

Tópico: S04. Metalurgia física, deformación plástica y propiedades mecánicas.

Análisis de las propiedades mecánicas de aleaciones intermetálicas Ti-Al por la técnica de nanoindentación.

E. Huape^{a,b,*}, J. Bencomo^b, A. Hurtado^b, L. Bejar^a, M. Espinosa^a, J. Chacón^b, A. Martínez^b

^a Facultad de Ingeniería Mecánica, UMSNH. Edificio W. Ciudad Universitaria, Morelia, Michoacán, C.P. 58000, México

^b Centro de Investigación en Materiales Avanzados, Departamento de Integridad y Diseño de Materiales Compuestos, Laboratorio Nacional de Nanotecnología, Miguel de Cervantes, Chihuahua, Chih., C.P. 31109, México.

*Autor correspondiente. Dirección de correo electrónico: engelbert.huape@cimav.edu.mx

ABSTRACT

In this study, materials based on titanium aluminides were prepared by varying the percentage of aluminium (Al), thus obtaining the Ti₃Al, TiAl and Ti-56Al alloys. In this context, the nanoindentation technique was applied in order to investigate the elastic modulus (E) and hardness (H) of both alloys. The experimental tests were carried out at room temperature to determine the mechanical properties of the materials. The measured values of elastic modulus for the Ti₃Al, TiAl (T-54at%Al) and T-56Al (T-56at%Al) samples were E=176.9±4GPa, E=218.5±3,1GPa and E=230.6±9,1GPa, respectively; while the values of hardness for the Ti₃Al, TiAl and T-56Al samples were H=9.12±0,5GPa, H=11.0±0,5GPa and H=8.6±0,6GPa, respectively. The structure of materials was investigated using optical microscopy and X-ray diffraction. As-cast fully lamellar structure was showed in Ti₃Al alloys, typical dendritic microstructure was observed for the TiAl sample while in the Ti-56Al sample dendritic structure disappears. Furthermore, diffraction patterns indicated the presence of a duplex microstructure.

Keywords: Titanium aluminides, Mechanical properties, Nanoindentation technique.

RESUMEN

En este estudio, los materiales basados en Aluminuros de titanio se prepararon variando el porcentaje de aluminio (Al), obteniendo de este modo las aleaciones de Ti₃Al, TiAl y Ti-56Al. En este contexto, la técnica de nanoindentación se aplicó con el fin de investigar el módulo elástico y la dureza de ambas aleaciones. Las pruebas experimentales se llevaron a cabo a temperatura ambiente para determinar las propiedades mecánicas de los materiales. Los valores medidos de módulo de elasticidad para las muestras Ti₃Al, TiAl (T-54at%Al) y T-56Al (T-56at%Al) fueron E=176.9±4GPa E=218.5±3,1GPa y E=230.6±9,1GPa, respectivamente; mientras que los valores de dureza de las muestras de Ti₃Al, TiAl y Ti-56Al fueron H=9.12±0,5GPa, H=11,0±0,5GPa y H=8.6±0,6GPa, respectivamente. La estructura de los materiales se investigó usando microscopía óptica y difracción de rayos X. Una estructura completamente laminar fue observada en la aleación Ti₃Al en condiciones de fundición, para la aleación TiAl se observó una microestructura típica dendrítica mientras que para la muestra Ti-56Al la microestructura dendrítica desaparece. Además, los patrones de difracción indicaron la presencia de una microestructura dúplex.

Palabras Clave: Aluminuros de Titanio, Propiedades Mecánicas, Técnica de Nanoindentación.

1. Introducción

Las aleaciones de titanio son materiales de alto rendimiento en su mayoría utilizados en la industria aeroespacial, debido a sus propiedades [1]. Estos materiales avanzados son la clave para el avance tecnológico y mejoramiento de materiales estructurales [2]. Los compuestos intermetálicos se citan con frecuencia como candidatos prometedores para el uso en alta temperatura, debido a su elevada relación resistencia/densidad [3]. Aluminuros de titanio (base α_2 -Ti₃Al, TiAl₃, y especialmente γ -TiAl) han atraído cada vez más la atención por su baja densidad, elevada resistencia, y excelentes resultados a elevadas temperaturas [4]. La densidad de γ -TiAl es aproximadamente la mitad que la densidad del acero, a pesar de que la diferencia en el módulo de Young es comparativamente

bajo (γ -TiAl: 170,0 GPa, de acero: 210,0 GPa) [5]. Hay suficiente información bien documentada para los intermetálicos ricos de Ti, pero existe evidencia contradictoria para la composición y las condiciones necesarias para crecer monocristales fase gama a partir de la fundición en la zona rica de aluminio. Los informes sobre el crecimiento de monocristales a partir de Ti 54% de Al son incompatibles, Fat-halla et al. encontraron crecimiento de monocristales gama a baja velocidad de crecimiento, mientras que Bi y Abell observaron una microestructura oscilante [6]. Aluminuros de titanio como Al₅Ti₃, Al₂Ti, Al₁₁Ti₅, Al₅Ti₂ y Al₃Ti han sido investigados en la región rica-Al, desviándose de la estequiometría TiAl, pero todavía no se ha conseguido documentar perfectamente [7]. Zupan y Hemker reportaron valores del módulo elástico, E=222,0 GPa a una composición de 55.5at% de Al en la parte elástica lineal de las curvas utilizando una técnica de prueba con micromuestras en una

orientación [-155] [8]. Por otro lado, Yoo y Fu emplearon una interpretación y predicción computacional de la ciencia de los materiales, para determinar un módulo elástico de 182,0 GPa a temperatura ambiente para una aleación de Ti-56Al [9]. El comportamiento mecánico de los materiales en una escala macroscópica se determina con mayor frecuencia por las propiedades elásticas y plásticas de tamaño microscópico constituyentes. Por lo tanto, las mediciones nanomecánicas directas de dureza y módulo elástico son de gran importancia para el desarrollo y la optimización de la mejora de aleaciones [10]. Es bien sabido que las variaciones significativas en las propiedades mecánicas se pueden obtener según el tipo de microestructura en los aluminuros de titanio, tratamiento térmico y tratamiento termomecánico. Las propiedades mecánicas también están influenciadas por los elementos de aleación, y por el contenido de Al en la aleación [11]. Nanoindentación es una técnica ampliamente utilizada para la medición de las propiedades mecánicas de las películas delgadas y pequeños volúmenes de material [12-15]. Una de las grandes ventajas de esta técnica es su capacidad para analizar una superficie y mapear sus propiedades con una resolución mejor que a $1\mu\text{m}$ [16]. El objetivo de la presente investigación fue estudiar la influencia de la variación en el porcentaje de aluminio en condición de fundición, para la medida del Módulo Elástico y Dureza usando la técnica de Nanoindentación.

2. Materiales y procedimiento experimental

Las aleaciones usadas en el presente trabajo con una composición binaria fueron Ti-28at%Al, Ti-54at%Al y Ti-56at%Al, los porcentajes utilizados se encuentran enumerados en la Tabla 1. Los compuestos intermetálicos fueron producidos en forma de botones redondos de 15g con Al puro 99,999% y Ti puro 99,99% en un crisol de cobre refrigerado por agua bajo una atmósfera de Ar, las composiciones nominales se dan en la Tabla 1. Los botones fueron refundidos al menos 15 veces para garantizar una homogeneidad suficiente. Las composiciones químicas se determinaron mediante SEM-EDX (emisión de campo, JSM-7401F). El análisis de las microestructuras se llevó a cabo por microscopía óptica, las muestras fueron atacadas con el reactivo de Kroll de acuerdo con la norma ASTM E407 - 07 [17]. Las estructuras cristalinas de las fases constituyentes fueron examinados por rayos X (PANalytical, Modelo: Xpert'PRO) de difracción.

Tabla 1 – Composición nominal de las aleaciones.

| Muestra | Ti (at%) | Al (at%) |
|---------|----------|----------|
| T-28 | 72.73 | 27.27 |
| T-54 | 45.84 | 54.16 |
| T-56 | 43.49 | 56.51 |

Las mediciones de nanoindentación fueron realizadas en la superficie pulida de las muestras, con una matriz de 4 por 4 para determinar las propiedades mecánicas, tales como; rigidez, dureza y módulo de Young. Los ensayos de nanoindentación se llevaron a cabo con un nanoindentador Agilent Nano Indenter G200, con un penetrador de diamante Berkovich con un radio de 20 nm y una carga máxima de 5 mN. El equipo fue calibrado usando sílice fundida. Los parámetros de las pruebas fueron los siguientes; las constantes de la función de área fueron $C0 = 24,08$, $C1 = -179.336$, $C2 = 6721,28$, $C3 = -24,409.2$, y $C5 = 18691.8$, siguiendo el método descrito en otra parte [21]. El análisis de la curva de desplazamiento de carga se llevó a cabo por el método de Oliver y Pharr [22]. La huella residual de las

muestras fue registrada por un sistema de AFM Nanovision conectado al sistema nanoindentador.

3. Resultados y Discusión

La examinación de las microestructuras de las aleaciones mostró para la aleación T-28 una microestructura widmanstätten debido a que se llevó un enfriamiento lento a partir de una zona β a las temperaturas Fig. 1(a), en la aleación T-54 se observan dendritas con una simetría hexagonal típica para estas aleaciones derivada de una reacción peritética $\alpha+L\rightarrow\gamma$ Fig. 1(b), mientras que en la aleación T-56 se puede observar que las dendritas desaparecieron debido a que en el rango de 55-56at% la solidificación cambia de un camino $L\rightarrow\alpha$ a $L\rightarrow\gamma$ Fig. 1(c).

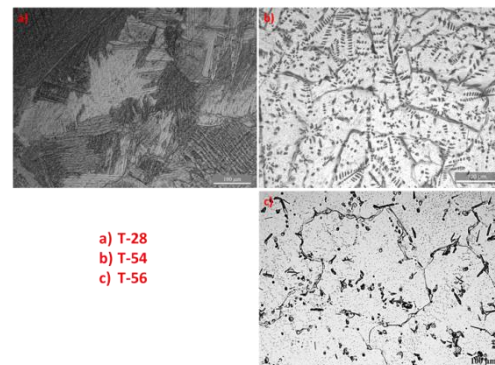


Figura 1 –Microestructuras de las aleaciones.

La Fig. 2 muestran los patrones de difracción que indican las fases presentes de las aleaciones en estudio, en la aleación T-28 se presentan principalmente las fases Ti_3Al y $\alpha\text{-Ti}$ pudiendo detectar la presencia de $\beta\text{-Ti}$ así como una ligera señal de N_2 .

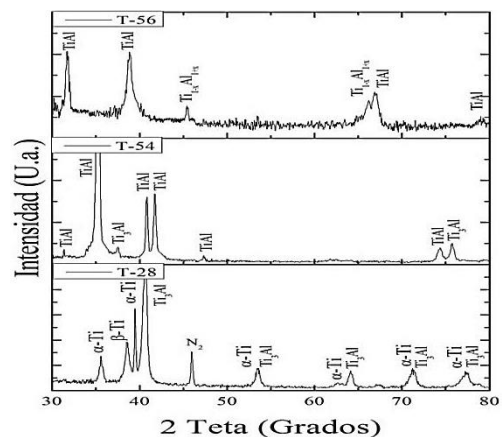


Figura 2 – Patrones de difracción de rayos X de las aleaciones.

Para la aleación T-54 se presentan las fase TiAl y Ti_3Al , en el caso de la muestra T-56 solamente la fase TiAl se encuentra presente mientras que la fase $\text{Ti}_{1-x}\text{Al}_{1+x}$ aparece sustituyendo a la fase Ti_3Al .

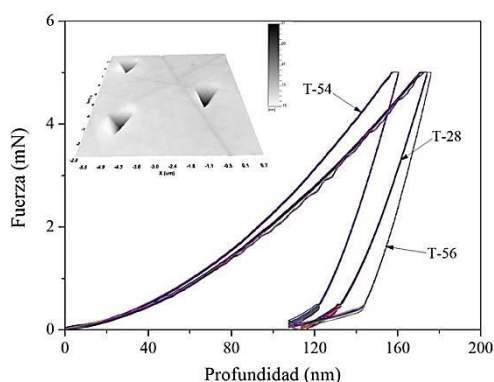


Figura 3 – Curvas Fuerza-Profundidad de las aleaciones, MFA de las huellas residuales de la punta Berkovich.

Las curvas Fuerza-Profundidad de las aleaciones presentan una buena repetibilidad en las 16 mediciones aplicadas en cada aleación, las huellas residuales hechas por la punta Berkovich no presentan irregularidades en el tamaño, forma o grietas, como se muestra en la Fig. 7. Los valores obtenidos del módulo de Young y dureza se encuentran enumeradas en la Tabla 2.

Tabla 2 – Valores de módulo de Young y dureza obtenidos por nanoindentación.

| Muestra | E (GPa) | H (GPa) |
|---------|-----------|----------|
| T-28 | 176.9±4 | 9.12±0,5 |
| T-54 | 218.5±3,1 | 11,0±0,5 |
| T-56 | 230.6±9,1 | 8.6±0,6 |

La variación de los valores del módulo de Young obtenidos, es la estructura cristalina de cada aleación. La aleación T-28, se encuentra comprendida en la zona definida como $\alpha 2$ en el diagrama de fases, estas aleaciones presentan una estructura hexagonal, la aleación T-54 dentro del mismo diagrama, está definida en una región conocida como γ , la cual presenta una estructura tetragonal centrada en la cara ($c/a=1.02$), la muestra T-56 mantiene una matriz γ con una estructura tetragonal centrada en las caras, pero la ligera presencia de la fase $Ti_{1-x}Al_{1+x}$ provoca una disminución en la relación c/a por debajo de 1 ($c/a=0.98$) [18]. J. Kwon, *et al.* reportaron valores de dureza (7.7 ± 0.2 , 5.1 ± 0.1 y 4.6 ± 0.1) GPa y módulo de Young (180.6 ± 2.9 , 155.1 ± 2.4 y 150.5 ± 1.6) GPa en diferentes orientaciones cristalinas [0001], [-1100] y [-12-10] respectivamente, para una aleación α -Ti-7Al utilizando la técnica de nanoindentación [19], los valores obtenidos en la orientación [0001], son valores cercanos a los obtenidos en este trabajo. De igual manera Zupan y Hemker reportaron para una aleación Ti-55.5Al la variación del módulo de acuerdo a la orientación cristalográfica [8]. Por su parte S. Gebhard, *et al.* demostraron que la fase α presenta mayor dureza

que la fase γ [20], en una concentración 54at% el núcleo de la dendrita es compuesta por la fase α . En la muestra T-56 la dureza disminuye debido a que la matriz consta de la fase γ con menos dureza.

4. Conclusión

La técnica de nanoindentación es una herramienta que puede ser aplicada de manera rápida y sencilla para obtener valores del módulo de Young y dureza debido a que no se requiere del maquinado de probetas. Los valores de dureza varían según las fases presentes, la anisotropía de las aleaciones es un aspecto que se debe considerar ya que los valores dependen de la orientación cristalográfica.

Agradecimientos

Este trabajo fue apoyado por la Oficina de Investigación Científica de la Fuerza Aérea (AFOSR), bajo la Concesión FA9550-06-1-525.

REFERENCIAS

- [1] J. Haidar, S. Gnanarajan, J. B. Dunlop, *Intermetallics* **17** (2009) 651.
- [2] F. H. Froes, C. Suryanarayana, D. Eliezer, *Journal of Material Science* **27** (1992) 5113.
- [3] H. Nagai, T. Takahashi, H. Oikawa, *Journal of Material Science* **25** (1990) 629.
- [4] Z. H. Cai, D. L. Zhang, *Materials Science and Engineering: A* **419** (2006) 310.
- [5] K. Weinert, D. Biermann, S. Bergmann, *CIRP Annals - Manufacturing Technology* **56** (2007) 105.
- [6] N. Bird, S. Jiao, G. Taylor, *Intermetallics* **8** (2000) 133.
- [7] T. Nakano, A. Negishi, K. Hayashi, Y. Umakoshi, *Acta Materialia* **47** (1999) 1091.
- [8] M. Zupan, K.J. Hemker, *Metallurgical and Materials Transactions A* **29** (1998) 65.
- [9] M. H. Yoo, C. L. Fu, *Metallurgical and Materials Transactions A* **29** (1998) 49.
- [10] M. Göken, M. Kempf, W. D. Nix, *Acta Materialia*, **49** (2001) 903.
- [11] S. Gebhard, F. Pyczak, M. Göken, *Materials Science and Engineering: A* **523** (2009) 235.
- [12] G. M. Pharr, *Materials Science and Engineering: A* **253** (1998) 151.
- [13] X. Li, B. Bhushan, *Materials Characterization* **48** (2002) 11.
- [14] S. V. Hainsworth, H. W. Chandler, T. F. Page, *Journal of Materials Research* **11** (1996) 1987.
- [15] D. L. Joslin, W. C. Oliver, *Journal of Materials Research* **5** (1990) 123.
- [16] J. A. Bencomo Cisneros, A. Tejada Ochoa, J. A. García Estrada, C. A. Herrera Ramírez, A. Hurtado Macías, R. Martínez Sánchez, J. M. Herrera Ramírez, *Journal of Alloys and Compounds* **536** (2012) S456.
- [17] ASTM E407-07.
- [18] J. Braun, M. Ellner, *Metallurgical and Materials Transactions A* **32A** (2001) 1037.
- [19] J. Kwon, M.C. Brandes, P. Sudharshan Phanib, A.P. Pilchak, Y.F. Gao, E.P. George, G.M. Pharr, M.J. Mills, *Acta Materialia* **61** (2013) 4743.