

Tesista: Mariana Poliserpi

Título al que aspira: Doctora en Ciencia de Materiales, UNMdP

Tema: "Estudio de sistemas multicapas en soldaduras por TLPB en aleaciones base níquel"

Directora de tesis: Dra. Silvana Sommadossi – IITCI CONICET UNCo

Co-director: Dr. Roberto Boeri

Lugar de Trabajo: Facultad de Ingeniería, UNMdP

Fecha de Defensa: 9 de abril de 2021

Jurados:

Dr. Bolmaro Raúl Eduardo (IFIR, UNR-CONICET)

Dr. Fontana Marcelo Raúl (UBA)

Dr. Pablo Botta (CDs, INTEMA, UNMDP-CONICET)

Resumen

El desarrollo de procesos de unión o soldadura de materiales ha sido esencial a lo largo de los años. En la mayoría de los procesos productivos industriales la obtención de una unión de alta resistencia constituye un requisito fundamental para lograr la integridad funcional de los distintos eslabones mecánicos. Dependiendo de la forma en que se introduce la energía y el material de aporte empleado, existe un amplio abanico de procesos de soldadura que se aplican tanto en la construcción de mega-estructuras como en componentes de escala micrométrica. Este espectro de aplicaciones industriales ha constituido el incentivo de numerosos desarrollos tecnológicos y trabajos de investigación en la Ciencia de Materiales. En particular, la soldadura de materiales destinados a servicios en alta temperatura representa un problema complejo que requiere aún de estudios detallados. En este sentido, uno de los sistemas metálicos más importantes para aplicaciones a elevada temperatura es el constituido por aleaciones basadas en el sistema binario Al-Ni, debido a que éste presenta fases intermetálicas de gran estabilidad y elevada resistencia a la corrosión. Los mayores desarrollos en este sistema han incluido el desarrollo de numerosas superaleaciones comerciales base Ni y sus recubrimientos. Debido a la baja ductilidad inherente de las fases intermetálicas y a la complejidad microestructural de las superaleaciones, se han explorado distintos métodos de unión con el fin de obtener uniones resistentes. En 1972 se propuso el método de unión por transición de fase líquida (*Transient Liquid Phase Bonding, TLPB*) como una alternativa promisorio para dar solución a los problemas encontrados en la soldadura de estos materiales. Esta tesis doctoral aborda el estudio de la formación y estabilidad de compuestos en la zona de unión por TLPB entre partes de una superaleación base Ni empleando una lámina de Al puro como metal de aporte.

La primera etapa del estudio es una continuación de trabajos previos del grupo de Caracterización de Materiales de IITCI CONICET-UNCo, e intenta dilucidar las transformaciones que ocurren en la fase AlNi obtenida en un entorno binario en una cupla Ni / Al / Ni unida por TLPB. Esta sección de la tesis se orientó específicamente a estudiar la cristalografía de esa fase mediante la técnica SEM-EBSD y sus propiedades mecánicas a

través de nanoindentación instrumentada. Los resultados mostraron que la fase AlNi se conforma de dos capas distintas, experimentando un *split* alrededor de la composición estequiométrica, que podría estar relacionado con una partición química espinodal.

La segunda parte de la tesis se enfocó en el estudio de uniones de aleaciones base Ni-Al multicomponentes. La selección del sustrato se sustentó en el amplio uso comercial de la superaleación IN718. En el caso del metal de aporte, la propuesta innovadora se basa en el empleo de Al, metal de bajo costo, bajo punto de fusión y amplia disponibilidad, que adicionalmente tiene la capacidad de formar fases intermetálicas que refuerzan la superaleación. Las fases desarrolladas en la zona de unión IN718 / Al / IN718 se caracterizaron en primera instancia utilizando microscopía electrónica SEM-EBSD, lo que permitió obtener información sobre su cristalografía y composición química. La caracterización se completó con el análisis de una lamela obtenida por FIB mediante uso de microscopía electrónica de transmisión, lo que permitió verificar la naturaleza cristalográfica de las fases y obtener sus parámetros de red.

Luego, se estudió la evolución de la zona de unión en función de la duración de la etapa isotérmica, y se obtuvieron parámetros cinéticos a través del seguimiento del espesor de las capas. Los resultados permitieron determinar los períodos durante los cuales el metal de aporte reacciona totalmente con el metal base, e identificar la formación de fases transitorias que progresivamente se consumen de acuerdo con el gradiente de composición que se establece en la zona de unión. Adicionalmente, se realizó un análisis *in-situ* de la cinética de precipitación de la fase AlNi mediante luz sincrotrón, con el fin de realizar un seguimiento a elevada temperatura bajo las condiciones de fabricación. Los resultados mostraron un cambio en su parámetro de red de acuerdo a los cambios en la composición química que experimenta la fase desde rica en Al a rica en Ni.

Finalmente, se realizó un primer estudio cualitativo de las propiedades mecánicas mediante un análisis de dureza tanto en el metal base como en la zona de unión. Bajo todas las condiciones analizadas, la zona de unión presentó mayor dureza que el sustrato. Adicionalmente, se realizaron muestras simulando la formación de un recubrimiento sobre el sustrato y se llevaron a cabo ensayos de flexión para realizar un seguimiento del daño a través de las distintas microestructuras desarrolladas. El análisis por microscopía reveló la presencia de fisuras perpendiculares a las intercaras de las capas, pero sin signos de delaminación severa.

Los resultados de esta investigación contribuyen al entendimiento de los procesos que ocurren durante la soldadura mediante TLPB de aleaciones base Ni, identificando las fases formadas y estableciendo la influencia de los parámetros temperatura y tiempo sobre su cinética de formación. Sin embargo, la aplicación de TLPB como técnica de unión estructural bajo las condiciones estudiadas no puede recomendarse, dada la heterogeneidad microestructural presente en la unión y la gran cantidad de cavidades presentes, las cuales son propiciadas por la falta de aplicación de presión mecánica en la manufactura de la soldadura por TLPB. No obstante, las microestructuras obtenidas en la zona de unión sugieren que el método de unión sin presión mecánica resulta aplicable a la generación de recubrimientos de AlNi sobre aleaciones base Ni, empleando parámetros de fabricación compatibles con prácticas industriales.

Abstract

The development of joining methods is essential for the construction of mechanical parts and structures. In most cases, achieving sound high strength joints it is of utmost importance. Depending on the sources of energy used and the materials to be joined, there is a wide range of processes that can be applied to megastructures and tiny devices. This matter has been the basis for numerous technological developments and research studies in the field of Material Science Engineering. Joining of materials for high temperature service represents a particularly complex challenge that requires very comprehensive studies. One of the most important metallic systems for high temperature applications is that integrated by alloys based on the binary Al-Ni system. This particular system has the advantage of being formed by very stable and corrosion resistant intermetallic phases. In fact, this system provides the basis for the development of many Ni based commercial superalloys and their coatings. Due to the inherent low ductility of intermetallics and the microstructural complexity of superalloys, different joining methods have been proposed. In 1972, the Transient Liquid Phase Bonding (TLPB) was patented as a promising alternative to be applied for the joining of these difficult-to-weld materials. The present thesis studies the formation and stability of different compounds in the interconnection zone developed during TLPB of a Ni base Superalloy using an aluminium foil as the filler material.

The first stage of the present study is a continuation of previous works carried out at IITCI CONICET-UNCo, which aims at identifying different transformations occurring in the AlNi phase formed in a binary Ni / Al / Ni TLPB couple. The crystal structure of the intermetallic was analysed by means of SEM-EBSD technique and its mechanical properties were evaluated with instrumented nanoindentation. Results showed that the AlNi phase is formed by two distinct layers and exhibits a split around the stoichiometric composition that could be related to a spinodal partition.

The second stage of this thesis is focused on the study of TLPB of multicomponent Ni based alloy, with IN718 used as the substrate because of its widespread commercial use. The innovative feature of the proposal is related to the filler material used, which is an Al foil, characterised by its low cost, low melting point, widespread availability and additionally, its ability of forming strong intermetallic phases when combined with Ni. The phases formed along the interconnection zone IN718 / Al / IN718 were first characterised by SEM-EBSD, which allowed to obtain information about their crystal structure and chemical composition. Moreover, FIB was employed to obtain a lamella for further TEM characterisation. This permitted to verify the crystal structure of the phases and to measure the lattice parameter.

Continuing the study, the evolution of the microstructure of the interconnection zone as a function of time during the isothermal stage was assessed, which allowed to obtain the growth kinetics parameters for each layer. The results revealed the periods demanded for the filler material to fully react with the base metal and showed the formation of transient phases that grow and then disappear according to the progress in the chemical composition along the joint. Furthermore, an *in-situ* analysis with synchrotron was performed in order to measure the kinetic of the formation of the AlNi phase at high temperatures. Outcomes showed a change in lattice parameter according to variations in the chemical composition from Al-rich phase to Ni-rich phase.

Finally, a preliminary assessment of the mechanical properties was carried out by means of hardness measurements along the base material and the interconnection zone. For all thermal conditions, the latter showed the highest hardness. Additionally, IN718 samples were coated

with a layer of AlNi intermetallic by using the TLPB procedure and tested in flexion, tracking the damage along the different layers of the interconnection zone. The analysis revealed the presence of cracks perpendicular to the interfaces of the layers, but without evidence of delamination.

Outcomes obtained in the present thesis contribute to the understanding of the processes taking place during TLPB welding of Ni-base alloys. The formation of different phases was characterized in detail, and the influence of temperature and time on the kinetics of precipitation was assessed. The results suggest that the application of TLPB welding under conditions covered in the present study showed no promising results in relation to joint integrity. The joints showed a heterogeneous microstructure very different from that of the base material. In addition, the presence of voids along the central line of the interconnection zone was favoured by the lack of external pressure during joint manufacturing. However, the microstructural characteristics of the interconnection zone suggest that the TLPB method can be used to obtain coatings of AlNi in Ni-base superalloys. Preliminary tests have shown that uniform surface coatings can be produced using simple manufacturing routes which can be implemented in the industrial environment.