones monocristalinas. En estas últimas no existen límites de grano por lo que tienen una mayor resistencia a la fluencia a elevadas temperaturas ya que se reduce el número de vacantes en el material y el fenómeno de ascenso de dislocaciones se ve dificultado. Ahora, el procesado mediante tecnologías de fabricación aditiva permitirá dar un salto adicional mediante la posibilidad de obtener piezas complejas y de alta sollicitación en servicio (álabes de turbinas), además con la posibilidad de mitigar la problemática de agrietamiento en caliente que se tiene en los procesos de fabricación convencionales.

Superaleaciones base níquel. Las superaleaciones son aleaciones base níquel, hierro-níquel y cobalto que se utilizan generalmente a temperaturas por encima de 540 °C aprox. Las superaleaciones base hierro-níquel, como la aleación popular 718, son una extensión de la tecnología de acero inoxidable y son generalmente forjadas. Las superaleaciones base cobalto y níquel pueden ser forjadas o fundidas, dependiendo de la aplicación/composición implicada. Se han desarrollado y estudiado un gran número de aleaciones y muchas han sido patentadas. Composiciones apropiadas de superaleaciones pueden ser forjadas, laminadas o producidas en una variedad de formas. Las composiciones con más elementos de aleación se procesan como piezas de fundición. Para la fabricación de estructuras se puede utilizar la soldadura o soldadura fuerte, pero muchas composiciones de alta aleación que contienen una gran cantidad de fase de endurecimiento son difíciles de soldar. Las propiedades pueden ser controladas por ajustes en la composición y mediante el procesamiento (incluyendo los tratamientos térmicos) teniendo productos con excelentes resistencias a temperaturas elevadas. A temperaturas normales, la resistencia de la mayoría de los metales se mide en términos de propiedades cuasi-estáticas, como el límite elástico o la resistencia última. Sin embargo, cuando la temperatura de trabajo aumenta (en una escala de temperatura absoluta), normalmente un 50% de la temperatura/rango de fusión de la aleación, se debe analizar la resistencia en términos del tiempo sobre el cual se mide. Por lo tanto, si un metal se somete a una carga considerablemente menor que la carga (tensión) a la que rompería a temperatura ambiente, pero está a una temperatura alta, entonces el metal comenzará a deformarse con el tiempo a esa carga. Esta deformación dependiente del tiempo se llama “fluencia” (*creep*) y, si se permite que continúe el tiempo suficiente, dará lugar a la fractura (o rotura). Por lo tanto, la resistencia a la fluencia de un metal o su resistencia a la rotura (técnicamente llamada resistencia a la rotura por fluencia, pero más comúnmente se llama resistencia a la rotura por fatiga) o ambas, son componentes necesarios para la comprensión de su comportamiento mecánico, tanto como su límite elástico y resistencia última habitual. Del mismo modo, se verá reducida la capacidad de fatiga (cíclica). Así, para validar plenamente

la capacidad de una aleación metálica, dependiendo de la temperatura y carga en servicio, puede ser necesario conocer el límite elástico, la resistencia última, la resistencia a la fluencia, la resistencia a la rotura por fatiga y la resistencia a fatiga adecuada. También se pueden requerir propiedades mecánicas relacionadas tales como el módulo dinámico, la velocidad de crecimiento de grieta y la tenacidad a fractura. Propiedades físicas adecuadas, tales como el coeficiente de expansión térmica, densidad, etc., completan la lista de propiedades.

Selección de superaleaciones

Lo primero que debe tenerse en cuenta para la selección de las superaleaciones es que los datos, al menos, los datos de propiedades mecánicas validadas, pueden ser difíciles de recopilar. Se han hecho algunas colecciones de archivos de datos tabulados de superaleaciones basados en ordenadores. Desafortunadamente, hay poca probabilidad de que estas colecciones puedan servir como mucho más que un punto de partida. La mayoría de las compilaciones de datos dependen de los datos del fabricante, con algún acceso adicional a la información publicada de documentos técnicos. A excepción de los productos de fábrica, tales como chapas y barras, casi nunca es cierto que la misma composición nominal cuando se ensaya en diversos laboratorios esté siempre en el mismo estado, por esto, la microestructura es el factor más importante en la definición de las propiedades mecánicas de las superaleaciones. Microestructuras diferentes pueden significar diferentes resultados de los ensayos. Inútil decir que, incluso con microestructuras idénticas, las condiciones nominales de ensayo y las químicas nominales, hay una naturaleza estadística aleatoria a los resultados. El seguimiento de los datos en cualquier aleación es una tarea laboriosa. En consecuencia, la mayoría de las compilaciones de datos consisten en una presentación no crítica de los datos derivados de los fabricantes y la literatura.

Referencias bibliográficas

- [1] Kou, S., and Kanevsky, Y., unpublished research, Carnegie-Mellon University, Pittsburgh, PA, 1980.
- [2] Davies, G. J., and Garland, J. G., *Int. Metal Rev.*, 20: 83, 1975.
- [3] Lees, D. C. G., *J. Inst. Metals*, 72: 343, 1946.
- [4] Singer, A. R. E., and Jennings, P. H., *J. Inst. Metals*, 73: 273, 1947.
- [5] Matsuda, F., Nakagawa, H., and Sorada, K., *Trans. JWSI*, 11: 67, 1982.
- [6] Matsuda, F., Nakagawa, H., Kohomoto, H., Honda, Y., and Matsubara, Y., *Trans. JWSI*, 12: 73, 1983.
- [7] Bailey N, Jones SB. Solidification cracking of ferritic steel during submerged arc welding. *Weld J* 1978;57 (8):217s–231s.
- [8] Nakagawa H, Matsuda F, Senda T. Effect of sulfur on solidification cracking in weld metal of steel (Report 2). *Trans JWRI* 1974;5 (2):39–44.
- [9] Nakagawa H, Matsuda F, Senda T, Matsuzaka T, Watanabe K. Effect of sulfur on solidification cracking in weld metal of steel (Report 2). *Trans JWRI* 1974;5 (2):45–60.

- [10]Karjalainen LP, Kujanpää VP, Suutala N. Hot cracking in iron base alloys: effect of solidification mode. In: S.A. David, editor. Advances in Welding Science and Technology. Metals Park, OH: ASM International; 1986. p 145–149.
- [11]Lancaster JF. The Metallurgy of Welding. 6th ed. Cambridge, UK: Abington Publishing; 1999.
- [12]Singer ARE, Jennings PH. Hot shortness of aluminum-silicon alloys of commercial purity. J Inst Metals 1947; 73:197–212.
- [13]Pumphrey WI, Lyons JV. Cracking during casting and welding of more common binary aluminum alloys. J Inst Metals 1948; 74:439.
- [14]Dowd JD. Weld cracking in aluminum alloys. Weld J 1952; 31 (10):448s–456s.
- [15]Jennings PH, Singer ARE, Pumphrey WI. Hot shortness of some high purity alloys in the systems Al-Cu-Si and Al-Mg-Si. J Inst Metals 1948; 74:227.
- [16]Dudas JH, Collins FR. Preventing weld cracks in high-strength aluminum alloys. Weld J 1966;45 (6):241s–249s.
- [17]Kou, S., and Le,Y., Metall. Trans., 16A: 1887, 1985.
- [18]Kou, S., and Le,Y., Metall. Trans., 16A: 1345, 1985.
- [19]Kou, S., and Le,Y., Weld. J., 64: 51, 1985.

PAQUETE DE TRABAJO 2. DESARROLLO DE SISTEMA DE PRECALDEO PARA TECNOLOGÍA SLM.

El objetivo de este paquete de trabajo es la evaluación de las necesidades de precalentamiento para el procesado de una aleación con tendencia al agrietamiento, en concreto, aleaciones basadas en níquel seleccionada previamente por sus características. Se han realizado tres actividades relacionadas con este proyecto.

Tarea 2.1. Estudio de necesidades de precaldeo

Tarea 2.2. Desarrollos de sistemas de precaldeo para SLM

Tarea 2.3. Fabricación y montaje del sistema de precaldeo a la tecnología SLM

Tarea 2.1. Estudio de necesidades de precaldeo

Estas necesidades de precaldeo se enfocan teniendo en cuenta el material a procesar, el cual se ha seleccionado en el paquete de trabajo 1, la familia de superaleaciones base níquel muy susceptibles al agrietamiento en caliente (elevada presencia de fase γ'). La desventaja de estas superaleaciones es la baja conductividad térmica (10-30% de la conductividad térmica del níquel), lo que provoca que se presenten grandes gradientes de temperatura que provocan tensiones internas y en última instancia el fallo del componente. Estos materiales son susceptibles a la formación de grietas en función de su contenido de Aluminio (Al) y Titanio (Ti). Como se encontró en el estado del arte, uno de los métodos para la eliminación de la formación de grietas de este tipo de aleaciones procesadas por SLM se basa en la reducción de

ese gradiente térmico mediante un aumento de la temperatura en la placa de fabricación previa al proceso de fusión del polvo (*preheating*) a temperatura muy elevada – aproximadamente $\frac{3}{4}$ de la temperatura de fusión del material.

La máquina de SLM disponible en AIDIMME, es la M3 de Laser Cusing. Esta máquina funde polvo metálico en atmósfera controlada por la acción de un láser. En concreto dispone de una laser tipo Nd:YAG con una potencia máxima de 100 W y con una longitud de onda de 1064 nm. El tipo de atmósfera de nitrógeno (N₂) le permite procesar materiales metálicos no reactivos. El espesor de capa estándar es de 30 μ m, por lo que le permite realizar detalles muy finos. La temperatura de la cámara de trabajo está a temperatura ambiente, en torno a los 25 °C por lo tanto para el procesado del polvo de una super aleación base níquel será necesario calentar la zona de trabajo antes de iniciarse la fusión del polvo en torno a aproximadamente $\frac{3}{4}$ de la temperatura de fusión del material para que se reduzca el agrietamiento debido al gradiente térmico y la porosidad de la pieza.

Dada las condiciones de la máquina M3 se ha establecido que las pruebas se realizarán en una placa de fabricación troncocónica de 30 mm de diámetro, con el fin de reducir al máximo el área de trabajo y garantizar que se alcanza y se mantiene la temperatura requerida en esa área de trabajo. Una vez conocida la temperatura que debe alcanzar la zona de trabajo, ha sido necesario evaluar el interior de la máquina y así conocer los espacios y los elementos que existen. Se han valorado los siguientes sistemas de calentamiento:

- Sistema de calentamiento por resistencias.
- Sistema de calentamiento por inducción

Para evaluar la viabilidad técnica del primer sistema de calentamiento se ha contactado con proveedores especializados en calentamiento por resistencia. Se ha llegado a la conclusión de que es difícil poder adaptar este sistema ya que se necesitan materiales especiales y el equipo necesario es demasiado grande para el espacio que disponible en la maquina SLM. Para el segundo sistema de calentamiento se contactó con una empresa especializada en hornos de inducción de la zona – GH ELECTROTERMIA y se evaluó la posibilidad de calentar mediante inducción la placa/área de fabricación y si el área destinada para la ubicación del equipamiento era suficiente. La conclusión fue que era técnicamente viable.

Tarea 2.2. Desarrollos de sistemas de precaldeo para SLM

El calentamiento por inducción es un proceso que se utiliza para endurecer, unir o ablandar metales u otros materiales conductivos. En procesos modernos de fabricación, el calentamiento por inducción ofrece una atractiva combinación de velocidad, consistencia, control y eficiencia energética.

Recientemente, el foco sobre las técnicas de eficiencia productiva (“lean manufacturing”) y el énfasis sobre el control de calidad mejorado han liderado el redescubrimiento de la tecnología de inducción en paralelo al desarrollo de sistemas de potencia para inducción de estado sólido con un control preciso.

Además se han evaluado diferentes sistemas de medición para garantizar la temperatura deseada.

- Sonda de termopar tipo N adecuadas para medir temperaturas por encima de 1000 °C y un controlador electrónico con salida para relé de potencia (SSR). La sonda hay que unirla a la placa de fabricación mediante soldadura para que la medida de la temperatura sea fiel.
- Para que la placa de fabricación esté exenta de uniones con otros objetos y así manipularla con facilidad, es necesario que la plataforma de fabricación se sienta sobre otra placa que sea la que aporta calor (esta sería la que hay que unir con el termopar). En este caso la placa de fabricación se calentaría por un proceso de transmisión de calor por contacto, existiría una fina película de aire entra ambas placas y no se podría garantizar que la placa de fabricación supere 1000 °C. En este caso sería necesario utilizar un pirómetro de alta temperatura para obtener una medición a distancia y sin contacto.¹

El diseño del sistema de precaldeo para la máquina M3 de la tecnología SLM por inducción de la placa de fabricación, se ha basado en los resultados de uno de los artículos de referencia² donde aparece un esquema básico de cómo realizaron el precaldeo de la placa de fabricación en una SLM. La fuente de calor (el sistema de inducción) se mueve solidario a la placa de fabricación (Figura 12). El sistema de inducción con un generador de 7kW operando a frecuencias de $f=21\text{kHz}$ y capaz de inducir calor a temperaturas por encima de 1000 °C. Además se protegió del calor todos los elementos de la máquina y controlando la temperatura mediante un pirómetro.

¹ <http://www.sensor-test.de/press/product-news/fairnews/172/en>; <https://www.dias-infrared.com/products/infrared-cameras>

² J. R. W. M. N. P. & K. W. Y.-C Hagerdon, «Processinf of nickel based superralloy MAR M-247 by means of High Temperature - Selective Laser Melting (HT-SLM),» n° ISBN 978-1-138-00137-4, 2014

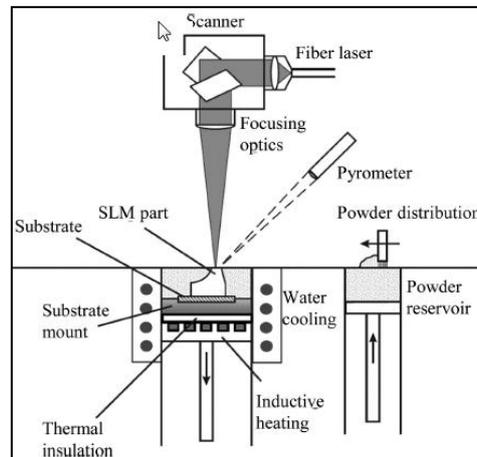


Figura 12. Esquema del experimento

Ventajas del calentamiento por inducción:

- **Productividad máxima.** Las tasas de productividad pueden maximizarse porque la inducción es muy rápida: el calor se genera directa e instantáneamente en la pieza (ejemplo, más de 1000 °C en menos de un segundo en algún caso). El arranque para el calentamiento es virtualmente instantáneo, no es necesario precalentar ni enfriar.
- **Eficiencia energética.** Este proceso es el único realmente eficiente desde el punto de vista energético. Convierte la energía consumida en calor útil en hasta un 90%; los hornos por lotes lo hacen generalmente hasta un 45%. Además como no necesita ni precalentamiento ni enfriamiento en los ciclos de trabajo, las pérdidas de calor en stand-by (cuando no trabaja) se reducen a mínimos.
- **Control y automatización del proceso.** El calentamiento por inducción elimina las inconsistencias y los problemas de calidad que se producen con llama, soplete u otros métodos. Una vez el sistema está calibrado y en marcha, no hay lugar a las desviaciones, los patrones de calentamiento son repetibles y consistentes.
- **Con las fuentes de alimentación se consiguen temperaturas precisas que proporcionan resultados uniformes;** la fuente se puede arrancar y apagar instantáneamente. Con un lazo cerrado de control de temperatura, los sistemas avanzados de calentamiento por inducción tienen la capacidad de medir la temperatura de cada pieza individualmente. Las velocidades de aumento, mantenimiento y descenso de temperatura pueden establecerse en cada caso y los datos se almacenan para cada pieza sobre la que trabaja.
- **Calidad del producto.** Con inducción, la pieza tratada nunca entra en contacto directo con llama u otro elemento de calor, el calor se induce en la pieza directamente a través de una corriente alterna. Como resultado, las tasas de alabeo del producto, la distorsión y el rechazo se reducen al mínimo. Para maximizar la calidad del producto, la pieza se puede aislar en una cámara cerrada con atmósfera controlada con vacío, inerte o reducida para eliminar los efectos de la oxidación.
- **Energía verde.** Los sistemas de calentamiento por inducción no se queman como los combustibles fósiles tradicionales. La inducción es un proceso limpio, no contaminante

que ayuda a proteger el medioambiente. Un sistema de inducción ayuda a mejorar las condiciones de trabajo para los empleados ya que elimina el humo, el calor excesivo, las emisiones tóxicas y el ruido. El calentamiento es seguro porque no pone en peligro al operador, y al no utilizar llama abierta, no oscurece el proceso. Los materiales no conductivos no se ven afectados por lo que pueden situarse próximos a la zona donde se está calentando sin ningún daño.

Para el diseño del sistema de calentamiento de la placa de fabricación, ha sido necesario hacer una evaluación exhaustiva de la cámara de fabricación de la máquina con el fin de conocer cómo puede afectar esas altas temperaturas a todos los elementos que se encuentran en la cámara de fabricación. A continuación se muestra un esquema general de la máquina M3 (Figura 13).

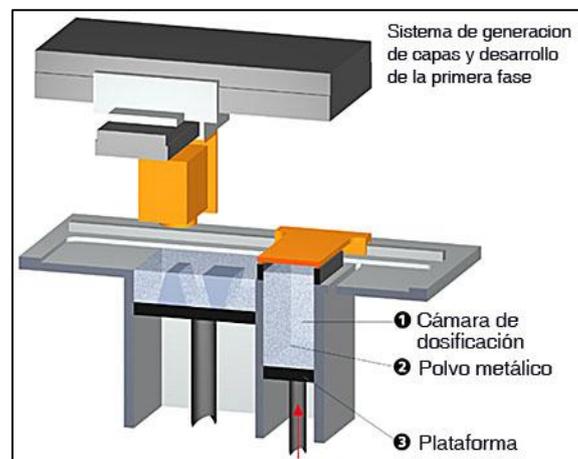


Figura 13. Esquema de la máquina M3

Se ha modelado el interior de la máquina con el fin de realizar un cálculo térmico para conocer cuánto calor le va a llegar al láser y así diseñar una protección adecuada como un cristal que deje pasar el haz del láser pero que lo proteja del excesivo calor como consecuencia del calentamiento de la placa de fabricación mediante inducción.

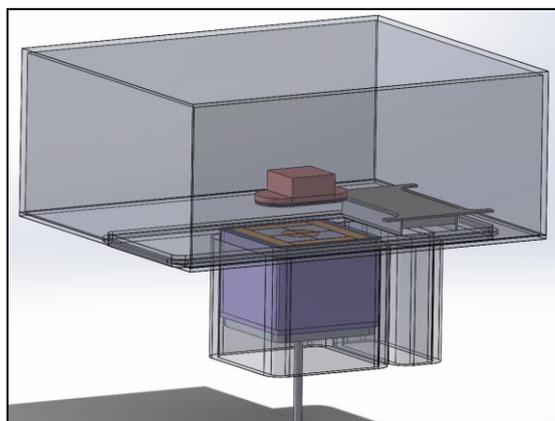


Figura 14. Diseño preliminar de los elementos de la máquina SLM objeto del estudio

Se ha realizado un cálculo térmico con el fin de conocer cómo puede afectar al sistema el hecho de tener una fuente de calor que suba la temperatura de la placa de fabricación por encima de 1000 °C. Para prever posibles efectos de la temperatura sobre el cabezal del láser, se ha diseñado un sistema de protección térmica.

Con el primer diseño preliminar del protector del cabezal del láser, tipo sándwich de acero inoxidable y fibra de vidrio, el cristal alcanza una temperatura en torno a 600 °C. Por lo tanto se planteó realizar todo el protector de material refractario. A continuación se muestra una comparativa de las dos opciones simuladas.

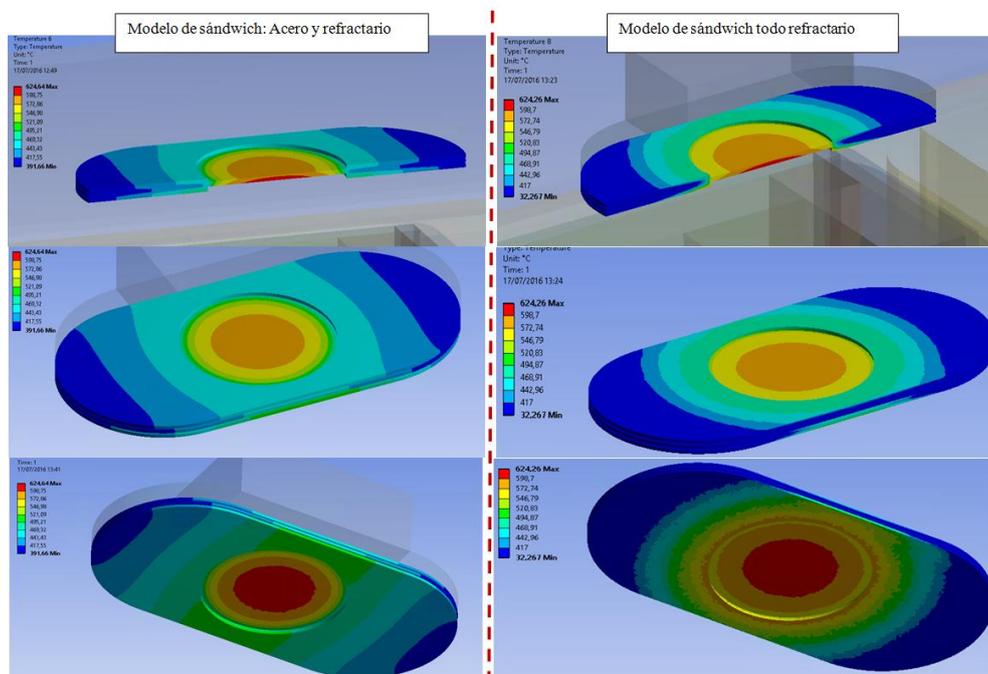


Figura 15. Comparativa de las dos opciones

Independientemente del material del protector del cabezal, el cristal es la zona más afectada por la temperatura y la zona más crítica que hay que proteger. Por lo tanto, se plantean dos medidas que puedan reducir la temperatura en esa zona:

- Componente de protección realizado con material refractario donde se ubiquen dos cristales con una distancia entre ellos como una cámara de aire.
- Aplicar nitrógeno para enfriar todo el sistema y circular el mismo para enfriar la pieza protectora del cabezal del láser para que el cristal baje de temperatura.

Tras la evaluación de las dos opciones anteriores, se realizó un nuevo diseño de la zona de protección del cabezal del laser para mejorar la eficiencia. Tras el cálculo de esta protección con cámara de aire se observa que la zona donde está el laser alcanzaría una temperatura de entorno a 450 °C.

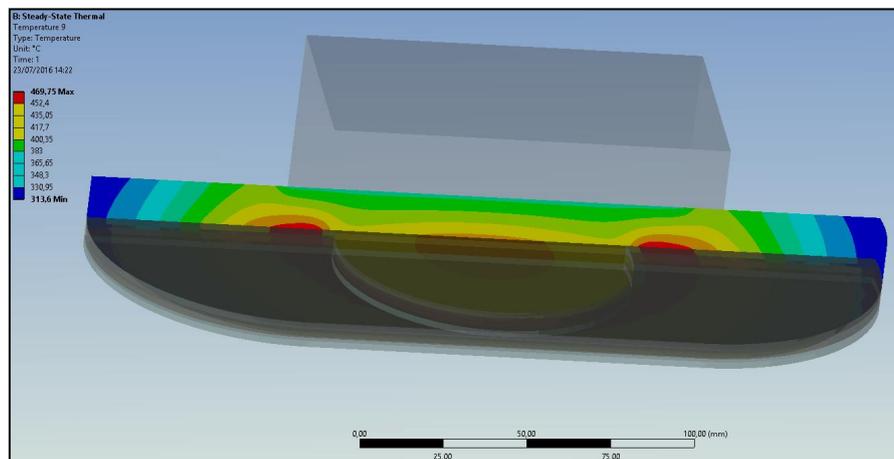


Figura 16. Resultados del cálculo con cámara de aire

La temperatura en la zona del laser se reduce con respecto al anterior modelo que alcanzaba 598 °C. La reducción de temperatura es del 24.7%. Dadas las altas temperaturas que se van a tener dentro de la cámara es necesario adecuar el interior de la máquina de fabricación aditiva para proteger todas las partes y garantizar el funcionamiento de la máquina. Cabe destacar que todas las piezas metálicas de protección deben ser no magnéticas para que no sean afectadas por el sistema de inducción y se calienten a altas temperaturas.

Tarea 2.3. Fabricación y montaje del sistema de precaldeo a la tecnología SLM

Tras el diseño de los elementos para el precalentamiento de la máquina y la protección de la misma se inició la preparación de la máquina y de los elementos auxiliares necesarios como son el sistema de refrigeración de la máquina y del propio inductor. A continuación se muestran imágenes de la máquina concept laser M3 previo a la introducción del sistema de

calentamiento, a continuación se muestra la zona de debajo de la placa de fabricación. En el interior de la zona marcada es donde se coloca el inductor.



Figura 17. Interior de la máquina. Debajo de la placa de fabricación

A continuación se detallan los componentes adicionales que se han necesitado para la preparación de la máquina para su uso a temperatura elevada:

- Inductor y elementos de conexión
- Tubos de refrigeración:



Figura 18. Tubos flexibles de alta resistencia a la temperatura

- Placas cerámicas: Se ha dotado a la tecnología de un sistema de aislamiento mediante el uso de material cerámico que mejora el rendimiento térmico del sistema a la vez que protege elementos críticos del sistema de las altas temperaturas.
- Placa de cierre del modulo cusing de acero inoxidable.



Figura 19. Plataforma de fabricación



Figura 20. Montaje protección del cabezal y tubo de refrigeración

PAQUETE DE TRABAJO 3. DESARROLLO DE PARÁMETROS DE PROCESO EN SLM PARA CONSEGUIR DENSIFICACIÓN COMPLETA EN LA ALEACIÓN SELECCIONADA

El objetivo de esta tarea es determinar los parámetros de proceso SLM para cualquier aleación base Níquel con alta tendencia al agrietamiento. A partir de la selección de los parámetros óptimos de fabricación estos se fijaran y se establecerán siempre para el procesado de este material. Se han realizado tres tareas relacionadas con este paquete de trabajo.

Tarea 3.1. Diseño teórico de experimentos para el procesado en SLM del material seleccionado.

Tarea 3.2. Optimización de parámetros de procesado en tecnología SLM.

Tarea 3.3. Fabricación de probetas en tecnología SLM.

Tarea 3.1. Diseño teórico de experimentos para el procesado en SLM del material seleccionado.

El método planteado para alcanzar los objetivos, consiste en realizar un diseño de experimentos donde se varíen las tres variables estimadas como más influyentes en el proceso de fusión de la tecnología SLM de la máquina M3-linear disponible en AIDIMME. Se ha fabricado una probeta de pequeñas dimensiones para los estudios de estructura y porosidad, de tamaño 5mm × 5mm × 10mm, por cada una de las configuraciones resultantes y se analizarán los resultados obtenidos en dicha fabricación. Para ello se ha establecido un procedimiento de diseño factorial de experimentos, que constituye una herramienta más potente que los diseños experimentales clásicos en los que se estudia el efecto de cada variable de manera independiente.

Las variables seleccionadas para el estudio han sido:

- Velocidad de avance del láser (Var 1): Modificada en cuatro niveles (75, 150, 225, y 300 mm/s).
- Solape entre pasadas (Var 2): Modificada en cuatro niveles (0.1, 0.13, 0.16 y 0.19 mm).
- Espesor de capa de polvos a fundir (Var 3): Modificada en dos niveles (fusión en cada capa 30 μm y cada dos capas 60 μm).

Para cada una de las 32 condiciones de procesado, se ha fabricado una pieza prismáticas de tamaño 5mm × 5mm × 10mm. Se ha trabajado en todos los casos con una potencia constante del láser de 100W y un diámetro de láser 200 μm, en atmósfera controlada de nitrógeno, con una presión parcial de oxígeno de 7×10^{-4} atm. A continuación se muestran los parámetros establecidos para los experimentos en la tabla 2.

Tabla 2. Parámetros del ciclo de experimentos

PARÁMETROS DEL CICLO DE EXPERIMENTOS							
	Velocidad de avance del láser (mm/s)	Solape entre pasadas (mm)	Espesor de capa de polvos a fundir		Velocidad de avance del láser (mm/s)	Solape entre pasadas (mm)	Espesor de capa de polvos a fundir
1	75	0,1	1	17	75	0,1	2
2	150	0,1	1	18	150	0,1	2
3	225	0,1	1	19	225	0,1	2

4	300	0,1	1	20	300	0,1	2
5	75	0,13	1	21	75	0,13	2
6	150	0,13	1	22	150	0,13	2
7	225	0,13	1	23	225	0,13	2
8	300	0,13	1	24	300	0,13	2
9	75	0,16	1	25	75	0,16	2
10	150	0,16	1	26	150	0,16	2
11	225	0,16	1	27	225	0,16	2
12	300	0,16	1	28	300	0,16	2
13	75	0,19	1	29	75	0,19	2
14	150	0,19	1	30	150	0,19	2
15	225	0,19	1	31	225	0,19	2
16	300	0,19	1	32	300	0,19	2

Se han colocado las 32 probetas en una esquina de la placa de fabricación para minimizar los movimientos del cabezal del láser. La separación entre las muestras es de 1mm. La identificación de cada probeta se va a realizar mediante la numeración de las mismas del 1 al 32.

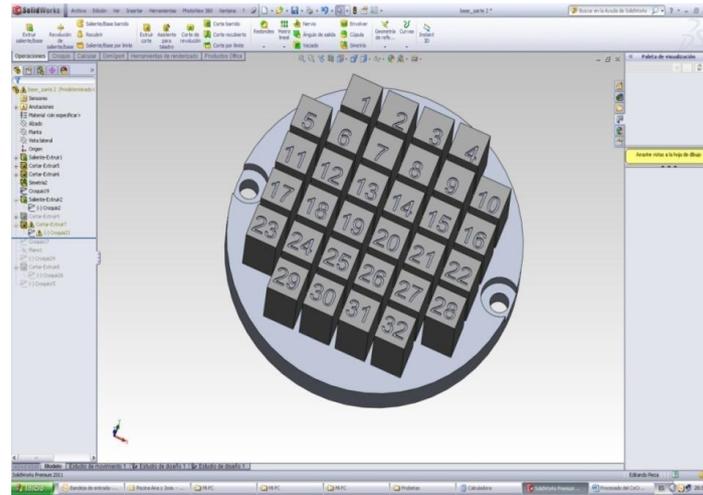


Figura 21. Representación en CAD 3D mediante el software de diseño mecánico solidworks de las 32 probetas con su correspondiente numeración que las identifica con sus parámetros de procesado.

Tarea 3.2. Optimización de parámetros de procesado en tecnología SLM.

Una vez definidos los parámetros teóricos de procesado, ya en máquina se ha procedido a la fabricación de 32 probetas diferentes establecidas en la experimentación. El proceso de fabricación se ha realizado a temperatura ambiente ya que no se disponía del sistema de calentamiento por inducción ni de las protecciones adecuadas a la máquina. A continuación se muestran imágenes de las probetas fabricadas.



Figura 22. Probetas fabricadas con las 32 configuraciones

Tarea 3.3. Fabricación de probetas en tecnología SLM

Tras la correcta fabricación de las 32 probetas para evaluar la mejor configuración de parámetros de fabricación se ha evaluado con microscopia óptica aquellas opciones que presentan una mejor fusión superficial y un aspecto adecuado sin presentar signos de

quemado dado la alta energía suministrada por el laser. En concreto de las 32 opciones disponibles se han analizado las muestras 10, 11 y 12 que presentaron mejores resultados evaluados mediante lupa estereoscópica.

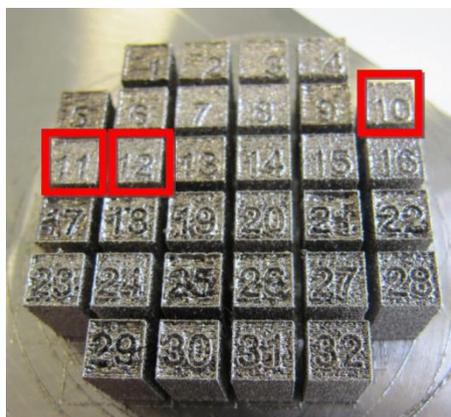


Figura 23. Probetas fabricadas con las 32 configuraciones. Selección de las muestras 10, 11 y 12.

A continuación se muestra los resultados del análisis macrográfico de la zona interna de las muestras 10, 11, 12 que han sido cortadas en el plano XY para evaluar la densificación, presencia de poros y de grietas.

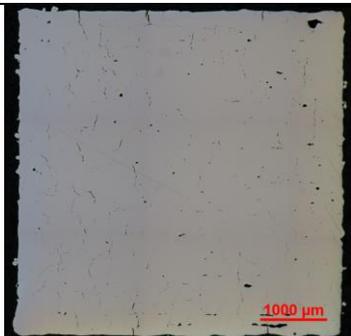
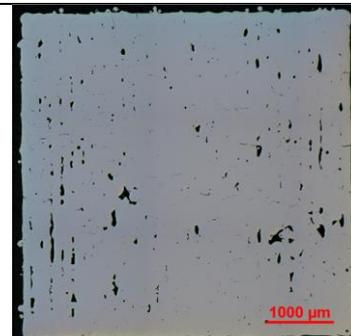
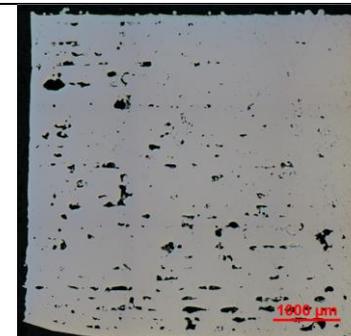
MUESTRA 10	MUESTRA 11	MUESTRA 12
		
Densidad Energética = 4.17 J/mm ²	Densidad Energética = 2.78 J/mm ²	Densidad Energética = 2.08 J/mm ²
En la muestra 10 se observa más cantidad de grietas y menos cantidad de poros.	La muestra 11 presenta menos cantidad de grietas pero mayor zona de porosidad o mayor defectos volumétricos.	Las muestra 12 presenta grandes defectos volumétricos y pocas grietas.

Figura 24. Comparativa de los resultados de las muestras 10, 11 y 12.

Tras las evaluación de las tres muestras seleccionadas, se considera que la muestra 10 es la más adecuada puesto que no presenta esas zonas tan grandes de defectos volumétricos o falta de fusión. Por el tipo de aleación que es, se intuía que iban a aparecer grietas por ese motivo

se estableció en el plan de trabajo una etapa de refusión para la eliminación de grietas. Además dado el pequeño tamaño de los poros que aparecen es previsible que una vez tapadas las grietas externas se aplique HIP y se eliminen los poros internos. Los parámetros óptimos seleccionados corresponden a la muestra 10 con estas condiciones:

- Potencia del láser= 100 W
- Velocidad de avance del láser =150 mm/s
- Solape entre pasadas = 0.16 mm
- Espesor de capa de polvos a fundir = 1

Se ha vuelto a fabricar un ciclo más de experimentación para establecer por definitivos los parámetros de fabricación, se ha utilizado la placa de fabricación cónica que se ha diseñado en el paquete de trabajo 2 y necesaria para la refusión superficial en el paquete de trabajo 4.

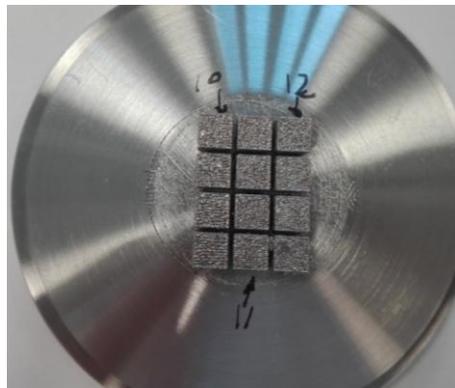


Figura 25. Fabricación de probetas con los parámetros seleccionados.

PAQUETE DE TRABAJO 4. POST-TRATAMIENTOS PARA MINIMIZAR/ELIMINAR EL AGRIETAMIENTO EN CALIENTE.

El objetivo del paquete de trabajo 4 es el de aplicar diferentes condiciones de refusión superficial mediante láser para la eliminación de grietas superficiales. En este paquete de trabajo se han realizado las siguientes actividades:

Tarea 4.1. Aplicaciones de diferentes condiciones de refusión superficial mediante láser para la eliminación de grietas superficiales.

Tarea 4.2. Aplicación de Pos-tratamientos para la eliminación de grietas en el interior de las piezas.

Tarea 4.1. Aplicaciones de diferentes condiciones de refusión superficial mediante láser para la eliminación de grietas superficiales

En la primera parte de esta tarea se han realizado diferentes pruebas de refusión superficial en probetas (cubos) fabricados con una superaleación base níquel con alta tendencia al agrietamiento a temperatura ambiente, es decir, sin la placa calefactada. En la figura 26 se observa la placa con las muestras fabricadas. En principio, se prefieren geometrías sencillas para poder estudiar mejor la fenomenología. Se han fabricado cuatro cubos con los mismos parámetros de proceso y en dos de ellos se han variado las condiciones de refusión superficial para analizar en qué medida afectan dos de las variables principales: la *velocidad de enfriamiento del material en función del tamaño de la zona refundida (scan speed [mm/s])* y la *creación de estrategias complejas (hatching) de refusión evitando la creación de cordones lineales de soldadura*.

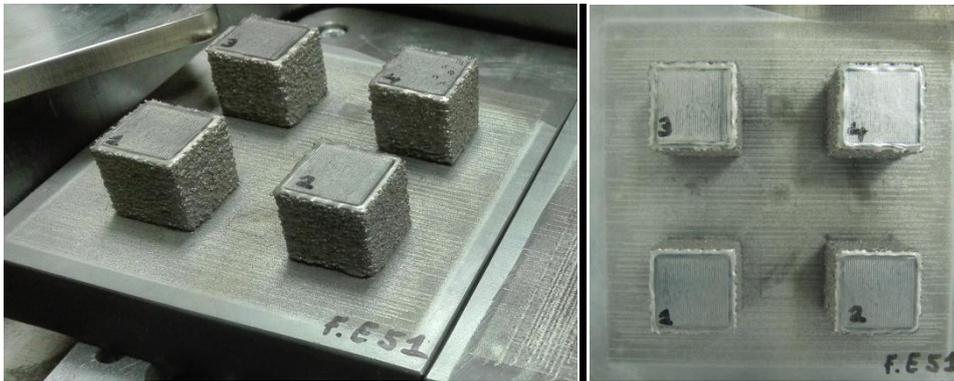


Figura 26. Placa de fabricación con cuatro muestras de superaleación base níquel con alta tendencia al agrietamiento procesada mediante fabricación aditiva.

A la muestra marcada con el número 2 (figura 36), se le varió la velocidad de barrido (*scan speed [mm/s]*), partiendo de la velocidad estándar (150 mm/s) y se fue disminuyendo hasta llegar a los 5 mm/s. A medida que se realizaba un ensayo se evaluaba la superficie visualmente para ver el comportamiento de las grietas superficiales. En la tabla 3 se muestran los parámetros aplicados y las conclusiones obtenidas de cada ensayo.

Tabla 3. Ensayos realizados variando la velocidad de barrido

Nº Ensayo	Velocidad de barrido (<i>scan speed</i>) [mm/s]	Observaciones derivadas de la inspección visual
1	150	La grieta se mantiene pero con un color más brillante
2	75	La grieta se mantiene sin cambios
3	50	La grieta se mantiene sin cambios
4	40	La grieta se mantiene sin cambios
5	40 con el sentido de barrido girado	La grieta se mantiene sin cambios
6	30	La grieta se mantiene sin cambios
7	20	La grieta se mantiene sin cambios
8	15	La grieta se mantiene sin cambios
9	10	La grieta se mantiene sin cambios
10	5	La grieta se mantiene sin cambios

En la figura 27 se pueden observar las grietas superficiales de las muestras fabricadas antes de realizar la refusión superficial. Esta tipología de grietas se encuentra en todas las probetas fabricadas ya que tiene los mismos parámetros de fabricación.

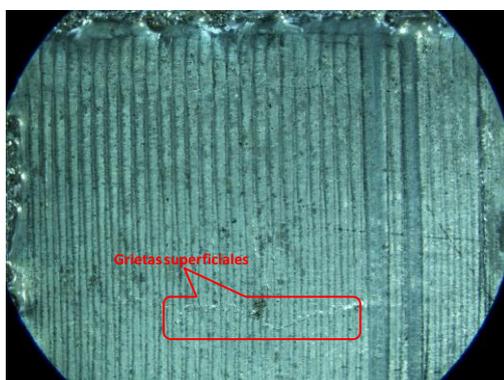


Figura 27. Muestras fabricadas con grietas superficiales sin refusión

Después de la última variación de la velocidad de barrido (Ensayo 10) se realizó el análisis de la superficie de la muestra 2 en lupa estereoscópica (Figura 28).

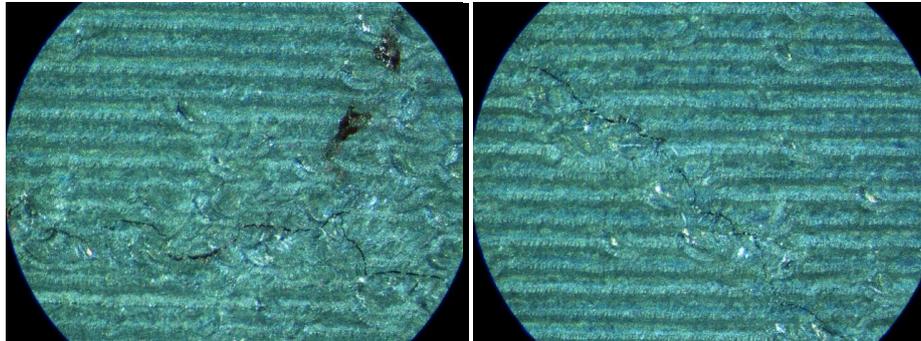


Figura 28. Grietas después de la refusión superficial

Se observa que la refusión superficial realizada con la placa a temperatura ambiente no ha generado el efecto esperado de cierre o eliminación de las mismas. En este caso la refusión ha generado el efecto contrario y las grietas han crecido en longitud y anchura. Este comportamiento se corrobora en la figura 29 donde se ha realizado un corte transversal de las muestras.

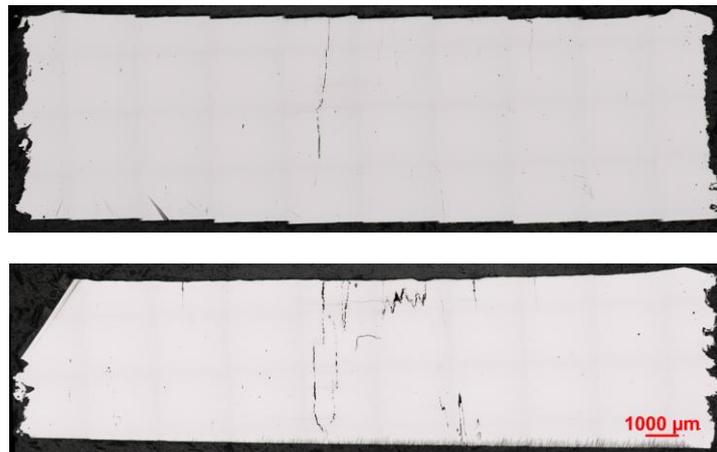


Figura 29. Corte trasversal de las muestras con refusión

En la figura 29 se puede ver que las grietas superficiales se mantienen y hay un aumento de agrietamiento debido a la refusión superficial con la placa a temperatura ambiente. A la muestra marcada con el numero 3 (figura 26), se le varió *la estrategia de refusión (hatching)* para ver en qué medida este parámetro afectaba al sellado de las grietas superficiales. Como se explica en el entregable 3, se pueden utilizar distintas estrategias denominadas “**Hatching**” para fundir el material. Esta variable rige cual va a ser la estrategia de barrido que va a seguir el láser para fundir todo el polvo del interior de cada capa. La tecnología subdivide el área a

fundir en subáreas de 5x5mm que va a poder fundir en varias estrategias que se seleccionan en esta variable.

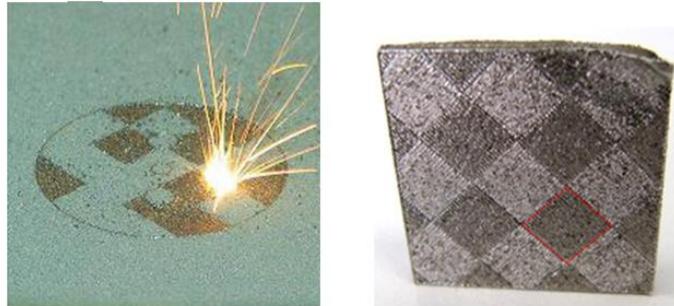


Figura 30. Izquierda: Imagen del láser procesando las áreas de 5x5mm mediante una estrategia de dámero. Derecha: Resultado visual obtenido mediante estrategia de damero.

Por lo general, el fabricante (*Concept Laser*) de la tecnología SLM recomienda utilizar una estrategia de “*hatching*” denominada “damero” (palabra heredada del tablero del ajedrez por el resultado visual que se obtiene). Esta estrategia minimiza las deformaciones por tensiones generadas en la fusión del material ya que se funden las subáreas de 5x5mm en un recorrido no consecutivo sino aleatorio lo que implica un reparto térmico más homogéneo en la capa a procesar (Figura 31).

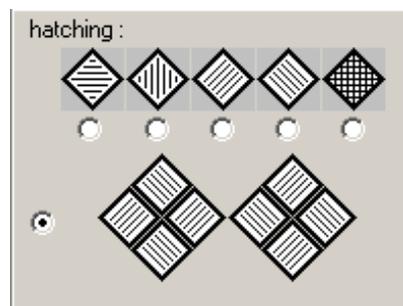


Figura 31. Hatching tipo dámero.

Los diferentes ensayos realizados variando el parámetro “hatching” se observa en la tabla 4.

Tabla 4. Ensayos realizados variando el *hatching*

Nº Ensayo	Hatching	Observaciones derivadas de la inspección visual	Nº Ensayo	Hatching	Observaciones derivadas de la inspección visual
1	Damero original con contorno y $v = 150$ mm/s		2	Damero original sin contorno y $v = 150$ mm/s	 Se observa aún más la grieta
3	Variación del solapamiento entre pasadas, $a1: 0.4 \times d_{haz}$ y $a2: 0.13 \times d_{haz}$	 La grieta permanece sin aparente cambio	4	Igual solapamiento entre pasadas $a1 = a2 = 0.4 \times d_{haz}$	 La grieta permanece sin aparente cambio
5	Igual solapamiento entre pasadas $a1 = a2 = 0.4 \times d_{haz}$ con $v = 75$ mm/s	 La grieta permanece sin aparente cambio	6	Igual solapamiento entre pasadas $a1 = a2 = 0.4 \times d_{haz}$ con $v = 20$ mm/s	 La grieta permanece sin aparente cambio
7	Igual solapamiento entre pasadas $a1 = a2 = 0.4 \times d_{haz}$	 La grieta permanece sin			

	con v = 3 mm/s	aparente cambio			
--	----------------------	-----------------	--	--	--

En la tabla 4 se observa que variando el hatching con una placa a temperatura ambiente tampoco se consigue cerrar las grietas superficiales. Esto se corrobora en la figura 32 donde se ha realizado el análisis de la superficie con lupa estereoscópica de la muestra con el ensayo 7.

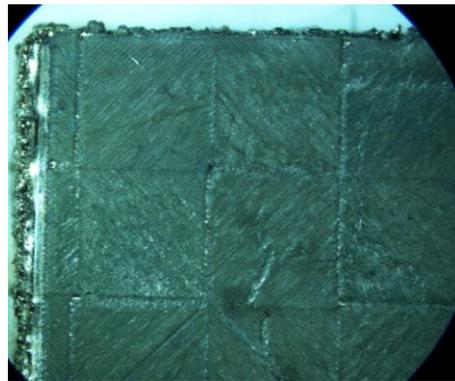


Figura 32. Análisis superficial de la muestra 3 con el ensayo 7 variando el hatching.

En la figura vemos que la grieta ha crecido en tamaño y anchura, además han aparecido otras grietas. Posteriormente, se ha realizado un diseño de experimentos mediante la fabricación de 32 probetas con el material seleccionado en la tecnología láser (SLM) con distintos parámetros para encontrar una cierta densificación, como se explica en el entregable 3. Se seleccionaron mediante inspección visual de la superficie con lupa estereoscópica las tres mejores configuraciones: 10, 11 y 12. Estas configuraciones se volvieron a fabricar (Figura 33-izquierda) y se les aplicó la refusión superficial a diferentes temperaturas para ver en qué medida afectaba (mejora, disminuye o empeora) al agrietamiento superficial (Figura 33-derecha). Se realizaron refusiones superficiales con parámetros de fusión estándar pero a diferentes temperaturas de precaldeo de placa: 400, 800 y 1150 °C con el sistema de precaldeo definido y explicado en el entregable 2. En la figura 34 se tiene los resultados de los análisis con microscopio de la superficie de las tres configuraciones a diferentes temperaturas.

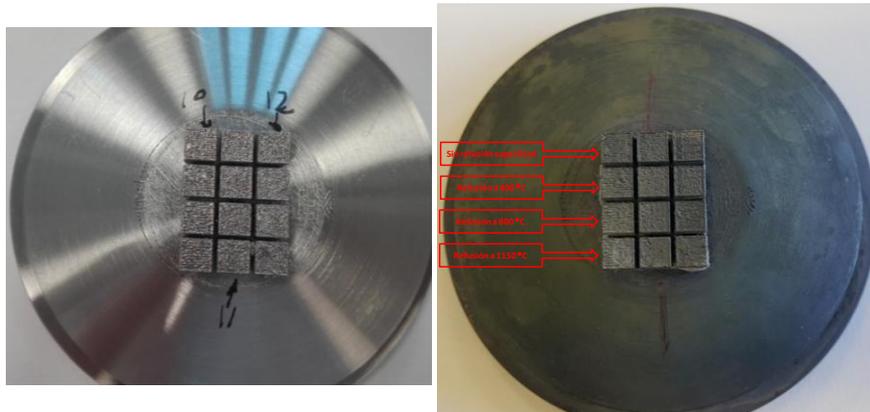


Figura 33. Izquierda: Columnas de configuraciones 10, 11 y 12 antes de la refusión superficial, derecha: columnas de configuraciones 10, 11 y 12 con refusión superficial

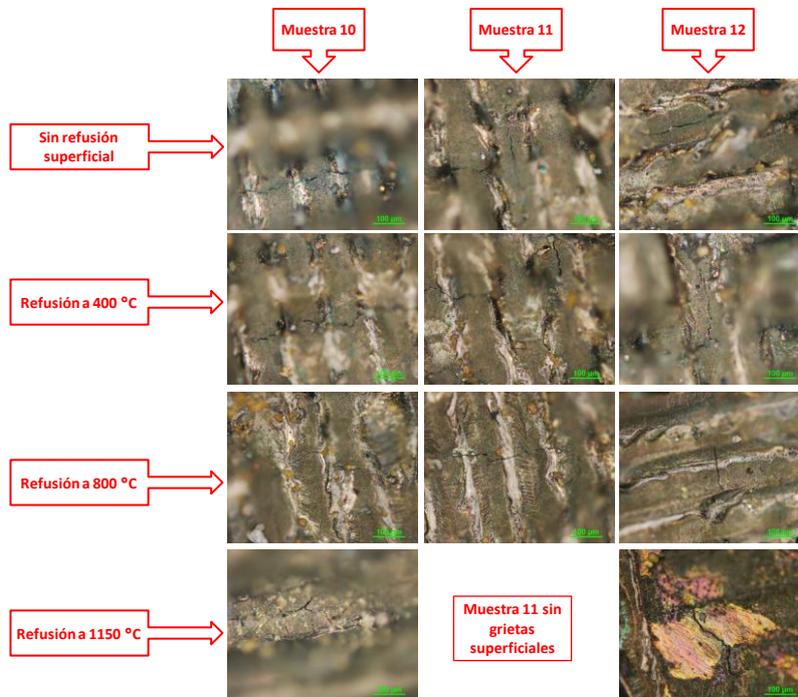


Figura 34. Análisis de las superficies de las tres configuraciones con las diferentes temperaturas de refusión superficial

En la figura 34 se observa que la primera fila, las muestras 10, 11 y 12 tienen grietas superficiales. Al aplicar la refusión a diferentes temperaturas de precalentamiento de la placa de fabricación se observa que las grietas permanecen y solo en la muestra 11 con la placa precalentada a 1150 °C no se observó un agrietamiento superficial por lo que se puede decir que esta es la condición óptima de calentamiento del material previo a la fusión.

Para corroborar el comportamiento observado superficialmente, se realizó un corte metalográfico en el plano xz de la muestra 11 con los diferentes parámetros de refusión superficial y así comprobar que la muestra 11 no presenta grietas superficiales después del precaldeo de la placa a 1150 °C y refusión superficial. En la figura 35 se tiene la superficie de la muestra 11 sin refusión superficial donde se puede observar gran cantidad de grietas superficiales.



Figura 35. Muestra 11 sin refusión superficial

En la figura 36 se tiene la superficie de la muestra 11 con la placa precalentada a 400 °C y con refusión superficial donde se puede observar grietas superficiales pero en menor medida que la muestra 11 sin refusión superficial ni precalentamiento de placa.



Figura 36. Muestra 11 con la placa precalentada a 400 °C y con refusión superficial

En la figura 37 se tiene la superficie de la muestra 11 con la placa precalentada a 800 °C y con refusión superficial donde se puede observar grietas superficiales pero en menor medida que la muestra 11 con las dos configuraciones iniciales, es decir, sin refusión superficial ni precalentamiento de placa y con la placa precalentada a 400 °C y con refusión superficial.



Figura 37. Muestra 11 con la placa precalentada a 800 °C y con refusión superficial

En la figura 38 se tiene la superficie de la muestra 11 con la placa precalentada a 1150 °C y con refusión superficial donde se puede observar que no existen grietas que emerjan a la superficie, es decir, que el tenemos una superficie sellada y se podrá hacer el posterior tratamiento de HIP.



Figura 38. Muestra 11 con la placa precalentada a 1150 °C y con refusión superficial

Tarea 4.2. Aplicación de Pos-tratamientos para la eliminación de grietas en el interior de las piezas

Esta tarea no se ha realizado la refusión superficial + HIP (*Hot Isostatic Pressing*) ya que el tratamiento de prensado isostático en caliente (HIP) es un proceso secundario, patentado y contrastado en el proyecto FANTASIA, como se comenta en el entregable 2. Lo importante es poder conseguir cerrar las grietas superficiales de las piezas mediante el precalentamiento y con los parámetros óptimos de procesado. El HIP es un proceso estándar que no requiere optimización. Este pos-tratamiento se realiza a 1180 °C, 175 MPa de presión interna, durante 3 h.