



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE ZACATECAS

FRANCISCO GARCÍA SALINAS

MAESTRÍA EN CIENCIA E INGENIERÍA DE LOS MATERIALES

**“Manufactura aditiva asistida por láser del nanocompuesto
IN718/Al₂O₃ fabricado por molienda mecánica de alta energía para
su aplicación en la industria aeroespacial”**

Tesis que presenta

Ing. Pedro Márquez Martínez

para obtener el grado de

Maestro en Ciencia e Ingeniería de los Materiales

Directora de Tesis

Dra. en C. Haideé Ruiz Luna

Co-directores

Dr. Víctor Hugo Baltazar Hernández

Dr. Enrique Martínez Franco

Zacatecas, Zacatecas, Febrero de 2020

AGRADECIMIENTOS:

Agradezco a Dios por guiar mi camino y ubicarme en el lugar y tiempo adecuado. No fue coincidencia haberme rodeado de familiares, asesores, profesores y amigos que me apoyaron incondicionalmente. Dios me ha brindado todo lo necesario para vivir feliz y sobresalir. ¡En ti confío mi Dios!

Doy gracias a mis padres Elva y Pedro por brindarme amor, protección y educación desde que nací. Siempre me han apoyado en todo y me han dado consejos sabios. Gracias papás por compartir este logro tan importante. ¡Los amo, siempre serán mis padres tan adorados!

A mis hermanas Ale y Casandra por ser un excelente ejemplo a seguir. Han sido pilares importantes de la familia. Siempre traen alegría y amor a donde quiera que van. ¡Gracias hermanas, las quiero mucho!

A mi novia Ana Lucía por darme ánimos y ayudarme cuando me sentía derrotado. Fueron de vital importancia sus consejos, abrazos y sonrisas para cumplir mis objetivos. Siempre me ha dado su amor especial que ilumina mi vida. Saldremos adelante juntos mi amor, ¡Te amo!

A mi asesora la Dra. Haideé Ruiz Luna por compartir su sabiduría e impulsarme a desarrollar un nuevo nivel de conocimiento. Todos los días estuvo disponible y atenta para apoyarme a cumplir con todos los objetivos del proyecto. ¡Gracias por su sabiduría doctora!

A mi asesor el Dr. Enrique Martínez Franco por recibirme en CIDESI-Querétaro y enseñarme a usar varios equipos que nunca creí que existieran. Siempre estuvo atento para que desarrollara mi potencial académico al máximo. ¡Gracias por sus enseñanzas doctor!

A mi asesor el Dr. Víctor Hugo Baltazar Hernández por recibirme en la maestría y brindarme los espacios y conocimientos necesarios que me impulsaron a desarrollarme como un estudiante de posgrado. ¡Gracias por su apoyo doctor!

A mis profesores de la maestría por compartirme sus conocimientos y brindarme su confianza. Me dieron el apoyo suficiente para desarrollarme como un estudiante de posgrado. Aprecio demasiado sus consejos y enseñanzas, ¡gracias doctores y maestros!

A mis compañeras de posgrado Sandra, Aareli, Yessy y Carmen por hacer más divertida la maestría. Siempre con sus ocurrencias y antojos de comida hicieron que me sintiera alegre. Compartimos muchos momentos de estrés que supimos vencer, espero que siempre salgan adelante y que si necesitan ayuda de este servidor me lo hagan saber. ¡Muchas gracias chicas!

A mis compañeros de CIDESI Fernando, Luis y el Dr. Erasmo Correa, por ser aquellos amigos que hicieron de la estancia algo más especial. Compartieron sus conocimientos, me apoyaron, me invitaron a comer, me escucharon siempre. Amigos, les deseo éxito donde quiera que vayan, ¡Gracias totales!

A CONACyT por ser la institución que me brindó la beca necesaria para alimentarme, alojarme, transportarme y comprar lo necesario para cumplir con los objetivos del posgrado. Sin el apoyo económico de esta institución sería muy difícil desarrollar proyectos de gran calidad durante los posgrados. ¡Gracias a todas las personas que hacen posible que CONACyT exista!

A COZCYT por su apoyo económico para mi estancia en CIDESI-Querétaro y para el congreso IMRC 2019. Me da gusto que una institución Zacatecana apoye a sus estudiantes a realizar estancias y congresos. ¡Gracias a todos los integrantes de COZCYT!

Al proyecto CB-2016-01-286086 por el financiamiento recibido para asistir al congreso internacional IMRC 2019 y realizar una estancia de una semana en IPCYT y en CINVESTAV-Querétaro. Este apoyo económico me ayudó a finalizar varios análisis de mi proyecto y a adquirir conocimientos invaluable. ¡Gracias!

A CIDESI-Querétaro por ser la institución que me brindó una de mis mejores experiencias de mi vida. Me recibieron por más de 4 meses y me brindaron los equipos necesarios para

desarrollar mi proyecto. Conocí y manejé equipos de primer mundo. El conocimiento que adquirí es invaluable. ¡Gracias a cada uno de los integrantes de CIDESI!

A CINVESTAV-Querétaro, en particular al Dr. Juan Muñoz Saldaña, por brindarme sus equipos sin condición alguna. Las personas fueron muy amables y me enseñaron todo lo que estaba a su alcance. Gracias a la doctora Alma Mora García por ayudarme con la caracterización de varias muestras que no pude caracterizar personalmente.

Al Laboratorio Nacional CENAPROT-Querétaro por permitirme usar varios de sus equipos que fueron indispensables para la caracterización de mis polvos y depósitos. ¡Gracias a todas las personas que me recibieron y que me enseñaron a usar los equipos!

A IPCYT por permitirme aprender sobre la caracterización de polvos por medio de un microscopio electrónico de transmisión. El doctor Héctor Silva nos recibió con cariño y nos compartió sus conocimientos con mucho empeño. ¡Gracias a cada uno de los integrantes de IPCYT!

Gracias a las personas que trabajan honestamente y que pagan impuestos para apoyar a estos maravillosos centros de investigación que impulsan a México a desarrollar ciencia y a encontrar soluciones a los problemas que demanda el mundo.

RESUMEN

Los compuestos y nanocompuestos de matriz metálica, CMM y NCMM, respectivamente, son materiales que muestran buenas características eléctricas y térmicas, además de excelentes propiedades mecánicas incluyendo módulo elástico, resistencia al desgaste y resistencia a la fluencia. Como resultado, estos materiales son ampliamente utilizados en la industria aeroespacial, automovilística y naval. Los CMM y NCMM pueden ser sintetizados por procesos *in-situ* o *ex-situ*. En los métodos *ex-situ*, las partículas se sintetizan por separado antes de fabricar el compuesto, mientras que en el proceso *in-situ* las nanopartículas se pueden sintetizar y dispersar de manera homogénea al mismo tiempo en la matriz metálica. La molienda mecánica de alta energía y la mecanofusión son técnicas efectivas para producir CMM y NCMM con micro o nanopartículas cerámicas en forma de polvo y en cantidades relativamente grandes. Estos compuestos pueden manufacturarse y/o funcionalizarse posteriormente por tecnologías de manufactura avanzada como *laser cladding*, LC, mediante la cual es posible consolidar aleaciones en polvo capa por capa utilizando una máquina multiteje, una fuente láser y un software CAD/CAM. Además de depositar varios materiales, incluidos metales, cerámicos y compuestos de matriz metálica en superficies 2D y 3D, LC es capaz fabricar piezas funcionales con geometrías complejas y estructuras huecas con menores costos y tiempos de producción. Sin embargo, la combinación de materiales compuestos fabricados por molienda o mecanofusión (no disponibles comercialmente) y depositados por LC se ha investigado escasamente. Por lo tanto, entre los objetivos de esta investigación están producir el NCMM de Inconel 718 con nanopartículas cerámicas de Al_2O_3 (5% en peso) por medio de las tecnologías de molienda mecánica de alta energía (Simoloyer®) y mecanofusión, depositar el nanocompuesto fabricado por molienda por LC evaluando la influencia de los parámetros de procesamiento y analizar el efecto de la adición de las nanopartículas cerámicas en las características y propiedades de los depósitos. Antes de la molienda mecánica, los polvos puros se mezclaron previamente mediante sonicación en etanol. Una vez fabricado el NCMM, el polvo se consolidó en forma de cordones mediante LC. Los parámetros de *laser cladding* investigados fueron la potencia del láser, la velocidad de alimentación del polvo, la velocidad de escaneo y el ciclo de trabajo. La influencia de estas variables se evaluó usando la dilución, porosidad, zona afectada por el calor y relación ancho-altura como variables de salida. Los resultados muestran que la molienda mecánica de

alta energía es un proceso efectivo para producir el nanocompuesto IN718/ Al_2O_3 . Después de 30 h de molienda, las nanopartículas de Al_2O_3 se encuentran dispersas homogéneamente en el Inconel 718, además, las partículas del nanocompuesto alcanzan un tamaño, morfología y composición química uniforme adecuadas para su posterior consolidación por LC. Los análisis de los cordones depositados por láser muestran que no hay una influencia representativa de los parámetros de depósito sobre las variables de salida seleccionadas. Todos los cordones muestran mínima porosidad, baja dilución, zona afectada por el calor y buena calidad superficial. El efecto de nanopartículas de alúmina en la matriz metálica (IN718-5% Al_2O_3) se refleja en el incremento de la dilución y zona afectada por el calor comparado con el IN718 depositado, al mismo tiempo favorece la formación de dendritas más gruesas y alargadas dentro del cordón debido a que las nanopartículas concentran el calor en el depósito debido a su baja conductividad térmica. El uso de altas potencias, velocidades y flujos másicos permite retener una mayor cantidad de alúmina dentro de los cordones. Sin embargo, esta combinación sigue causando la segregación de Al, O, Ti y Cr en la superficie de los cordones.

ABSTRACT

Metal matrix composites and nanocomposites, MMC and MMNC, respectively, are materials that exhibit attractive thermal and electrical characteristics, and excellent mechanical properties including strength, elastic modulus, wear resistance, and creep resistance. As a result, these materials are widely employed in aerospace, automotive, and nautical industries. MMC and MMNC can be synthesized via *ex-situ* or *in-situ* processes. In the *ex-situ* methods, the particles are synthesized separately before the composite is manufactured, whereas in the *in-situ* process the nanoparticles can be synthesized and dispersed homogeneously at the same time in the metallic matrix. High-energy mechanical milling and mechanofusion are effective techniques for producing MMC/MMNC with ceramic micro- or nanoparticles powder material in relatively large quantities. These compounds can be manufactured or functionalized by additive manufacturing techniques such as laser cladding, LC, which can be used to consolidate powder alloys layer-by-layer using a multi-axis machine, a laser source, and CAD/CAM software. Moreover, LC has the possibility to deposit several materials, including metals, ceramics, and metal-matrix composites on 2D and 3D surfaces and is able to fabricate functional parts with complex geometries and hollow structures with lower production costs and times. However, mechanical milled MMC/MMNC materials deposited by LC has been scarcely investigated. Therefore, the aims of this investigation are to produce the MMNC Inconel 718 with Al₂O₃ nanoparticles (5 wt.%) via high-energy ball milling and mechanofusion technologies, to deposit the nanocomposite fabricated by mechanical milling by LC evaluating the influence of the processing parameters and analyzed the effect of the ceramic nanoparticles addition on the characteristics and properties of laser clad single tracks. The nanocomposite was produced using a Simoloyer horizontal ball mill. Prior to the milling process, the powders were pre-mixed via sonication in ethanol and dried in oven. Once the MMNC was fabricated, the powder material was consolidated by LC in the form of single tracks. Laser power, powder feed rate, scan speed, and duty cycle were the parameters investigated. The influence of these parameters was evaluated using the dilution, porosity, heat affected zone and width-height ratio as response variables. The results show that high-energy ball milling is an effective process to produce MMNC Inconel 718/Al₂O₃ powder. After 30 h of milling, the Al₂O₃ nanoparticles are homogeneously dispersed in the Inconel 718 powder metal matrix. Also, the nanocomposite particles reached a size,

morphology and composition adequate for using the powder as raw material in different manufacturing techniques such as laser cladding. The analysis of the single tracks deposited by laser show that irrespective of the deposition parameters all tracks show minimal porosity, low dilution, heat affected zone, and good surface quality. The presence of Al_2O_3 nanoparticles in the IN718 matrix increases dilution and heat affected zone and promotes the formation of thicker and elongated dendrites inside the deposits because the ceramic nanoparticles concentrate the heat due to its low thermal conductivity. The use of high laser powers, scan speeds and feed rates allows to retain a greater amount of alumina within the deposits. However, this parameters combination continuous to cause Al, O, Ti and Cr segregation on the surface of the single tracks.

Índice de contenido

Capítulo 1. Introducción.....	20
1.1 Objetivos	21
1.1.1 Objetivo General	21
1.1.2 Objetivos particulares.....	21
1.2 Impacto o potencial del proyecto	21
1.3 Justificación.....	22
1.4 Hipótesis.....	22
Capítulo 2. Marco teórico.....	23
2.1 Superaleaciones	23
2.1.1 Clasificación de las superaleaciones	23
2.1.2 Aplicaciones de las superaleaciones	26
2.1.3 Superaleación Inconel 718	27
2.2 Compuestos de Matriz Metálica (CMM)	27
2.3 Nanocompuestos de Matriz Metálica (NCMM).....	29
2.4 Baño ultrasónico o sonicación de partículas	30
2.4 Aleado mecánico	31
2.4.1 Aleado dúctil- frágil	33
2.4.2 Parámetros de la molienda mecánica	34
2.5 Proceso de mecanofusión de polvos.....	38
2.5 Manufactura aditiva.....	40
2.5.1 Depósito de metal asistido por láser (LMD)	43
2.5.1.1 Variables del proceso de depósito asistido por láser.....	43
2.5.2 Aplicaciones del proceso.....	44
Capítulo 3. Metodología experimental	47
3.1 Materia prima	48
3.2. Procesos para fabricar NCMM en polvo.....	48
3.2.1. Características del molino utilizado para la fabricación del compuesto por molienda mecánica de alta energía.....	49
3.2.1 Molienda mecánica del Inconel 718 comercial.....	50
3.2.2 Molienda mecánica de alta energía del nanocompuesto IN718/Al ₂ O ₃	51
3.2.3 Molienda mecánica a -20 °C del NCMM	54
3.2.4 Proceso de mecanofusión del IN718/Al ₂ O ₃	54

3.3 Caracterización de los polvos fabricados	54
3.4 Depósito de los polvos por Laser cladding	56
3.5.1 Primer conjunto de valores para el depósito de 16 cordones	58
3.5.2 Segundo conjunto de valores para el depósito de 4 cordones de IN718 e IN718-MM.....	61
3.5.3 Tercer conjunto de valores para el depósito del compuesto IN718/Al ₂ O ₃	61
3.6 Técnicas de caracterización de los cordones.....	62
Capítulo 4. Resultados y discusión.....	65
4.1 Caracterización estructural de la materia prima	65
4.2 Caracterización del IN718-MM y el nanocompuesto IN718/Al ₂ O ₃ fabricado por diversas técnicas.....	66
4.2.1 Evolución morfológica del IN718-MM y el nanocompuesto IN718/Al ₂ O ₃	66
4.2.2 Composición química del IN718-MM y el nanocompuesto IN718/Al ₂ O ₃ fabricado por diferentes técnicas.....	73
4.2.3 Caracterización del tamaño de partícula de los materiales en función de su técnica de fabricación.....	75
4.2.4 Caracterización estructurales de los materiales procesados	80
4.2.5 Microscopía electrónica de transmisión.....	84
4.2.6 Ensayos de fluidez de los materiales fabricados	86
4.3 Manufactura aditiva asistida por láser.....	87
4.3.1 Geometría y características de los cordones depositados en función de la potencia pico del láser, flujo másico del polvo, ciclo de trabajo y velocidad de escaneo	87
4.3.3 Características, microestructura y propiedades de los cordones de IN718, IN718 – MM e NCMM – MM1	91
4.3.5 Dilución, zona afectada por el calor, relación ancho-altura, porosidad, microdureza y microestructura del tercer bloque experimental	103
Capítulo 5. Conclusiones.....	109
Capítulo 6. Referencias	112

Índice de tablas

2.1	Composición química nominal del Inconel 718	24
2.2	Características de los molinos empleados en el procesamiento de materiales	35
2.3	Diversas técnicas de la manufactura aditiva	39
3.1	Composición química nominal y medida del polvo IN718 (% en peso)	45
3.2	Nomenclatura de los polvos fabricados	45
3.3	Escalamiento de la molienda mecánica en un vial de 0.5 L a uno de 2.0 L	49
3.4	Composición química medida de la matriz del sustrato IN718 (% en peso)	53
3.5	Composición química de los precipitados del sustrato IN718 (% en peso)	54
3.6	Conjunto de valores para depositar los primeros 16 cordones del compuesto IN718/Al ₂ O ₃	54
3.7	Flujo másico del polvo comercial, el IN718-MM y el NCMM-MM1 en función del porcentaje de vibración	56
3.8	Segundo conjunto de valores para depositar IN718 comercial y el IN718 – MM	57
3.9	Tercer bloque de experimentos del compuesto IN718/Al ₂ O ₃	58
4.1	Composición química promedio (% en peso) de la sección transversal de las partículas fabricadas por SN, molienda mecánica a diferente tiempo y temperatura y MF	70
4.2	Rango de tamaño de partícula de los polvos finales fabricados por diversas técnicas	75
4.3	Fluidez de los polvos medidos en un flujómetro Hall por la norma ASTM B213-17	83
4.4	Características físicas de los cordones al variar los parámetros del <i>laser cladding</i>	87
4.5	Características geométricas de los cordones de IN718 comercial, IN718-MM, y del NCMM-MM1 depositados con los parámetros de la Tabla 3.8	90
4.6	Microdureza y porcentaje de Al y O dentro de los cordones de IN718 comercial (1IN y 2IN), IN718 molido (1MM y 2MM) e IN718/Al ₂ O ₃ (3 y 11)	95

4.7	Características físicas, microdureza y retención de Al_2O_3 en los cordones del tercer bloque experimental	101
-----	--	-----

Índice de Figuras

2.1	Comparación de la resistencia a la fluencia y a la oxidación de diversas aleaciones respecto a la temperatura	21
2.2	Diversas fases por la combinación de Ni y Al	22
2.3	Precipitado gamma prima en una matriz gamma	23
2.4	Diagrama de la técnica de sonicación para dispersar nanopartículas cerámicas durante la fundición de un metal	28
2.5	Ciclo de deformación, soldadura en frío, y fractura de las partículas de polvo	29
2.6	Evolución del tamaño y morfología de la partícula respecto al tiempo de molienda mecánica	30
2.7	(a) Molino de vibración, (b) molino planetario, (c) molino atricionador, (d) molino de tambor y (e) molino Simoloyer	34
2.8	Diagrama del proceso de mecanofusión	36
2.9	(a) Recubrimiento de las partículas de níquel con aluminio, (b) dispersión de partículas ultrafinas para crear el compuesto Ni/Al, (c) compuesto Ni/Al con estructura laminar	37
2.10	Principio del funcionamiento de la manufactura aditiva	38
2.11	(a) Partes y (b) funcionamiento de la técnica de laser cladding	40
2.12	(a) Diferentes estructuras internas para enfriar el álabe de una turbina, (b) Evolución del material y del sistema de enfriamiento del álabe de una turbina. TBC: Thermal Barrier Coating; SX: Single Crystal Alloy; CMC: Ceramic Matrix Composite	42
3.1	Morfología de la materia prima utilizada para fabricar el compuesto de matriz metálica (a) Inconel 718, (b) Al ₂ O ₃	44
3.2	Estaciones de la molienda mecánica de alta energía con el molino Simoloyer	46
3.3	(a) Molino Simoloyer y (b) software MALTOZ implementados para fabricar el nanocompuesto	46
3.4	Proceso de pre-dispersión: (a) 152 g de polvo IN718, (b) 8 g de nanopartículas de Al ₂ O ₃ , (c) baño ultrasónico en etanol de la mezcla de polvos, (d) secado y (e) Al ₂ O ₃ pre-dispersada en la matriz metálica	47
3.5	Evolución del secado del compuesto a 85°C durante: (a) 0, (b) 1, (c) 2, (d) 3, (e) 4 y (f) 5 h	48

3.6	Partes que conforman el equipo de mecanofusión	50
3.7	Espectroscopia de energía dispersiva de la sección transversal del polvo IN718 comercial	51
3.8	(a) Tamizadora de partículas y (b) flujómetro Hall	52
3.9	(a) Dimensiones, acabado superficial y (b) precipitados de los sustratos de Inconel 718	53
3.10	Sección transversal de un cordón para calcular su porosidad	59
3.11	Depósito seccionado por el área del cordón que sobresale del sustrato (A_s), área penetrada del cordón (A_p) y ZAC	60
3.12	Espectroscopia dispersiva de energía en varias áreas del cordón 1IN	60
4.1	Patrón de difracción del polvo de Inconel 718	61
4.2	Difractograma de las nanopartículas de Al_2O_3	62
4.3	Morfología superficial de una (a) partícula de IN718 comercial y (b) partícula de IN718 después del proceso de sonicación	63
4.4	Morfología de las partículas de IN718 comercial molido a (a) 5, (b) 10, (c) 15, (d) 20, (e) 25 y (f) 30 h	64
4.5	Morfología de las partículas del compuesto IN718/ Al_2O_3 molido a (a) 5, (b) 10, (c) 15, (d) 20, (e) 25 y (f) 30 h	65
4.6	Morfología de las partículas del compuesto molido mecánicamente a $-20\text{ }^\circ\text{C}$ durante: (a) 5 y (b) 10 h	66
4.7	a) Morfología y b) sección transversal de las partículas del compuesto sometido al proceso de MF	69
4.8	Distribución de tamaño de partícula a diferentes tiempos de molienda del IN718 comercial	72
4.9	Distribución de tamaño de partícula del nanocompuesto a diferentes tiempos de molienda	73
4.10	Distribución de tamaño de partícula en los polvos finales de cada técnica	74
4.11	Evolución del tamaño de partícula del IN718 puro a través del tiempo de molienda	76
4.12	Patrones de difracción de rayos X del IN718 puro en función del tiempo de molienda	77
4.13	Patrones de difracción de rayos X del compuesto IN718/ Al_2O_3 en función del tiempo de molienda	78

4.14	Difractogramas de los polvos fabricados por diversas técnicas	79
4.15	Evolución del tamaño de cristalita de los polvos	80
4.16	Microscopía electrónica de transmisión de las partículas de: (a) IN718/Al ₂ O ₃ molida a 30 h, (c) IN718 molido a 30 h. Patrones de difracción del polvo: (b) IN718/Al ₂ O ₃ molida a 30 h, (d) IN718 molido a 30 h	81
4.17	Distribución elemental por microscopía electrónica de transmisión de una partícula de IN718/Al ₂ O ₃ a 30 h de molienda mecánica	81
4.18	Calidad superficial de los 16 cordones del nanocompuesto correspondientes al primer bloque de experimentos	84
4.19	Calidad superficial de los cordones: (a) 1, (b) 15 y (c) 16	84
4.20	Sección transversal de 8 distintos cordones del NCMM–MM1 depositados con diferentes parámetros	85
4.21	Calidad superficial de los cordones: (a) 1IN, (b) 1MM, (c) 3, (d) 2IN, (e) 2MM y (f) 11	88
4.22	Porosidad en la sección transversal de los cordones: (a) 1IN, (b) 1MM, (c) 3, (d) 2IN, (e) 2MM y (f) 11	89
4.23	Microestructura en la zona central de los cordones: (a) 1IN, (b) 1MM y (c) 3	92
4.24	Microestructura en la zona central de los cordones: (a) 2IN, (b) 2MM, (c) 11	94
4.25	(a) Sección transversal del cordón de IN718 comercial 1IN, (b) magnificación de la superficie del cordón 1IN para visualizar la segregación, (c) microestructura de una pequeña área de la segregación (d) mapeo elemental del cordón 1IN	96
4.26	(a) Sección transversal del cordón de IN718 molido 1MM, (b) mapeo elemental del cordón 1MM	97
4.27	Imagen en sección transversal del cordón 3 del nanocompuesto y su mapeo elemental correspondiente	98
4.28	Imagen en sección transversal del cordón 11 del nanocompuesto y su mapeo elemental correspondiente	98
4.29	Calidad superficial de los cordones: (a) C1, (b) C2, (c) C3, (d) C4, (e) C5, (f) C6, (g) C7 y (h) C8	100
4.30	Sección transversal de los cordones: (a) C1, (b) C2, (c) C3, (d) C4, (e) C5, (f) C6, (g) C7 y (h) C8	102

4.31	Segregación presente en los cordones (a) C1, (b) C2, (c) C3, (d) C4, (e) C5, (d) C6, (f) C7 y (h) C8	104
4.32	Mapeo de elementos de la zona segregada en el cordón C4	104

Capítulo 1. Introducción

La superaleación base níquel Inconel 718 (IN718) es ampliamente utilizada en la industria aeroespacial debido a sus excelentes propiedades mecánicas y anticorrosivas a elevadas temperaturas [1][2] y su relativo bajo costo en comparación con otras superaleaciones [1][3]. Sin embargo, la principal desventaja del IN718 es que a partir de los 650 °C sus propiedades mecánicas se reducen [4]. En aras de mejorar las propiedades físicas y mecánicas de esta superaleación, y en general de las superaleaciones base níquel, éstas se han reforzado con micro o nanopartículas de carburos y óxidos [5][6][7][8]. Diferentes carburos (SiC, TiC, WC) y óxidos (Al_2O_3 , Y_2O_3) se han implementado para reforzar aleaciones metálicas con aplicaciones estructurales [9][10]. Entre ellos, la alúmina, Al_2O_3 , es un cerámico ampliamente usado debido a su buena estabilidad térmica, alta dureza [11][12] y relativo bajo costo de producción en comparación del TiC, WC [13] y SiC [9]. Se ha reportado que la microdureza, la resistencia al desgaste y oxidación y el esfuerzo de cedencia incrementan por la adición de micro o nanopartículas de Al_2O_3 en aleaciones de níquel y aluminio [14][15]. Estos materiales, conocidos como compuestos de matriz metálica o nanocompuestos de matriz metálica, pueden ser fabricados por diversas técnicas incluyendo la mecanofusión [16][17] y molienda mecánica de alta energía [18][19]. Estas técnicas son actualmente empleadas debido a su capacidad de producir grandes cantidades de material sin utilizar altas temperaturas. Los materiales y/o aleaciones desarrolladas por dichas técnicas pueden ser empleados posteriormente como materia prima en tecnologías de manufactura de piezas o recubrimientos tal como es el *laser cladding* (LC) [20][21][22]. Esta técnica de consolidación de polvos es ampliamente usada en la industria aeroespacial ya que puede manufacturar estructuras muy complejas sin la necesidad de uniones como tornillos, tuercas, remaches y soldadura [23][20]. Además, puede fabricar álabes huecos que mejoran la refrigeración y reducen la masa y fuerza centrífuga [23]. No obstante, es necesario establecer las condiciones de depósito que permitan generar cordones de buena calidad reteniendo las características y propiedades de la materia prima. Con base en lo anterior, el presente trabajo se dividió en dos etapas, la primera está enfocada a la fabricación del nanocompuesto de matriz metálica IN718/ Al_2O_3 por molienda mecánica de alta energía empleando diferentes temperaturas de procesamiento y mecanofusión. En aras de comparar el efecto de la alúmina durante la molienda en esta etapa además se molió polvo de Inconel sin alúmina bajo las mismas

condiciones. En la segunda parte del trabajo el compuesto con y sin partículas de alúmina procesado de molienda se consolidó mediante LC analizando la influencia de los parámetros de depósito sobre las características geométricas de los cordones. A fin de determinar el efecto de las nanopartículas de alúmina y de la molienda las características de los cordones se compararon con depósitos de polvo comercial de Inconel.

1.1 Objetivos

1.1.1 Objetivo General

Desarrollar por molienda mecánica y depositar mediante *laser cladding* la aleación Inconel 718 con y sin adiciones de nanopartículas de Al_2O_3 analizando el efecto en la interacción láser materia y en las propiedades físicas y químicas de la aleación.

1.1.2 Objetivos particulares

- Obtener y caracterizar la aleación Inconel 718 con y sin adiciones de nanopartículas de Al_2O_3 por medio de la molienda mecánica de alta energía.
- Fabricar y caracterizar el nanocompuesto IN718/ Al_2O_3 por el proceso de mecanofusión.
- Determinar la influencia de los parámetros de depósito para manufacturar el compuesto mediante laser cladding.
- Analizar el efecto de la molienda mecánica de alta energía sobre las características y propiedades de los depósitos.
- Analizar el efecto de la adición de nanopartículas cerámicas de Al_2O_3 sobre las características y propiedades de los depósitos.
- Depositar el compuesto mediante *laser cladding* reteniendo las características microestructurales del polvo.

1.2 Impacto o potencial del proyecto

Este proyecto tiene gran impacto social, económico y ambiental. Se fabricó un nuevo material que no está disponible comercialmente en el mundo. Este nanocompuesto en forma de polvo puede implementarse en la técnica de *laser cladding* con ventajas de no generar desechos y de reutilizar el material remanente. Este nuevo material tiene gran aplicación en la manufactura y reparación de componentes que se encuentran dentro del sector aeronáutico.

1.3 Justificación

Debido a la necesidad de incrementar la eficiencia de los motores de una aeronave, así como las propiedades de los materiales usados en la industria aeronáutica se busca desarrollar materiales más resistentes con propiedades superiores y aplicarlos con tecnologías de última generación. Teniendo en consideración lo anterior, el presente proyecto busca manufacturar una aleación Inconel 718 con y sin adiciones de nanopartículas de Al_2O_3 mediante molienda mecánica y posteriormente consolidarla por medio de la técnica de *laser cladding*, contribuyendo al desarrollo científico-tecnológico así como en la creación de empresas o instituciones Mexicanas dedicadas a la manufactura y a la restauración de las partes y componentes del motor de una aeronave. El Inconel 718 es una superaleación con excelentes propiedades mecánicas y anticorrosivas, y, por ende, conviene analizar procesos para mejorar sus propiedades y a la vez implementar técnicas que faciliten la aplicación de esta aleación.

1.4 Hipótesis

El nanocompuesto de matriz Inconel 718 reforzado con nanopartículas de alúmina presentará mejores propiedades físicas y químicas que la aleación Inconel 718 comercial.

Capítulo 2. Marco teórico

2.1 Superaleaciones

Una superaleación es una aleación basada en el grupo VIII de los elementos de la Tabla periódica (níquel, hierro, cobalto), caracterizadas por proporcionar alta resistencia mecánica, a la oxidación y a la corrosión mientras se someten a altas temperaturas [1][2]. Todas las familias de superaleaciones comparten la misma microestructura con un número de fases secundarias dispersadas en la matriz [1]. Cabe mencionar que las superaleaciones base níquel son las únicas que retienen la estructura fcc sin importar las adiciones de hierro y/o cobalto [1][4].

2.1.1 Clasificación de las superaleaciones

Las superaleaciones son clasificadas de acuerdo al elemento de mayor cantidad, es decir, pueden ser base níquel-hierro, base cobalto, o base níquel [1].

Superaleaciones base níquel-hierro: son aleaciones usadas solamente en condiciones de forjado y se caracterizan por su alta tenacidad y ductilidad [1]. Otra ventaja es su bajo costo debido a la cantidad de hierro agregado. Existen tres grupos de estas aleaciones: 1) Precipitaciones endurecidas γ' -Ni₃(Al, Ti) y/o γ'' -Ni₃Nb en la matriz gamma 2) Grupo de aleaciones de bajo coeficiente de expansión térmica (CTE) y 3) Modificación de aceros inoxidable [1].

Superaleaciones base cobalto: aleaciones usadas en aplicaciones donde la corrosión en caliente es la principal fuente de deterioro [1]. En la industria aeroespacial se utilizan en las partes estacionarias calientes de una aeronave debido a su superior esfuerzo de ruptura y resistencia a la corrosión en caliente [1]. Sin embargo, es una aleación de baja resistencia mecánica, por lo tanto, las superaleaciones base níquel son mejores para las partes rotatorias calientes de una aeronave. Como en las superaleaciones base Ni, la estructura cristalina de la superaleación base cobalto es fcc de matriz gamma y con fases de endurecimiento. Sin embargo, las precipitaciones de endurecimiento en las superaleaciones base cobalto no son tan efectivas como las γ' o γ'' que presentan las superaleaciones base níquel-hierro y base níquel [1].

Superalaciones base níquel: son aleaciones metálicas que muestran una combinación excelente de resistencia mecánica y dureza en ambientes oxidantes, corrosivos a alta temperatura [2][24]. Estas superaleaciones son las que alcanzan la mayor relación de temperatura/resistencia (Fig. 2.1), haciéndolas ideales para una gran variedad de aplicaciones. Las superaleaciones base níquel forjadas son usadas donde se requiere alta resistencia mecánica, como en los discos de la turbina. De estas superaleaciones forjadas se conocen las Udimet 700, Rene 41, Waspaloy, N-901, y Udimet 630 [1]. Las superaleaciones base níquel fundidas se prefieren por su alta resistencia mecánica y resistencia a la fluencia a muy altas temperaturas. Se usan comúnmente en los álabes de la turbina de gas y se conocen como Inconel 100, 713, 738, y 792, B-1900, y MAR-M 200. Para las fundiciones monocristalinas se tienen las aleaciones PWA 1483, PWA1484, CMSX-4, y Rene N6 [1].

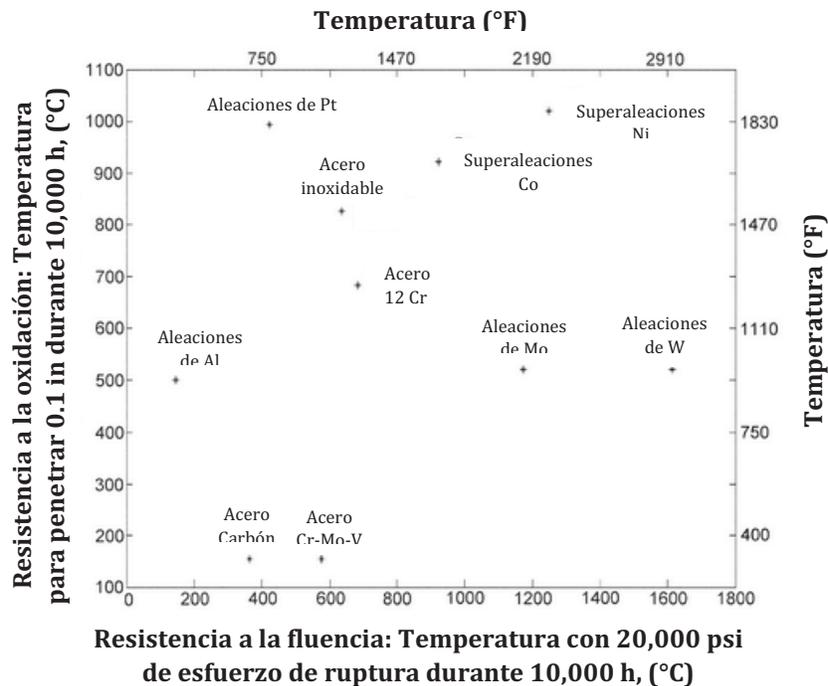


Figura 2.1. Comparación de la resistencia a la fluencia y a la oxidación de diversas aleaciones respecto a la temperatura [1].

Existen tres clases de superaleaciones base níquel: 1) Superaleaciones reforzadas por precipitados, las cuales tienen gran resistencia mecánica y a la temperatura debido a la adición de Al y Ti (al menos 4 o 6 del porcentaje en peso) para precipitar grandes proporciones de fases γ' - $Ni_3(Al, Ti)$ (Fig. 2.2). Generalmente se le agrega W, Mo y Re para

reforzar la fase de la matriz fcc- γ ; mientras que la adición de Nb y Ta refuerzan la fase de precipitación $L1_2-\gamma'$ [1]. Un ejemplo de esta clase es el Inconel 718 [1][3]. 2) Superalaciones endurecidas con soluciones sólidas, las cuales pueden también reforzarse con precipitados de carburos. Un ejemplo de esta aleación es la Hastelloy-X [1]. 3) Superalaciones reforzadas por la dispersión de partículas inertes como el Y_2O_3 y en ocasiones también reforzadas con precipitaciones γ' . Algunos ejemplos de esta clase son las superaleaciones Inconel MA-754 y MA-6000E [1].

Dentro de las superaleaciones forjadas, existe un grupo que ha sido fabricado por la técnica de aleado mecánico, donde polvos metálicos o no metálicos son aleados homogéneamente. Los materiales que son aleados mecánicamente muestran mejor resistencia a las altas temperaturas, incluso arriba del 90% del punto de fusión cuando se combinan la aleación mecánica, la fase γ' , y la dispersión fina de óxidos [1].

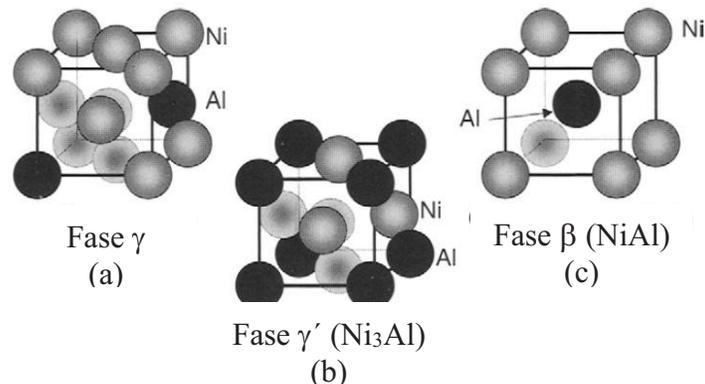


Figura 2.2 Diversas fases por la combinación de Ni y Al [4]

En algunas superaleaciones que contienen Fe como el Inconel 718, la fase reforzante predominante es γ'' , la cual tiene una estructura tetragonal centrada en el cuerpo (tcc) y su composición es Ni_3Nb . La fase γ'' induce alta resistencia en un rango de baja a moderada temperatura. Una de las desventajas es que arriba de $650^\circ C$ la fase γ'' cambia a γ' (Fig. 2.3) o a fase δ reduciendo significativamente la resistencia mecánica [4].

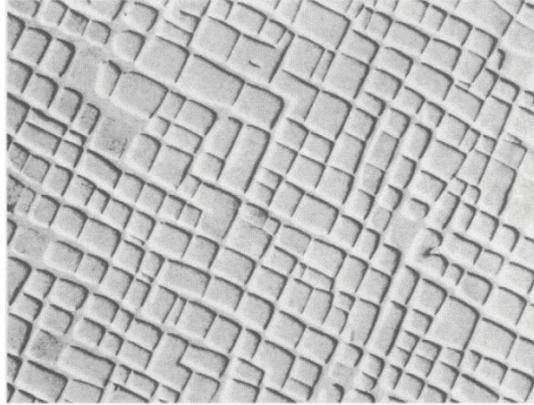


Figura 2.3 Precipitado gamma prima en una matriz gamma [4]

Para algunas aplicaciones críticas de resistencia a la fluencia, como en los álabes de las turbinas de gas, las superaleaciones base Ni en forma policristalina no son aceptables porque tienden a fallar en los límites de grano orientados transversalmente a la fuerza centrífuga que está a lo largo del eje del álabe [4]. Las propiedades de fluencia de las aleaciones pueden mejorarse significativamente al eliminar los límites de grano transversales a la fuerza centrífuga, es decir, produciendo granos columnares y orientándolos paralelamente al eje de los álabes [4]. Se han hecho posibles mejoras adicionales en las propiedades de fluencia mediante la eliminación total de los límites de granos en superaleaciones monocristalinas. Las desventajas de crear estructuras columnares y monocristalinas son el alto costo y dificultad de manufactura.

2.1.2 Aplicaciones de las superaleaciones

Las superaleaciones son primordialmente usadas en turbinas de gas, equipos petroquímicos, dispositivos biomédicos, componentes de cohetes, reactores nucleares, hornos industriales, e intercambiadores de calor [1][2][24]. Las superaleaciones base níquel se utilizan ampliamente en componentes de los motores de turbina de gas debido a su gran tenacidad, resistencia a altas temperaturas, resistencia a la oxidación y a la corrosión [24][25].

Una de las superaleaciones base níquel que se usa actualmente en la industria aeroespacial y que tiene grandes ventajas sobre otras superaleaciones es el Inconel 718. La principal ventaja es su relación costo-resistencia, debido a que su costo se reduce debido a la cantidad de hierro

y la gran resistencia se obtiene por sus elementos químicos y por los precipitados γ'' y γ' [24].

2.1.3 Superaleación Inconel 718

El Inconel 718 es una superaleación base níquel reforzada por precipitaciones y se distingue por su gran resistencia a la oxidación, corrosión, fluencia y fractura mientras se somete a altas temperaturas [1][2]. Se usa de -252 °C a 704 °C y su rango de composición química se observa en la Tabla 2.1.

Tabla 2.1. Composición química nominal del Inconel 718 [21][26][27]

Elemento	Ni	Cr	Fe	Nb	Mo	Ti	Al
% en peso	50-55	17-21	18-19	4.75-5.5	2.8-3.3	0.65-1.15	0.2-0.8

El Inconel 718 es una de las superaleaciones base níquel más utilizadas en la industria aeroespacial debido a su alta resistencia a la fatiga y a la corrosión a elevadas temperaturas, sin embargo, a partir de los 650 °C sus propiedades mecánicas se reducen [4]. Para resolver el problema y mejorar las propiedades físicas y mecánicas, las superaleaciones base níquel han sido reforzadas por micro o nanopartículas de carburos y óxidos. La teoría indica que las propiedades del Inconel 718 pueden ser mejoradas por medio de la dispersión de cerámicos en su matriz metálica. A este tipo de materiales se le conoce como compuestos de matriz metálica.

2.2 Compuestos de Matriz Metálica (CMM)

Los CMM pueden ser aleaciones eutécticas solidificadas direccionalmente, aleaciones reforzadas por dispersión de cerámicos, aleaciones de fundición eutéctica, aleaciones laminadas de acero, y aleaciones bifásicas gamma [28]. Entre estas, los compuestos de matriz metálica reforzados con partículas cerámicas muestran gran resistencia mecánica, alto módulo de elasticidad, propiedades casi isotrópicas, y excelente resistencia a la fluencia y a las altas temperaturas [15]. Los CMM tienen aplicaciones en la industria aeroespacial, automotriz, térmica, náutica y ferroviaria debido a sus propiedades estructurales, excelente resistencia al desgaste y atractivas características térmicas y eléctricas [28]. Diferentes

matrices metálicas incluyendo Al, Ni, Ti, Co, Cu, Fe, Be, Mg y Ag [5][6][8][10]; han sido reforzadas con óxidos, carburos como Al_2O_3 , TiB, Mo, NbC, TiC, SiC, B_4C , TaC, BeO, C, grafito, W, WC, entre otros [5][6][8][10] con el objetivo de mejorar sus propiedades. El refuerzo comercial más utilizado es el SiC, seguido por la Al_2O_3 y el TiC [28]. Karayannis y colaboradores [29] elaboraron un compuesto en forma de polvo con refuerzo de alúmina con la finalidad de mejorar las propiedades mecánicas del níquel. Descubrieron que al incrementar la cantidad de las partículas cerámicas (de 5 al 30 % en peso), aumentaba el módulo de Young (de 38 a 89 GPa) y la resistencia a la fractura (de 40 a 110 MPa); Anil et. al [30] recopilaron información de varios autores que fabricaron compuestos de matriz metálica y concluyeron que la adición de partículas cerámicas aumenta apreciablemente las propiedades mecánicas del metal base. Ejemplos de superaleaciones fabricadas por aleación mecánica y reforzadas por la dispersión de óxidos podemos mencionar el Inconel MA-754 y MA-6000E [1]. El Inconel MA-754 (UNS N07754) es una superaleación 78% en peso de Ni y 20% en peso de Cr reforzado con 0.6% en peso de óxido itrio con excelente resistencia a las altas temperaturas, a la fatiga y a la corrosión [31]. El Inconel MA-6000 es una superaleación base Ni con 15Cr, 4.5Al, 2.5Ti, 2.0Mo, 4W, 2Ta, 0.15Zr, 0.01B, 0.05C, 1.1Y₂O₃ en porcentaje en peso [32]. El Inconel MA-6000 tiene gran potencial para remplazar aleaciones monocristalinas como a la CMSX-3 [33].

La alúmina (Al_2O_3) es un cerámico ampliamente usado como reforzante debido a su buena estabilidad térmica, alta dureza y resistencia [11][12], y relativo costo de producción a comparación del TiC, WC [13] y SiC [9]. Akthar [14] ha reportado que la microdureza y la resistencia la desgaste y oxidación incrementan por la adición de micropartículas de Al_2O_3 en el níquel. Tjong [15] y colaboradores mejoraron la resistencia a la tensión e incrementaron el esfuerzo de cedencia cuando adicionaron nanopartículas de Al_2O_3 en la matriz del aluminio.

El proceso de molienda ha sido más efectivo en la dispersión homogénea de partículas cerámicas en una matriz metálica comparado con procesos de fundición, debido a que en procesos de fundición los óxidos son segregados a la superficie a causa de su baja densidad. Otras de las desventajas de la fundición son la aparición de dendritas de grano grueso durante la solidificación. Cabe mencionar que las fases de precipitados no pueden formarse durante

el aleado mecánico, es necesario un proceso de consolidado como el de presión isostática en caliente o el de la manufactura aditiva.

2.3 Nanocompuestos de Matriz Metálica (NCMM)

Son compuestos formados por uno o más componentes con estructura nanométrica [15][34][35]. Las partículas cerámicas grandes son propensas a agrietarse durante la carga mecánica, lo que conduce a una falla prematura y baja ductilidad de los CMM [35]. La disminución del tamaño de las partículas cerámicas desde el nivel micrométrico a nanométrico puede conducir a mejoras mecánicas importantes [15]. Los NCMM tienen gran aplicación en la fabricación de partes calientes de una aeronave y de compuestos electrónicos avanzados debido a sus altos puntos de fusión y buena resistencia a la oxidación [8][14][36]. Udhayabanu et al. [8] fabricaron el nanocompuesto NiAl-10%vol Al₂O₃ por aleado mecánico y lo sinterizaron por *spark plasma*. Descubrieron que el nanocompuesto exhibía dureza muy alta (772 HV_{0.3}) y resistencia a la compresión de 2456 MPa con aproximadamente 14% de deformación plástica; Akthar et al. [14] fabricaron el nanocompuesto Ni-Al₂O₃ por electrodeposición y descubrieron que las partículas de Al₂O₃ embebidas aumentaban la dureza y la resistencia al desgaste y a la corrosión a comparación del Ni puro.

Los CMM y NCMM se pueden sintetizar mediante procesos *ex-situ* o *in-situ* [18]. En el proceso *ex-situ* las partículas se sintetizan por separado antes de la fabricación del compuesto. Las desventajas de este proceso son la alta tendencia de aglomeración en la matriz metálica, además de tener mayor coeficiente de expansión térmica que en el proceso *in-situ* [15][37]. Algunas técnicas *ex-situ* para dispersar las nanopartículas cerámicas en la matriz metálica son sonicación [38][36], mecanofusión [16][17], sol-gel [39] y electrodeposición [34]. Por otro lado, el proceso *in-situ* es capaz de sintetizar las nanopartículas y a la vez dispersarlas homogéneamente en la matriz metálica. La técnica *in-situ* más conocida es el aleado mecánico [15][37][18][19]. Tjong et al. [15], lograron una mejor dispersión de las nanopartículas reforzantes en una matriz metálica por medio del aleado mecánico a comparación de otras técnicas como la fundición asistida por ultrasonido, además, demuestran que la dispersión uniforme de las nanopartículas mejora la resistencia mecánica y ductilidad de la matriz metálica.

A continuación, se describen los procesos de sonicación, molienda mecánica y mecanofusión ya que éstas técnicas tienen la gran ventaja de producir grandes cantidades de polvo sin utilizar altas temperaturas.

2.4 Baño ultrasónico o sonicación de partículas

El proceso de sonicación es una técnica que usa ondas ultrasónicas de alta frecuencia para producir el efecto de cavitación, el cual consiste en inducir violentos colapsos de microburbujas alrededor de las partículas [15]. Esta técnica es capaz de desaglomerar nanopartículas cerámicas antes o durante la formación del compuesto por medio de miles de microburbujas que se forman, se expanden durante el ciclo de presión negativa y luego implotan durante el ciclo de presión positiva. En este último ciclo se producen puntos de muy altas temperaturas, presiones arriba de 1000 atm, y velocidades de enfriamiento arriba de 10^{10} K/s [38]. Yang y colaboradores [36] usaron el sistema de la Fig. 2.4 para dispersar uniformemente nanopartículas de SiC en una matriz de Al por medio de ondas ultrasónicas durante la fundición del compuesto. Además, mencionan que esta técnica es muy útil para refinar microestructuras, reducir porosidad y fabricar nanocompuestos de matriz metálica, por ejemplo, Al reforzado con SiC. Las nanopartículas de SiC se añadieron en el Al fundido durante las vibraciones. Por otro lado, Beltowska et al. [40] lograron dispersar homogéneamente las nanopartículas de ZrO₂ en la matriz de Ni-W por medio de ultrasonido durante el proceso de electrodeposición. El nanocompuesto Ni-W/ZrO₂ muestra considerable mejora en la microdureza a comparación del Ni-W puro. Con el 5% en peso de ZrO₂ y con baja frecuencia (35 KHz) de ultrasonido se obtuvieron las mejores propiedades mecánicas del nanocompuesto.

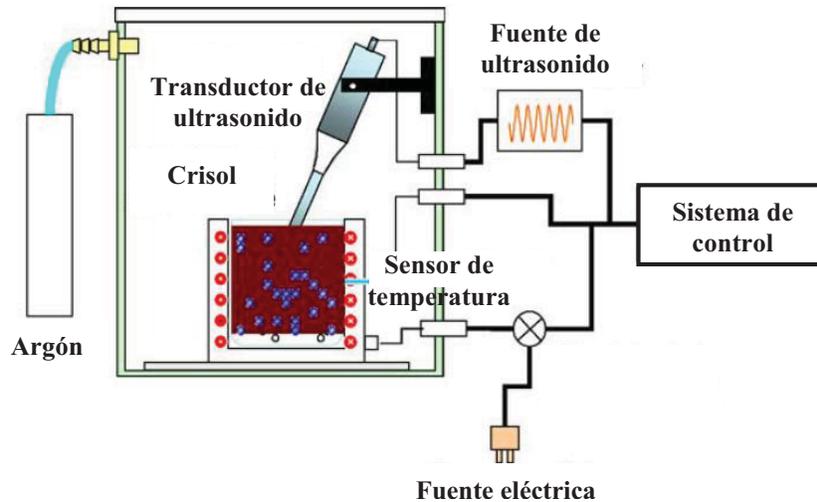


Figura 2.4. Diagrama de la técnica de sonicación para dispersar nanopartículas cerámicas durante la fundición de un metal [36].

2.5 Aleado mecánico

El aleado mecánico es una técnica de fabricación y/o síntesis de aleaciones con granos micro y/o nanométricos en tiempos relativamente cortos de procesamiento [18][19]. Actualmente, este proceso inicia con la mezcla adecuada de polvos para después depositarse dentro de un molino con bolas, las cuales impactan repetidamente las partículas del polvo hasta alearlas y reducirlas de tamaño. Esta mezcla de polvos es molida por un determinado tiempo o hasta que se alcanza un estado estable, es decir, cuando la composición química de cada partícula del polvo final es igual a la proporción inicial de los polvos que se mezclaron [18]. Los fenómenos que ocurren durante el proceso son: deformación elástica, deformación plástica, soldadura en frío y fractura de las partículas (Fig. 2.5) [12][18][19]. Si la velocidad de impacto de las bolas contra el polvo es grande, la energía transferida será alta, por lo tanto, las partículas se alearán y se fracturarán más rápido, sin embargo, es necesario controlar la temperatura para evitar reacciones químicas que alteren la composición química y estructural del material [18][19].

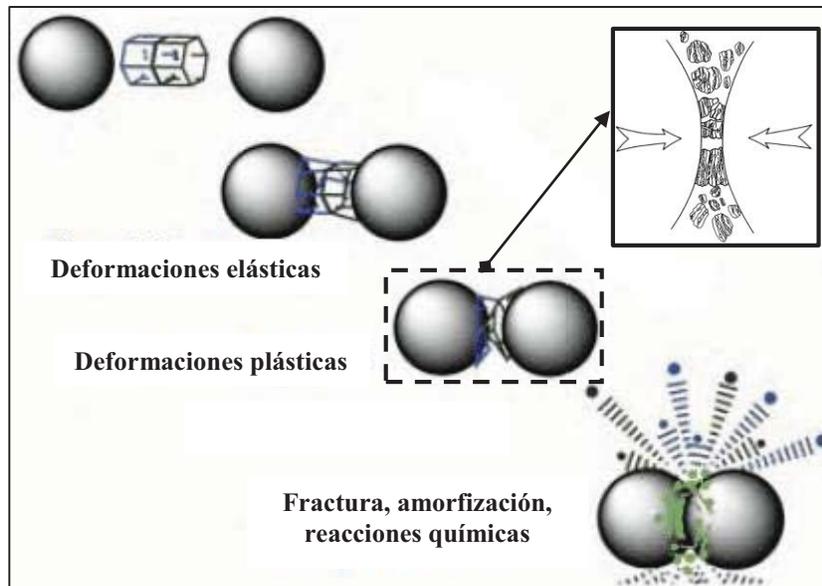


Figura 2.5. Ciclo de deformación, soldadura en frío, y fractura de las partículas de polvo

El proceso de aleado mecánico empieza cuando las partículas del polvo son impactadas y atrapadas entre las bolas. En las primeras etapas de molienda se producen deformaciones elásticas y plásticas en las partículas de polvo. En las siguientes etapas, la soldadura en frío predomina sobre la fractura lo cual conduce a la formación de partículas alargadas y más grandes en comparación con las iniciales. En la tercera etapa, las partículas alcanzan un estado máximo de endurecimiento causando que las partículas se vuelven frágiles y empiecen a fracturarse. En esta etapa se tienen partículas aleadas y más pequeñas que las iniciales debido a que predomina la fractura sobre la soldadura. En la cuarta etapa, las partículas han liberado energía, por lo tanto, se vuelven a soldar en frío ocasionando que las partículas incrementen su tamaño, pero ahora con una morfología más esférica. En las últimas etapas las partículas adquieren una morfología más regular, tipo semi-esféricas, un tamaño homogéneo dado que han alcanzado un estado estable. Es en esta etapa que la composición química de cada partícula final es igual a la proporción inicial de los polvos con la cual fueron originalmente mezclados. La Fig. 2.6 muestra los cambios de tamaño y morfología de las partículas de polvo durante las etapas previamente descritas.

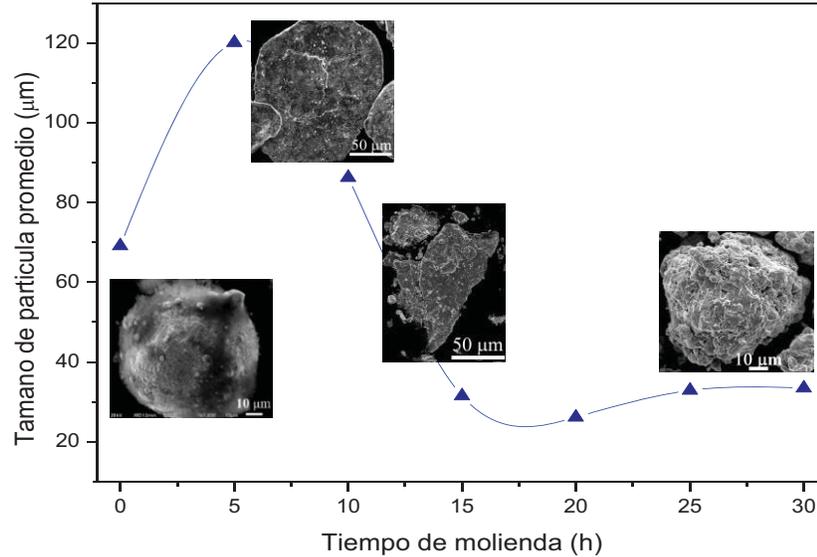


Figura 2.6. Evolución del tamaño y morfología de la partícula respecto al tiempo de molienda mecánica

Dependiendo de la materia prima, existen diferentes mecanismos de aleado mecánico: dúctil-dúctil, dúctil-frágil y frágil-frágil. El mecanismo dúctil-dúctil ocurre cuando un componente dúctil es aleado con otro elemento dúctil, por ejemplo: el níquel y el cromo los cuales se han podido alea hasta un nivel atómico [41]. En el mecanismo frágil-frágil se podría pensar que jamás surgiría una aleación entre los componentes debido a su falta de ductilidad, y por ende, por ausencia de la soldadura en frío, sin embargo, se han reportado aleaciones de este tipo, por ejemplo: Si-Ge y Mn-Bi [42][43]. Y finalmente el dúctil-frágil que consiste en reforzar un material dúctil con componentes frágiles. Durante este proyecto se espera que suceda el mecanismo dúctil-frágil debido a las características de la materia prima a usar.

2.5.1 Aleado dúctil- frágil

El proceso de molienda mecánica dúctil-frágil ocurre cuando se combinan materiales de propiedades dúctiles con materiales de características frágiles, por ejemplo: aluminio con óxido de silicio, cobre con óxido de zirconio, o titanio con alúmina [35]. De acuerdo a Suryanarayana [18], en la etapa inicial de este mecanismo las partículas dúctiles del metal son aplanadas por el impacto de las bolas, mientras que las partículas frágiles son

fragmentadas. Existen dos tipos de aleación dúctil-frágil: 1) el componente frágil es insoluble en la matriz dúctil y 2) el componente frágil es soluble en la matriz dúctil. En el primer tipo las partículas frágiles se alojan uniformemente en los espacios interlaminares, mientras que las láminas dúctiles se doblan y se refinan conforme pasa el tiempo. En el segundo tipo, ocurre un aleado entre las partículas frágiles y dúctiles alcanzando una homogeneidad química.

2.5.2 Parámetros de la molienda mecánica

De acuerdo a Suryanarayana [18], la molienda mecánica es un proceso complejo que involucra la sinergia de muchas variables para lograr la fase y la microestructura deseadas. Los parámetros más importantes que tienen efecto durante el procesamiento del material es:

Contenedor de molienda: Es el espacio que contiene al polvo y a las bolas de molienda. Actualmente se emplean contenedores o viales fabricados en distintos materiales, entre los más usuales están el acero endurecido, acero inoxidable endurecido y acero templado [18]. La elección del tipo de material del vial es importante porque evita o reduce la contaminación del material molido. Generalmente se deben de utilizar viales con materiales que tengan gran resistencia al desgaste. También se han elaborado contenedores del mismo material del polvo, por ejemplo, Zoz manufacturó un vial de alúmina para evitar la contaminación en los polvos con alúmina [19].

Medio de molienda: Son las bolas encargadas de transferir energía al polvo. Se recomienda que la densidad de las bolas sea grande para aumentar la energía de impacto y que el material sea de gran resistencia al desgaste para evitar o reducir la contaminación. De acuerdo a Suryanarayana [18], la combinación de bolas grandes con pequeñas minimiza la soldadura en frío y la cantidad de polvo adherido a la superficie de las bolas y del contenedor. Las bolas están disponibles comúnmente en ocho materiales: carburo de tungsteno, alúmina, acero inoxidable, zirconio, acero Cr-Ni, plástico poliamida, ágata, y nitruro de silicio [18]. Las bolas pueden ser de diferentes tamaños dependiendo el tipo de molino y volumen del vial que se utilice. El tamaño de bolas más usual para hacer investigación varía de 5 mm a 25 mm.

Velocidad de molienda: Mientras mayor es este parámetro, más grande es la energía transferida de la bola hacia el polvo, sin embargo, se limita al tipo de molino y al aumento de la temperatura. Algunas veces es favorable el aumento de la temperatura para alear más rápido los polvos, sin embargo, también es desfavorable al ocasionar reacciones químicas y cambios en la estructura química y estructural del material, además, puede contaminar los polvos e incrementar el tamaño de grano. Es necesario no llegar a la velocidad crítica para evitar que las bolas se fijen en las paredes internas del vial. La velocidad óptima es cuando las bolas alcanzan la mayor altura posible y que caen para seguir produciendo la máxima energía de colisión [18].

Ciclo de operación: Este parámetro consiste en variar la velocidad de molienda del polvo respecto al tiempo para romper el balance entre la deformación, fractura, y soldadura. Este parámetro sólo es usado para determinados tipos de molinos como el Simoloyer [19]. También sirve para obtener homogeneidad en los polvos al evitar que se adhieran capas de polvo a las bolas y a las paredes del contenedor [18].

Relación de peso bola – polvo: Es una proporción entre el peso de las bolas respecto al peso del polvo (RBP) también conocido como razón de carga (RC) y es una de las variables más importante en el proceso de molienda. Puede adquirir valores desde 1:1 hasta 220:1 dependiendo del resultado que se desea obtener [18]. Mientras más es el peso de la bola respecto al peso del polvo, mayor es la energía transferida al polvo, por ende, se obtiene la aleación y la reducción del tamaño de grano más rápido.

Tiempo de molienda: Mientras mayor es este parámetro, mayor es la energía transferida de la bola al polvo, sin embargo, también la contaminación va aumentando [18] [19]. El tiempo de molienda se reduce demasiado cuando la velocidad de molienda y la relación de peso bola-polvo son altas [18].

Llenado del contenedor: Es necesario que el espacio del contenedor sea lo suficientemente amplio para que las bolas viajen libremente y provoquen impactos fuertes en las partículas

de polvo. De acuerdo a Zoz [19], el espacio que se debe de llenar es de aproximadamente 1/3 del volumen del contenedor.

Atmósfera de molienda: El mayor efecto que tiene la atmósfera de molienda sobre los polvos es la contaminación, por lo tanto, los polvos que se pueden oxidar son molidos en contenedores evacuados y después llenados con gases inertes como Ar y He para evitar la oxidación o formación de otras fases. Se ha encontrado que el nitrógeno reacciona con los polvos metálicos, por ende, no puede ser usado al menos que la intención sea producir nitruros [18]. El Ar con alta pureza es el ambiente más común para prevenir oxidación y contaminación del polvo [18][19].

Agentes Controladores del Proceso (ACP): Un agente controlador del proceso o también conocido como tensoactivo, son materiales que se agregan a la mezcla de polvos durante la molienda para reducir el efecto de la soldadura en frío. El ACP se adsorbe sobre la superficie de las partículas de polvo y minimiza la soldadura en frío entre las partículas de polvo e inhibe la aglomeración. Un amplio rango de ACP ha sido usado en práctica a un nivel del 1 al 5% en peso del total de la carga de polvos. Los ACP más usados son: ácido esteárico, hexano, metanol, y etanol. Otros ACP exóticos son: triclorotriuroetano, polietilenglicol, dodecano, acetato de etilo, ácido oxálico, ácido bórico, alúmina y nitrato de aluminio[18].

Tipo de molino: Existen muchos y diferentes equipos de molienda para producir mecánicamente aleaciones en forma de polvo. Las diferencias principales entre estos equipos radican en su capacidad, límites de velocidad, energía transferida al polvo, sistemas de enfriamiento, sistemas de atmósfera controlada y sistemas de carga y descarga del polvo. Algunos ejemplos son: molinos de vibración (Fig. 2.7a), molinos planetarios (Fig. 2.7b), molinos atricionadores (Fig. 2.7c), molinos de tambor (Fig. 2.7d) y molinos Simoloyer (Fig. 2.7e).

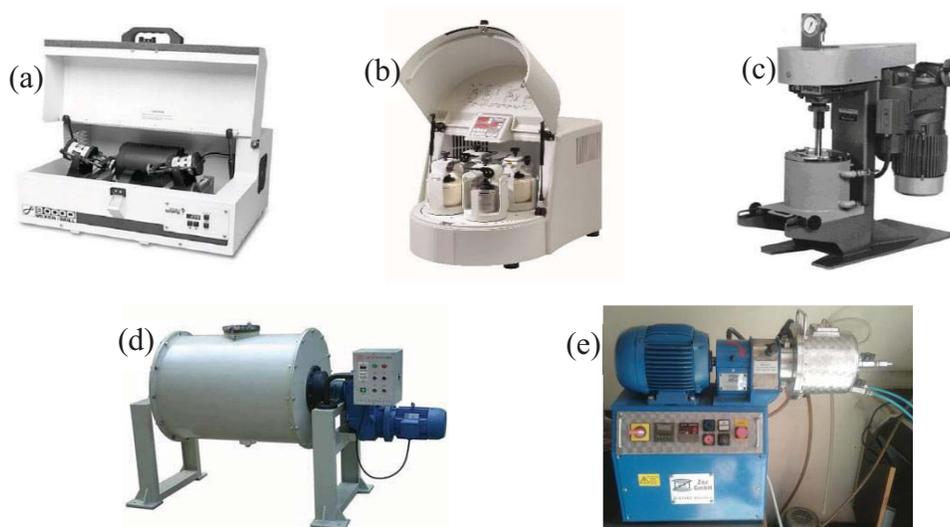


Figura 2.7. (a) Molino de vibración, (b) Molino planetario, (c) Molino atricionador, (d) Molino de tambor, (e) Molino Simoloyer

Entre estos, el dispositivo más especializado para la molienda mecánica de alta energía es el Simoloyer [19], debido a la alta relación de impacto de las bolas con el polvo, la reducción de la contaminación por medio de sellos y atmósfera controlada, carga y descarga de los polvos relativamente fácil, sistemas de refrigeración y escalabilidad para la fabricación de cantidades industriales (Tabla 2.2). Por las cualidades mencionadas anteriormente, el molino Simoloyer será el que se utilice en este proyecto.

Varios autores han realizado CMM y NCMM por aleado o molienda mecánica, por ejemplo, Anvari et al. [44] fabricaron el nanocompuesto NiAl-Al₂O₃ usando un molino planetario con bolas de 20 mm. Chung-Kwei y colaboradores [45] realizaron el compuesto NiAl-Al₂O₃ con un molino de vibración y bolas de 7 mm. Rong et al. [46] introdujeron en un molino planetario polvo de IN718 y WC para formar un compuesto homogéneo y después sintetizarlo por láser en cama de polvo. Muvvala et al. [37] elaboraron el compuesto IN718/TiC por medio de un molino planetario para después consolidarlo por *laser cladding*.

Tabla 2.2. Características de los molinos empleados en el procesamiento de materiales [19]

Equipo de molienda mecánica Propiedades	Molino de vibración (Spex)	Simoloyer (Zoz)	Molino planetario de bolas (Varios)	Atricionador vertical	Molino de tambor (Varios)
Relación de energía de impacto	10	8	5	4	1
Fricción	baja	baja	media	media - alta	alta
Relación de colisión	alta	alta	media	baja - media	baja
Proceso cinético	muy rápido	rápido	medio	medio	lento
Influencia de la gravedad	baja	muy baja	baja	dificultad	es necesaria
Diámetro máximo (m)	0.08	0.9	0.2	1	3
Máximo volumen (L)	0.2	400	8	1000	20000
Máxima relación de velocidad (m/s)	19	14	5	4.5 - 5.1	x - 5
Energía específica (KW / L)	-	0.55 (-3)	-	0.1 (-0.75)	0.01 - 0.03
Proceso continuo (seco)	imposible	posible	imposible	dificultad	imposible*
Proceso escalable	no	si	no	si	si
Máximo lote recuperado (Kg)	0.2	250	2	250	12000
Contaminación	baja	baja - alta	baja	baja - alta	baja
Vacío	posible	-10 ⁻⁴ hPa	posible	pobre	pobre
Descarga	muy difícil	fácil	muy difícil	medio	fácil
Hermeticidad del aire	imposible	sí	imposible	dificultad**	imposible***
Control de temperatura	muy difícil	posible	dificultad	posible	posible
Inversión (costos)	bajo	muy alto	bajo	alto	bajo
Costo de operación	muy alto	alto	bajo	alto	muy bajo

* Excepto por el tubo de molienda
 ** Debido a la gravedad
 *** Excepto por el equipo BMxx-zoz

2.6 Proceso de mecanofusión de polvos

Es una técnica con un amplio rango de aplicación que induce reacciones mecano-químicas a una gran variedad de partículas para obtener polvos con diferentes morfologías y combinaciones dependiendo de la velocidad angular, distancia del entre-hierro y tiempo [16][17]. Es un proceso capaz de producir compuestos controlando con gran precisión la morfología (esférica u hojuela) de las partículas. Otras ventajas que posee son la fabricación de grandes volúmenes de polvo, eliminación del pre-mezclado de la materia prima, descarga completa de las partículas y uso de temperaturas bajas [16][17]. El principio básico de

funcionamiento se muestra en la Figura 2.8. El polvo que es introducido en la cámara rotatoria es sometido a fuerzas centrífugas, enseguida, un brazo o pieza interna con cierta distancia comprime el polvo contra la pared. Dependiendo de la distancia del entre-hierro es la morfología de la partícula. Mientras menor sea la distancia del entre-hierro, las partículas tienden a adquirir una morfología aplanada. Por otro lado, cuando la distancia del entre-hierro es aproximada al tamaño máximo de las partículas, éstas adquieren una morfología esférica [16].

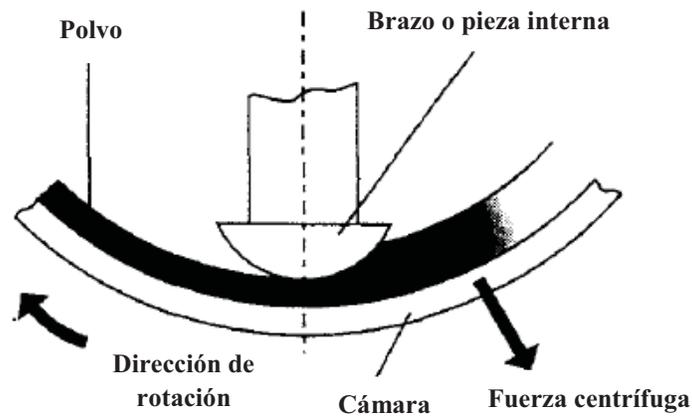


Figura 2.8. Diagrama del proceso de mecanofusión [16]

La mecanofusión puede fabricar recubrimientos, cosméticos, medicinas, partes cerámicas, materiales cementados, partes eléctricas, térmicas y magnéticas [16][17]. Se ha demostrado que la mecanofusión es capaz de realizar diversas combinaciones de partículas con una morfología controlada como se muestra en la Figura 2.9 [16]. Por ejemplo, si se da un espacio amplio en el entre-hierro, las partículas adquieren una morfología casi esférica [17].

Cuenca y colaboradores [17] formaron partículas de acero inoxidable recubiertas con Al por medio de la mecanofusión. Usaron una cámara vertical que gira a 1400 rpm con un entre-hierro y tiempo variable. Hosokawa et al. [16] variaron los parámetros de mecanofusión para obtener diversas morfologías de las partículas base (Ni) y diferentes tipos de dispersión de las partículas reforzantes (Al) como se muestra en la Fig. 2.9.

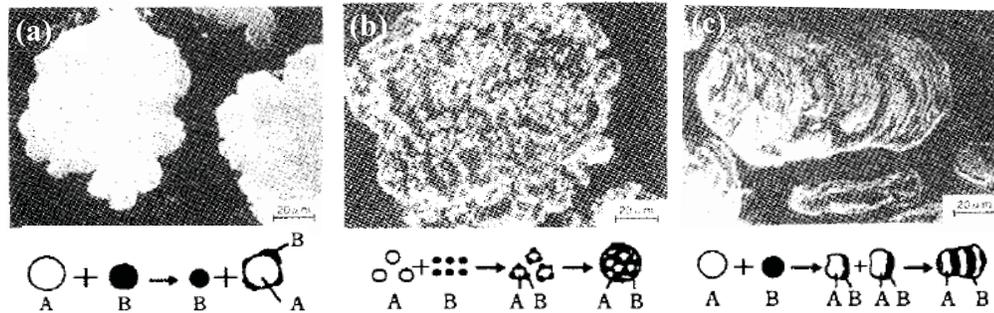


Figura 2.9. (a) Recubrimiento de las partículas de níquel con aluminio, (b) dispersión de partículas ultrafinas para crear el compuesto Ni/Al, (c) compuesto Ni/Al con estructura laminar [16]

Existen varias técnicas para consolidar polvos, entre ellas están la fundición por chispa, presión caliente isostática, y la manufactura aditiva. Esta última técnica destaca entre los otros métodos debido a que puede consolidar el polvo con forma definida y con estructuras complejas [47][23][48][49].

2.7 Manufactura aditiva

A diferencia de los métodos de fabricación convencionales que extraen material, la manufactura aditiva se basa en un método donde adiciona y une material capa por capa hasta formar un objeto sólido tridimensional [47][23]. La manufactura aditiva, también es conocida como impresión 3D, usa polvo o alambre como materia prima la cual se funde mediante una fuente de calor y se consolida cuando se enfría [48][49]. Tiene grandes ventajas respecto a los métodos convencionales de extracción y de fundición, por ejemplo, puede crear objetos huecos y de formas muy complejas sin desperdiciar mucho material en tiempos relativamente cortos [47][23][48]. De acuerdo a Satish y colaboradores [48], la manufactura aditiva consiste en cinco pasos básicos (Fig.2.10):

- a. Realizar un modelo sólido 3D con la ayuda de un CAD.
- b. Convertir el archivo CAD al formato o lenguaje de la máquina.
- c. Enviar la información del archivo a la máquina para manipular la posición y orientación del cabezal.
- d. Realizar el sólido capa por capa.

e. Limpiar y dar acabado al sólido.

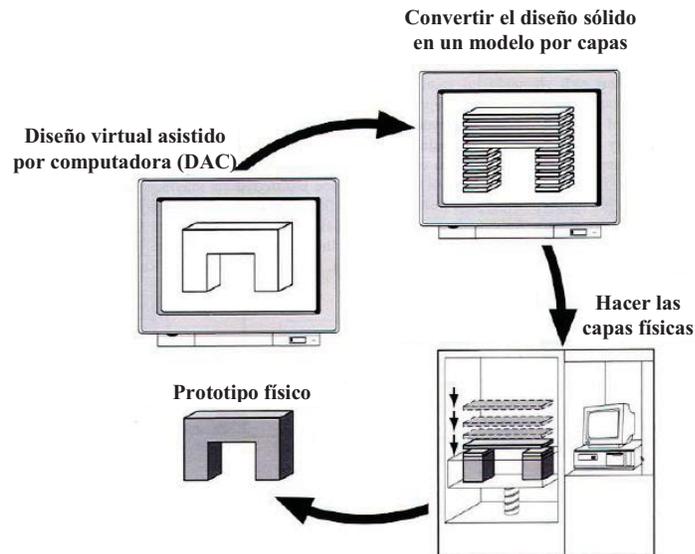


Figura 2.10. Principio del funcionamiento de la manufactura aditiva [48]

A pesar de sus múltiples ventajas, uno de los problemas de este proceso son las tensiones residuales causadas por el calentamiento y enfriamiento irregulares, las cuales pueden ser enormes en un proceso de alta precisión como la reparación de los álabes de una turbina [48]. Además, de que es necesario un proceso de postproducción, por ejemplo: la parte debe separarse del sustrato para posteriormente limpiarla y darle un acabado superficial.

Actualmente, existen diferentes procesos de manufactura aditiva capaces de crear y consolidar capas de diferentes maneras. Algunos procesos usan energía térmica (láser o electrones) para fundir o sinterizar polvo metálico o de plástico [48]. Otros procesos usan cabezales para inyectar con precisión aglutinante o disolventes sobre polvos cerámicos o poliméricos [48]. La Tabla 2.3 muestra el concepto de diferentes técnicas de manufactura aditiva. La manufactura aditiva permite utilizar diversos materiales en cualquier estado físico para cubrir una gran variedad de aplicaciones.

Observando la Tabla 2.3, la manufactura aditiva de polvos resalta sobre las otras técnicas ya que es la única que permite consolidar metales y a la vez manufacturar partes funcionales. A su vez, el proceso de inyección de polvos (LMD) o *laser cladding* sobresale sobre los

métodos de polvo en cama porque es la única técnica capaz de restaurar, recubrir, y manufacturar objetos [48].

Tabla 2.3. Diversas técnicas de la manufactura aditiva [48]

Estado inicial del material	Procesos	Preparación del material	Técnica para crear una capa	Cambio de fase	Materiales típicos	Aplicaciones
Líquido	SLA	Resina líquida en un recipiente	Escaneo por láser / ligera proyección	Foto-polimerización	Resina curable con UV, suspensión cerámica.	Prototipos, moldes de fundición, herramientas de baja resistencia
	MJM	Inyección de un polímero líquido	Impresión por inyección de tinta	Foto-polimerización refrigerada	Acrílico, plástico, cera curable con UV	Prototipos, moldes de fundición
	RFP	Goteo en una tobera	Deposición por goteo	Solidificación por congelamiento	Agua	Prototipos, moldes de fundición
Filamento / Pasta	FDM	Filamento fundido en una tobera	Extrusión continua	Solidificación por enfriamiento	Termoplásticos, cera	Prototipos, moldes de fundición
	Fundición con Robot	Pasta en una tobera	Extrusión continua	-	Pasta cerámica	Partes funcionales
	FEF	Pasta en una tobera	Extrusión continua	Solidificación por congelamiento	Pasta cerámica	Partes funcionales
Polvo	SLS	Polvo en cama	Escaneo por láser	Fundición parcial	Termoplásticos, cera, polvo metálico, polvo cerámico	Herramientas, partes funcionales
	SLM	Polvo en cama	Escaneo por láser	Fundición completa	Metal	Herramientas, partes funcionales
	EBM	Polvo en cama	Escaneo por láser electrónico	Fundición completa	Metal	Herramientas, partes funcionales
	LMD	Inyección de polvo a través de una tobera	Polvo inyectado y fundido por láser	Fundición completa	Metal	Herramientas, reparación de partes metálicas, partes funcionales
	3DP	Polvo en cama	Impresión por caída de un aglutinante	-	Polímeros, metal, cerámicos, polvos	Prototipos, fundición

Hojas sólidas	LOM	Corte por láser	Unión de varias hojas con adhesivos	-	Papel, plástico, metal	Prototipos, modelos de fundición
---------------	-----	-----------------	-------------------------------------	---	------------------------	----------------------------------

2.7.1 Depósito de metal asistido por láser (LMD)

La técnica de depósito de metal asistido por láser (LMD, por sus siglas en inglés *Laser Metal Deposition*) también denominada *laser cladding* (LC) consiste en inyectar, fundir y depositar polvo capa por capa sobre una superficie hasta crear un sólido 2D o 3D con excelentes propiedades [50]. La inyección de polvo se realiza utilizando un gas inerte y como fuente de calor se emplea un haz un láser [22][51].

Este proceso permite depositar una gran variedad de metales como acero inoxidable, aleaciones base níquel, titanio, vanadio, cobre, etc. También se pueden depositar cerámicos como la alúmina [48]. La Fig. 2.11a muestra las partes que conforman el proceso de LC, por otro lado, la Fig. 2.11b muestra la inyección del polvo durante el proceso de LC.

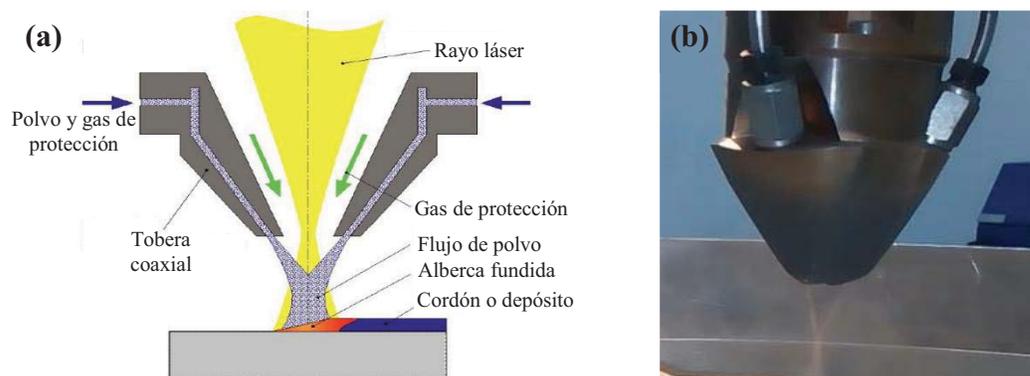


Figura 2.11. (a) Partes y (b) funcionamiento de la técnica de *laser cladding*

2.7.1.1 Variables del proceso de depósito asistido por láser

Un depósito tendrá diferentes propiedades físicas y químicas dependiendo de las variables del *laser cladding*. Las variables de esta técnica son: forma y tamaño de la partícula del polvo, tipo de láser, potencia del láser, velocidad de escaneo del láser, alimentación de polvo, espesor de la capa, separación del láser respecto a la capa o sustrato, longitud de onda del láser, gas inerte, voltaje del láser, diámetro del láser, temperatura de precalentamiento, flujo de gas transportador, caminos del láser, densidad de la energía y frecuencia de pulso [21][27][37][47][49]. Dichas variables afectan la formación, enfriamiento y solidificación de

durante el proceso de LC y por lo tanto tienen un efecto sobre las características y propiedades finales de los depósitos. Por ejemplo, Kumar y Nair [21] realizaron depósitos de Inconel 718 variando la potencia del láser, la alimentación de polvo y la velocidad de escaneo del láser y observaron que la microdureza, la fuerza de unión entre las capas y el acabado superficial de los depósitos era diferente al variar los parámetros de *laser cladding*. Muvvala [37] y Feng [52] estudiaron el efecto de la velocidad de escaneo en depósitos de CMM y observaron que la retención de las partículas cerámicas era mayor y que la microestructura del depósito era más fina al incrementar la velocidad de escaneo. Muvvala [37] y Yan [53] descubrieron que al usar ciclos de trabajo (láser pulsado) la alberca fundida tardaba menos en solidificar, por lo tanto, se obtenía mayor eficacia para retener las partículas cerámicas dentro de los depósitos. Feng [52] analizó que el flujo másico de polvo no tiene efecto significativo en la microestructura de los depósitos, sin embargo, mientras mayor es el flujo másico, mayor es el contenido de cerámico retenido en el depósito. También Feng [52] observó que el tamaño de la partícula cerámica y la distancia del cabezal hacia el sustrato juegan un papel importante para distribuir uniformemente las partículas cerámicas dentro de la alberca fundida. Es decir, mientras mayor es el tamaño de la partícula cerámica y menor la distancia del cabezal al sustrato, mayor es la probabilidad de que las partículas cerámicas crucen la barrera de tensión superficial negativa de la alberca fundida [54].

2.7.2 Aplicaciones del proceso

Herzog y colaboradores [47] mencionan que el método de *laser cladding* es comúnmente usado para manufacturar o reparar los álabes de las turbinas, ejes y engranes de componentes hechos de aceros, titanio y superaleaciones base Ni. Pinlian Han [23] menciona que los ingenieros deben de cambiar el método tradicional de “extraer material” a un nuevo método de “adicionar material” para manufacturar una parte. En el presente, las geometrías especiales del motor de una aeronave son generalmente manufacturadas usando métodos tradicionales de extracción de material como cortado, fresado, y lijado de un bloque de metal. Sin embargo, estos procesos no pueden manejar estructuras con complejas subestructuras internas como se muestra en la Fig. 2.12a. Respecto a la seguridad, eficiencia y el costo, la manufactura aditiva es por mucho la mejor elección para manufacturar partes del motor de una aeronave. Se estima que más del 75% de las partes del motor de una aeronave se pueden realizar por medio

de la manufactura aditiva [23]. La manufactura aditiva es capaz de hacer componentes con múltiples materiales sin la necesidad de uniones como tornillos, tuercas, remaches, etc. Otras de las ventajas que incluye la manufactura aditiva aplicada a partes del motor de una aeronave son: una estructura hueca que reduce la masa y las fuerzas centrífugas, una mejor estructura de enfriamiento para aumentar la temperatura de funcionamiento de una parte como se muestra en la Fig. 2.12b; menores esfuerzos termodinámicos, reducción de tiempos en la industria, una microestructura que reemplaza una aleación monocristalina para reducir costos y reemplaza la fundición debido a su mayor precisión y calidad [23].

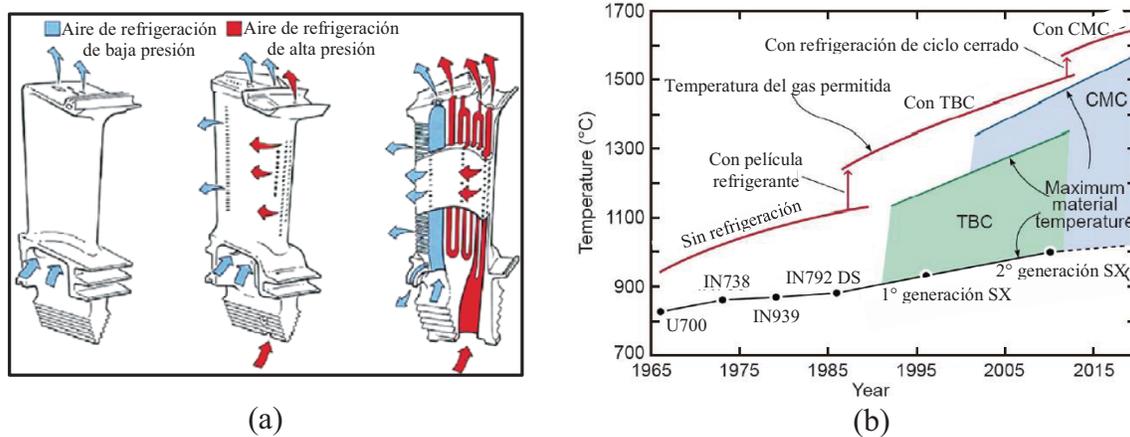


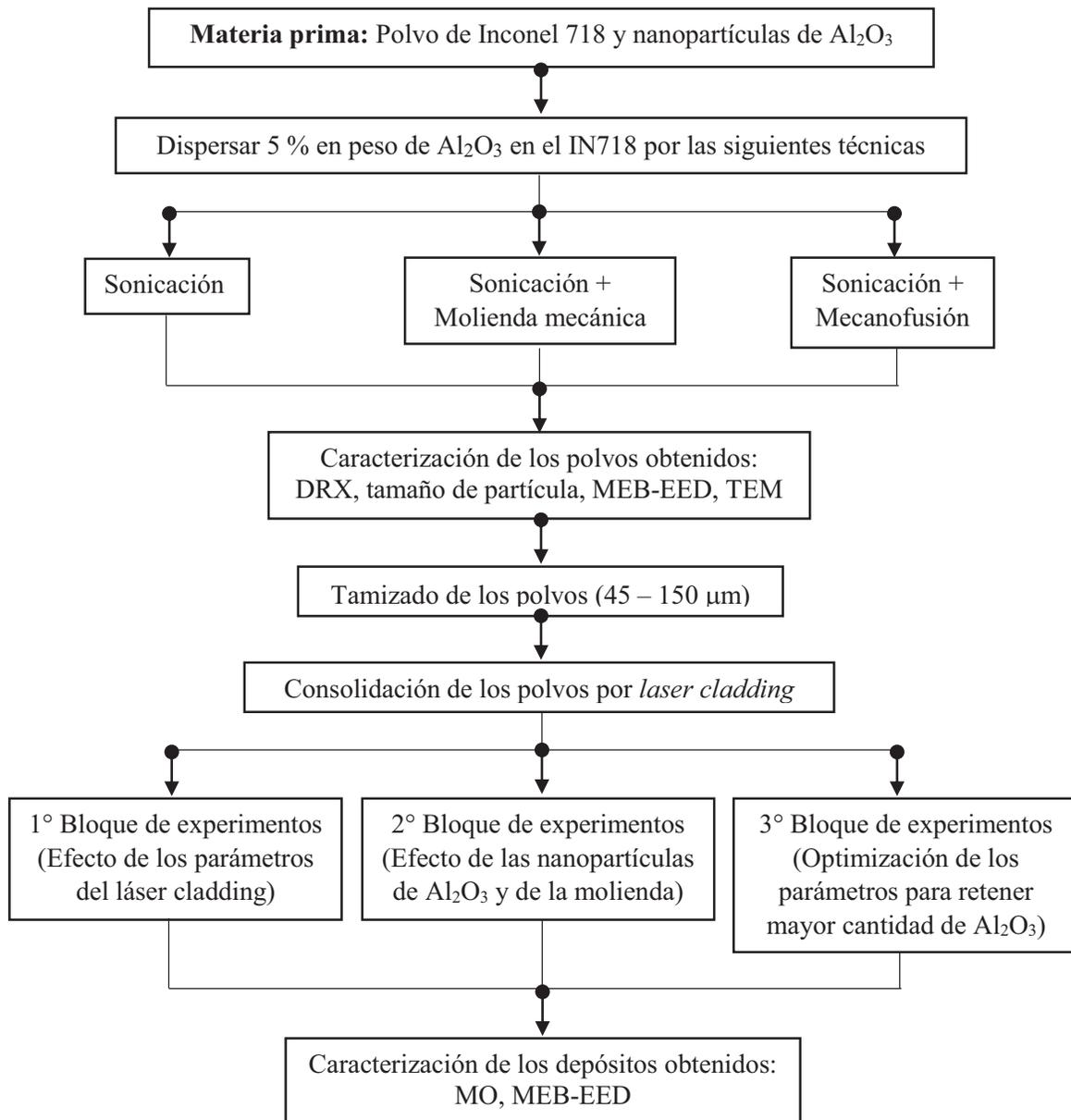
Figura 2.12. (a) Diferentes estructuras internas para enfriar el álabe de una turbina, (b) Evolución del material y del sistema de enfriamiento del álabe de una turbina. TBC: Thermal Barrier Coating; SX: Single Crystal Alloy; CMC: Ceramic Matrix Composite [23]

De manera particular, esta tecnología se ha implementado en los últimos años para el depósito de CMM y NCMM. Por ejemplo, Jia et al. [55] dispersaron nanopartículas de TiC en una matriz de IN718 por medio de molienda mecánica y posteriormente lo consolidaron por medio de manufactura aditiva de cama de polvos. Sus resultados demuestran que al aplicar la energía del láser adecuada, se obtienen nanocompuestos de IN718/TiC con alta microdureza (419 HV_{0.2}) y resistencia al desgaste. Y. Wang et al., [56] depositaron el nanocompuesto IN718/TiC por medio de manufactura aditiva de cama de polvos y analizaron que la adición de nanopartículas de TiC afecta significativamente la microestructura de los depósitos cambiando de cristales alargados a celulares. Además de que el esfuerzo último a

la tensión mejora al usar la cantidad adecuada de nanopartículas de TiC (1307 MPa con 0.5 por ciento en peso). De manera similar, Muvvala et al., [37] fabricaron por molienda mecánica el compuesto de matriz metálica IN718/TiC y lo consolidaron por *laser cladding*. Observaron que el tiempo de solidificación de la alberca fundida incrementa al disminuir la velocidad de escaneo y por ende, la microestructura es dendrítica. Además de que las partículas finas de TiC dispersadas en el IN718 producen compuestos que exhiben alta dureza y resistencia al desgaste. Wang et al., [57], depositaron por LC varios compuestos de base Ni60 reforzados con tierras raras (CeO_2 , Y_2O_3 y La_2O_3) encontrando que agregando la cantidad adecuada de tierras raras a la aleación Ni60, se reduce la porosidad y mejora la dureza alcanzando hasta 1300 $\text{HV}_{0.1}$ – 1400 $\text{HV}_{0.1}$. Feng et al., [52] adicionaron partículas de Al_2O_3 a una matriz de Ni-Cr para después consolidar el polvo por medio de *laser cladding*. Sus resultados muestran que el contenido de las partículas cerámicas dentro de los depósitos era mayor al incrementar el flujo másico de polvo y la velocidad de escaneo además de que las partículas de Al_2O_3 reducían o eliminaban la cantidad de poros y fracturas en los depósitos.

Capítulo 3. Metodología experimental

En el presente capítulo se detallan los procedimientos para la producción y caracterización del compuesto de matriz metálica IN718/Al₂O₃ por molienda mecánica de alta energía y mecanofusión. Además, se describen los métodos para consolidar los polvos en forma de cordones por medio de la técnica de *laser cladding*. En el siguiente diagrama se muestra de manera general el método experimental empleado en el presente trabajo.



3.1 Materia prima

Para procesar el nanocompuesto de IN718/ Al_2O_3 se utilizaron las siguientes materias primas: polvo comercial de Inconel 718 (IN718) con tamaño promedio de partícula de $44 \mu\text{m}$ (CARPENTER, 2676103-0017) y nanopartículas de alúmina con un tamaño de partícula promedio de 50 nm y pureza de 99.9% (ALLIED 90-187055). La Fig. 3.1a muestra la morfología esférica de las partículas de Inconel 718 donde se observan algunos pequeños satélites rodeando su superficie. Por otro lado, la Fig. 3.1b muestra nanopartículas cerámicas aglomeradas con morfología alargada y bordes redondeados.

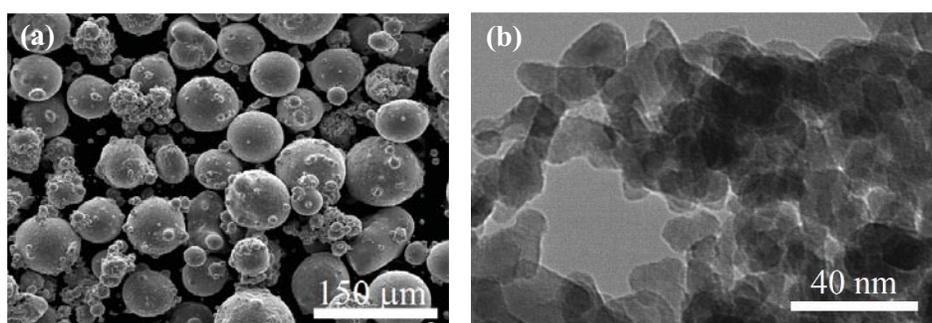


Figura 3.1. Morfología de la materia prima utilizada para fabricar el compuesto de matriz metálica (a) Inconel 718, (b) Al_2O_3

La composición química del polvo de IN718 tanto nominal como el medido por espectrometría de energía dispersiva se presenta en la Tabla 3.1. De acuerdo a los resultados se verifica que la composición química se encuentra dentro del rango nominal para esta aleación [21][26][27].

Tabla 3.1. Composición química nominal [21][26][27] y medida del polvo IN718 (% en peso)

Elemento	Ni	Cr	Fe	Nb	Mo	Ti	Al
(Nominal)	50-55	17-21	18-19	4.75-5.5	2.8-3.3	0.65-1.15	0.2-0.8
(Medido)	52.62	20.68	17.42	5.85	2.07	0.86	0.50

3.2. Procesos para fabricar NCMM en polvo

Como se describió en el capítulo anterior, existen varias técnicas para fabricar NCMM, sin embargo, en esta investigación se utilizaron procesos que no requieren altas temperaturas y

que a su vez tiene la capacidad de fabricar grandes cantidades de material. Las técnicas empleadas son: molienda mecánica de alta energía (MMAE) y mecanofusión (MF). En total se procesó el compuesto de IN718/Al₂O₃ por los métodos mostrados en la Tabla 3.2. Cabe mencionar que en aras de comparar los resultados con una línea base inicialmente se molió polvo comercial de Inconel, denominado de aquí en adelante como IN718-MM, como se detalla a continuación.

Tabla 3.2. Nomenclatura de los polvos fabricados

Polvo	Nomenclatura
IN718/Al ₂ O ₃ molido por 30 h a 8 °C	NCMM – MM1
IN718/Al ₂ O ₃ molido a -20 °C durante 10 h	NCMM – MM2
Mecanofusión	MF

3.2.1. Características del molino utilizado para la fabricación del compuesto por molienda mecánica de alta energía

El equipo empleado es conocido comercialmente como “Simoloyer”® y el cual es un molino constituido por una cámara estática horizontal con un ensamble de propelas concéntrico a la cámara. Este equipo es considerado de alta eficiencia debido a la reducción en un 90% de las zonas muertas. Prácticamente todos los polvos se encuentran en movimiento junto con el medio de molienda [5]. El proceso de molienda mecánica de alta energía en el Simoloyer se describe por medio de 3 etapas: carga, procesamiento y descarga (Fig. 3.2). En la estación de carga se introducen las bolas y la mezcla de polvos dentro de la cámara, después, se evacua el aire, se inyecta gas inerte si se requiere, se encienden los sistemas de refrigeración y se cierran las válvulas. En la segunda etapa se programan los parámetros de molienda por medio del software MALTOZ, después, las aspas empiezan a girar para proyectar las bolas e impactar al polvo repetidamente. En la etapa de descarga se extrae el polvo de la cámara por medio de rejillas y válvulas que siguen permitiendo una atmósfera controlada [10].

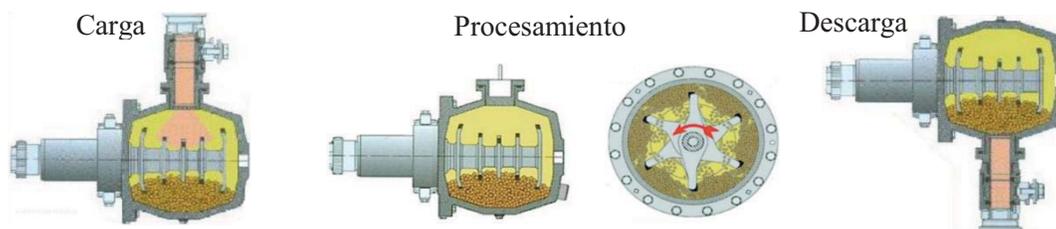


Figura 3.2. Estaciones de la molienda mecánica de alta energía con el molino Simoloyer [10]

3.2.1 Molienda mecánica del Inconel 718 comercial

Para conocer el efecto que tienen las nanopartículas de Al_2O_3 en la matriz de Inconel 718 durante su procesamiento por MMAE, una muestra del polvo comercial sin el cerámico se sometió a un proceso de molienda. La molienda se realizó empleando un molino Simoloyer CM01 Zoz GmbH (Fig. 3.3a) usando 2,326 g de bolas de acero inoxidable de 5 mm de diámetro, un contenedor de acero 100Cr6 de 2 L, una relación de bola-polvo de 1:5 y programando ciclos de molienda de 860/220 rpm durante 5/1 min respectivamente, mediante el software Maltoz, Fig. 3.3b.

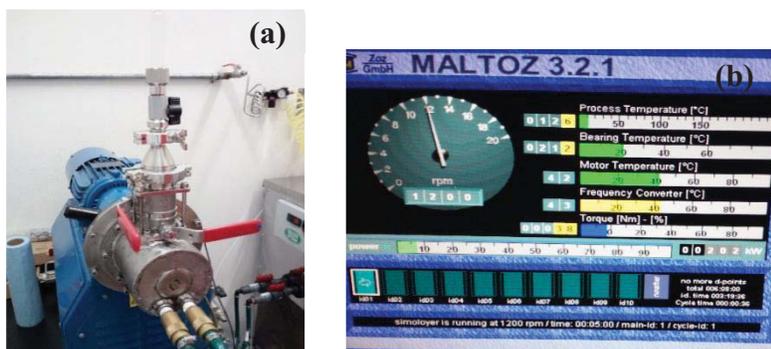


Figura 3.3. (a) Molino Simoloyer y (b) software MALTOZ implementados para fabricar el nanocompuesto

Para evitar un sobrecalentamiento asociado a la molienda se recirculó agua a una temperatura aproximada de 8 °C como sistema de enfriamiento alrededor del vial. Se procesaron 464 g del polvo comercial durante 30 h con intervalos de 5 h en donde a cada intervalo se retiró muestra para posteriormente estudiar su evolución estructural, tamaño y forma de partícula y composición química.

3.2.2 Molienda mecánica de alta energía del nanocompuesto IN718/Al₂O₃

Previo al procesamiento por MMAE del compuesto IN718/Al₂O₃, se realizó un proceso de pre-dispersión del cerámico en la matriz metálica por sonicación. Esta técnica desaglomera y dispersa rápidamente las partículas cerámicas en las partículas metálicas [36]. Este paso es importante debido a que partículas de tamaño nanométrico son propensas a aglomerarse [58]. Las nanopartículas cerámicas de alúmina (5% en peso) se desaglomeraron y se predispersaron en la matriz metálica de Inconel siguiendo los pasos que se describen a continuación:

1. Se pesan 152 g de IN718 (Fig. 3.4a) y 8 g de Al₂O₃ (Fig. 3.4b) en diferentes recipientes.
2. Se llena un vaso precipitado con 100 ml de etanol y se coloca dentro del baño ultrasónico en funcionamiento.
3. Porciones pequeñas del polvo reforzante se van depositando cada 15 segundos en el etanol para desaglomerar las partículas por efecto de cavitación.
4. Cantidades pequeñas de IN718 se vacían en la mezcla de etanol y alúmina cada 10 segundos (Fig. 3.4c).
5. Después de 1 hora de baño ultrasónico, la mezcla se retira y se introduce en un horno a 85 °C durante 5 horas para evaporar el compuesto orgánico (Fig. 3.4d), obteniéndose una mezcla IN718-Al₂O₃ como la que se observa en la Fig. 3.4e.

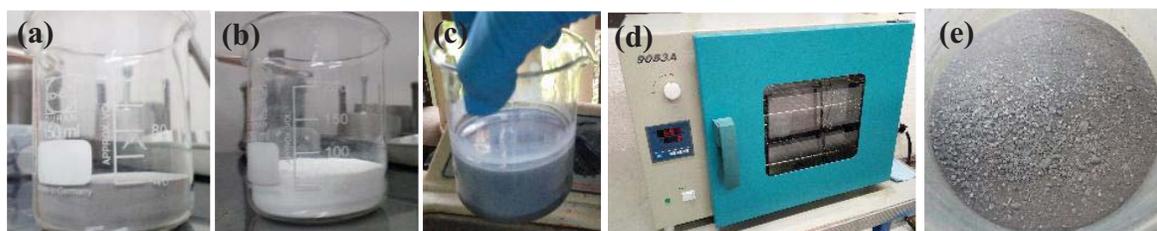


Figura 3.4. Proceso de pre-dispersión: (a) 152 g de polvo IN718, (b) 8 g de nanopartículas de Al₂O₃, (c) baño ultrasónico en etanol de la mezcla de polvos, (d) secado y (e) Al₂O₃ pre-dispersada en la matriz metálica

La Figura 3.5 muestra el proceso de secado a 85 °C del compuesto a diferente tiempo. La Fig. 3.5a muestra la mezcla que se obtiene después del proceso de sonicación. En la Fig. 3.5b se observa la consistencia de la mezcla después de 1 hora de calentamiento a 85 °C. Inicialmente se forma un compuesto pastoso con alúmina rezagada en la superficie y en las

paredes del vaso precipitado como se muestra en la Fig. 3.5b. Es necesario agitar la mezcla antes de seguir con el calentamiento para asegurar una dispersión más homogénea del cerámico en las partículas metálicas. Después de 2 horas de secado la mezcla adquiere una consistencia grumosa (Fig. 3.5c). En las Figs. 3.5d y 3.5e se aprecian mezclas con menor humedad debido a 3 y 4 horas de calentamiento respectivamente. Al calentar la mezcla durante 5 h, el compuesto orgánico se ha evaporado totalmente como se observa en la Fig. 3.5f.

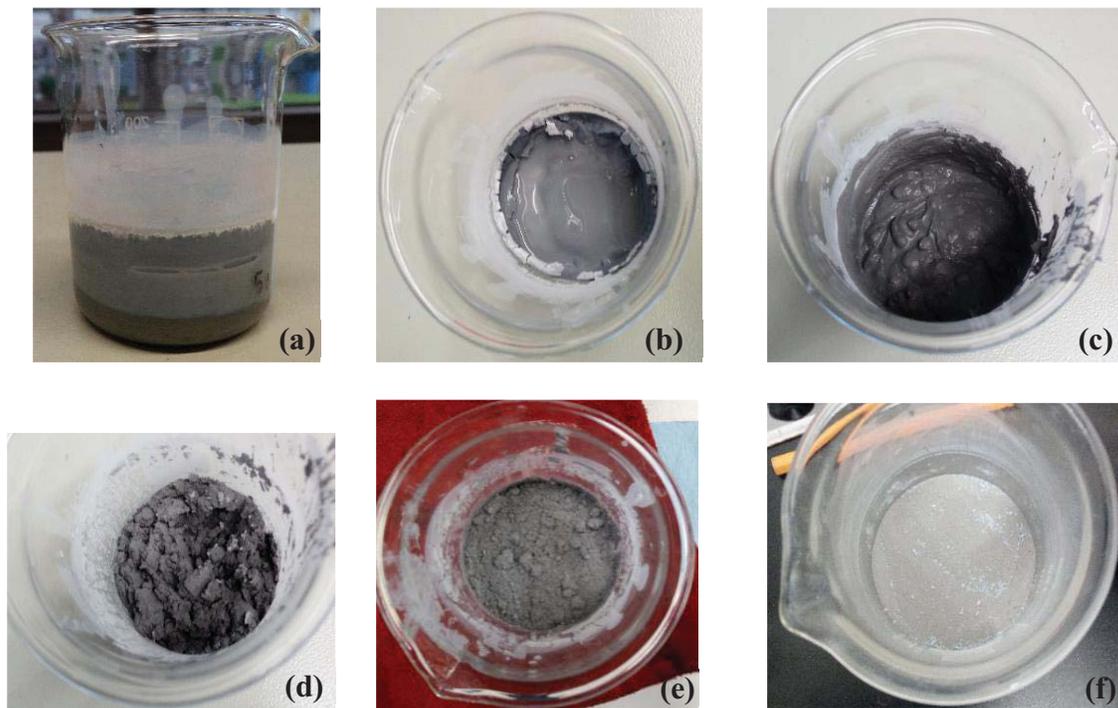


Figura 3.5. Evolución del secado del compuesto a 85°C durante: (a) 0, (b) 1, (c) 2, (d) 3, (e) 4 y; (f) 5 h

Después del proceso de predispersión del cerámico por sonicación, la molienda de 160 g del compuesto IN718/ Al_2O_3 (5 % en peso) se realizó en el molino Simoloyer (Fig. 3.3a) pero usando 1782 bolas de acero inoxidable de 5 mm de diámetro con un peso total de 802 g, un contenedor de acero 100Cr6 de 0.5 litros, una relación de bola-polvo de 1:5 y usando ciclos de molienda de 1200/150 rpm durante 5/1 min respectivamente, programados mediante el software Maltoz. Para evitar un sobrecalentamiento asociado a la molienda se recirculó agua a una temperatura aproximada de 8 °C como sistema de enfriamiento alrededor del vial. Se

procesaron 160 g del polvo sonicado durante 30 h con intervalos de 5 h en donde a cada intervalo se retiró muestra para posteriormente estudiar su evolución estructural, tamaño y forma de partícula y composición química.

Es importante mencionar que fue necesario re-escalar el proceso de molienda debido que para fabricar el compuesto IN718/Al₂O₃ se utilizó un vial de menor volumen (0.5 L) en comparación con el empleado para moler el IN718 (2 L) con la finalidad de entregar la misma energía al sistema durante la molienda.

La Tabla 3.3 muestra los parámetros que se utilizaron para re-escalar el proceso de molienda de acuerdo a lo reportado por Zoz [19]. Se observa en la Tabla 3.3 que es necesario disminuir la velocidad angular del rotor de 2.0 L para mantener constante la potencia y la velocidad lineal que se utilizó en el vial de 0.5 L. Esa reducción de velocidad angular se debe a que las aspas de mayor diámetro introducen más energía al proceso de molienda [19]. Es importante mantener igual la energía que sale de ambos viales, por lo tanto, se debe de tener el mismo refrigerante con las mismas temperaturas y flujos volumétricos. Cabe mencionar que para facilitar el escalamiento entre viales, se mantuvieron constantes la relación bola – polvo y el diámetro de las bolas.

Tabla 3.3. Escalamiento de la molienda mecánica en un vial de 0.5 L a uno de 2.0 L

Simoloyer	CM01- 0.5 L	CM01- 2.0 L
Potencia durante la molienda (MALTOZ)	202 W	
Volumen del vial	0.5 L	2.0 L
Diámetro del rotor	6 cm	11.5 cm
Velocidad angular del rotor	1200 rpm	860 rpm
Velocidad lineal de las bolas	4 m/s	5 m/s
Masa de las bolas metálicas	802 g	2,326 g
Masa del polvo	160 g	464 g
Diámetro de las bolas metálicas	5 mm	
Relación bola - polvo	1:5	
Tiempo de molienda	30 h	
Temperatura de entrada del refrigerante	8 °C	
Temperatura de salida del refrigerante	11 °C	

3.2.3 Molienda mecánica a -20 °C del NCMM

Para conocer el efecto de la temperatura en la molienda mecánica de alta energía, se molió una muestra del polvo sonicado, IN718/Al₂O₃, utilizando el mismo molino y software que para la molienda del IN718 sin alúmina, excepto por el tiempo y la temperatura. La temperatura que se utilizó como sistema de refrigeración alrededor del vial fue de -20 °C con un tiempo total de molienda de 10 h tomando una muestra a las 5 h para comparar y analizar la evolución estructural, tamaño y forma de partícula, composición química y dispersión de las nanopartículas de Al₂O₃ en el Inconel 718.

3.2.4 Proceso de mecanofusión del IN718/Al₂O₃

Para procesar el compuesto por la técnica de MF, se introdujeron 160 g de polvo sonicado dentro de la cámara que se muestra en la Fig. 3.6. La distancia entre la cámara rotatoria y el brazo interno utilizada fue de 127 μm, la cámara giró a 1230 rpm durante 1 hora y no se usó ninguna atmósfera de protección.

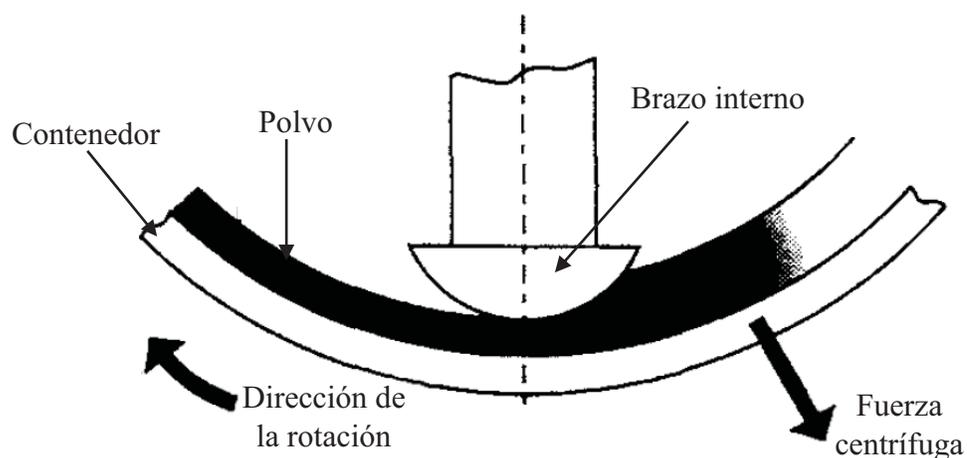


Figura 3.6. Partes que conforman el equipo de mecanofusión [16]

3.3 Caracterización de los polvos fabricados

La morfología de los polvos procesados a distintos tiempos de molienda se midió por medio de microscopía electrónica de barrido (MEB, JEOL JSM-6610LV) el cual está equipado con un espectrómetro de energía dispersiva de rayos X (EED) mediante el cual se semi-cuantificó la composición química de los materiales. Los cambios en la composición química de los

polvos se midieron en la sección transversal de 10 partículas diferentes (Fig. 3.7). La distribución de tamaño de partícula se analizó por difracción láser en el equipo Sympatec HELOS/BR-OM utilizando la apertura de 0.45 a 87.5 μm en la molienda del compuesto a -20 $^{\circ}\text{C}$; y la apertura de 1.8 a 350 μm en los polvos restantes. Las fases, parámetros de red y tamaño de cristalita se determinaron por medio de difracción de rayos X (XRD, Bruker D8Advance) usando radiación Cu- K_{α} en el rango de 20 a 90 $^{\circ}$ en 2θ con paso de 0.01 $^{\circ}$. El tamaño de cristalita se determinó mediante la ecuación de Scherrer [59]:

$$\text{tamaño de cristalita} = \frac{k \lambda}{\text{FWHM} \cos(\theta)}$$

donde k es el coeficiente cercano a la unidad que depende de la morfología de la partícula (0.9), λ es la longitud de onda de los rayos X (0.1542 nm), FWHM es el ancho a la altura media del pico en radianes y θ el ángulo de difracción.

Para corroborar el tamaño nanocrystalino del compuesto, imágenes de alta resolución y sus respectivos patrones de difracción de muestras seleccionadas se examinaron por microscopía electrónica de transmisión (MET, JEOL). Las muestras (polvos de IN718 comercial, IN718-MM e NCMM – MM1) se prepararon primeramente tamizándolos por debajo de las 25 μm .

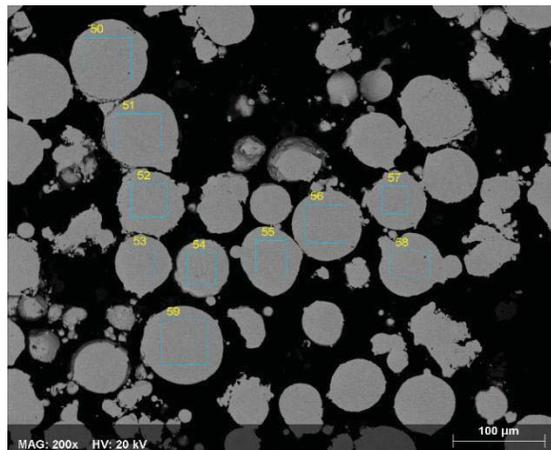


Figura 3.7. Espectroscopia de energía dispersiva de la sección transversal del polvo IN718 comercial

Como caracterización adicional y previo a realizar los depósitos por *laser cladding*, se determinó la fluidez de los polvos. Aproximadamente 120 g de polvo de Inconel 718

comercial, IN718-MM, el compuesto sonicado, los NCMM procesados por molienda mecánica y el polvo de mecanofusión se tamizaron entre 45 y 150 μm con la tamizadora Fritsch Analysette 18 (Fig. 3.8a) retirando los polvos por debajo y arriba de dichos tamaños. La fluidez de los polvos resultantes se midió con el flujómetro Hall bajo la norma ASTM B213-17 la cual consiste en medir mínimo 3 veces el tiempo que tarda en fluir 50 g de polvo seco en el flujómetro Hall (Fig. 3.8b).

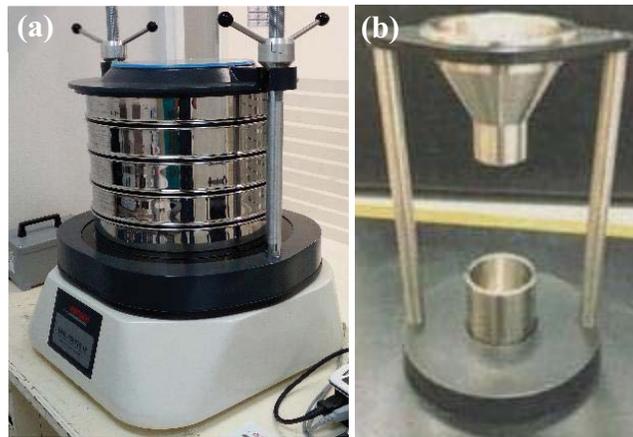


Figura 3.8. (a) Tamizadora de partículas y (b) flujómetro Hall

3.4 Depósito de los polvos por *laser cladding*

Debido a las grandes ventajas que presenta la manufactura aditiva sobre la manufactura subtractiva, el proceso de *laser cladding* (LC) se usó para consolidar los polvos fabricados por diversas técnicas. Se usó un láser TRUMPF Nd:YAG con potencia máxima de 4000 W y longitud de onda de 1.03 μm . En esta investigación, se dejaron constantes la altura del cabezal respecto al sustrato (16 mm), el flujo del gas de protección (6 L/min), el flujo del gas de transporte (12 L/min), el diámetro del láser (2.86 mm) y la frecuencia del láser (50 Hz) variando aquellos que tienen mayor efecto en la geometría y en las propiedades mecánicas de los depósitos incluyendo la potencia del láser, velocidad de escaneo, flujo másico del polvo y ciclo de trabajo. Como se detallará más adelante, entre las variables de salida analizadas podemos mencionar la porosidad, dilución, zona afectada por el calor (ZAC), microestructura, retención del cerámico y microdureza. Para calcular la potencia media del láser se utilizó la siguiente ecuación [21]:

$$P_m = (P)(D_c)$$

donde:

P = potencia pico del láser

P_m = potencia media del láser

d = diámetro del láser

D_c = ciclo de trabajo

Para el depósito de los materiales fabricados se utilizaron como sustratos placas rectangulares de Inconel 718 con dimensiones de $20 \times 30 \times 7$ mm (Fig. 3.9a). Los sustratos fueron pulidos acabado espejo y atacados químicamente para revelar la microestructura, precipitados y fases secundarias. Se observó que el sustrato se compone de una fase γ que alberga algunos precipitados de niobio (Fig. 3.9b). La composición química de la matriz se muestra en la Tabla 3.4 y la de los precipitados se muestra en la Tabla 3.5. Los sustratos se prepararon lijando su superficie con lija de 150 y posteriormente se limpiaron en etanol en el baño ultrasónico obteniendo así superficies opacas y sin contaminación. La microdureza del sustrato es de 367 HV_{0.2} y se determinó por medio de 5 mediciones.

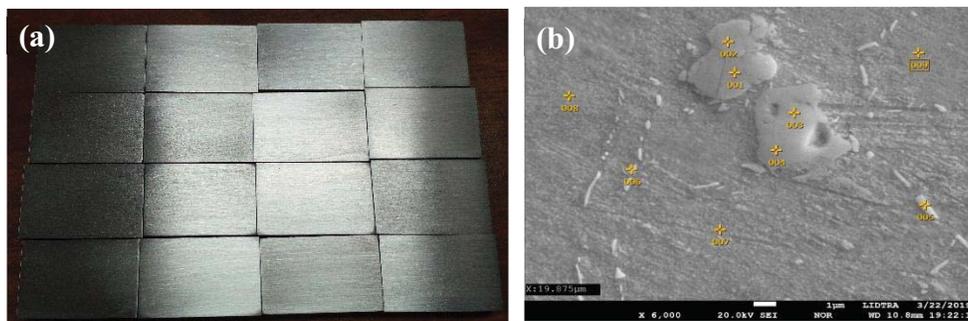


Figura 3.9. (a) Dimensiones, acabado superficial y (b) precipitados de los sustratos de Inconel 718

Tabla 3.4. Composición química medida de la matriz del sustrato IN718 (% en peso)

Elemento	Ni	Cr	Fe	Nb	Mo	Ti	Al
Porcentaje	53.6	18.94	18.34	4.83	2.89	1.01	0.39

Tabla 3.5. Composición química de los precipitados del sustrato IN718 (% en peso)

Medición	Fe	Al	Ti	V	Cr	Ni	Nb	Mo
1	4.33	-	9.63	-	4.65	11.25	68.94	1.2
2	8.26	-	6.63	0.11	8.78	21.5	53.42	1.31
3	-	-	8.4	-	0.8	1.97	87.82	1
4	1.2	-	11.03	-	1.43	3.35	82.43	0.57
5	11.17	-	1.78	-	11.53	60.4	15.13	-

3.5.1 Primer conjunto de valores para el depósito de cordones de IN718/Al₂O₃

Como se mencionó con anterioridad, el proceso de LC depende de un gran número de variables complejas, es por eso que se requieren realizar varios bloques de experimentos para analizar el efecto que tienen en la geometría y características de los depósitos. A través del primer conjunto de experimentos mostrado en la Tabla 3.6, se analizó el efecto de los parámetros de LC sobre un cordón de polvos de IN718/Al₂O₃ molido mecánicamente (NCMM-MM1). Como se presenta en la Tabla 3.6 se combinaron tres valores de velocidades de escaneo, potencias pico del láser, ciclos de trabajo y flujos de polvo para elegir los cordones con la menor dilución, porosidad y ZAC. El cálculo de estas variables de salida se presenta en la sección 3.6.

Tabla 3.6. Conjunto de valores para depositar los primeros 16 cordones del compuesto IN718/Al₂O₃

Experimento	Velocidad de escaneo (mm/s)	Potencia pico del láser (W)	Ciclo de trabajo (%)	Flujo de polvo (g/min)	Potencia media (W)
1	7	813	80 (16 – 4 ms)	8	650
2	7	1083	60 (12 – 8 ms)	11	649.98
3	7	1625	40 (8 – 12 ms)	14	650
4	12	813	80 (16 – 4 ms)	8	650
5	12	1083	60 (12 – 8 ms)	11	649.98
6	12	1625	40 (8 – 12 ms)	14	650
7	17	813	80 (16 – 4 ms)	8	650
8	17	1083	60 (12 – 8 ms)	11	649.98
9	17	1625	40 (8 – 12 ms)	14	650
10	12	1625	40 (8 – 12 ms)	11	650
11	7	1083	60 (12 – 8 ms)	14	649.98

12	12	1083	80 (16 – 4 ms)	11	866.64
13	17	1625	60 (12 – 8 ms)	14	975
14	7	813	60 (12 – 8 ms)	11	487.5
15	12	813	40 (8 – 12 ms)	14	325
16	17	1625	80 (16 – 4 ms)	14	1300

Cabe mencionar que no es posible programar directamente el valor de flujo másico en el dispensador de polvo, por lo tanto, es necesario de manera inicial determinar la relación entre el flujo másico y el parámetro que admite el software del dispensador (porcentaje de vibración). Para esto se llevaron a cabo los siguientes pasos:

- 1) Se programa el robot para que siga una serie de movimientos y de disparos de polvo
- 2) Se colocan 3 vasos de precipitado limpios en los puntos de inyección de polvo. Es necesario conocer el peso del segundo vaso sin polvo previo a la prueba
- 3) Escribir en el software un valor de porcentaje de vibración, por ejemplo 68 %, desactivar el láser, e iniciar el procedimiento
- 4) Cerrar la celda láser y esperar a que el robot complete el procedimiento
- 5) Retirar el segundo vaso con polvo y pesarlo
- 6) Obtener la masa del polvo que hay en el segundo vaso y calcular el flujo másico
- 7) Vaciar el polvo del segundo vaso en el tercero
- 8) Aspirar el segundo vaso y volverlo a colocar en su punto de inyección
- 9) Variar el porcentaje de vibración y repetir los pasos anteriores hasta obtener el flujo másico deseado
- 10) Encontrando el flujo másico deseado, realizar mínimo 2 disparos más usando el mismo porcentaje de vibración para asegurar la reproducibilidad del proceso durante la consolidación de los polvos.

La función del primer vaso es recibir polvo durante 1 minuto mientras el flujo se estabiliza, la del segundo es recibir polvo durante 20 segundos y por último, el tercer vaso es para recolectar polvo mientras la boquilla termina de inyectar. Las siguientes ecuaciones fueron usadas para calcular el flujo másico del polvo. La Tabla 3.7 muestra el valor de flujo másico del polvo comercial, el IN718–MM y el NCMM–MM1 respecto al porcentaje de vibración.

$$m_p = m_f - m_i$$

$$\dot{m} = \frac{m_p}{t}$$

donde:

m_p = masa del polvo inyectado en el segundo vaso

m_i = masa del segundo vaso sin polvo

m_f = masa del segundo vaso con polvo

t = tiempo que dura la inyección de polvo en el segundo vaso (20 s)

Tabla 3.7. Flujo másico del polvo comercial, el IN718–MM y el NCMM–MM1 en función del porcentaje de vibración

Polvo	% vibración	Flujo de transporte (L/min)	Flujo de protección (L/min)	Masa del bote vacío (g)	Masa del bote lleno (g)	Masa del polvo inyectado (g)	Tiempo de inyección (s)	Flujo másico (g/min)
IN718-C	62	16	2	71.06	75.69	4.63	20	13.9
IN718 - 30 h	61	16	2	71.06	75.71	4.65	20	14.0
NCMM – MM1	68	16	2	71.3	75.97	4.67	20	14.0
NCMM – MM1	60	16	2	71.3	73.97	2.67	20	8.0
NCMM – MM1	64	16	2	71.3	74.86	3.56	20	10.7
NCMM – MM1	74	12	6	71.06	77.73	6.67	20	20.0

Por otra parte, el ciclo de trabajo es expresado en porcentaje e indica el tiempo que está encendido y apagado el láser durante un ciclo. Este parámetro está relacionado con la tasa de solidificación de la alberca fundida y en el caso de partículas reforzantes de tamaño nanométrico evitar que floten hacia la superficie [37][53]. En esta investigación se fijó la frecuencia del ciclo (50 Hz) y el tiempo del ciclo fue calculado con la siguiente ecuación:

$$t = \frac{1}{f} = \frac{1}{50 \text{ Hz}} = 0.02 \text{ s} = 20 \text{ ms}$$

En este proyecto, el tiempo del ciclo dura 20 ms y el 100 % de ciclo de trabajo significa que durante los 20 ms el láser estuvo prendido. Por otro lado, el 40 % de ciclo de trabajo indica que durante 8 ms se enciende el láser y durante 12 ms se apaga. Para el 80 % de ciclo de trabajo, el tiempo de encendido del láser es de 16 ms y de 4 ms de apagado.

3.5.2 Segundo conjunto de valores para el depósito de cordones de IN718 comercial e IN718-MM

El objetivo del segundo bloque experimental es comparar y analizar la dilución, porosidad, ZAC, retención de Al_2O_3 , microdureza y microestructura de los cordones de los polvos procesados con y sin nanopartículas cerámicas. Los parámetros que se seleccionaron para este segundo bloque de experimentos fueron aquellos que corresponden a los cordones con una porosidad menor al 1 %, dilución menor a 30 % y una relación ancho–altura menor a 9 del primer conjunto de experimentos (Tabla 3.6). Como se describirá en el capítulo 4 los únicos cordones del primer bloque de experimentos que cumplen estas condiciones son el 3 y el 11. Por lo tanto, se usaron sus parámetros para depositar 2 cordones de IN718 comercial (1IN, 2IN) y 2 cordones de IN718 molido a 30 h (1MM, 2MM). El experimento 1IN y 1MM corresponden al depósito del IN718 comercial y el molido a 30 h, respectivamente, usando los parámetros del cordón 3, mientras que los depósitos 2IN y 2MM corresponden al depósito del IN718 comercial y molido a 30 h, respectivamente, usando los parámetros del cordón 11 (Tabla 3.8). Los resultados permitirán determinar el efecto que tienen las nanopartículas cerámicas sobre la dilución, porosidad, ZAC, composición química, microdureza y microestructura del sistema. Además de identificar si el proceso de molienda produce un efecto sobre las características de los cordones respecto a la aleación comercial. Para estos depósitos se mantuvo constante una velocidad de escaneo de 7 mm/s y un flujo de polvo de 14 g/min.

Tabla 3.8. Segundo conjunto de valores para depositar IN718 comercial y el IN718 – MM

Experimento	Pico de la potencia del láser (W)	Ciclo de trabajo (%)	Potencia media (W)
1 IN	1625	40 (8 – 12 ms)	650
2 IN	1083	60 (12 – 8 ms)	649.98
1 MM	1625	40 (8 – 12 ms)	650
2 MM	1083	60 (12 – 8 ms)	649.98

3.5.3 Tercer conjunto de valores para el depósito del compuesto IN718/ Al_2O_3

El tercer bloque de experimentos tiene por objetivo optimizar la retención de Al_2O_3 dentro de los cordones basándose en los antecedentes teóricos, en el análisis de los bloques

experimentales anteriores y en los efectos de segregación como los de Marangoni, de convección y de flotación [60][52]. Para evitar que las nanopartículas cerámicas floten hacia la superficie de la alberca fundida; es recomendable usar velocidades de escaneo altas y ciclos de trabajo bajos [60][52]. Esto aumenta considerablemente la razón de enfriamiento del metal fundido. Por lo tanto, en este último bloque experimental se incrementaron los valores de la velocidad de escaneo, potencia del láser y flujo másico (Tabla 3.9) respecto a los diseños anteriores. Para este tercer bloque de experimentos se mantuvieron constantes durante los depósitos el ciclo de trabajo en 40 % y el flujo de polvo en 20 g/min.

Tabla 3.9. Tercer bloque de experimentos del compuesto IN718/Al₂O₃

Experimento	Velocidad de escaneo (mm/s)	Pico de la potencia del láser (W)	Potencia media (W)
C1	17	1800	720
C2	17	2500	1000
C3	22	1800	720
C4	22	2500	1000
C5	12	2800	1120
C6	12	2500	1000
C7	7	2800	1120
C8	7	2500	1000

En este tercer conjunto de experimentos se analizó la dilución, ZAC, relación ancho-altura, composición química, microdureza y microestructura en todos los cordones fabricados por *laser cladding*.

3.6 Técnicas de caracterización de los cordones

Los depósitos fueron cortados, encapsulados y pulidos como se muestra en la Fig. 3.10 para analizar su sección transversal. La porosidad de los cordones se obtuvo mediante análisis de imagen a partir de 12 imágenes tomadas por microscopía óptica a 25, 100 y 200x. Las imágenes se procesaron empleando el software *Image J* para determinar las respectivas fracciones de área y calcular el porcentaje de porosidad como [20]:

$$\% \rho = \frac{A_{Tp}}{A_{Tc}} * 100 \quad (3)$$

donde:

$\% \rho$ = porcentaje de porosidad

A_{Tp} = área total de los poros

A_{Tc} = área total del cordón



Figura 3.10. Sección transversal de un cordón para calcular su porosidad

Para visualizar la penetración, la zona afectada por el calor y la microestructura de los cordones éstos se atacaron electroquímicamente con 100 ml de agua destilada, 10 ml de ácido oxálico y 6 V durante 9 segundos. Se obtuvieron imágenes con el microscopio óptico a una magnificación de 25x. Por medio del software *Image J* se evaluaron las áreas correspondientes a la Fig. 3.11 y se calculó el porcentaje de dilución mediante la siguiente ecuación [20]:

$$\% d = \frac{A_p}{A_p + A_s} * 100 \quad (4)$$

donde:

$\% d$ = porcentaje de dilución

A_p = área penetrada por el cordón en el sustrato

A_s = área que sobresale del cordón sobre el sustrato

La zona afectada por el calor (ZAC) se obtuvo midiendo con *Image J* el área rodeada de rojo que se muestra en la Fig. 3.11.

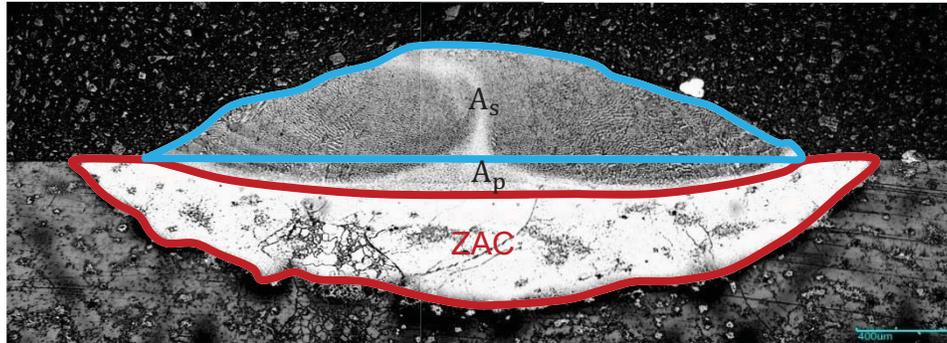


Figura 3.11. Depósito seccionado por el área del cordón que sobresale del sustrato (A_s), área penetrada del cordón (A_p) y ZAC

La microestructura y composición química fueron analizadas solamente en los últimos dos bloques experimentales debido a que el primero tenía como objetivo primordial determinar los parámetros que generaran una buena geometría del cordón. Para estudiar la microestructura, dilución, relación ancho-altura y zona afectada por el calor de los cordones se utilizó el microscopio óptico Union Versamet 3. Para determinar la cantidad y la distribución de Al_2O_3 dentro y fuera de los cordones, se utilizó el microscopio electrónico de barrido de emisión de campo JEOL JSM-7200F equipado con un espectrómetro de energía dispersiva (EED). Se realizaron mínimo 20 mediciones de área de la sección transversal de los cordones como se muestra en la Fig. 3.12. La microdureza fue analizada con el equipo Shimadzu realizando 4 indentaciones dentro del cordón, 3 en la ZAC y 3 en el sustrato. Se utilizó una carga de 200 g y un tiempo de 15 s de permanencia.

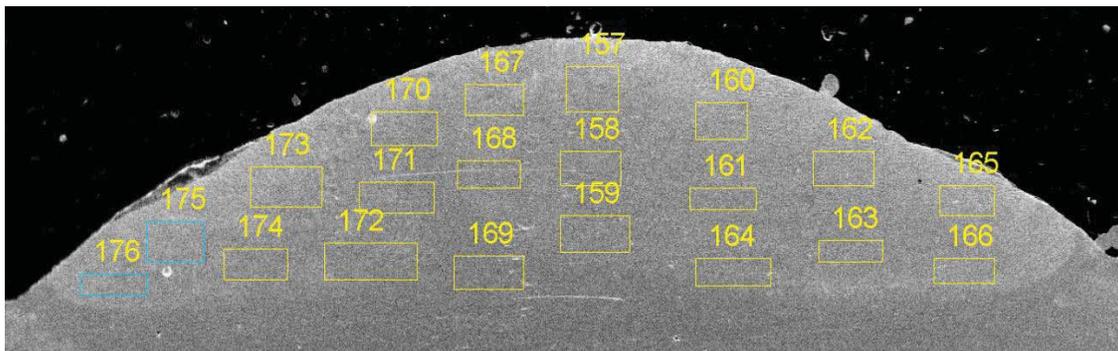


Fig. 3.12. Espectroscopia dispersiva de energía en varias áreas del cordón 1IN.

Capítulo 4. Resultados y discusión

4.1 Caracterización estructural de la materia prima

La caracterización estructural de la materia prima utilizada para fabricar el compuesto IN718/ Al_2O_3 se presenta en las Figs. 4.1 y 4.2. De acuerdo a los resultados, el patrón de difracción del Inconel 718 comercial mostrado en la Fig. 4.1, no contiene fases adicionales a la γ , la cual consiste de una solución sólida de níquel, cromo y hierro principalmente. La aleación de IN718 tiene una estructura cristalina cúbica centrada en las caras y de acuerdo a la carta PDF 96-901-3035 tiene un parámetro de red es de 3.615 Å.

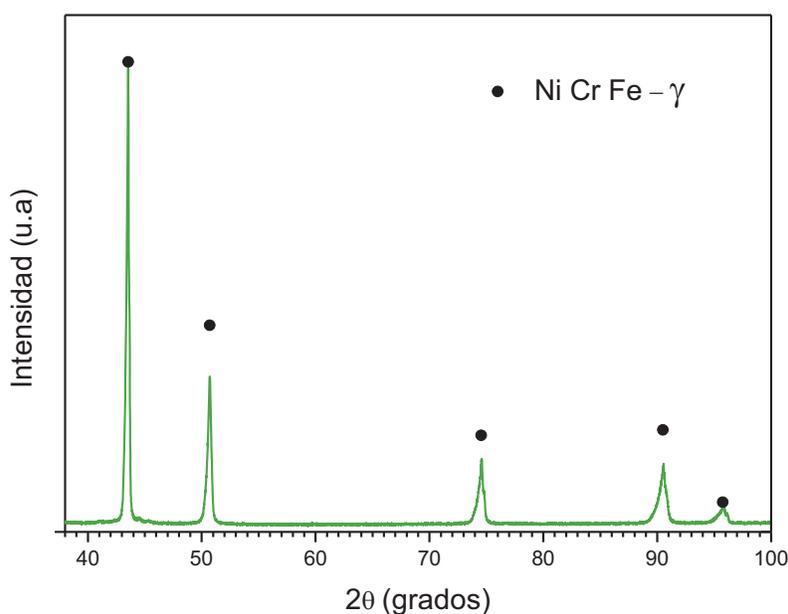


Figura 4.1. Patrón de difracción del polvo de Inconel 718

El difractograma de la alúmina, presentado en la Fig. 4.2, muestra que las nanopartículas se conforman de las fases δ , θ y γ con estructuras cristalinas tetragonal ($a = 5.599$ Å, $b = 23.657$ Å), monoclinica ($a = 11.795$ Å, $b = 2.910$ Å, $c = 5.621$ Å, $\beta = 103.79^\circ$) y cúbica ($a = 3.95$ Å) respectivamente, de acuerdo a los archivos de información cristalográfica PDF 96-153-7012, 96-120-0006 y 96-101-0462, respectivamente. Como se observa en la Fig. 4.2 los picos

presentan cierto ensanchamiento indicando la naturaleza nanométrica de las partículas cerámicas [59][61].

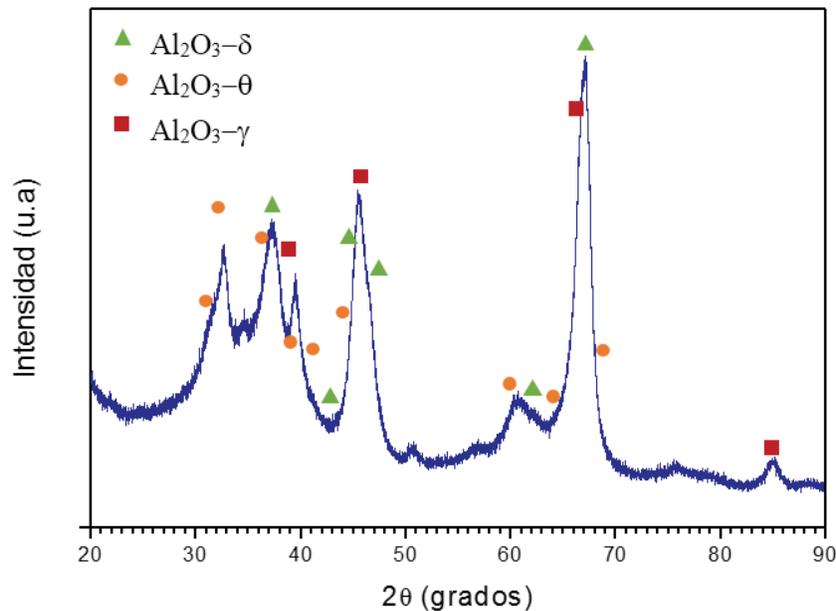


Figura 4.2. Difractograma de las nanopartículas de Al_2O_3

4.2 Caracterización del IN718-MM y el nanocompuesto IN718/ Al_2O_3 fabricado por diversas técnicas

Como se mencionó anteriormente, se utilizaron varias técnicas de procesamiento de polvos para fabricar el nanocompuesto IN718/ Al_2O_3 . A continuación se presentan los resultados de morfología, composición química, distribución de tamaño de partícula, tamaño de cristalita, dispersión del cerámico en la matriz metálica y fluidez de cada polvo fabricado por diferentes técnicas.

4.2.1 Evolución morfológica del IN718-MM y el nanocompuesto IN718/ Al_2O_3

Como se mencionó en la metodología experimental, el proceso de baño ultrasónico o sonicación se utilizó en esta investigación para desaglomerar las nanopartículas de Al_2O_3 y predisparlas en la superficie de las partículas de IN718 por medio de ondas ultrasónicas y el efecto de cavitación. Las diferencias morfológicas entre las partículas comerciales de IN718 y después de pre-mezclarlas con las nanopartículas de Al_2O_3 por medio del proceso de sonicación se muestran en la Fig. 4.3a y 4.3b, respectivamente. Como se observa en la

Fig. 4.3b, la forma esférica de las partículas metálicas se conserva después del proceso de sonicación y las nanopartículas de alúmina se encuentran irregularmente adheridas a la superficie de las partículas de IN718. Los inconvenientes de este método de dispersión son la adhesión débil, superficial y no homogénea de las partículas cerámicas sobre las partículas metálicas. Sin embargo, el proceso de sonicación es simple de realizar, desaglomera las partículas y mejora la dispersión de las partículas cerámicas [38][36], es por eso que se implementa antes de los procesos de mecanofusión y de molienda mecánica de alta energía.

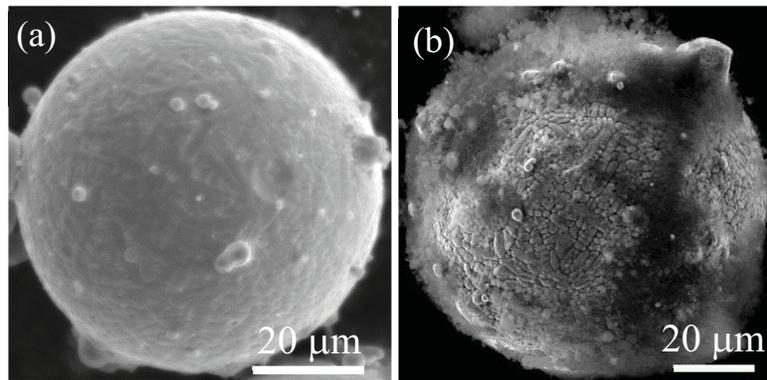


Figura 4.3. Morfología superficial de una (a) partícula de IN718 comercial y (b) partícula de IN718 después del proceso de sonicación

La Figura 4.4 muestra los cambios morfológicos que sufren las partículas del Inconel 718 comercial durante la molienda mecánica. Se observa que después de 5 h de molienda, la morfología esférica inicial de las partículas de polvo IN718 cambió a una forma aplanada como resultado de una intensa deformación plástica (Fig. 4.4a). Además, se observan algunas partículas fragmentadas. A medida que el tiempo de molienda aumenta de 10 a 15 h, las partículas aplanadas de IN718 tienden a desaparecer y en su lugar se observan grandes aglomerados de forma más regular, lo que indica que la soldadura en frío ha comenzado a dominar en esta etapa (Fig. 4.4b y Fig. 4.4c). Entre las 20 h y 25 h de molienda de las partículas de IN718 comercial, el fenómeno de fractura no se presenta debido a la alta ductilidad de la superaleación, por lo tanto, las partículas siguen soldándose formando partículas más grandes con morfología semi-esférica como se muestra en las Figs. 4.4d y 4.4e. Tiempos de procesamiento más largos (30 h) conducen a un estado estable en el que las partículas IN718 alcanzaron una forma semiesférica uniforme (Fig. 4.4f).

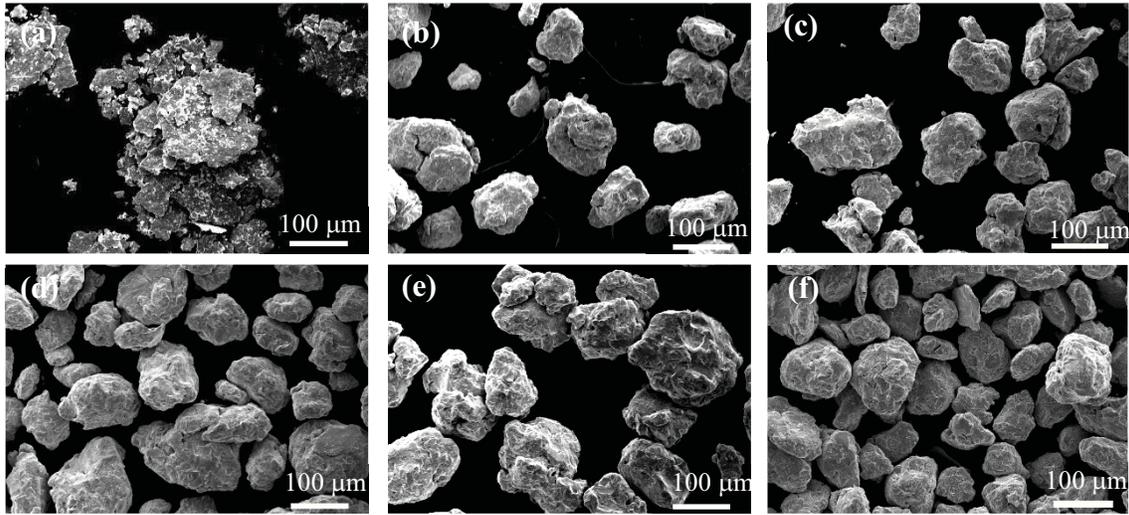


Figura 4.4. Morfología de las partículas de IN718 comercial molido a (a) 5, (b) 10, (c) 15, (d) 20, (e) 25 y (f) 30 h

La morfología del NCMC en función del tiempo de molienda se presenta en la Fig. 4.5. De manera similar que el caso anterior, a tiempos cortos de molienda, 5 h, la morfología esférica inicial de las partículas del nanocompuesto cambian a una forma aplanada debido a los impactos iniciales de las bolas de molienda (Fig. 4.5a). Al incrementar el tiempo de molienda (10 h), las partículas del nanocompuesto alcanzan su límite de deformación plástica y se vuelven frágiles, por lo tanto, las partículas empiezan a fracturarse formando partículas aplanadas y angulares de menor tamaño como se muestra en la Fig. 4.5b. Conforme aumenta el tiempo de procesamiento, 15 y 20 h, la morfología y el tamaño de las partículas de IN718/Al₂O₃ cambian drásticamente, Figs. 4.5c y 4.6d. Las partículas tienen una morfología irregular y un tamaño pequeño lo cual indica que el fenómeno de fractura predomina sobre la soldadura en frío. Tiempos largos de molienda (30 h) conducen a un equilibrio entre fragmentación y soldadura, por lo tanto, las partículas del nanocompuesto alcanzan un estado estable con una morfología redondeada, Fig. 4.5f.

De acuerdo a estos resultados, se observa que la presencia de alúmina en las partículas metálicas durante la molienda mecánica reduce el fenómeno de la soldadura en frío inhibiendo la aglomeración de las partículas lo cual favorece la disminución del tamaño de

la partícula. La morfología de las partículas de IN718–MM y del NCMM–MM1 después de 30 h de molienda es bastante similar, es decir, ambas presentan una forma más regular con bordes redondeados. Sin embargo, de acuerdo a las micrografías de SEM, el tamaño de partícula del IN718–MM es mayor a 50 μm , observándose partículas con diámetros igual o mayor a las 100 μm (Fig. 4.4f), mientras que en su mayoría las partículas correspondientes al IN718/ Al_2O_3 tienen un tamaño menor a 50 μm (Fig. 4.5f).

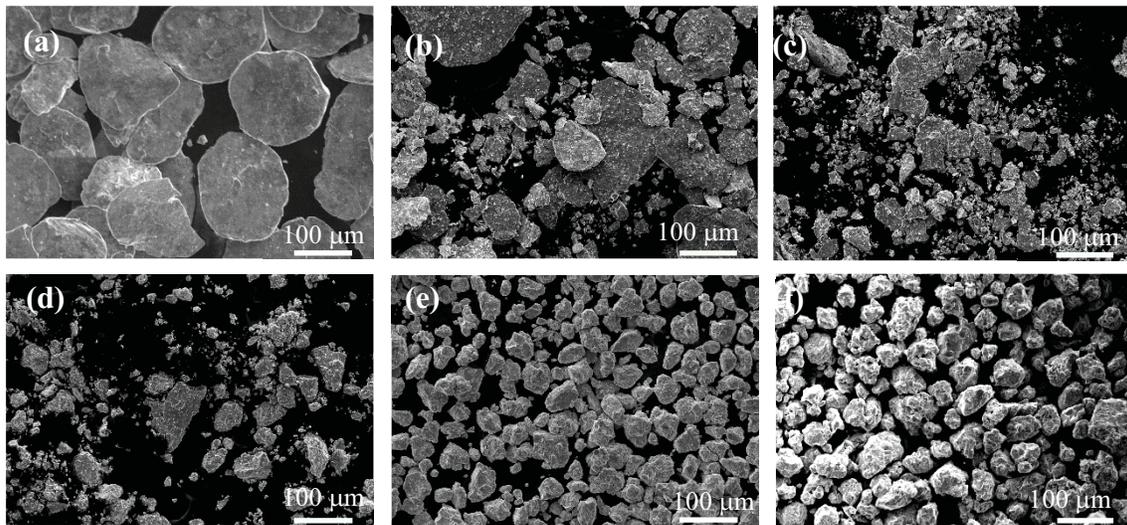


Figura 4.5. Morfología de las partículas del compuesto IN718/ Al_2O_3 molido a (a) 5, (b) 10, (c) 15, (d) 20, (e) 25 y (f) 30 h

La Figura 4.6 muestra la morfología del compuesto molido a $-20\text{ }^\circ\text{C}$. A 5 h de molienda las partículas presentan una morfología similar al polvo de IN718/ Al_2O_3 molido a $\sim 8\text{ }^\circ\text{C}$ durante 15 h (Fig. 4.5c). Las partículas presentan una forma aplanada con bordes angulares debido a que en ese momento predomina el fenómeno de fractura. Como se observa en la Fig. 4.6b, la morfología de las partículas del nanocompuesto molido a $-20\text{ }^\circ\text{C}$ durante 10 h es bastante similar a las partículas del IN718/ Al_2O_3 molido a $\sim 8\text{ }^\circ\text{C}$ durante 30 h (Fig. 4.5f) las cuales muestran una forma semi-redondeada. Esto indica que la morfología del estado estable (semi-redondeada) se alcanza en menor tiempo cuando se usa una temperatura más baja de enfriamiento ($\sim -20\text{ }^\circ\text{C}$) durante la molienda. Sin embargo, parece que la molienda a bajas temperaturas además de producir tamaños de partículas más finos, también genera una distribución de tamaños de partículas más amplia, ya que se observan aglomerados grandes

y pequeños en la micrografía, Fig. 4.6b. Es probable que la fractura domine sobre la deformación y soldadura debido a que los mecanismos de deformación tienen relación con la temperatura de procesamiento. Por otro parte, Hwang [62] y Huang [63], observaron que la presencia de aire en el contenedor de polvo a temperaturas muy bajas (criomolienda) disminuía el mecanismo de soldadura, probablemente por el aumento de la fragilidad de las partículas.

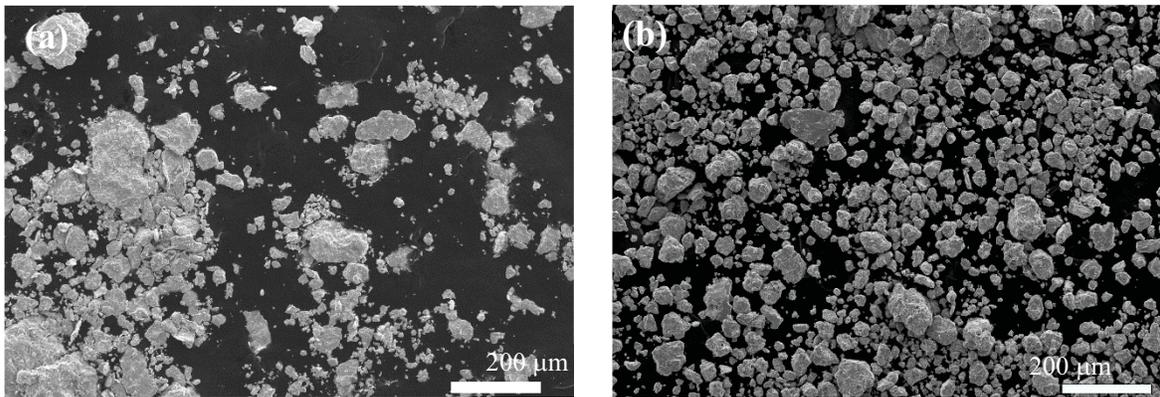


Figura 4.6. Morfología de las partículas del compuesto molido mecánicamente a $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante: (a) 5 y (b) 10 h

Estos resultados indican que temperaturas bajas de molienda favorecen la formación del compuesto, es decir que la energía que transfieren las bolas metálicas al polvo es mucho mayor a temperaturas bajas ($-20\text{ }^{\circ}\text{C}$) que a temperatura de $8\text{ }^{\circ}\text{C}$ debido a la reducción de pérdida de energía al enfriar el sistema [19]. Probablemente es por eso que la molienda mecánica alcanza el estado estable más rápido. De acuerdo a lo reportado por Zoz [19] la energía de molienda entregada al sistema viene dada por:

$$E_{\text{molienda}} = E_{\text{in}} - E_{\text{out}} \quad \text{Ec. 4.1}$$

con

$$E_{\text{in}} = Pt \quad \text{Ec. 4.2}$$

$$E_{\text{out}} = (\rho t \dot{V} \bar{c} (T_{\text{in}} - T_{\text{out}}) + \Delta E_{\text{noise}}) + \Delta E_{\text{powder}} \quad \text{Ec. 4.3}$$

donde:

E_{molienda} = Energía transferida al polvo por el impacto de las bolas y rotor

P= Potencia de entrada o del motor eléctrico (MATOZ)

E_{in} = Energía de entrada del sistema

E_{out} = Energía de salida del sistema

M = Torque que produce el motor del molino Simoloyer (MALTOZ)

n = Velocidad angular de las aspas (MALTOZ)

t = Tiempo de molienda

\dot{V} = Flujo volumétrico del refrigerante

ρ = Densidad del refrigerante

\bar{c} = Constante de Capacidad térmica específica del refrigerante

T_{in} = Temperatura de entrada del refrigerante (Chiller)

T_{out} = Temperatura de salida del refrigerante (MALTOZ)

ΔE_{noise} = Pérdida de energía por ruido

ΔE_{powder} = El gradiente de energía del polvo se obtiene primero conociendo la energía del medio de molienda cuando no hay polvo, y después restando la energía del medio de molienda pero con polvo.

La energía transferida al nanocompuesto molido a 30 h a una temperatura de enfriamiento de 8 °C es:

$$E_{in_NCMM-30h} = \left(202 \frac{J}{s}\right) (108,000 s) = 21,816,000 J$$

$$E_{out_NCMM-30h} = \left[\left(1,236,000 \frac{g}{m^3}\right) (108,000 s) \left(0.000233 \frac{m^3}{s}\right) \left(1.64 \frac{kJ}{Kg K}\right) (281.15 K - 284.15 K) \right] = -153,025,304 J$$

$$E_{Molienda_NCMM-30h} = E_{in_NCMM-30h} - E_{out_NCMM-30h} = 21,816,000 J + 153,025,304 J = \mathbf{174,841,304 J}$$

Mientras se mantenga igual el tipo de refrigerante, la potencia, el tiempo y la temperatura de molienda, las bolas transmitirán una cantidad similar de energía.

La energía transferida al nanocompuesto molido a 10 h con una temperatura de recirculación de -20 °C es:

$$E_{in_NCMM-20^\circ C} = \left(202 \frac{J}{s}\right) (36,000 s) = 7,272,000 J$$

$$E_{\text{out_NCMM}_{-20^{\circ}\text{C}}} = \left[(1,236,000 \frac{\text{g}}{\text{m}^3})(36,000 \text{ s})(0.000233 \frac{\text{m}^3}{\text{s}})(1.64 \frac{\text{kJ}}{\text{kg K}})(253.15 \text{ K} - 262.15 \text{ K}) \right] = -153,025,304 \text{ J}$$

$$E_{\text{Molienda_NCMM}_{-20^{\circ}\text{C}}} = E_{\text{in_NCMM}_{-20^{\circ}\text{C}}} - E_{\text{out_NCMM}_{-20^{\circ}\text{C}}} = 7,272,000 \text{ J} + 153,025,304 \text{ J} = \mathbf{160,297,304 \text{ J}}$$

Se observa que la diferencia de energía entre el nanocompuesto molido a -20°C durante 10 h y el IN718/ Al_2O_3 molido a 8°C durante 30 h es de 14,544 kJ. Se concluye que ambas energías son muy parecidas a pesar de tener diferentes tiempos de molienda. Esto se debe a que las temperaturas bajas de refrigeración pueden compensar la energía que produce el tiempo de molienda. Es decir, se puede reducir el tiempo de molienda al disminuir la temperatura de refrigeración.

La morfología de las partículas de IN718/ Al_2O_3 después del proceso de mecanofusión se muestra en la Fig. 4.7. La mayoría de las partículas retienen la morfología esférica original de las partículas de Inconel (Fig. 4.7a), esto implica que la compresión del entrehierro (140 μm) fue la indicada para sólo causar una deformación moderada y evitar el sobrecalentamiento de las partículas [17]. Ésta morfología era la esperada ya que una de las ventajas del proceso de MF es fabricar partículas redondeadas [16][17]. No obstante, de acuerdo al análisis, las nanopartículas de alúmina se encuentran distribuidas heterogéneamente en la superficie de las partículas de Inconel donde algunas partículas metálicas se encuentran totalmente recubiertas por las partículas cerámicas (Fig. 4.7b) y otras están cubiertas sólo parcialmente. A diferencia de la molienda mecánica, las técnicas de SN y MF no son capaces de introducir las nanopartículas cerámicas dentro de las partículas metálicas, simplemente recubren el polvo de Inconel por fuerzas de Van der Waals [64][65]. La Fig. 4.7b representa la sección transversal de las partículas que se muestran en la Fig. 4.7a. En ambas figuras se observan las nanopartículas de Al_2O_3 recubriendo a las partículas de IN718.

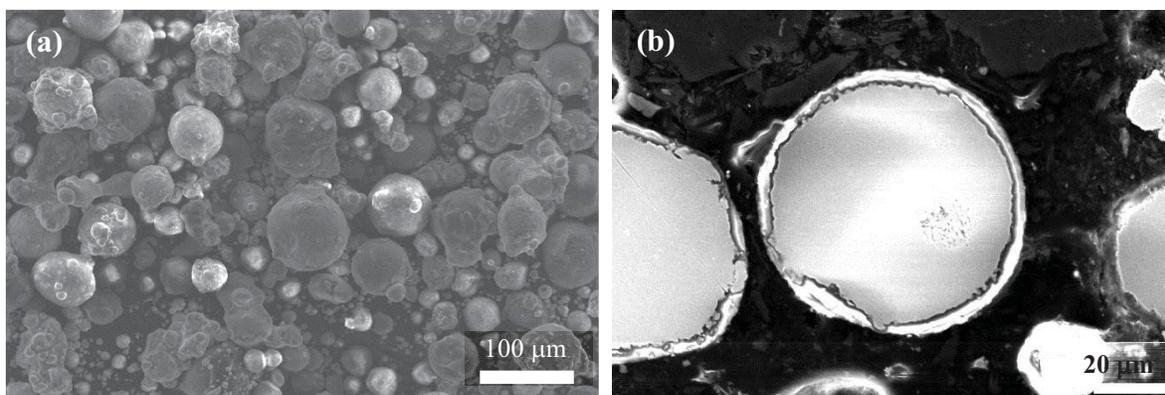


Figura 4.7. a) Morfología y b) sección transversal de las partículas del compuesto sometido al proceso de MF

4.2.2 Composición química del IN718-MM y el nanocompuesto IN718/Al₂O₃ fabricado por diferentes técnicas

La composición química promedio de los materiales procesados, incluyendo el IN718-MM, del polvo sonicado, el nanocompuesto molido mecánicamente y el compuesto fabricado por mecanofusión se muestra en la Tabla 4.1. Se observa que la composición elemental de las partículas de Inconel molidas permanece constante independientemente del tiempo de molienda. La composición química de los polvos fabricados por sonicación tienen una composición química muy similar a la del IN718 comercial, esto sucede porque la alúmina no está dentro de las partículas metálicas como se observa en la Fig. 4.7b. Por otro lado, el análisis de EDS revela que el contenido de Ni, Cr, Fe, Nb, Mo y Ti de las partículas del nanocompuesto molido a diferentes horas permanece constante. Sin embargo, el porcentaje de Al y O dentro de las partículas presenta diferencias significativas que van desde el 0.45 al 8.4 y del 0.37 al 10.2 % en peso, respectivamente, desde las 5 hasta las 20 h de molienda lo cual sugiere que las nanopartículas de alúmina están distribuidas heterogéneamente en la matriz metálica durante estas etapas de molienda. Después de las 20 h de molienda, el porcentaje de Al y O varía muy poco entre las partículas, lo cual se atribuye a una dispersión homogénea de las nanopartículas cerámicas en todas las partículas metálicas. Respecto al polvo de IN718/Al₂O₃ molido a -20 °C, se detectó un contenido uniforme de Al y O después de las 10 h de molienda. Estos resultados indican que la dispersión de las partículas de Al₂O₃ y por ende la fabricación del NCMO ocurre a tiempos más cortos, un tercio a comparación de la molienda realizada a ~8 °C. Es importante mencionar que no existe contaminación por

parte del medio de molienda y del vial por que la cantidad de Fe y Cr permanece constante en todos los tiempos de molienda. Finalmente, las partículas procesadas por MF muestran una composición química similar al polvo comercial.

Tabla 4.1: Composición química promedio (% en peso) de la sección transversal de las partículas fabricadas por SN, molienda mecánica a diferente tiempo y temperatura y MF.

Polvo	Ni	Cr	Fe	Nb	Mo	Ti	Al	O	Al ₂ O ₃
IN718 – MM – 30h	51.57	20.34	18.64	5.96	2.09	0.85	0.55	-	-
SN	54.10	19.59	16.63	4.65	3.17	1.19	0.67	-	-
NCMM – MM1 – 5h	50.68	19.81	16.78	5.51	1.95	0.87	2.01	2.38	2.87
NCMM – MM1 – 10h	51.19	18.74	15.92	4.41	3.18	1.17	3.36	2.05	5.42
NCMM – MM1 – 15h	48.21	19.07	16.15	5.37	1.90	0.83	2.99	5.48	4.72
NCMM – MM1 – 20h	50.94	18.41	16.63	4.75	3.43	1.37	3.23	1.25	5.18
NCMM – MM1 – 25h	51.97	18.69	16.14	4.54	3.14	1.01	3.27	1.24	5.25
NCMM – MM1 – 30h	48.82	19.09	16.39	5.62	2.01	0.83	3.23	4	5.18
NCMM – MM2 – 10h	51.88	18.73	16.25	4.50	3.23	1.05	3.05	1.32	4.84
MF	54.22	19.52	16.69	4.67	3.25	1.10	0.55	-	-

El porcentaje en peso de la alúmina reportado en la Tabla 4.1, se calculó en función del porcentaje en peso de aluminio u oxígeno obtenidos por EED como sigue:

$$\% \text{peso}_{\text{Al}_2\text{O}_3} = \% \text{peso}_{\text{Al}} \left[\frac{1 \text{ mol}}{\text{MM}_{\text{Al}}} \right] \left[\frac{1 \text{ mol Al}_2\text{O}_3}{2 \text{ mol Al}} \right] \left[\frac{\text{MM}_{\text{Al}_2\text{O}_3}}{1 \text{ mol Al}} \right]$$

$$\% \text{peso}_{\text{Al}_2\text{O}_3} = \% \text{peso}_{\text{O}} \left[\frac{1 \text{ mol}}{\text{MM}_{\text{O}}} \right] \left[\frac{1 \text{ mol Al}_2\text{O}_3}{2 \text{ mol O}} \right] \left[\frac{\text{MM}_{\text{Al}_2\text{O}_3}}{1 \text{ mol O}} \right]$$

$\% \text{peso}_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ = porcentaje en peso de alúmina

$\% \text{peso}_{\text{Al}}$ = porcentaje en peso de aluminio obtenido por EED

$\% \text{peso}_{\text{O}}$ = porcentaje en peso de oxígeno obtenido por EED

MM_{Al} = masa molar del aluminio = 26.981 g/mol

MM_{O} = masa molar del oxígeno = 15.999 g/mol

$MM_{Al_2O_3}$ = masa molar de la alúmina = 101.959 g/mol

De acuerdo a los resultados se obtiene que la técnica de sonicación no es capaz de introducir las nanopartículas cerámicas dentro de la matriz metálica lo cual se espera debido a que el efecto de cavitación no produce la suficiente energía para fracturar y soldar las partículas reforzantes dentro de las partículas metálicas. Por otra parte, tiempos cortos de molienda mecánica (de 5 a 20 h) a 8 °C no dispersan homogéneamente las partículas reforzantes en las partículas metálicas. En cambio, a tiempos largos de molienda mecánica (de 20 a 30 h) a dicha temperatura permiten que las partículas adquieran una misma composición química. Se observa que al utilizar la temperatura de -20 °C durante la MMAE las partículas alcanzan una composición elemental uniforme en menor tiempo (a partir de las 10 h) asociado a que se alcanza el estado estable más rápido a temperaturas bajas de molienda como consecuencia de la reducción de la pérdida de energía al usar temperaturas bajo 0 °C.

4.2.3 Caracterización del tamaño de partícula de los materiales en función de su técnica de fabricación

Para complementar el análisis microestructural, se midió la distribución de tamaño de partícula de todos los polvos fabricados. La Fig. 4.8 presenta los resultados de la distribución de tamaño de partícula del polvo de IN718 comercial procesado por molienda mecánica de alta energía. La curva correspondiente al IN718 comercial sin molienda es simétrica con una distribución de tamaño de partícula entre las 49.9 y 103.2 μm . A 5 h de molienda del Inconel 718 la curva es asimétrica y presenta la distribución más amplia con rangos de tamaño desde las 7.4 hasta las 129.8 μm . Esto se atribuye a la presencia de partículas fragmentadas y largas como se observa en la Fig. 4.4a. A las 10 h de molienda, la curva se desplaza hacia la izquierda y tiende a presentar una distribución más simétrica y menos amplia respecto a la de 5 h. El desplazamiento de la curva hacia la izquierda indica la reducción de partículas alargadas y aplanadas (Fig. 4.4b), incluso se puede observar que el tamaño promedio de las partículas disminuye a 62 μm y que la distribución se hace más estrecha, de 20.2 a 113.4 μm . Entre las 15 y 25 h de molienda, predomina la soldadura en frío ocasionando tamaños de partícula más grandes y uniformes por lo que las curvas presentan una distribución más simétrica con un corrimiento hacia la derecha. Los valores promedio de partícula varían de

91.3 a 111.1 μm . Se observa que al llegar a 30 h de molienda, la curva ya no se desplaza lo cual indica que el fenómeno de soldadura en frío ya no es predominante, es decir, en este momento existe un equilibrio de fractura y soldadura y las partículas alcanzan un tamaño promedio de 104 μm .

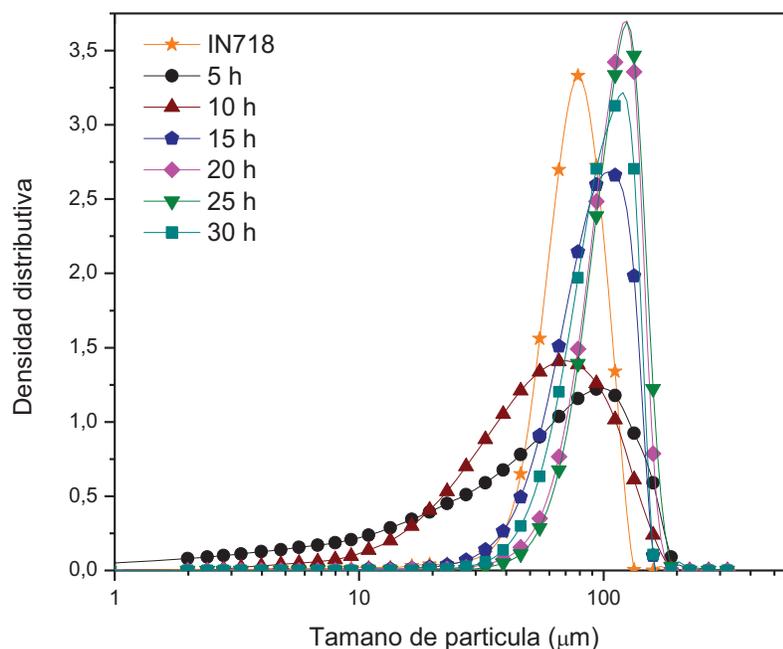


Figura 4.8. Distribución de tamaño de partícula a diferentes tiempos de molienda del IN718 comercial

La distribución de tamaño de partícula correspondiente al compuesto IN718/ Al_2O_3 molido a 8 $^\circ\text{C}$ se presenta en la Fig. 4.9. La distribución de tamaño de partícula del nanocompuesto después del proceso de sonicación se muestra como referencia. Se observa que esta curva es simétrica con un promedio de 63.5 μm . Entre las 5 y 10 h de molienda, el tamaño de partícula crece alcanzando 116.6 y 84.9 μm , respectivamente, en comparación con el polvo sonicado. En las etapas iniciales de molienda, 5 h, el tamaño de las partículas incrementa como consecuencia de la deformación (formación de hojuelas) como se muestra en la Fig. 4.5a. A 10 h el tamaño disminuye y la curva presenta una ligera asimetría hacia valores más pequeños debido a la presencia de partículas soldadas y fracturadas (Fig. 4.5b). A medida que el tiempo de molienda avanza entre 15 h y 20 h, se observa una distribución asimétrica y curvas

sesgadas hacia la izquierda. En estos tiempos de molienda, las partículas alcanzan el tamaño más pequeño, 41 y 34.1 μm respectivamente, debido a la preferencia del fenómeno de fractura (Fig. 4.5c y 4.5d). A las 25 y 30 h de molienda, las curvas de distribución presentan una distribución simétrica y el tamaño de partícula alcanza un valor promedio de 38 μm . Este comportamiento confirma que las partículas han alcanzado el estado estable de molienda coincidiendo con los resultados microestructurales (Fig. 4.5).

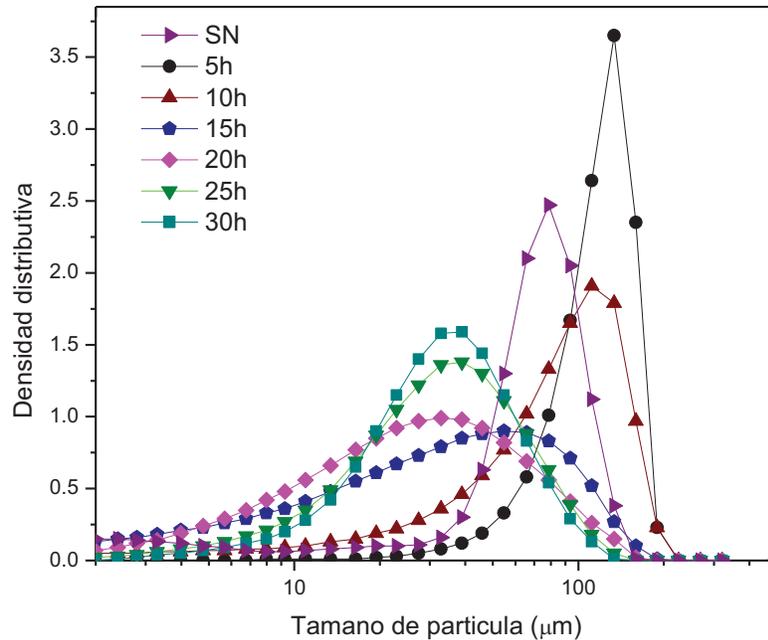


Figura 4.9 Distribución de tamaño de partícula del nanocompuesto a diferentes tiempos de molienda

Al comparar los resultados correspondientes a las Figs. 4.8 y 4.9, se observa que las curvas de distribución de tamaño de partícula son totalmente diferentes, por lo tanto, el efecto de las partículas cerámicas en el tamaño de las partículas metálicas es significativo. En etapas iniciales de la molienda, 5h, las partículas de Inconel y del nanocompuesto pasan de una morfología esférica a una tipo hojuela incrementando su tamaño. Sin embargo, después de esta etapa, el tamaño de las partículas del nanocompuesto IN718/ Al_2O_3 disminuyen mientras que las partículas de IN718 crecen. Este comportamiento se debe a la presencia de las nanopartículas de alúmina las cuales reducen el efecto de soldadura en frío y por lo tanto inhiben la aglomeración entre partículas metálicas.

La Figura 4.10 muestra la distribución de tamaño de partícula de los polvos molidos a 30 h, Inconel y NCMM, el NCMM molido a $-20\text{ }^\circ\text{C}$ durante 10 h, y los polvos fabricados por

mecanofusión. La curva de distribución del IN718 comercial con un tamaño promedio de partícula de 75.4 μm se muestra como referencia. Como se observa, el valor más alto del tamaño promedio de partícula, 104 μm , corresponde al Inconel 718 comercial molido. Después de 30 h de molienda, el IN718/ Al_2O_3 exhibe una distribución simétrica y amplia con una clara reducción del tamaño promedio, 38 μm . El NCMM molido a $-20\text{ }^\circ\text{C}$ durante 10 h muestra una curva asimétrica con tendencia hacia partículas más finas con un tamaño promedio de partícula ligeramente menor, 27.4 μm , respecto al molido a $8\text{ }^\circ\text{C}$. El desplazamiento hacia la izquierda se atribuye a la presencia de partículas finas como se observa en la Fig. 4.6b. La curva de distribución y por lo tanto el tamaño promedio de partícula (72.3 μm) después del proceso de MF es muy similar a los resultados del Inconel 718 comercial. Esto es de esperarse debido a que los parámetros de MF fueron seleccionados para recubrir la superficie de las partículas metálicas con las nanopartículas de alúmina sin causar una deformación excesiva. La ligera disminución en el diámetro promedio, comparado con el IN718 comercial, está asociado al desprendimiento y aplanamiento de los satélites durante los procesos de SN y MF, respectivamente. De acuerdo a estos resultados, es claro que las nanopartículas cerámicas tienen un gran efecto en la reducción del tamaño promedio de partícula durante la MMAE debido a que disminuye la aglomeración de las partículas de Inconel.

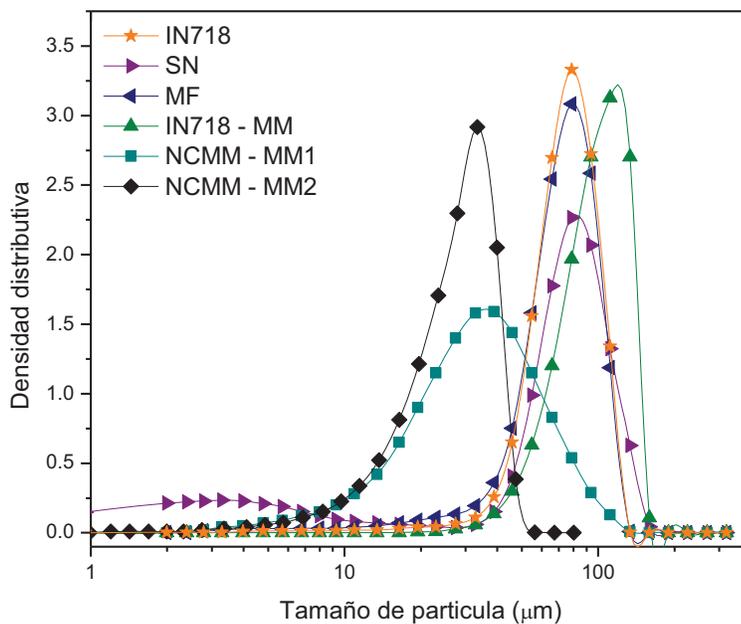


Figura 4.10. Distribución de tamaño de partícula en los polvos finales de cada técnica

La Tabla 4.2 muestra el tamaño de partícula más pequeño (d_{10}), promedio (d_{50}) y más grande (d_{90}) de los polvos finales que se fabricaron por distintos procesos. Se observa que a pesar de ser el mismo polvo, cada técnica produce partículas de diferentes tamaños.

Tabla 4.2: Rango de tamaño de partícula de los polvos finales fabricados por diversas técnicas

Polvo	Tamaño de partícula (μm)		
	d_{10}	d_{50}	d_{90}
IN718	49.9	75.5	103.2
IN718 – MM	61.4	99	135.3
SN	2.2	70.5	112.7
NCMM–MM1	13.7	33.5	67.4
NCMM–MM2	13.5	28.1	40.3
MF	42.8	73.3	101.4

La evolución del tamaño promedio de partícula del IN718 molido y del NCMM - MM1 con respecto al tiempo de molienda se muestra en la Fig. 4.11. Las partículas de IN718 puro comienzan fracturándose produciendo las partículas de menor tamaño entre las 5 y 10 h de molienda. Entre las 15 y 25 h de molienda, la soldadura en frío predomina tanto que las partículas de IN718 puro adquieren un tamaño mucho mayor que al tamaño inicial. Después de las 25 h de molienda el tamaño de las partículas del IN718 molido disminuye sin embargo las partículas han alcanzado una forma más regular. Por el contrario, al inicio de la molienda mecánica del NCMM – MM1, las partículas alcanzan el tamaño promedio más grande debido a su deformación y forma en tipo de hojuelas. Conforme la molienda continúa, desde las 5 hasta las 20 h, las hojuelas superan su límite plástico al mismo tiempo que las nanopartículas cerámicas comienzan a dispersarse homogéneamente en dentro y fuera de la matriz metálica por lo que las partículas de compuesto ya no pueden deformarse más, fracturándose y dando lugar a la formación de partículas aplanadas de menor tamaño con morfología irregular. Al continuar con la molienda mecánica, las partículas más pequeñas se re-sueldan hasta formar partículas más homogéneas de forma semi-esférica con un tamaño promedio menor que el polvo inicial [18]. Como se ha mencionado con anterioridad las partículas cerámicas inhiben la soldadura entre las partículas metálicas de Inconel generando menores tamaños de

partícula debido a que la diferencia entre la dureza de la alúmina con respecto al níquel, al estar embebidas genera dislocaciones en la matriz favoreciendo la fractura.

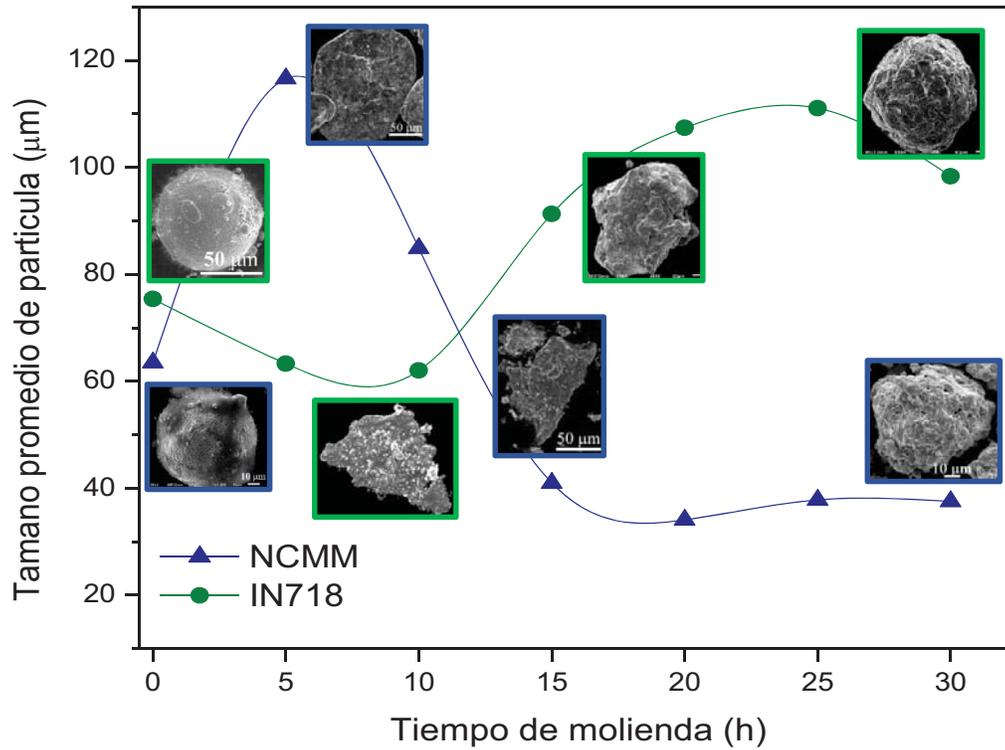


Figura 4.11. Evolución del tamaño de partícula del IN718 puro a través del tiempo de molienda

4.2.4 Caracterización estructurales de los materiales procesados

La Figura 4.12 muestra los patrones de difracción de rayos X del Inconel 718 molido en función del tiempo de molienda. Similar que el difractograma del polvo comercial, los patrones de DRX del IN718 molido muestran sólo la fase γ - NiCrFe independiente del tiempo de molienda. Dicha fase consiste de una solución sólida rica en Ni con estructura cristalina cúbica centrada en las caras. Conforme aumenta el tiempo de molienda, los picos del difractograma se ensanchan y se desplazan ligeramente hacia la izquierda como consecuencia del refinamiento del tamaño de cristal y del aumento de tamaño del parámetro de red [61].

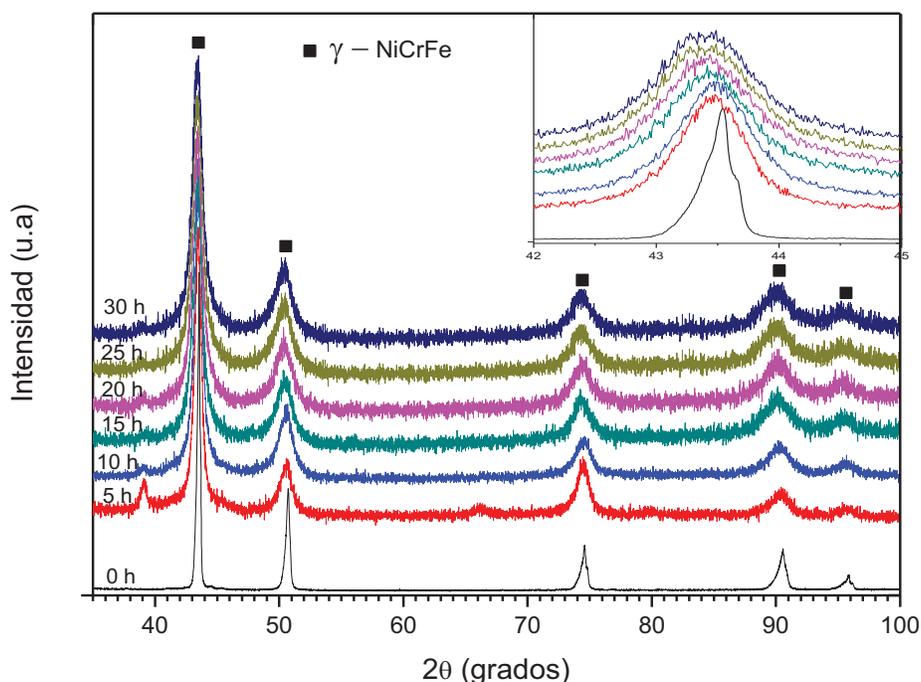


Figura 4.12. Patrones de difracción de rayos X del IN718 puro en función del tiempo de molienda

En la Figura 4.13 se muestran los patrones de difracción de rayos X del compuesto IN718/ Al_2O_3 molido a 8°C respecto al tiempo de molienda. Independientemente del tiempo de procesamiento y al igual que el IN718-MM, la única fase identificada en el nanocompuesto es la γ -NiCrFe. El pico correspondiente a la alúmina alrededor de 65 y 70 grados en el polvo sonicado desaparece después de 5 h de molienda lo cual se puede asociar a la dispersión de Al_2O_3 en el Inconel 718. Conforme aumenta el tiempo de molienda, los picos del nanocompuesto se ensanchan y se desplazan hacia la izquierda como consecuencia del refinamiento del tamaño de cristal y del aumento de tamaño del parámetro de red [61]. Durante la molienda mecánica, se incrementa la difusión y el desplazamiento de los átomos en las redes cristalinas debido a los impactos continuos de las bolas metálicas y al incremento de la temperatura [18], por lo tanto, es probable que los espacios interatómicos crecieran por la deformación de la red cristalina [59].

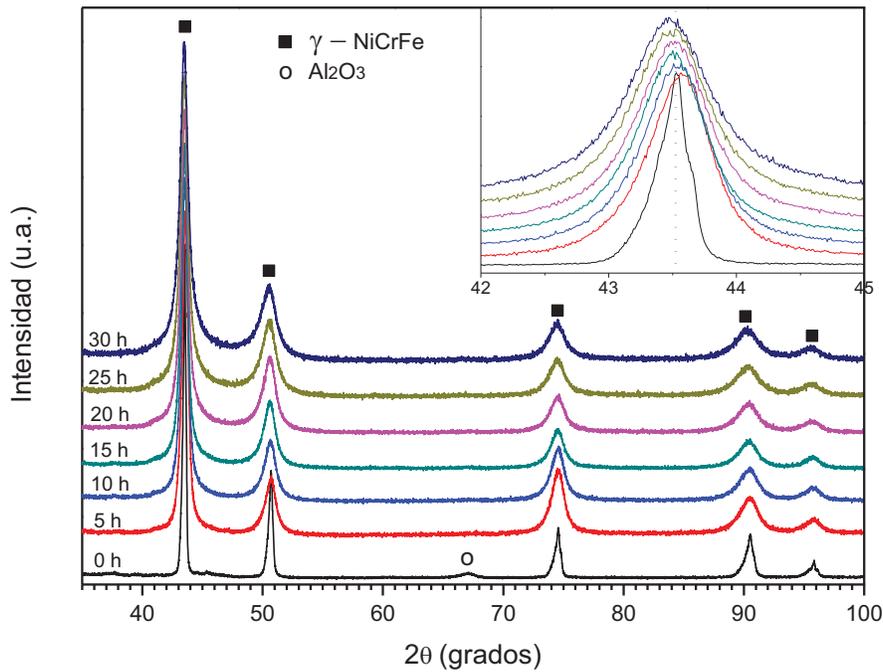


Figura 4.13. Patrones de difracción de rayos X del compuesto IN718/ Al_2O_3 en función del tiempo de molienda

La Figura 4.14 muestra los difractogramas de rayos X correspondiente a los polvos procesados por MMAE y MF. Los resultados del Inconel comercial se presentan como referencia. Los análisis identifican a γ como la única fase presente. En los polvos de mecanofusión se observan unos pequeños picos (39° , 46° y 67°) correspondientes a la alúmina que se distribuye heterogéneamente en la superficie de las partículas metálicas. Los picos de los polvos fabricados por MF son estrechos y muy parecidos a los picos del IN718 comercial. A diferencia de los polvos de mecanofusión, los picos de los polvos sometidos a la molienda mecánica presentan cierto ensanchamiento y se observa un ligero corrimiento hacia la izquierda, por lo tanto, la molienda mecánica es el único proceso que modifica drásticamente el tamaño de cristalita y el parámetro de red. Además, dispersa homogéneamente las nanopartículas cerámicas dentro y fuera de las partículas metálicas por que desaparecen los picos de alúmina que se muestran en los difractogramas de SN y MF.

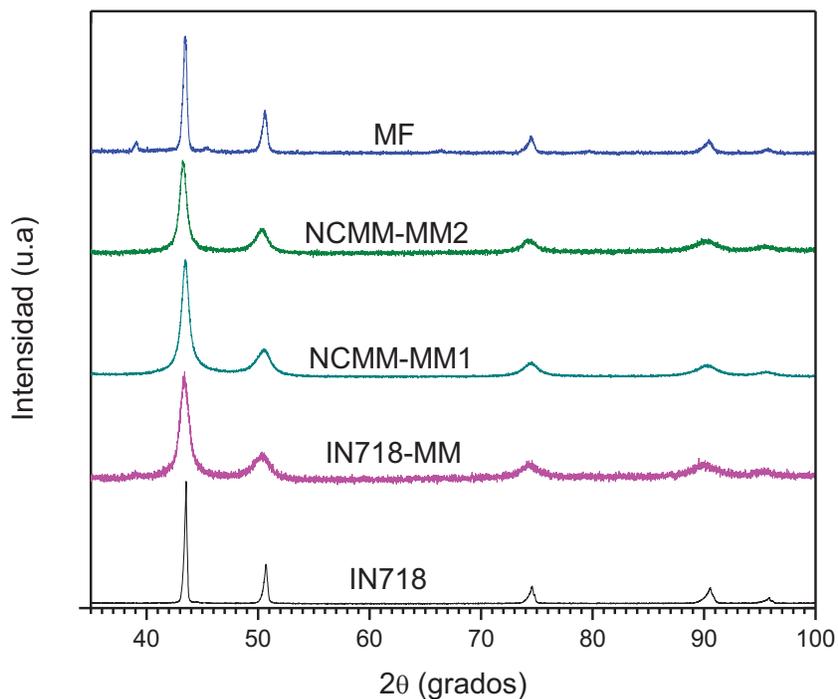


Figura 4.14. Difractogramas de los polvos fabricados por diversas técnicas

El tamaño de cristalita de los polvos molidos, IN718 y NCMM, en función del tiempo de molienda así como también del polvo molido a $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 10 h y el procesado por MF se presenta en la Fig. 4.15. Los resultados del tamaño de cristalita del polvo sonicado y del IN718 comercial se muestran como referencia. Como se mencionó, el tamaño de cristalita fue determinado por el ensanchamiento de los picos de DRX usando la ecuación de Scherrer. El tamaño de cristalita del IN718 comercial y sonicado es de 21 nm. Este resultado corrobora que el tamaño del cristal no es modificado por el proceso de pre-dispersión. De acuerdo a los resultados, el tamaño de cristalita del IN718 molido disminuye rápidamente desde su valor inicial a 9 nm en las primeras 5 h y después continúa disminuyendo lentamente a 6 nm hasta las 20 h de molienda. Después de este tiempo y hasta las 30 h de molienda, el tamaño del cristal no presenta cambios. El tamaño de cristalita del NCMM muestra un comportamiento similar en comparación al polvo de IN718 comercial molido. En las primeras etapas, entre 0 y 5 h de molienda, el tamaño de cristalita del nanocompuesto disminuye rápidamente de 21 a 9 nm y permanece constante hasta las 15 h de molienda. Después de 20 h de procesamiento,

se observa una ligera disminución alcanzando un valor promedio de 6 nm a las 30 h. El tamaño promedio de cristalita del nanocompuesto molido a $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 10 h y del MF es 7.5 nm y 20 nm, respectivamente.

Ha sido reportado que durante la molienda mecánica las partículas de polvo sufren de grandes deformaciones presentándose varios defectos cristalinos como dislocaciones, vacancias, y fallas de apilamiento [18][66]. Tales defectos modifican las fronteras de una cristalita creando otras de menor tamaño [18]. De acuerdo a los resultados, el tamaño de cristalita del IN718 es comparable con los valores obtenidos para el compuesto molido a $8\text{ y }-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ en todas las etapas. Este resultado indica que la evolución del tamaño de cristalita durante la molienda mecánica es independiente de la presencia de las nanopartículas de alúmina y de la temperatura de enfriamiento del molino.

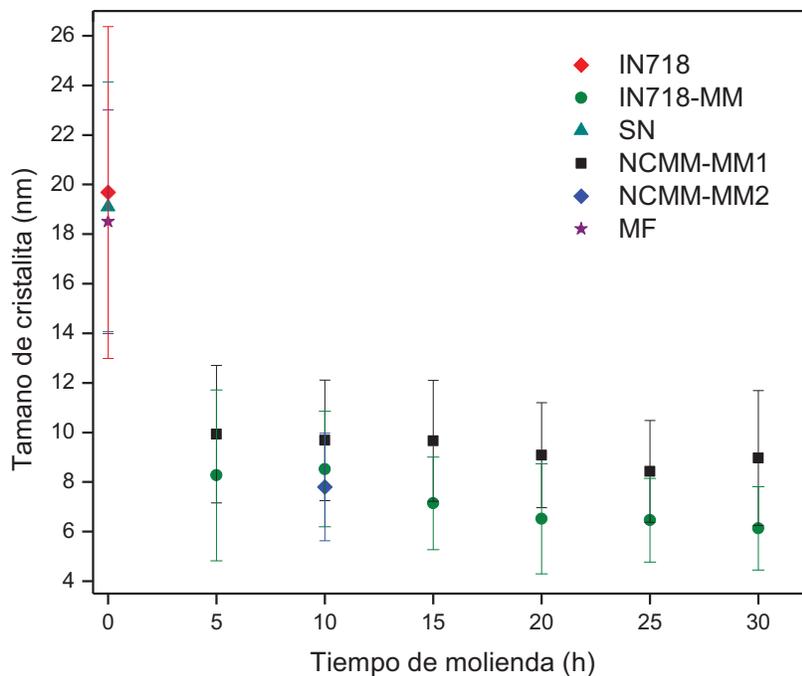


Figura 4.15. Evolución del tamaño de cristalita de los polvos

4.2.5 Microscopía electrónica de transmisión

La Figura 4.16 muestra una imagen de MET de una partícula de IN718 con y sin nanopartículas de alúmina molidas durante 30 h, Fig. 4.16a y 4.16c respectivamente. Sus correspondientes patrones de difracción de electrones se muestran en las Figs. 4.16b y 4.16d,

respectivamente. Los anillos continuos que muestran los patrones de difracción confirman la nanocrystalinidad de las fases en ambos polvos molidos mecánicamente. La Figura 4.17 corresponde al mapeo de Al, O y otros elementos de concentración mayor al 3 por ciento en peso (Ni, Cr, Fe, Nb, Mo y Ti) del polvo IN718/Al₂O₃ molido durante 30 h. Como se esperaba, el mapeo muestra una concentración regular de Ni, Cr, Fe, Nb, Mo y Ti en la partícula analizada. Similarmente al análisis de EDS, los resultados del mapeo muestran una dispersión homogénea de aluminio y oxígeno dentro de las partículas del compuesto.

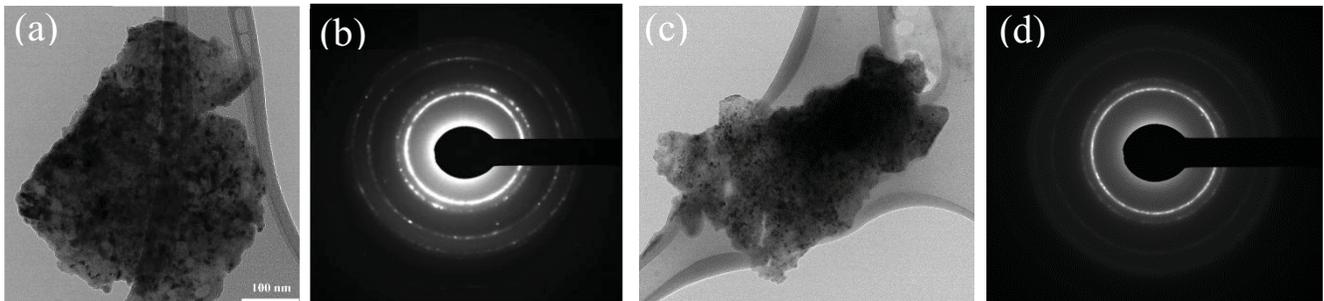


Figura 4.16. Microscopía electrónica de transmisión de las partículas de: (a) IN718/Al₂O₃ molida a 30 h, (c) IN718 molida a 30 h. Patrones de difracción del polvo: (b) IN718/Al₂O₃ molida a 30 h, (d) IN718 molido a 30 h

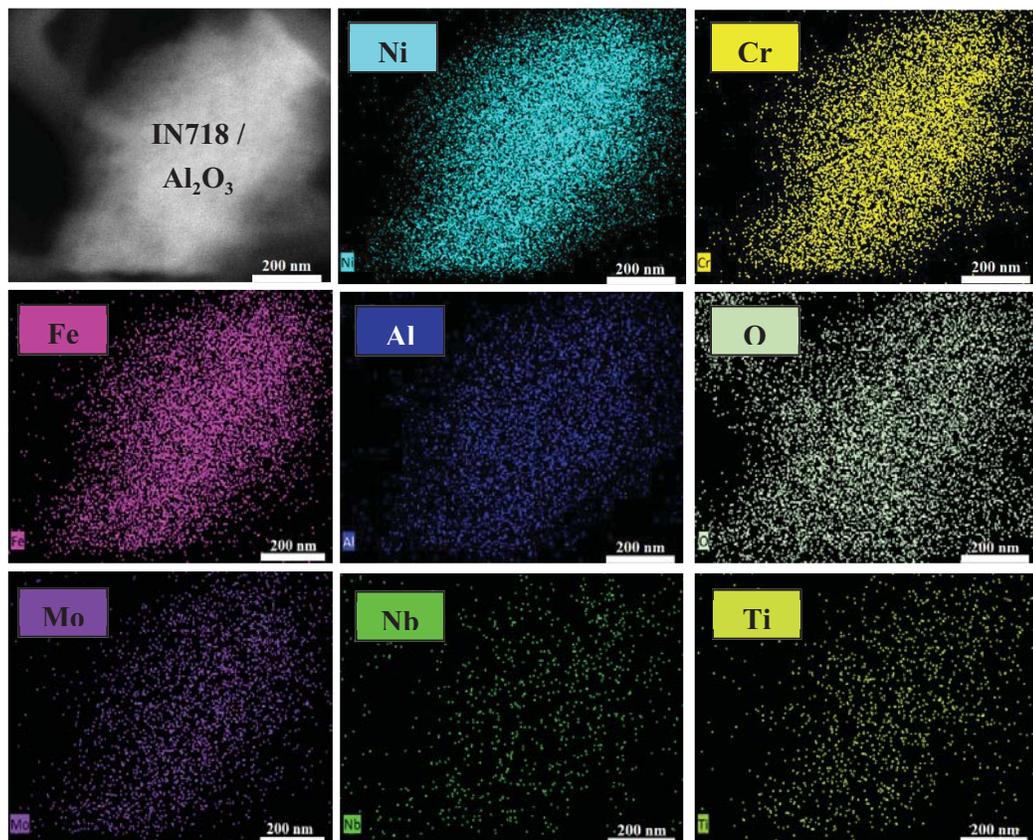


Fig. 4.17. Distribución elemental por microscopía electrónica de transmisión de una partícula de IN718/Al₂O₃ a 30 h de molienda mecánica

4.2.6 Ensayos de fluidez de los materiales fabricados

La fluidez del polvo es un parámetro clave en los sistemas de alimentación donde es crucial evitar la obstrucción de las toberas y mangueras y así asegurar una inyección constante del polvo dentro de los procesos como la manufactura aditiva y/o el rociado térmico. La Tabla 4.3 muestra los resultados de fluidez de los polvos IN718 comercial, sonicado, molidos mecánicamente y mecanofusionado. De acuerdo a los resultados, el polvo comercial de IN718 presenta la mejor fluidez debido a su morfología esférica y tamaño grande [67]. Las partículas grandes son menos cohesivas y presentan mayor inercia para fluir [67]. Cuando el Inconel 718 comercial se somete al proceso de MMAE por 30 h, su fluidez aumenta ligeramente respecto al polvo comercial independientemente de que las partículas hayan aumentado considerablemente su tamaño. Un tamaño mayor de partícula indicaría una mejora en la fluidez por haber menos fricción entre partículas, sin embargo, el comportamiento es inverso debido a que la morfología cambia a semi-esférica siendo esta variable aquella que tiene mayor efecto sobre la reducción de la fluidez [68]. Respecto a los resultados del polvo sonicado, se observa que la fluidez disminuye considerablemente a pesar de tener una morfología esférica y un tamaño promedio cercano al Inconel comercial. Este comportamiento puede deberse a que las nanopartículas cerámicas aumenten la fricción entre partículas o que durante la prueba las partículas reforzantes se desprendan obstruyendo el camino de las partículas metálicas. Cabe mencionar que es necesario realizar una caracterización adicional para explicar este fenómeno. La fluidez de los NCMM molidos a distinta temperatura es similar pero menor en comparación con el polvo comercial. Esto puede atribuirse a que las partículas del compuesto MMAE no tienen una morfología totalmente esférica y a que su tamaño promedio de partícula es significativamente menor lo cual incrementa la fricción interpartícula [67][68]. La fluidez del NCMM molido a -20 °C es un poco menor que la del NCMM – MM1 debido posiblemente a su menor tamaño promedio de partícula (27.4 μm). La técnica de mecanofusión mantiene la morfología esférica y el tamaño de partícula muy similar al polvo de IN718 por lo que su resultado de fluidez coincide con el valor del polvo comercial.

Tabla 4.3. Fluidez de los polvos medidos en un flujómetro Hall por la norma ASTM B213-17

Polvo	Morfología	Tamaño promedio (μm)	Tiempo promedio (s)	Flujo másico (g/s)
IN718	Esférica	76.0	18.6	2.69
IN718 - MM	Semi-esférica	95.0	20.1	2.48
SN	Esférica	63.5	29.1	1.72
NCMM – MM1	Semi-esférica	38.0	22.5	2.22
NCMM – MM2	Semi-esférica	27.4	23.5	2.13
MF	Esférica	72.3	18.7	2.67

4.3 Manufactura aditiva asistida por láser

Los polvos de IN718 comercial y los procesados por MMAE por 30 h, IN718–MM e IN718/Al₂O₃–MM1, fueron consolidados mediante la aplicación de líneas (similar a un cordón de soldadura típica) por medio de *laser cladding* para después caracterizar y comparar la calidad superficial, dilución (grado de penetración en el sustrato), ZAC, relación ancho – altura, microdureza y composición química (retención de las partículas reforzantes).

4.3.1 Geometría y características de los cordones depositados en función de la potencia, flujo másico, ciclo de trabajo y velocidad de escaneo

La Figura 4.18 muestra la calidad superficial de los 16 cordones de IN718/Al₂O₃ depositados con los parámetros de la Tabla 3.6. Todos los cordones presentan en general una buena apariencia superficial excepto el cordón 15 que fue el único que no se depositó correctamente sobre el sustrato debido a la falta de energía para fundir completamente el polvo inyectado. Por otra parte, se observa que los cordones 1, 3, 5 y 10 presentan acumulaciones sólidas en sus extremos longitudinales. Dichas acumulaciones tienden a disminuir su tamaño considerablemente en los cordones 12, 13, y 16 al utilizar potencias pico arriba de 1083 W y ciclos de trabajo mayores a 60 %. La Fig. 4.19 es una magnificación de la calidad superficial de los cordones 1, 15 y 16. Dichos cordones muestran los diferentes tipos de calidad superficial que se obtuvieron en los 16 experimentos. La Fig. 4.19a muestra la calidad superficial presente en el cordón 1. Se observan acumulaciones que se forman al usar potencias medias de 488 a 650 W. La Fig. 4.19b muestra la calidad superficial del cordón 15 donde se aprecian partículas semi-fundidas sobre el sustrato debido a la potencia media del láser tan baja (325 W). Por otro lado, se observa en el cordón 16 (Fig. 4.19c) que al

incrementar la potencia media, de 867 a 1300 W, dichas acumulaciones tienden a desaparecer. Los cordones con mejor calidad superficial son el 12, 13 y 16 ya que presentan una superficie sin acumulaciones. Para lograr esa calidad superficial se utilizaron potencias medias de 867 a 1300 W y velocidades de escaneo de 12 a 17 mm/s. Cabe mencionar que la potencia media del láser no debe ser tan alta para evitar la evaporación de las nanopartículas reforzantes [37].

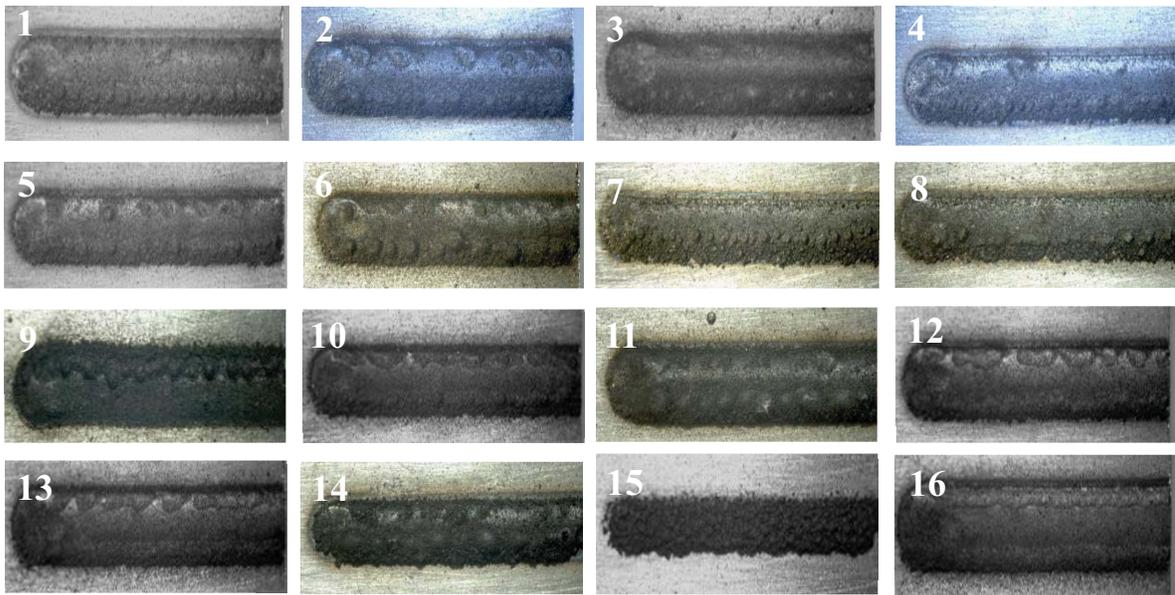


Fig. 4.18. Calidad superficial de los 16 cordones del nanocompuesto correspondientes al primer bloque de experimentos

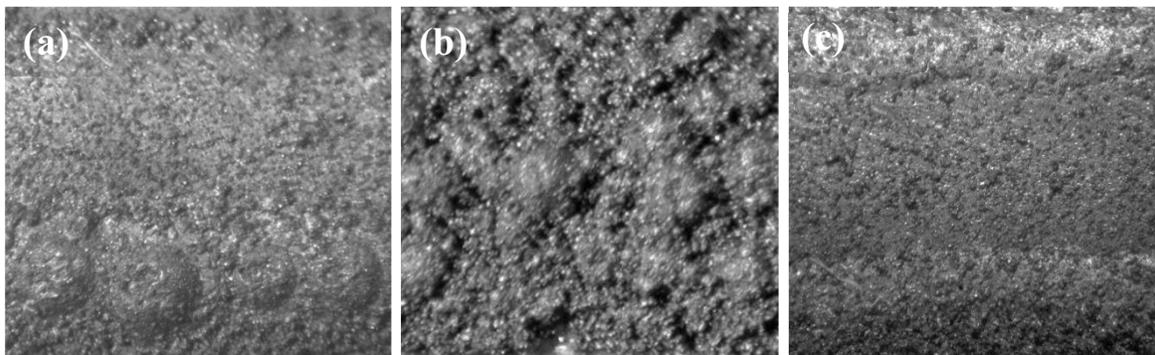


Fig. 4.19. Calidad superficial de los cordones: (a) 1, (b) 15 y (c) 16

Imágenes representativas de sección transversal correspondiente a 8 cordones del primer bloque de experimentos se presenta en la Fig. 4.20. En general se observan cordones densos y de acuerdo a los análisis reportados en la Tabla 4.4, todos los depósitos tienen menos del 2% de porosidad. Hong-yu et al. [69] han reportado que la cantidad adecuada de nanopartículas de alúmina disminuye o elimina totalmente las grietas y poros, debido a que pueden incrementar el calor latente de fusión, reducir la temperatura de “liquidus” y mejorar la temperatura de “solidus”, resultando en el descenso en el rango de temperatura de solidificación. Además, las nanopartículas de Al_2O_3 incrementan la mojabilidad de la alberca fundida, por lo tanto, se reduce el esfuerzo de tensión entre el sustrato y el depósito [69]. El cordón 14 fue el de mayor porosidad (1.97 %) ya que se utilizó una potencia media pequeña (488 W). Se ha investigado que el uso de potencias y ciclos de trabajo bajos producen porosidad [70]. Los otros cordones se depositaron utilizando rangos de potencia medias, de 650 a 1300 W, obteniéndose valores de porosidad entre el 0.003 a 0.123 %. Por lo tanto, las potencias y ciclos de trabajo altos reducen la porosidad al evitar la falta de fusión. Por otro lado, no se observa una tendencia de la porosidad respecto al flujo másico del polvo y de la velocidad de escaneo. Probablemente exista la posibilidad de que al inyectar más cantidad de polvo se encapsule mayor cantidad de gas y por ende se generen poros [70].

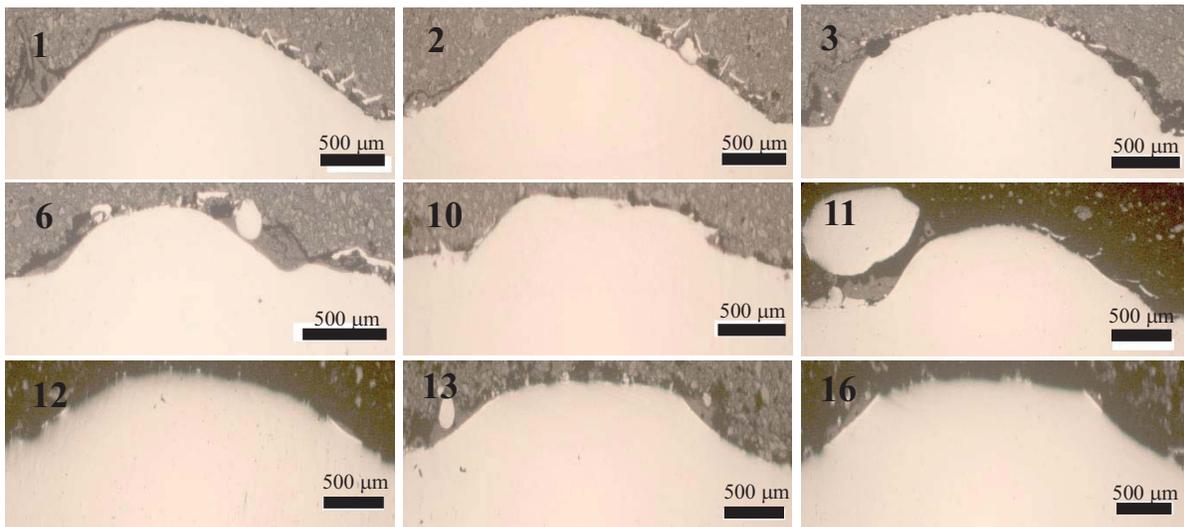


Fig. 4.20. Sección transversal de 8 distintos cordones del NCMM–MM1 depositados con diferentes parámetros

Los resultados de dilución, ZAC y relación ancho–altura en función de parámetros de depósito se muestran en la Tabla 4.4. De acuerdo a los resultados, se obtuvieron rangos de dilución desde el 24 al 69 %. Los cordones de IN718/Al₂O₃ 4 y 7 son los depósitos con mayor dilución (67 - 69 %) debido a que combinan velocidades altas (12 a 17 mm/s), potencias pico bajas (813 W), altos ciclos de trabajo (80 %) y flujos másicos bajos (8 g/min). Por otro lado, los cordones 3 y 11 son los de menor dilución (24 – 28 %) por que combinan velocidades bajas (7 mm/s), flujos másicos altos (14 g/min), potencias picos del láser altas (1083 – 1625 W) y ciclos de trabajo bajos (40 a 60 %). Al disminuir la velocidad de escaneo, la altura del cordón crece en mayor proporción que la penetración del cordón en el sustrato, es por eso que la dilución y la relación ancho–altura disminuyen considerablemente. Además, mientras mayor es el flujo másico y la potencia pico la altura del cordón incrementa y por lo tanto la dilución disminuye. Se esperaría que a velocidades bajas y potencias altas la dilución se incrementa, es decir, hay más energía para fundir polvo y penetración. Sin embargo, en esta comparación parece que el factor relevante es el ciclo de trabajo, pues es menor el tiempo en que el láser está encendido (40-60%). De acuerdo a Toyserkani [20] y Caiazzo [71], la dilución debe ser pequeña (< 25%), por lo tanto, en este proyecto se consideraron cordones aceptables aquellos que tuvieran una dilución por debajo del 29 %.

De acuerdo a los resultados de la Tabla 4.4, los depósitos de IN718/Al₂O₃ con mayor ZAC corresponden a los cordones 2 y 3 los cuales se depositaron utilizando velocidades bajas (7 mm/s), potencias pico altas (1083 a 1625 W), ciclos de trabajo bajos (40 a 60 %) y flujos másicos altos (11 a 14 g/min). Por otro lado, los cordones con la menor ZAC son el 7 y 8 debido principalmente a que la velocidad de escaneo utilizada fue alta (17 mm/s) y por lo tanto, el láser se mantiene menos tiempo sobre el polvo y el sustrato. La ZAC también se relaciona directamente con la potencia pico del láser, es decir, mientras menor sea la potencia, menor será la ZAC porque la energía transferida al polvo y al sustrato disminuye [20]. Se observa que al aumentar el ciclo de trabajo (60 – 80 %) y disminuir el flujo másico (8 – 11 g/min) la ZAC aumenta. Esto se debe a que es mayor la energía transferida al polvo y sustrato cuando el tiempo de encendido del láser es más largo [37], además, el enfriamiento de la alberca fundida es más lento cuando se inyecta menos volumen de polvo.

Los cordones de menor relación ancho–altura son los cordones 3 y 11 y corresponden a los depositados con velocidades bajas (7 mm/s), potencias pico altas (1083 - 1625 W), ciclos de

trabajo relativamente bajos (40 – 60 %) y altos flujos máxicos (11 - 14 g/min). Caiazzo [71] y Barroi [72] reportaron que al disminuir la velocidad de escaneo y aumentar la potencia del láser, la relación ancho–altura disminuye. De acuerdo a Barroi et al. [72], es crucial controlar la geometría del cordón de acuerdo a la aplicación. En este proyecto se obtuvieron cordones de geometrías diferentes. Aquellos que tienen una pequeña relación ancho-altura pueden utilizarse para manufacturar desde cero una pieza. Por otro lado, aquellos cordones con grandes valores de relación ancho-altura, pueden utilizarse para recubrir o reparar partes [72].

Tabla 4.4. Características físicas de los cordones al variar los parámetros del *laser cladding*

Cordón	Porosidad (%)	Dilución (%)	ZAC (μm^2)	Relación Ancho-Altura
1	0.017	43	2158145	6
2	0.009	36	2161796	5
3	0.017	24	2252935	3
4	0.031	67	1491601	12
5	0.024	53	1415479	9
6	0.03	58	1589115	8
7	0.031	69	875173	19
8	0.041	58	888194	13
9	0.003	64	1030354	14
10	0.067	55	1459565	16
11	0.074	28	1858109	4
12	0.005	57	1868574	9
13	0.123	54	1567006	9
14	1.971	46	1391748	6
15	N/A	N/A	N/A	N/A
16	0.034	52	2036495	10

4.3.3 Características de los cordones de IN718, IN718 – MM e NCMM – MM1

Los únicos cordones del primer bloque experimental con buen acabado superficial y que cumplen con valores de baja porosidad, dilución y relación ancho-altura son los etiquetados como 3 y 11. Como se mencionó en el capítulo 3, esta etapa tiene por objetivo comparar el efecto tanto de la molienda mecánica como la presencia de partículas reforzantes sobre las características finales de los cordones de polvo de IN718 comercial (1IN y 2IN), el IN718 – MM (1MM y 2MM) y el NCMM–MM1 (3 y 11). La Fig. 4.21 muestra la calidad superficial

de los cordones depositados con los parámetros de la Tabla 3.8 correspondientes a los polvos de IN718 (Figs. 4.21a y 4.21d), IN718 – MM (Figs. 4.21b y 4.21e) y el NCMM–MM1 (Figs. 4.21c y 4.21f). Se observa una apariencia superficial muy similar para los cordones 1IN, 2IN, 1MM y 2MM, por lo cual la molienda mecánica no tiene un efecto sobre la calidad superficial de los depósitos. Por otro lado, la presencia de nanopartículas de alúmina al parecer producen cordones con una ligera mayor rugosidad superficial (Figs. 4.21c y 4.21f).

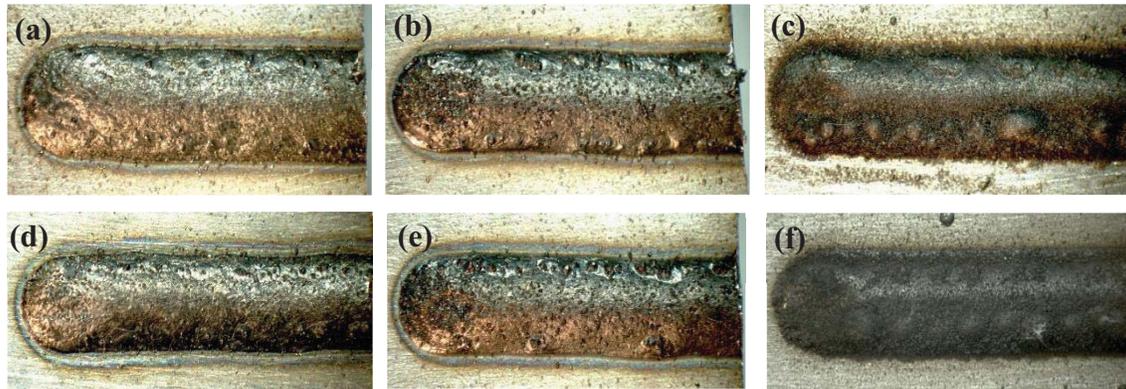


Fig. 4.21. Calidad superficial de los cordones: (a) 1IN, (b) 1MM, (c) 3, (d) 2IN, (e) 2MM y (f) 11

La Figura 4.22 muestra la porosidad de la sección transversal de los cordones consolidados. Se observa que los cordones fabricados con polvo de IN718/ Al_2O_3 (Figs. 4.22c y 4.22f) son más densos que los cordones manufacturados con polvo de IN718 y el IN718–MM, Figs. 4.22a y 4.22d y 4.22b y 4.22e, respectivamente. De acuerdo a Hong-yu et al. [69] la cantidad adecuada de nanopartículas de alúmina disminuye o elimina totalmente las grietas y poros, debido a que pueden incrementar el calor latente de fusión, reducir la temperatura de “liquidus” y mejorar la temperatura de “solidus”, resultando en el descenso en el rango de temperatura de solidificación. Por otro lado, no se observa una tendencia de la porosidad respecto al efecto de la molienda mecánica, ya que el cordón 1MM tiene 0.145 % menos porosidad que el cordón 1IN, pero el cordón 2MM presenta 0.115 % más porosidad que el cordón 2IN.

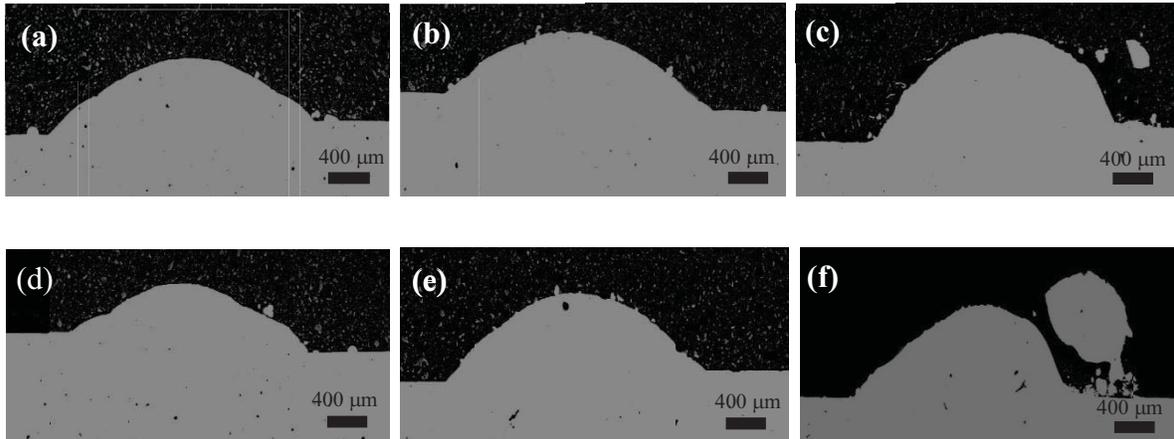


Fig. 4.22. Porosidad en la sección transversal de los cordones: (a) 1IN, (b) 1MM, (c) 3, (d) 2IN, (e) 2MM y (f) 11

La Tabla 4.5 muestra los valores de dilución, ZAC, porosidad y relación ancho-altura de los cordones obtenidos. Los cordones de IN718 presentan una menor dilución que los depósitos de IN718–MM y del nanocompuesto siendo los valores de dilución de éstos dos últimos muy similares. El proceso de molienda mecánica incrementa el 3% de dilución de los depósitos de IN718–MM respecto del polvo comercial, probablemente por el aumento de tamaño promedio de partícula (de 75 μm a 98 μm) y por el cambio de morfología (de esférica a semi-esférica) de las partículas. Por otro lado, las nanopartículas de alúmina reducen 1% de dilución de los cordones respecto al IN718–MM. Esto indicaría que la alúmina ayuda a reducir la dilución sin embargo, la reducción de la dilución podría deberse a la disminución del tamaño promedio de partícula (de 98 μm a 38 μm). De acuerdo a los resultados de la Tabla 4.5, la dilución de los cordones del NCMM–MM1 es 2% mayor que la dilución de los cordones de IN718 comercial. Por lo tanto, la Al_2O_3 tiende a aumentar un poco la dilución de los cordones ya que se ha reportado [60] que los cerámicos se comportan como concentradores de calor y tienden a aumentar la dilución.

De acuerdo a los resultados de la Tabla 4.5, la mayor zona afectada por el calor se presenta en los cordones del nanocompuesto IN718/ Al_2O_3 independiente de los parámetros de depósito. Los cordones de IN718/ Al_2O_3 incrementan en promedio 26 % su ZAC respecto al IN718 comercial. Esto se puede atribuir a que las nanopartículas cerámicas dentro de la

matriz metálica disminuyen o retardan la dispersión de calor en el depósito como consecuencia de su baja conductividad térmica [60]. Los depósitos de IN718 molido presentan la menor ZAC, ~9 % menor respecto al IN718 lo cual esté probablemente esté relacionado con el tamaño promedio de partícula, es decir, mientras más grande sea la partícula, menor es la ZAC.

Respecto a la relación ancho–altura los cordones del NCMM– MM1 presentan los menores valores seguidos de los depósitos de IN718 – MM y finalmente los correspondientes al polvo comercial. Las nanopartículas de Al₂O₃ producen depósitos más delgados y altos (Fig. 4.22) en comparación con el IN718 y el IN718–MM debido probablemente a que los flujos de Marangoni del nanocompuesto son diferentes a los del polvo comercial y molido por lo que la dilución, ZAC y relación ancho-altura están fuertemente relacionados a la trayectoria que siguen las nanopartículas de Al₂O₃ durante los procesos de solidificación y enfriamiento. Recordando que los flujos de Marangoni son las trayectorias que siguen los flujos dentro de la alberca fundida. Dichas trayectorias cambian respecto al polvo y a los parámetros de depósito.

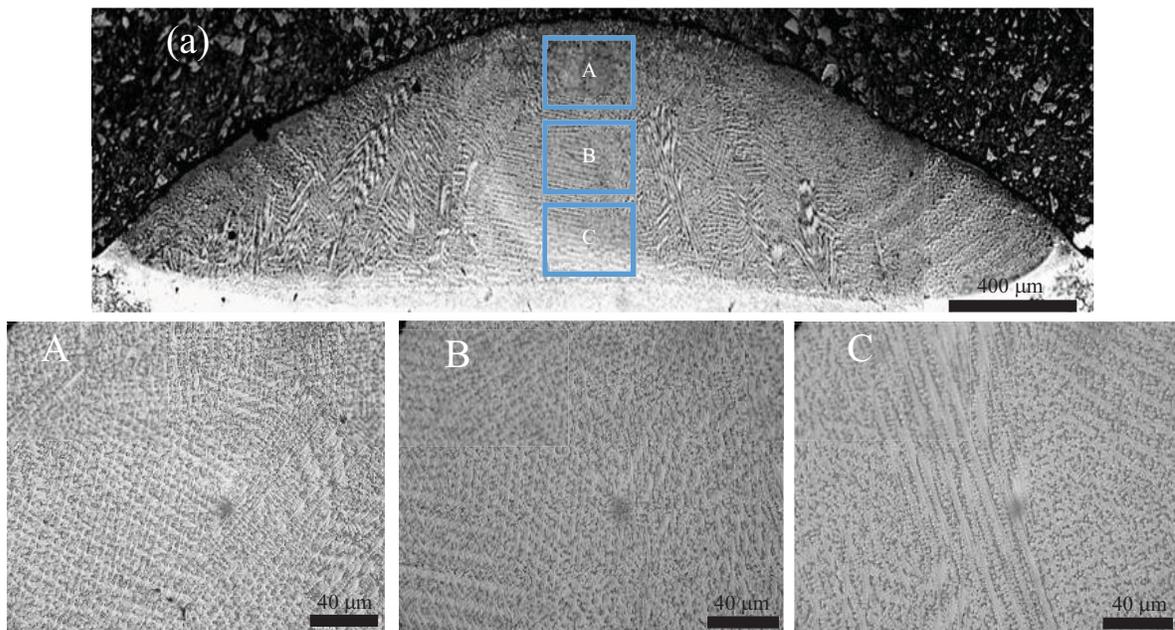
Tabla 4.5. Características geométricas de los cordones de IN718 comercial, IN718–MM, y del NCMM–MM1 depositados con los parámetros de la Tabla 3.8

Muestra	Dilución (%)	ZAC (μm ²)	Porosidad (%)	Relación ancho-altura
1IN	22	1636290	0.201	5
1MM	25	1398692	0.056	5
3	24	2252935	0.017	3
2IN	26	1385535	0.12	5
2MM	29	1326539	0.235	4
11	28	1858109	0.074	4

4.3.4 Microestructura y composición química de los cordones de IN718, IN718–MM e NCMM–MM1

La Figura 4.23 muestra la microestructura general de los cordones de Inconel comercial, IN718–MM y NCMM–MM1 con sus respectivas imágenes a mayor magnificación de la parte inferior, central y superior. Como se observa en la Fig. 4.23a y 4.23b, la microestructura del cordón correspondiente al polvo de IN718 comercial y del IN718 molido es muy parecida.

Ambos cordones se conforman de dendritas y estructuras celulares finas en la zona superior y central. Por otro lado, la zona inferior del cordón 1IN presenta dendritas gruesas y muy alargadas debido a que el enfriamiento es más lento en la zona cercana al sustrato al no estar en contacto con el ambiente y con el flujo de protección [54]. La microestructura del cordón de IN718/Al₂O₃ (Fig. 4.23c) está compuesta de dendritas finas en la zona superior y central, mientras que la zona inferior presenta dendritas más gruesas y alargadas. La microestructura de los cordones de IN718/Al₂O₃ es más gruesa que la de los cordones de IN718 comercial y molido debido probablemente a un enfriamiento lento ocasionado por la menor disipación de calor de las partículas cerámicas durante el depósito [60]. Wang et al. [69] encontraron que el exceso (1.5 % en peso) de nanopartículas de Al₂O₃ en una matriz de NiCoCrAlY forman zonas de segregación en forma de flor lo cual disminuye la distribución uniforme de la alúmina y debilita la conversión de estructura dendrítica a celular ocasionando una microestructura gruesa y dendrítica. Mingxi et al [60], descubrieron fases secundarias (ϵ - Co) con fallas de apilamiento cuando las partículas de Al₂O₃ no están dispersadas homogéneamente en la matriz de base cobalto. Sin embargo, cuando se tiene la cantidad adecuada de nanopartículas de Al₂O₃ (1 % en peso) y que están bien distribuidas, ocurre un nuevo tipo de nucleación y rápida solidificación de la alberca fundida aumentando así la formación y refinamiento de granos equiaxiales [60][69].



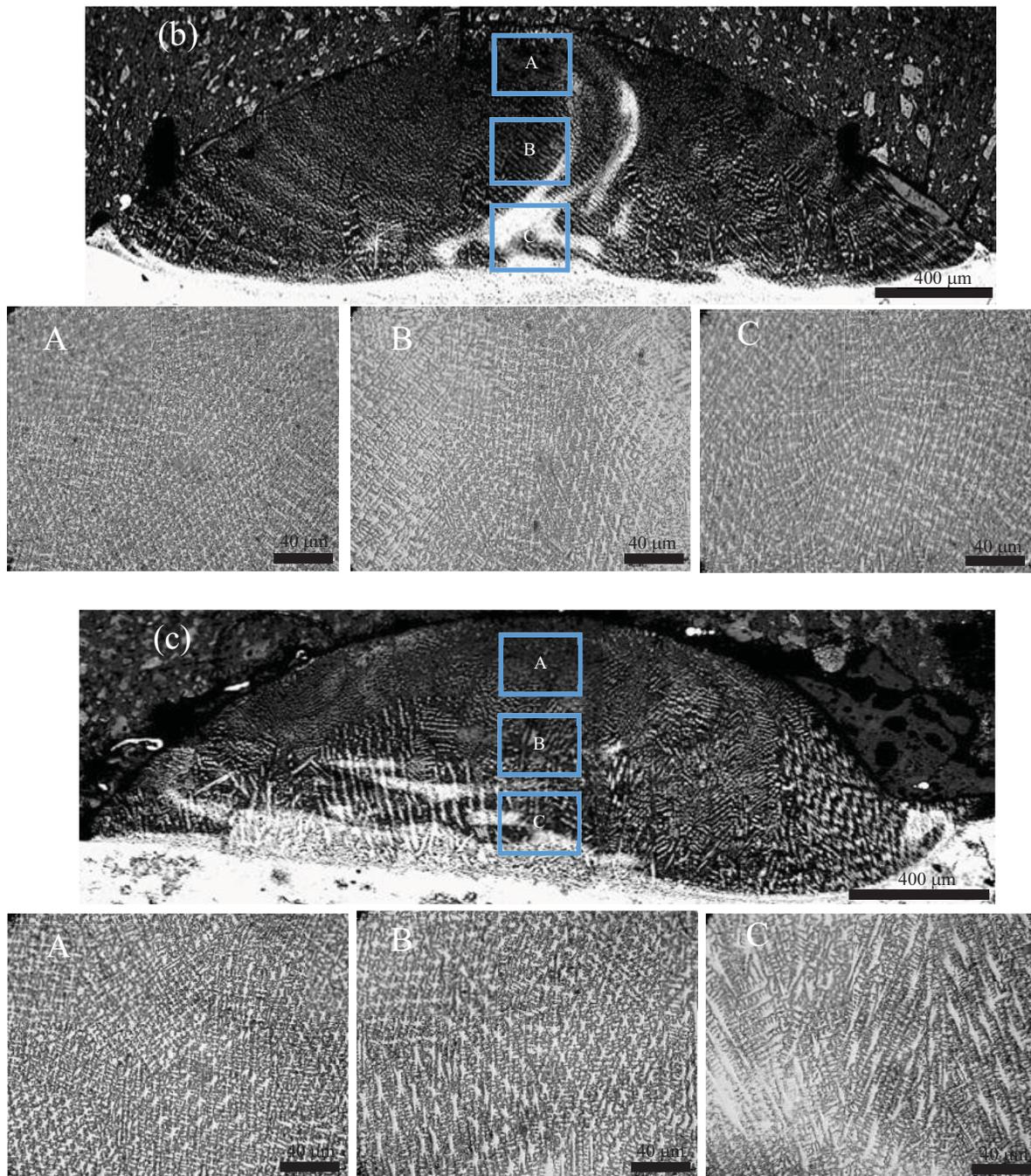
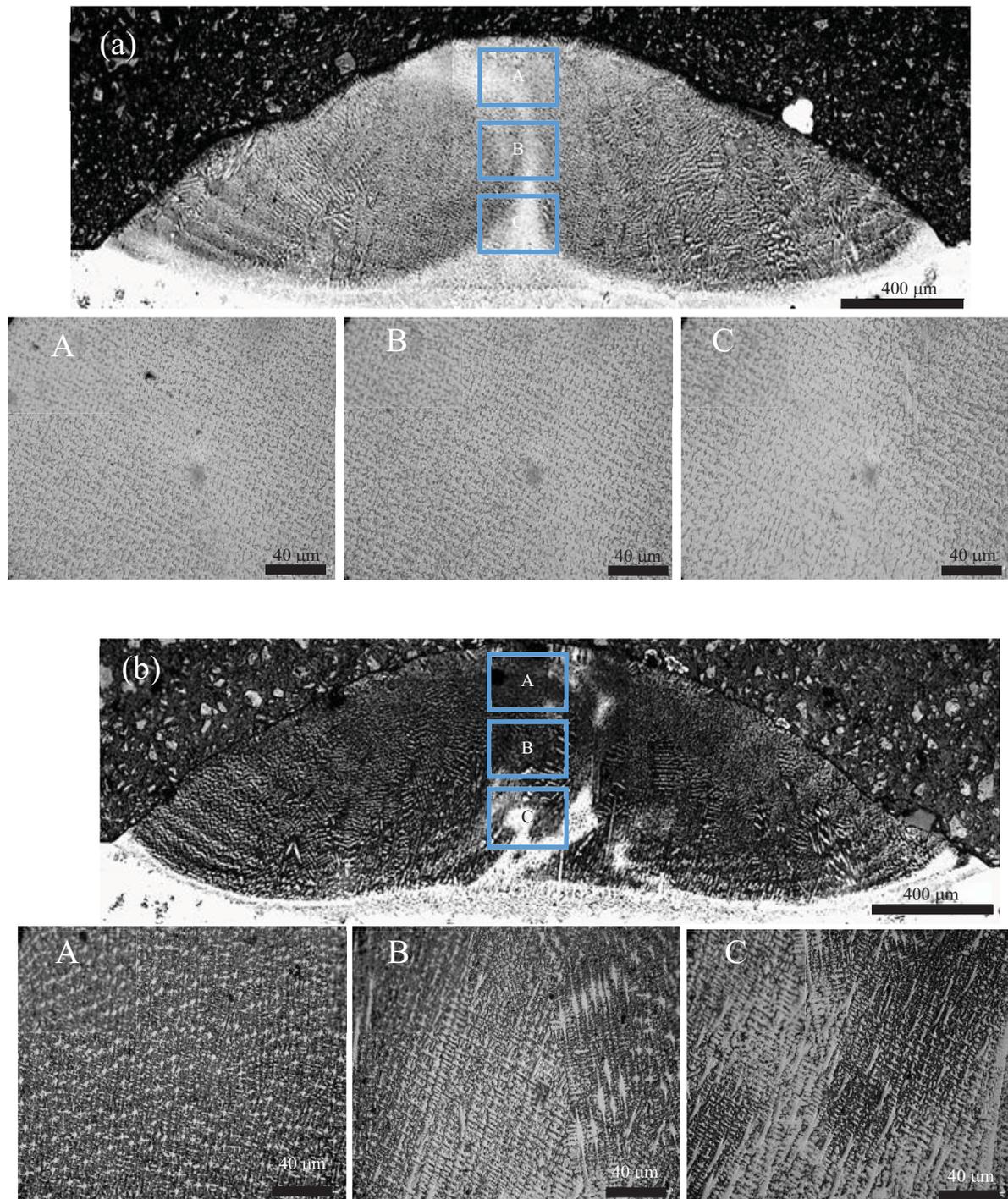


Fig. 4.23. Microestructura en la zona central de los cordones: (a) 1IN, (b) 1MM y (c) 3

La Fig. 4.24 muestra la microestructura de los cordones 2IN, 2MM y 11 con sus respectivas magnificaciones de la parte central en 3 zonas a lo largo de los cordones. Se observa que a pesar de que los cordones 1IN (Fig. 4.23a) y 2IN (Fig. 4.24a) tienen diferentes parámetros

de depósito, la microestructura retenida es muy similar (dendrítica y celular fina). A diferencia del caso anterior, la microestructura del cordón 2MM es más gruesa y dendrítica que la del 1MM probablemente como consecuencia de un enfriamiento más lento al utilizar un ciclo de trabajo del 60%. Finalmente, la microestructura del cordón 3 y 11 son muy similares independientemente de los parámetros del LC empleados. Ambos depósitos presentan dendritas gruesas y alargadas debido principalmente a la poca disipación de calor a causa de la presencia de las nanopartículas de alúmina [60].



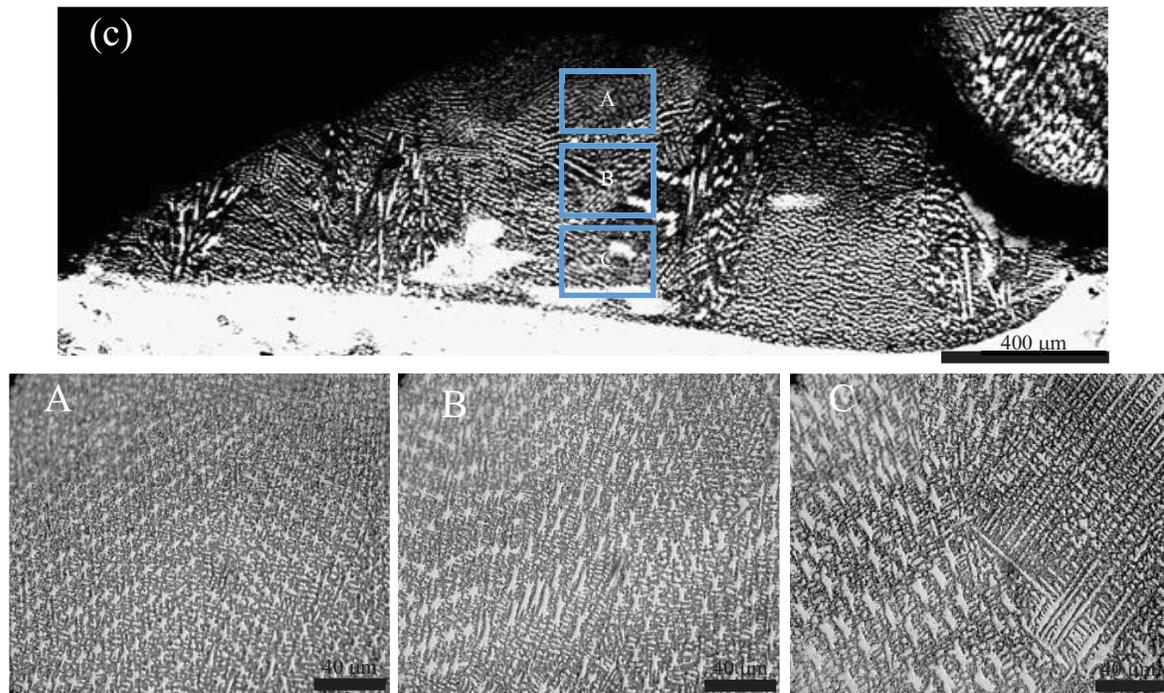


Fig. 4.24. Microestructura en la zona central de los cordones: (a) 2IN, (b) 2MM, (c) 11

La Tabla 4.6 muestra los análisis de composición química y microdureza de los cordones de IN718 depositados con y sin alúmina. Se observa que la concentración detectada de aluminio dentro de los cordones 1IN, 3, 2IN y 11 está por debajo de la composición nominal del polvo comercial (0.5 % en peso), es decir, en estos cordones se produjeron flujos de Marangoni que segregaron Al y O hacia la superficie de los cordones. De acuerdo a estos resultados, el cordón 1IN pierde 0.12 % en peso de Al respecto al porcentaje inicial del polvo y el depósito 2IN pierde 0.05 % en peso. Por otro lado, los cordones 3 y 11 perdieron el 2.85 y 2.91%, respectivamente, en peso de Al respecto al polvo inicial (3.23 % Al en peso), es decir, los depósitos del NCMM–MM1 no retuvieron nada del 5 % en peso de las nanopartículas de Al_2O_3 que se adicionó al polvo. Los únicos depósitos que no presentan una pérdida de Al dentro de los cordones son el 1MM y 2MM. Se observa que los cordones 1MM y 2MM son los de mayor microdureza probablemente a su microestructura fina y mayor cantidad de Al y O dentro del cordón. Los cordones 3 y 11 son los de menor microdureza debido a la segregación completa del cerámico y a su microestructura dendrítica gruesa.

Tabla 4.6. Microdureza y porcentaje de Al y O dentro de los cordones de IN718 comercial (1IN y 2IN), IN718 molido (1MM y 2MM) e IN718/Al₂O₃ (3 y 11)

Muestra	Al (% en peso)	O (% en peso)	Al ₂ O ₃ (% en peso)	Microdureza (HV _{0.2})
1IN	0.38	0.35	N/A	262 ± 5.0
1MM	0.81	3.02	N/A	265 ± 5.1
3	0.36	0.84	0	248 ± 8.5
2IN	0.45	0.55	N/A	252 ± 5.1
2MM	0.91	2.0	N/A	274 ± 9.1
11	0.37	1.77	0	252 ± 12.0

Para corroborar estos resultados se realizaron análisis microestructurales adicionales y mapeos de composición química en todos los cordones. La Fig. 4.25 muestra la sección transversal del cordón 1IN (Fig. 4.25a), una magnificación de la superficie del cordón (Fig. 4.25b) y del área segregada (Fig. 4.25c). El mapeo del Al, Ti, Cr, Ni, Fe y Nb se muestran también en la Fig. 4.25d.

El análisis microestructural demuestra que existe una segregación en ciertas regiones de la superficie del cordón (Figs. 4.25b y c). Dicha segregación, Fig. 4.25c, está compuesta en su mayoría por Al, Ti, Cr y O, ~29.9, 24.4, 5.2 y 39.9 % en peso, respectivamente, de acuerdo a los resultados de composición química corroborando el resultado del mapeo elemental.

La Figura 4.26 muestra el análisis similar realizado en el cordón 1MM. A pesar de que los primeros resultados muestran que este depósito no presentó una pérdida del contenido de Al, los análisis demuestran que existe una segregación de Al, Ti, Cr y O en ciertas regiones de la superficie del depósito 1MM (Fig. 4.26b). Resultados similares se observaron para el cordón 2IN y 2MM.

Esta segregación podría estar asociada a la afinidad química que hay entre los elementos, a la tasa de enfriamiento después del depósito la cual no es lo suficientemente rápida para evitar que los elementos de menor densidad floten hacia la superficie de la alberca fundida y/o a la presencia de oxígeno durante el depósito. A pesar de que durante el proceso se tenga un flujo de argón como protección, elementos tal y como el aluminio, titanio y cromo son propensos a oxidarse aún en condiciones de baja presión de oxígeno.

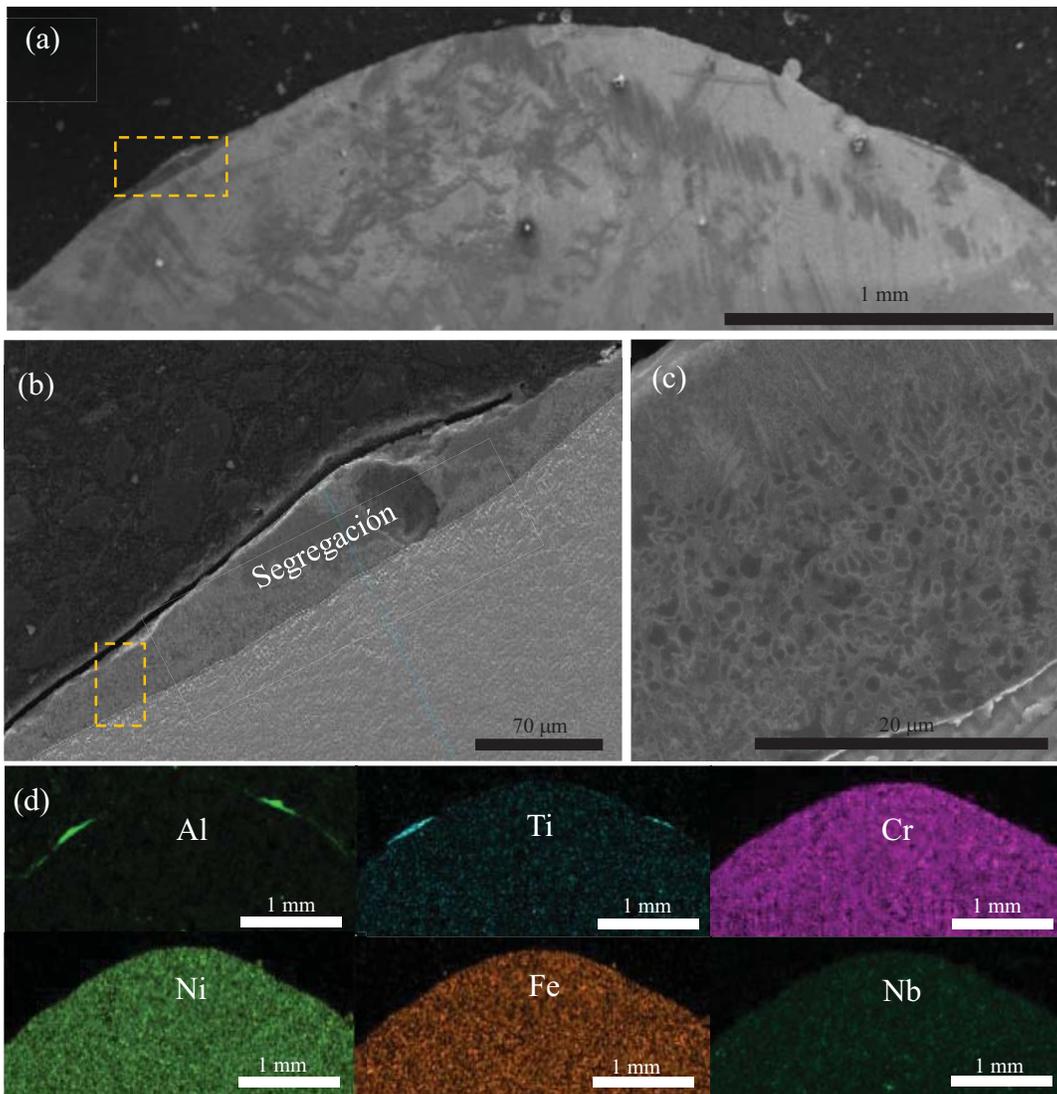


Fig. 4.25. (a) Sección transversal del cordón de IN718 comercial 1IN, (b) magnificación de la superficie del cordón 1IN para visualizar la segregación, (c) microestructura de una pequeña área de la segregación (d) mapeo elemental del cordón 1IN

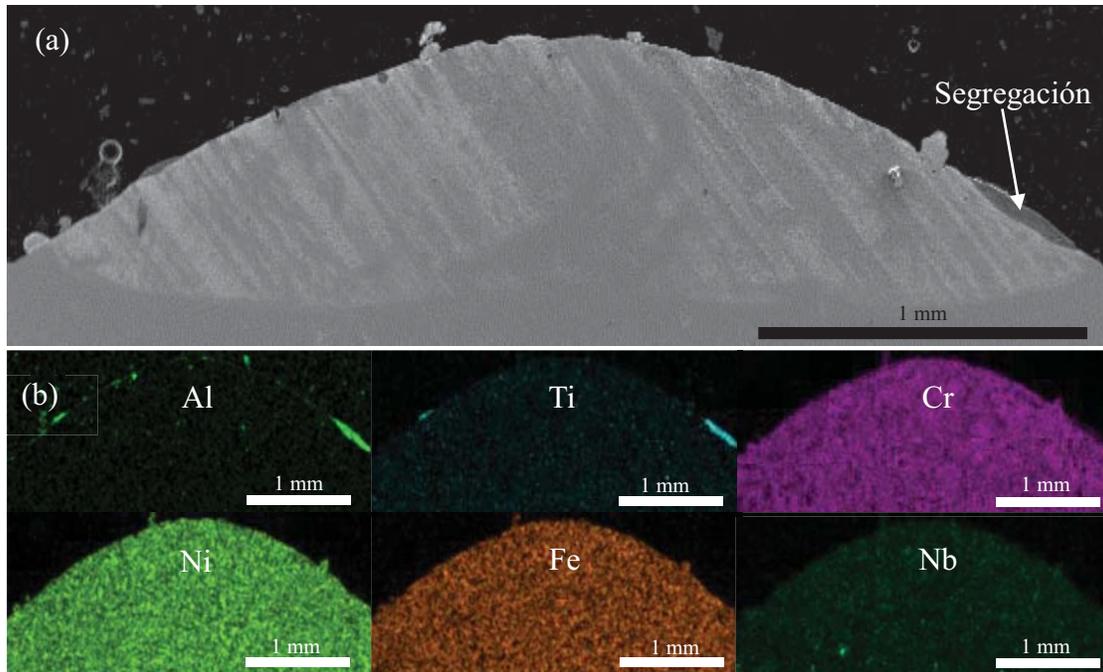


Fig. 4.26. (a) Sección transversal del cordón de IN718 molido 1MM, (b) mapeo elemental del cordón 1MM

Respecto a los depósitos del polvo NCMM–MM1, cordón 3 y 11, los análisis microestructurales adicionales muestran que el cerámico reforzante se encuentra segregado en la periferia de los cordones como se muestra en las Figs. 4.27 y 4.28. Los mapeos elementales de las Figs. 4.27b y 4.28b evidencian claramente que el Al, O, Ti y Cr están segregados en la superficie y sobre todo a la derecha del cordón. La microdureza que exhibe la segregación en la muestra 3 y 11 es de 1548 HV_{0.5} y 1466 HV_{0.5}, respectivamente.

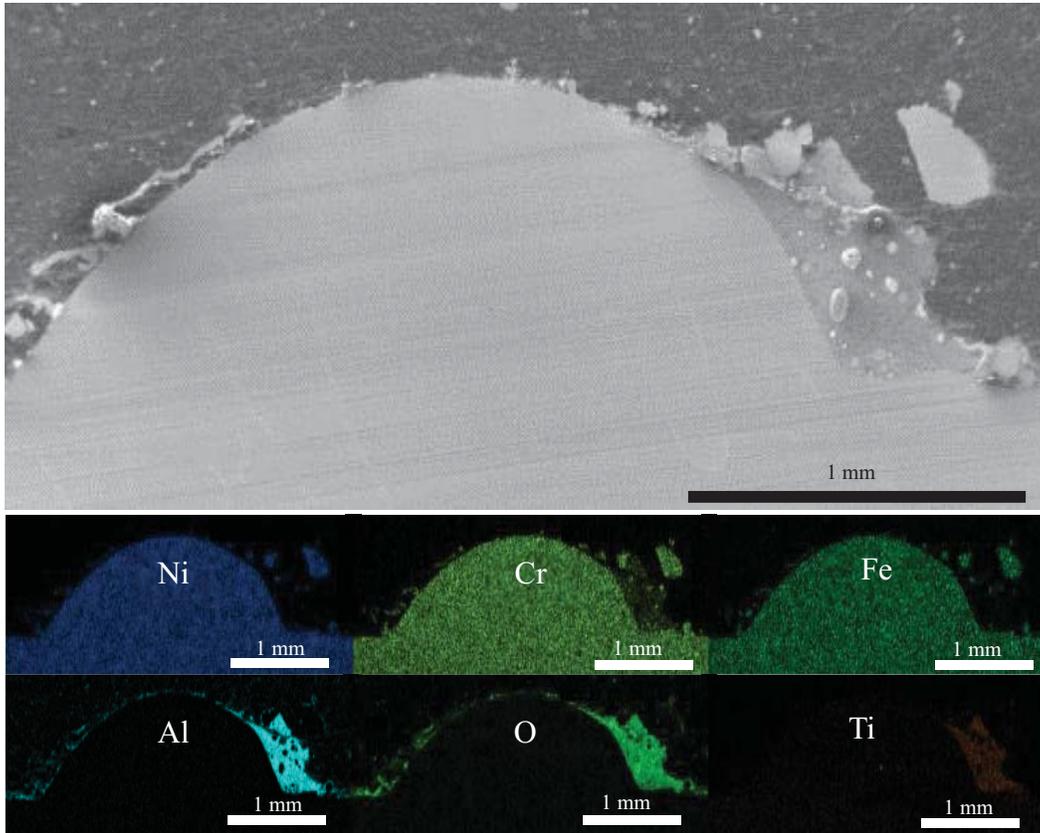


Fig. 4.27. Imagen en sección transversal del cordón 3 del nanocompuesto y su mapeo elemental correspondiente

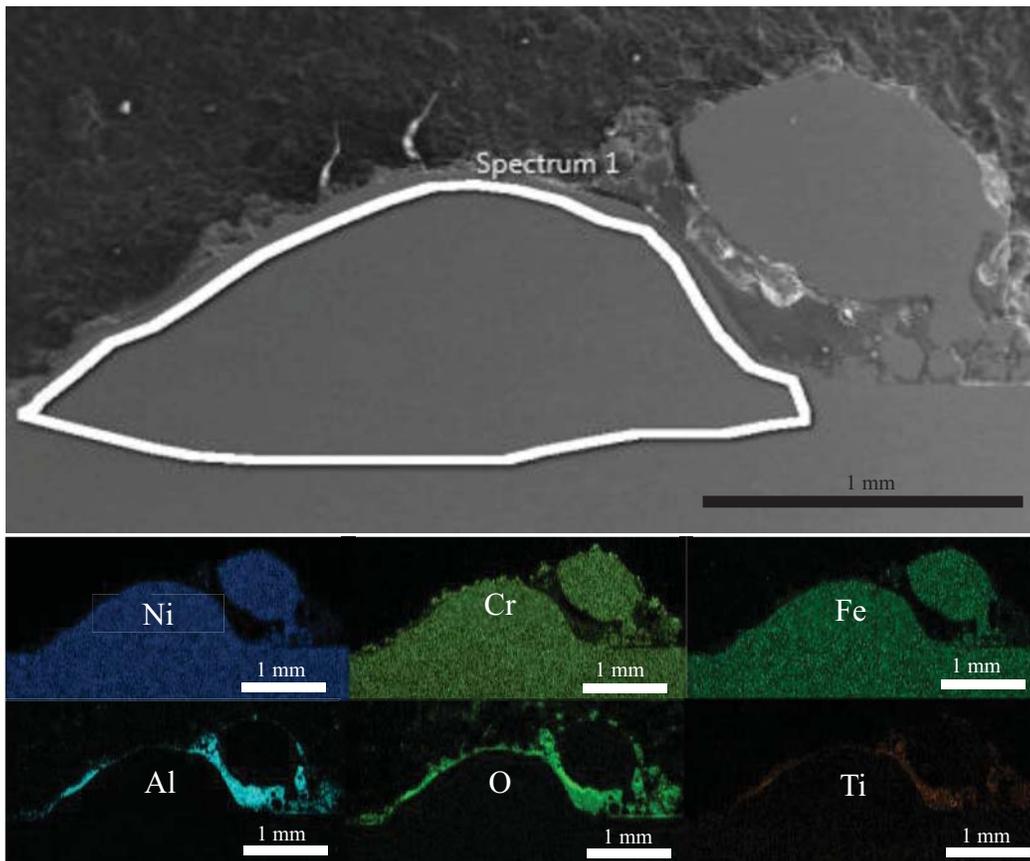


Fig. 4.28. Imagen en sección transversal del cordón 11 del nanocompuesto y su mapeo elemental correspondiente

Ha sido reportado que la pérdida de partículas cerámicas dentro de una matriz metálica puede atribuirse a varios fenómenos entre los que podemos mencionar: el bajo peso específico y densidad de las partículas cerámicas las cuales tienden a volar antes de impactar en el sustrato [52], por el efecto de *splashing* el cual ocurre cuando las partículas cerámicas rebotan en la superficie del sustrato y parecieran chispas brotando [60] y a las trayectorias negativas que sigue el flujo de la alberca fundida antes de solidificar (efecto de Marangoni) Sin embargo, dado que en el presente trabajo las nanopartículas cerámicas se encuentran embebidas en la matriz metálica, el efecto Marangoni es el principal responsable de la pérdida de las nanopartículas de alúmina [54]. Este efecto describe las diversas trayectorias de flujo que se forman dentro de la alberca fundida. Dichas trayectorias cambian respecto a los parámetros de depósito y al polvo utilizado. Probablemente las nanopartículas de Al_2O_3 produzcan flujos con trayectorias hacia la superficie de la alberca fundida y que por esto se segregue el cerámico. Por otra parte, la selección de los parámetros de depósito de LC es fundamental a fin de evitar la pérdida de partículas cerámicas. Por ejemplo, si las partículas reforzantes son muy pequeñas y el flujo másico no es lo suficientemente alto, dichas partículas no vencen la barrera de la tensión superficial negativa de la alberca fundida lo cual causa que queden segregadas en la superficie [53]. Aparte, velocidades de escaneo lentas producen enfriamientos muy lentos dando oportunidad a las partículas reforzantes de flotar hacia la superficie de la alberca fundida [37][52], además de concentrar mayor calor en la alberca fundida ocasionando que las partículas cerámicas se disuelvan [37]. De acuerdo a lo reportado por Feng et al. [52], Muvvala et al. [37] y Lee et al. [54] es necesario crear tensiones superficiales positivas con el objetivo de trasladar a las partículas reforzantes al interior del metal fundido.

4.3.5 Propiedades físicas y químicas de los depósitos del nanocompuesto de IN718/ Al_2O_3 del tercer bloque experimental

Como se mencionó en el capítulo de metodología experimental, el último bloque experimental se conforma de 8 depósitos con el objetivo de optimizar la retención de Al_2O_3

dentro de los cordones a la vez de que se mantiene una baja dilución (< 30%), porosidad (< 1%) y ZAC. Como se mencionó anteriormente, es difícil optimizar los parámetros del LC para no perder las partículas cerámicas dentro de una matriz metálica debido a que las partículas cerámicas con bajo peso específico tienden a volar antes de impactar en el sustrato [52], además de ser propensas a segregarse a la superficie del metal fundido dada su baja densidad [52] y a las trayectorias negativas que sigue el flujo de la alberca fundida antes de solidificar [54]. Por otra parte, su segregación y disolución dependen de los parámetros de LC empleados [54]. De acuerdo a las investigaciones de Feng [52], Muvvala [37] y Lee [54], para retener partículas cerámicas dentro del metal fundido se requieren altos flujos másicos de polvo y bajar la altura que va del cabezal al sustrato. Las altas velocidades de escaneo también producen flujos de Marangoni benéficos para la dispersión homogénea del cerámico dentro de la alberca fundida [52][54]. Por lo tanto, para este tercer bloque experimental se depositaron cordones de NCMM–MM1 incrementando los valores de velocidad de escaneo, potencia del láser y flujo másico (Tabla 3.9).

La Figura 4.29 muestra la calidad superficial de los 8 cordones de IN718/Al₂O₃ depositados. Se observan ciertas esferas incrustadas sobre la superficie del C1 al C4 como consecuencia del uso de velocidades altas [73]. Por otro lado, los cordones C5 al C8 no presentan esas esferas y tienen mejor acabado superficial al usar velocidades más bajas y potencias altas.

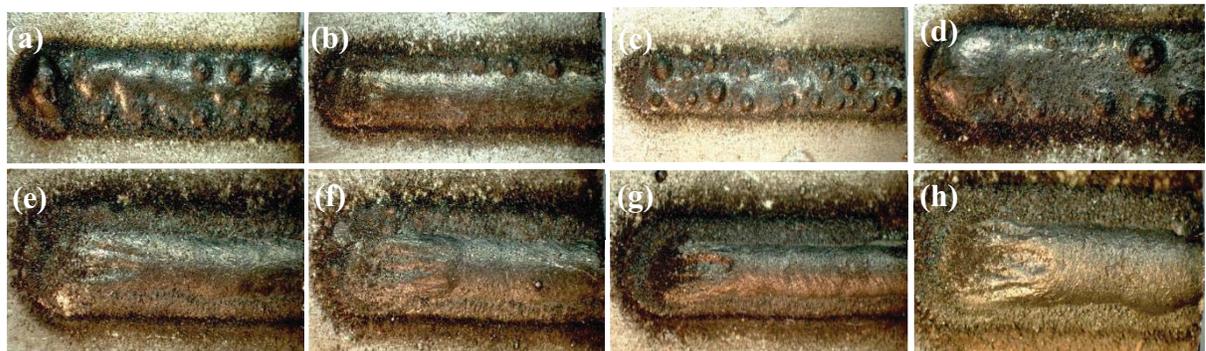


Fig. 4.29: Calidad superficial de los cordones: (a) C1, (b) C2, (c) C3, (d) C4, (e) C5, (f) C6, (g) C7 y (h) C8

La Tabla 4.7 muestra la porosidad, dilución, ZAC, relación ancho-altura, retención de las nanopartículas reforzantes y microdureza de los cordones depositados empleando los parámetros de la Tabla 3.8. De acuerdo a la Tabla 4.7 y la Fig. 4.30 se observa que los 8

cordones tienen muy baja porosidad (0.002 – 0.221 %), y que al combinar velocidades bajas (7 – 12 mm/s) y potencias pico altas (2500 - 2800 W) se obtiene los valores menores de porosidad, 0.002 a 0.007 %. Este comportamiento es de esperarse puesto que las velocidades altas de escaneo provocan que la alberca fundida atrape más gas del ambiente y del gas de protección [70][74][75][76].

Respecto a los valores de dilución los cordones C1, C3, C7 y C8 presentan una dilución aceptable (menor al 29 %). Las diluciones más bajas se encuentran al combinar velocidades bajas (7 - 17 mm/s) y potencias altas (1800 - 2500 W) debido al crecimiento de la altura del cordón con velocidades bajas y potencias altas [71][72]. El único cordón que presenta una dilución alta (52%) es el C4.

Por el contrario, las menores zonas afectadas por el calor se producen al utilizar las velocidades más altas (17 – 22 mm/s) y potencias pico más bajas (1800 W) por que las velocidades altas reducen el tiempo de contacto del láser sobre el sustrato y el polvo [20]. Además, las potencias bajas inducen menor energía [37].

Los cordones con mejor geometría y relación ancho– altura (3 - 6) son aquellos que combinan velocidades de 7 a 17 mm/s y potencias pico de 1800 a 2800 W debido a que las velocidades bajas y las potencias altas permiten obtener cordones más largos [71][72].

Tabla 4.7. Características físicas, microdureza y retención de Al₂O₃ en los cordones del tercer bloque experimental

Muestra	Porosidad (%)	Dilución (%)	ZAC (µm ²)	Relación ancho-altura	Al (% en peso)	O (% en peso)	Al ₂ O ₃ (% en peso)	Microdureza (HV _{0.2})
C1	0.019	22	713457	4	0.61	3.15	0.21	282 ± 7.4
C2	0.017	34	1119130	6	0.79	2.57	0.55	264 ± 14.2
C3	0.221	28	583271	8	0.7	5.39	0.34	264 ± 8.1
C4	0.007	52	925843	11	0.77	2.4	0.51	294 ± 19.3
C5	0.021	35	1757422	5	0.73	2.45	0.44	292 ± 20.7
C6	0.003	32	1437815	4	0.76	1.92	0.49	264 ± 5.0
C7	0.002	27	2862631	3	0.67	2.21	0.32	264 ± 3.4
C8	0.002	27	2298853	3	0.71	2	0.4	283 ± 5.6

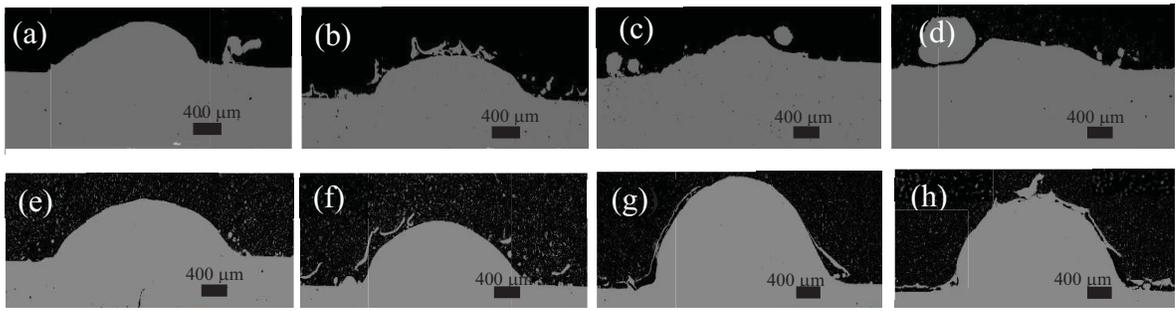


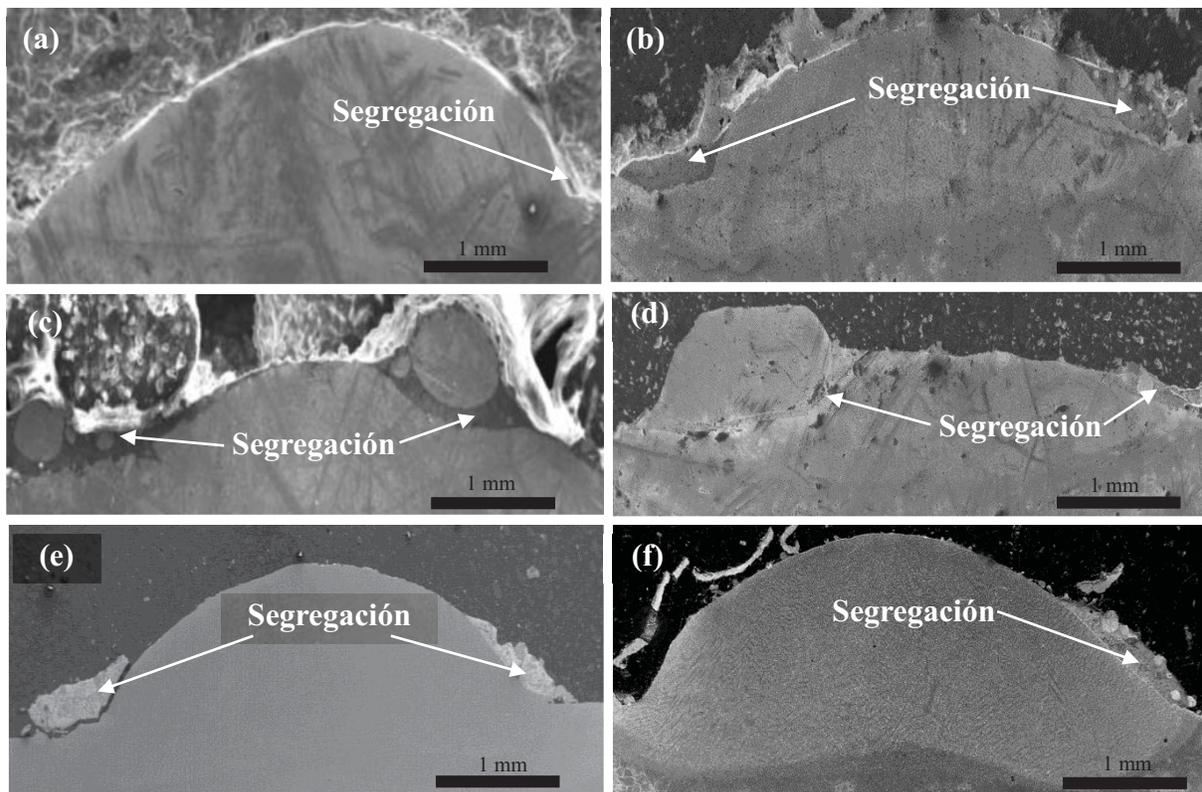
Fig. 4.30. Sección transversal de los cordones: (a) C1, (b) C2, (c) C3, (d) C4, (e) C5, (f) C6, (g) C7 y (h) C8

Los análisis de composición química reportados en la Tabla 4.7 muestran que la cantidad de Al dentro de todos los cordones es ligeramente mayor en comparación con la concentración nominal del polvo comercial de Inconel (0.5 % en peso). Entonces se puede mencionar que dentro de los cordones C1 al C8 se logró retener partículas de Al_2O_3 en bajas proporciones. Esta optimización se logró al aumentar el flujo másico, la potencia pico del láser y la velocidad de escaneo a comparación del primer bloque de experimentos. Los cordones que presentan la mayor retención de las partículas reforzantes son el C2 y C4, los cuales contienen 0.55 y 0.51%, respectivamente, del 5 % en peso de alúmina inicial. Ambos depositados con una potencia de 2500 W pero distinta velocidad, 17 y 22 mm/s, respectivamente. El menor porcentaje de cerámico retenido corresponde al cordón C1 el cual se depositó con una de las potencias más bajas (1800 W). Los resultados muestran que para aumentar o retener la mayor cantidad del cerámico reforzante dentro de los cordones, se deben utilizar potencias de láser y velocidades mayores a 2500 W y 12 mm/s, respectivamente. Estos resultados coinciden con lo reportado por Gopinath [37], y J. Feng et al. [52]. Gopinath [37] encontró que velocidades altas de escaneo dispersan las partículas reforzantes en la matriz metálica, por lo tanto, la microdureza y la resistencia al desgaste son mayores que aquellos compuestos depositados a velocidades de escaneo bajas. De manera similar, J. Feng et al. [52] confirmaron que el contenido de Al_2O_3 en una matriz de Ni-20Cr incrementa al aumentar la velocidad de escaneo ya que se reduce el efecto de convección en la alberca fundida. Por otra parte, se ha reportado que los flujos de alimentación, así como los ciclos de trabajo tienen influencia sobre la retención de partículas reforzantes. Por ejemplo, Lee et al [54], reportó que si el flujo másico es grande, la energía cinética del polvo es suficiente para romper la barrera de tensiones superficiales negativas que se forman en la alberca fundida. No existe diferencia significativa en la microestructura o en la distribución de las partículas de Al_2O_3

en el níquel al variar la alimentación de polvo, sin embargo, mientras mayor es la alimentación, mayor es el contenido de las partículas cerámicas y el espesor del recubrimiento [52]. Esto se debe a que aumenta la energía cinética de las partículas reforzantes y vencen más fácilmente la tensión superficial negativa de la alberca fundida [52]. Por su parte, mientras menor sea el ciclo de trabajo empleado, el tiempo de solidificación de la alberca fundida es menor, por lo tanto, las partículas reforzantes quedan atrapadas dentro del cordón antes de que floten a la superficie a causa de su baja densidad [53] y a flujos de convección [37].

A pesar de que se logró retener una pequeña cantidad de Al_2O_3 dentro de los cordones (Tabla 4.7), los análisis microestructurales muestran que los cordones presentan segregación en su periferia (Fig. 4.31) siendo los cordones C7 y C8 los que presentan muy poca segregación como se muestra en la Fig. 4.31g-h. De acuerdo a Muvvala [37], la combinación de potencias pico láser altas y bajas velocidades de escaneo producen altas energías que evaporan las partículas cerámicas.

Los valores de microdureza dentro de los cordones C1 al C8 aumentan ligeramente respecto a los depósitos del segundo bloque experimental (cordones 3 y 11). Este comportamiento está asociado a la retención de nanopartículas de Al_2O_3 como consecuencia del uso de velocidades y potencias más altas lo cual a su vez producen tasas de solidificación más rápidas.



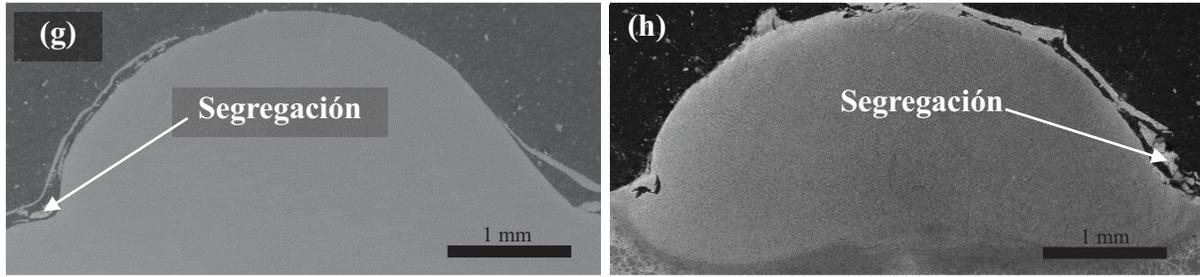


Fig. 4.31. Segregación presente en los cordones (a) C1, (b) C2, (c) C3, (d) C4, (e) C5, (d) C6, (f) C7 y (h) C8

La Figura 4.32 muestra la microestructura y la distribución de elementos en la segregación del cordón C4. De acuerdo a la composición química, la segregación está compuesta por dendritas columnares ricas en Al y O, 40 y 43.3 % en peso respectivamente, con límites interdendríticos ricos en Ti, 9.2%, y Cr precipitado en toda la zona de segregación (~6 %). Cabe mencionar que estas características se observan en las regiones de segregación de todos los cordones.

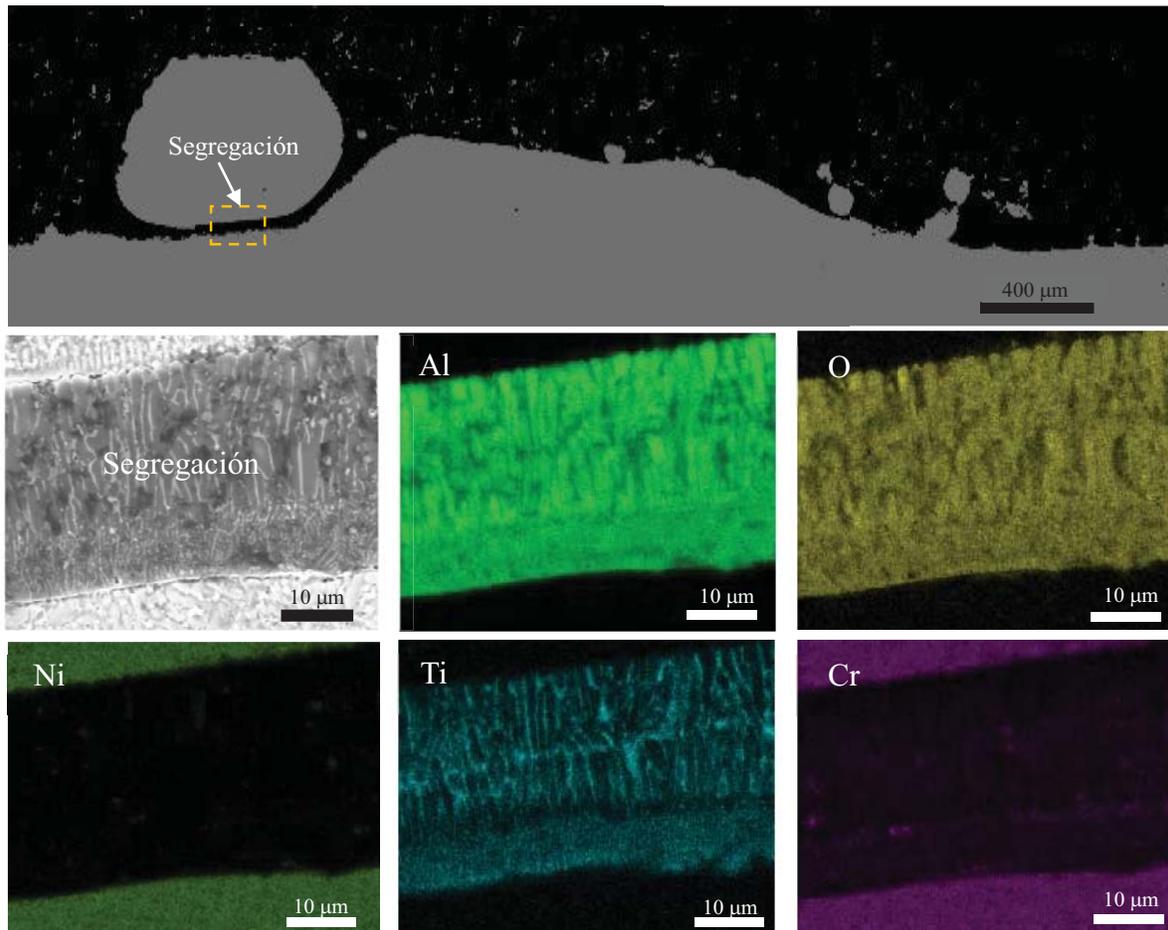


Fig. 4. 32. Mapeo de elementos de la zona segregada en el cordón C4

Capítulo 5. Conclusiones

- Se logró dispersar 5 % en peso de nanopartículas de Al_2O_3 en el IN718 por diversas técnicas que producen relativamente grandes cantidades de polvo sin la necesidad de emplear procesos de fusión convencionales. A diferencia de la MMAE, las técnicas de SN y MF no son capaces de introducir las nanopartículas dentro de la matriz metálica, simplemente recubren el polvo de Inconel por fuerzas de Van der Waals. La ventaja de los métodos de SN y MF es que retienen la morfología esférica de las partículas.
- A partir de 25 h de molienda, las nanopartículas de Al_2O_3 se dispersan homogéneamente dentro y fuera de las partículas de IN718. Además, las partículas de estos nanocompuestos adquieren una morfología semiesférica y tamaño adecuado para su posterior consolidación y/o funcionalización.
- El uso de temperaturas de enfriamiento durante la MMAE relativamente bajas, $-20\text{ }^\circ\text{C}$, disminuyen el tiempo de molienda de fabricación del nanocompuesto IN718/ Al_2O_3 obteniendo partículas semiesféricas con tamaño promedio de $27.4\text{ }\mu\text{m}$ con una distribución homogénea de las nanopartículas cerámicas.
- El principal efecto de las nanopartículas de Al_2O_3 es la reducción de eventos de soldadura durante la molienda, particularmente entre la matriz metálica de IN718 lo cual genera menores tamaños de partícula. A 30 h de MMAE se obtuvieron partículas de IN718-MM y NCMM-MM1 con un tamaño promedio de 98.3 y $37.5\text{ }\mu\text{m}$, respectivamente.
- Independientemente de los parámetros de depósito todos los cordones muestran mínima porosidad ($< 2\%$) y buena calidad superficial. Esto se debe al efecto de las nanopartículas de Al_2O_3 que incrementa el calor latente de fusión y la mojabilidad de la alberca fundida.
- El porcentaje de porosidad no se ve afectado por los parámetros de depósito. En cambio, la dilución se ve fuertemente modificado por la potencia y la velocidad de escaneo. El uso de velocidades bajas y potencias altas producen cordones muy altos por lo que la dilución disminuye. Por otro lado, la ZAC se comporta inversamente a la dilución, es decir, velocidades altas y potencias bajas producen pequeñas zonas afectadas por el calor debido a la aplicación de menor energía sobre el polvo y el sustrato. La relación ancho-alura del cordón se ve afectada principalmente por la velocidad de escaneo y el flujo másico, dicha relación disminuye al combinar velocidades bajas y flujos másicos altos. Es importante mencionar que al usar potencias medias muy bajas ($< 325\text{ W}$) los cordones

de IN718/ Al_2O_3 no se forman sobre el sustrato debido a que la energía no es lo suficientemente grande para fundir el polvo y el sustrato.

- Respecto a la influencia del proceso de molienda y la presencia de nanopartículas cerámicas se concluye que el proceso de molienda no tiene un efecto sobre la calidad superficial de los depósitos, sin embargo, incrementa la dilución de los depósitos, en comparación con los cordones de IN718 comercial, y disminuye la ZAC lo cual se atribuye al aumento de tamaño promedio y por el cambio de morfología de las partículas. Por su parte, la presencia de nanopartículas de Al_2O_3 en la matriz metálica de IN718 tiende a aumentar la dilución y ZAC debido a que las partículas cerámicas concentran el calor en el depósito debido a su baja conductividad térmica. Además, la Al_2O_3 produce depósitos más delgados y altos lo cual puede atribuirse a que las trayectorias de flujo dentro de la alberca fundida (flujos de Marangoni) no son iguales respecto a los flujos del IN718 comercial y molido. El proceso de molienda no afecta la microestructura de los cordones sin partículas reforzantes debido a que el tiempo de solidificación de la alberca fundida es muy parecida. No obstante, la presencia de las nanopartículas de alúmina en el Inconel genera dendritas más gruesas y alargadas como consecuencia de una menor dispersión de calor durante los procesos de solidificación y enfriamiento.
- El uso de potencias, velocidades y flujos máxicos bajos no permiten la retención de las nanopartículas de alúmina dentro del depósito a consecuencia posiblemente de los fuertes efectos de Marangoni y al prolongado tiempo de enfriamiento causando la segregación de Al, Ti, Cr y O en ciertas regiones de la superficie de los cordones.
- La combinación de potencias y velocidades altas durante el depósito permite retener mayor cantidad de alúmina (~ 11% respecto al 5% agregado) dentro de los cordones. Sin embargo, esta combinación sigue causando la segregación de Al, O, Ti y Cr en la superficie de los cordones. Esto puede estar asociado a que la solidificación de la alberca fundida no es lo suficiente rápida para evitar que las nanopartículas de Al_2O_3 floten hacia la superficie. Además, probablemente los flujos de Marangoni no siguen trayectorias hacia el centro y las partes más profundas de la alberca fundida. Probablemente por la baja densidad de las nanopartículas de Al_2O_3 y la falta de una mayor energía cinética del polvo y de la alberca fundida, los flujos de Marangoni tienden a dirigirse hacia la superficie.

Productos académicos

Participación en el congreso IMRC-XXVIII con los trabajos “*Evolution and characterization of Inconel 718/Al₂O₃ nanocomposite powder fabricated by high-energy mechanical milling*” y “*Mechanical milled IN718-Al₂O₃ nanocomposite deposited by laser cladding*”, Cancún Quintana Roo, Agosto 2019 (Anexo 1, 2 y 3, respectivamente).

Participación en la XII Jornadas y 2do Encuentro Nacional de Investigación en Ciencias Químicas con el trabajo “*Depósito y caracterización del nanocompuesto IN718/Al₂O₃ preparado por molienda mecánica de alta energía*”, Zacatecas, Zac. Agosto 2019 (Anexo 4).

Participación en la 1era Conferencia Interdisciplinaria de Cátedras CONACYT con el trabajo “*Fabricación de compuestos de matriz metálica Inconel 718/Al₂O₃ por diversas técnicas para su aplicación en la industria aeroespacial*”, Zacatecas, Zac. Agosto 2019 (Anexo 5).

Estancia académica en CIDESI unidad Querétaro en la dirección de ingeniería de superficies en donde se realizaron trabajos de laboratorio del procesamiento de materiales, depósito por manufactura aditiva y el uso de técnicas de caracterización durante el periodo Enero-Abril 2019 (Anexo 6 y 7).

Capítulo 6. Referencias

- [1] B. Geddes, H. Leon, and X. Huang, *Superalloys: Alloying and Performance*. ASM International, 2010.
- [2] S. Zhang and Dongliang Zhao, *Aerospace Materials Handbook*. CRC Press, 2013.
- [3] J. K. Tien and T. Caulfield, *Superalloys, Supercomposites and Superceramics*. Elsevier, 2012.
- [4] S. Bose, *High Temperature Coatings*. Elsevier, 2007.
- [5] H. XD, Y. YS, W. ZF, Y. GQ, and C. XC, “High temperature creep behavior of in-situ TiC particulate reinforced Fe–Cr–Ni matrix composite,” *Mater. Sci. Eng.*, 2000.
- [6] H. Wang, D. Zuo, G. Chen, G. Sun, X. Li, and X. Cheng, “Hot corrosion behaviour of low Al NiCoCrAlY cladded coatings reinforced by nano-particles on a Ni-base super alloy,” *Corros. Sci.*, vol. 52, no. 10, pp. 3561–3567, 2010.
- [7] J. R. Pickens, “Aluminium powder metallurgy technology for high-strength applications,” *J. Mater. Sci.*, vol. 16, no. 6, pp. 1437–1457, 1981.
- [8] V. Udhayabanu, K. R. Ravi, and B. S. Murty, “Development of in situ NiAl–Al₂O₃ nanocomposite by reactive milling and spark plasma sintering,” *J. Alloys Compd.*, vol. 509, no. SUPPL. 1, pp. S223–S228, 2011.
- [9] D. B. Miracle, S. L. Donaldson, S. D. Henry, W. W. Scott, J. J. Brown Kelly Ferjutz Edward Kubel, and J. Heather Lampman Elizabeth Marquard Beverly Musgrove Mary Jane Riddlebaugh Juli Williamson, *ASM Handbook Volume 21 Composites Prepared under the direction of the ASM International Handbook Committee*, vol. 21. 2001.
- [10] C. T. J. Low, R. G. A. Wills, and F. C. Walsh, “Electrodeposition of composite coatings containing nanoparticles in a metal deposit,” *Surf. Coatings Technol.*, vol. 201, no. 1–2, pp. 371–383, 2006.
- [11] J. Rösler and M. Bäker, “Theoretical concept for the design of high-temperature materials by dual-scale particle strengthening,” *Acta Mater.*, vol. 48, no. 13, pp. 3553–3567, 2000.
- [12] J. S. Benjamin and M. J. Bomford, “Dispersion Strengthened Aluminum Made By Mechanical Alloying,” *Met. Trans A*, vol. 8 A, no. 8, pp. 1302–1305, 1977.
- [13] L. He, Y. Tan, X. Wang, T. Xu, and X. Hong, “Microstructure and wear properties

- of Al₂O₃-CeO₂/Ni-base alloy composite coatings on aluminum alloys by plasma spray,” *Appl. Surf. Sci.*, vol. 314, pp. 760–767, 2014.
- [14] K. Akhtar, Z. U. Khan, M. Gul, N. Zubair, and S. S. A. Shah, “Electrodeposition and Characterization of Ni-Al₂O₃ Nanocomposite Coatings on Steel,” *J. Mater. Eng. Perform.*, vol. 27, no. 6, pp. 2827–2837, 2018.
- [15] S. C. Tjong, “Novel nanoparticle-reinforced metal matrix composites with enhanced mechanical properties,” *Adv. Eng. Mater.*, vol. 9, no. 8, pp. 639–652, 2007.
- [16] “Mechano Fusion® System AMS Designed for particle-to-particle combination in order to enhance particle performance,” *KONA Powder Part.*, vol. 17, pp. 244–250, 1999.
- [17] P. F. Ricardo Cuenca-Alvarez, Carmen Monterrubio-Badillo, H el ene Ageorges, “Mechanofusion Processing of Metal-Oxide Composite Powders for Plasma Spraying,” *Mater. Res. Soc.*, vol. 1276, 2010.
- [18] C. Suryanarayana, “Mechanical Alloying and Milling Mechanical Engineering,” *Prog. Mater. Sci.*, vol. 46, pp. 1–184, 2001.
- [19] H. Zoz, H. Ren, R. Reichardt, and H. U. Benz, “Mechanical Alloying -Principle, Development and Current Activities,” pp. 1–41, 2000.
- [20] E. Toyserkani, A. Khajepour, and S. Corbin, *Laser Cladding*. CRC PRESS, 2017.
- [21] L. J. Kumar and C. G. K. Nair, “Laser metal deposition repair applications for Inconel 718 alloy,” *Mater. Today Proc.*, vol. 4, no. 10, pp. 11068–11077, 2017.
- [22] M. Bambach, I. Sizova, F. Silze, and M. Schnick, “Hot workability and microstructure evolution of the nickel-based superalloy Inconel 718 produced by laser metal deposition,” *J. Alloys Compd.*, vol. 740, pp. 278–287, 2018.
- [23] P. Han, “Additive Design and Manufacturing of Jet Engine Parts,” *Engineering*, vol. 3, no. 5, pp. 648–652, 2017.
- [24] I. M. Makena, M. B. Shongwe, M. M. Ramakokovhu, and M. L. Lethabane, “A Review on Sintered Nickel based Alloys,” vol. 2, no. 99348, pp. 3–8, 2017.
- [25] Y. Q. J. Jiang, G. Xiao, and Y. Wang, “Microstructure evolution of wrought nickel based superalloy GH4037 in the semi-solid state.”
- [26] B. Onuikwe, B. Heer, and A. Bandyopadhyay, “Additive manufacturing of Inconel 718—Copper alloy bimetallic structure using laser engineered net shaping

- (LENS™),” *Addit. Manuf.*, vol. 21, pp. 133–140, 2018.
- [27] L. Zhu, Z. F. Xu, and Y. F. Gu, “Microstructural evolution of laser solid forming Inconel 718 superalloy under different laser power,” *Mater. Lett.*, vol. 217, pp. 159–162, 2018.
- [28] D. B. Miracle, “Metal matrix composites - From science to technological significance,” *Compos. Sci. Technol.*, vol. 65, pp. 2526–2540, 2005.
- [29] V. G. Karayannis and A. K. Moutsatsou, “Synthesis and characterization of nickel-alumina composites from recycled nickel powder,” *Adv. Mater. Sci. Eng.*, vol. 2012, 2012.
- [30] B. K. Anil Kumar, M. G. Ananthaprasad, and K. GopalaKrishna, “A review on mechanical and tribological behaviors of nickel matrix composites,” *Indian J. Sci. Technol.*, vol. 9, no. 2, 2016.
- [31] “INCONEL alloy MA754,” in *Special Metals Corp*, vol. 3, pp. 1–8.
- [32] S. K. Kang and R. C. Benn, “Characterization of INCONEL alloy MA 6000 powder,” *Metall. Trans. A*, vol. 18, no. 6, pp. 747–752, 1987.
- [33] B. A. Ewing and S. K. Jain, “Development of Inconel Alloy MA 6000 Turbine Blades for Advanced Gas Turbine Engine Designs,” pp. 131–140, 2012, doi: 10.7449/1988/superalloys_1988_131_140.
- [34] C. Ma, J. Zhao, C. Cao, T.-C. Lin, and X. Li, “Fundamental Study on Laser Interactions With Nanoparticles- Reinforced Metals — Part I : Effect of Nanoparticles on Optical Reflectivity , Specific Heat , and Thermal Conductivity,” vol. 138, no. December 2016, pp. 1–7, 2017.
- [35] H. Gleiter, “Nanostructured Materials : State of The Art and Perspectives,” *Pergamon Nan&structurcd Mater.*, no. 6, pp. 25–9, 1995.
- [36] Y. Yang, J. Lan, and X. Li, “Study on bulk aluminum matrix nano-composite fabricated by ultrasonic dispersion of nano-sized SiC particles in molten aluminum alloy,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 380, no. 1, pp. 378–383, 2004.
- [37] G. Muvvala, D. Patra Karmakar, and A. K. Nath, “In-process detection of microstructural changes in laser cladding of in-situ Inconel 718/TiC metal matrix composite coating,” *J. Alloys Compd.*, vol. 740, pp. 545–558, 2018.
- [38] K. S. Suslick, “Ultrasound: Its Chemical, Physical, and Biological Effects,” *VCH*,

1988.

- [39] E. D. Rodeghiero, O. K. Tse, J. Chisaki, and E. P. Giannelis, "Synthesis and properties of Ni- α -Al₂O₃ composites via sol-gel," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 195, pp. 151–161, 1995.
- [40] E. Beltowska-Lehman, P. Indyka, A. Bigos, M. J. Szczerba, and M. Kot, "Ni-W/ZrO₂ nanocomposites obtained by ultrasonic DC electrodeposition," *Mater. Des.*, vol. 80, pp. 1–11, 2015.
- [41] B. JS, "Sci Amer," p. 234(5):40±8., 1976.
- [42] K. C. Davis RM, "Scripta Metall," p. 21:305±10, 1987.
- [43] K. C. Davis RM, McDermott B, "Metall Trans," p. A19:2867±74., 1988.
- [44] S. Z. Anvari, F. Karimzadeh, and M. H. Enayati, "Synthesis and characterization of NiAl-Al₂O₃ nanocomposite powder by mechanical alloying," *J. Alloys Compd.*, vol. 477, pp. 178–181, 2009.
- [45] C. K. Lin, S. S. Hong, and P. Y. Lee, "Formation of NiAl-Al₂O₃ intermetallic-matrix composite powders by mechanical alloying technique," *Intermetallics*, vol. 8, no. 9–11, pp. 1043–1048, 2000.
- [46] T. Rong and D. Gu, "Formation of novel graded interface and its function on mechanical properties of WC1-xreinforced Inconel 718 composites processed by selective laser melting," *J. Alloys Compd.*, vol. 680, pp. 333–342, 2016.
- [47] D. Herzog, V. Seyda, E. Wycisk, and C. Emmelmann, "Additive manufacturing of metals," *Acta Mater.*, vol. 117, pp. 371–392, 2016.
- [48] K. S. Prakash, T. Nancharaih, and V. V. S. Rao, "Additive Manufacturing Techniques in Manufacturing -An Overview," *Mater. Today Proc.*, vol. 5, no. 2, pp. 3873–3882, 2018.
- [49] S. Szemkus, B. Kempf, S. Jahn, G. Wiehl, F. Heringhaus, and M. Rettenmayr, "Laser additive manufacturing of contact materials," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 252, pp. 612–617, 2018.
- [50] S. Sui, C. Zhong, J. Chen, A. Gasser, W. Huang, and J. H. Schleifenbaum, "Influence of solution heat treatment on microstructure and tensile properties of Inconel 718 formed by high-deposition-rate laser metal deposition," *J. Alloys Compd.*, vol. 740, pp. 389–399, 2018.

- [51] B. Graybill, M. Li, D. Malawey, C. Ma, J. M. Alvarado-Orozco, and E. Martinez-Franco, “Additive manufacturing of nickel-based superalloys,” *ASME 2018 13th Int. Manuf. Sci. Eng. Conf. MSEC 2018*, vol. 1, 2018.
- [52] J. Feng, M. G. S. Ferreira, and R. Vilar, “Laser cladding of Ni-Cr/Al₂O₃ composite coatings on AISI 304 stainless steel,” p. 7, 1996.
- [53] H. Yan, P. Zhang, Q. Gao, Y. Qin, and R. Li, “Laser cladding Ni-based alloy/nano-Ni encapsulated h-BN self-lubricating composite coatings,” *Surf. Coatings Technol.*, vol. 332, pp. 422–427, 2017.
- [54] Y. S. Lee, M. Nordin, S. S. Babu, and D. F. Farson, “Influence of fluid convection on weld pool formation in laser cladding,” *Weld. J.*, vol. 93, pp. 292–300, 2014.
- [55] Q. Jia and D. Gu, “Selective laser melting additive manufacturing of TiC/Inconel 718 bulk-form nanocomposites: Densification, microstructure, and performance,” *J. Mater. Res.*, vol. 29, no. 17, pp. 1960–1969, 2014.
- [56] Y. Wang, Y. Wang, and J. Shi, “Reinforcing Inconel 718 Superalloy by Nano-TiC Particles in Selective Laser Melting,” pp. 1–8, 2016.
- [57] C. Wang, Y. Gao, R. Wang, D. Wei, M. Cai, and Y. Fu, “Microstructure of laser-clad Ni60 cladding layers added with different amounts of rare-earth oxides on 6063 Al alloys,” *J. Alloys Compd.*, vol. 740, pp. 1099–1107, 2018.
- [58] F. Y. C. Boey, Z. Yuan, and K. A. Khor, “Mechanical alloying for the effective dispersion of sub-micron SiCp reinforcements in Al-Li alloy composite,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 252, no. 2, pp. 276–287, 1998.
- [59] B. D. Cullity, *Elements of X-ray diffraction*, vol. 531. ADDISON-WESLEY PUBLISHING COMPANY, INC., 1956.
- [60] M. Li, Y. He, X. Yuan, and S. Zhang, “Microstructure of Al₂O₃ nanocrystalline / cobalt-based alloy composite coatings by laser deposition,” *Mater. Des.*, vol. 27, no. 10, pp. 1114–1119, 2006.
- [61] H. Ruiz-Luna *et al.*, “Structural evolution of B2-NiAl synthesized by high-energy ball milling,” *J. Mater. Sci.*, vol. 48, no. 1, pp. 265–272, 2013.
- [62] “Hwang SJ, Nash P, Dollar M, Dymek S. Mater Sci Forum 1992;88±90:611±8.”
- [63] “Huang B-L, Perez RJ, Crawford PJ, Nutt SR, Lavernia EJ. Nanostructured Mater 1996;7:57±65.”

- [64] P. A. Hartley, G. D. Parfitt, and L. B. Pollack, "The role of the van der Waals force in the agglomeration of powders containing submicron particles," *Powder Technol.*, vol. 42, no. 1, pp. 35–46, 1985.
- [65] Q. Li, V. Rudolph, B. Weigl, and A. Earl, "Interparticle van der Waals force in powder flowability and compactibility," *Int. J. Pharm.*, vol. 280, no. 1–2, pp. 77–93, 2004.
- [66] C. Suryanarayana and C.C. Koch., "Nanocrystalline materials – Current research and future Directions," *Hyperfine Interact.*, vol. 130, pp. 5–44, 2000.
- [67] M. K. Mazumder *et al.*, "Influence of powder properties on the performance of electrostatic coating process," *J. Electrostat.*, vol. 40–41, pp. 369–374, 1997.
- [68] G. Gai, Y. Yang, L. Jin, X. Zou, and Y. Wu, "Particle shape modification and related property improvements," *Powder Technol.*, vol. 183, no. 1, pp. 115–121, 2008.
- [69] H. yu WANG, D. wen ZUO, Y. li SUN, F. XU, and D. ZHANG, "Microstructure of nanometer Al₂O₃ dispersion strengthened Ni-based high-temperature protective coatings by laser cladding," *Trans. Nonferrous Met. Soc. China (English Ed.)*, vol. 19, no. 3, pp. 586–591, 2009.
- [70] C. Zhong, A. Gasser, T. Schopphoven, and R. Poprawe, "Experimental study of porosity reduction in high deposition-rate Laser Material Deposition," *Opt. Laser Technol.*, vol. 75, pp. 87–92, 2015.
- [71] F. Caiazzo, "Laser-aided Directed Metal Deposition of Ni-based superalloy powder," *Opt. Laser Technol.*, vol. 103, pp. 193–198, 2018.
- [72] A. Barroi, D. A. Goncalves, S. Kaieler, and L. Overmeyer, "Influence of laser power on the shape of single tracks in scanner based laser wire cladding," *Phys. Procedia*, vol. 83, pp. 667–673, 2016.
- [73] D. E. Cooper, N. Blundell, S. Maggs, and G. J. Gibbons, "Additive layer manufacture of Inconel 625 metal matrix composites, reinforcement material evaluation," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 213, no. 12, pp. 2191–2200, 2013.
- [74] K. Yuan, W. Guo, P. Li, Y. Su, X. Lin, and Y. Li, "Influence of Process Parameters and Heat Treatments on the Microstructures and Dynamic Mechanical Behaviors of Inconel 718 Superalloy Manufactured by Laser Metal Deposition," 2018.
- [75] Q. Shi, D. Gu, M. Xia, S. Cao, and T. Rong, "Effects of laser processing parameters

on thermal behavior and melting/solidification mechanism during selective laser melting of TiC/Inconel 718 composites,” *Opt. Laser Technol.*, vol. 84, pp. 9–22, 2016.

- [76] X. Zhan, C. Qi, Z. Gao, D. Tian, and Z. Wang, “The influence of heat input on microstructure and porosity during laser cladding of Invar alloy,” *Opt. Laser Technol.*, vol. 113, pp. 453–461, 2019.