Rev. LatinAm. Metal. Mat.

Artículo Regular

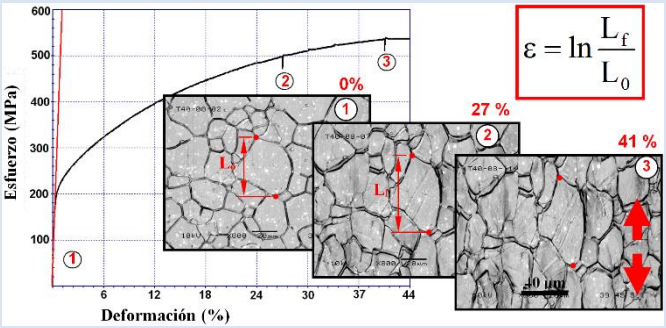
www.rlmm.org

DESAFIOS PARA LA IMPLEMENTACIÓN DE INSTRUMENTACIÓN PARA ENSAYOS IN SITU DE DEFORMACIÓN A ALTA TEMPERATURA EN EL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO

Edwar A. Torres[1], Fabiano Montoro[2], Jimy S. Unfried[3], Antonio J. Ramirez[2]*

1: Faculta de ingeniería, Instituto Tecnológico Metropolitano, Medellín, Colombia.
2: Laboratório Nacional de Nanotecnologia, Centro Nacional de Pesquisa em Materiais, Campinas, Brasil.
3: Facultad de Ingeniería, Universidad Autónoma del Caribe, Barranquilla, Colombia.

**e-mail: edwartorres@itm.edu.co; eatolo12@gmail.com.*



RESUMEN

Los mecanismos de falla en materiales estructurales se encuentran bajo constante investigación. Hoy en día, la implementación de sofisticados experimentos *in situ* en microscopía electrónica ha generado nuevo conocimiento en diferentes campos como la química, física y la ciencia de los materiales, al permitir la observación directa de una amplia variedad de fenómenos a escalas de micrones o inclusive atómica. Estos experimentos pueden envolver el control de la temperatura y la atmósfera, la aplicación de esfuerzos mecánicos, campos eléctricos y/o magnéticos, entre otras condiciones, las cuales son impuestas sobre la muestra, mientras la respuesta o evolución del sistema es registrado. Un novedoso sistema para la realización de ensayos de deformación y calentamiento *in situ* en un microscopio electrónico de barrido (MEB) hace posible la observación en tiempo real de fenómenos con resolución de 5 µm, produciendo datos tanto cualitativos como cuantitativos. Esta infraestructura fue usada para el estudio del mecanismo asociado al deslizamiento de contorno de grano (DCG) y su efecto en el fenómeno de agrietamiento a alta temperatura conocido como fractura por pérdida de ductilidad (*Ductility-Dip Cracking*, DDC). Esta metodología fue aplicada al estudio del comportamiento mecánico de los metales de aporte ERNiCrFe-7 y ERNiCr-3, usados para soldadura de aleaciones de Ni, cuando son deformados entre 700 y 1000 ºC. La susceptibilidad al DDC (límite de deformación, ε_{min}) fue cuantificada para ambas aleaciones. Los valores de ε_{min} para el ERNiCrFe-7 y el ERNiCr-3 fueron de 7,5 % y 16,5 %, respectivamente, confirmando la mayor resistencia del ERNiCr-3.

Palabras Claves: Detector de electrones, micro deformación, aleaciones de Ni, DDC.

CHALLENGES TO THE IMPLEMENTATION OF HIGH TEMPERATURE AND STRAIN INSTRUMENTATION FOR IN SITU TESTING IN THE SCANNING ELECTRON MICROSCOPE

ABSTRACT

Failure mechanisms in structural materials have been under investigation for several years. Nowadays, the implementation of sophisticated *in situ* electron microscopy tests is providing new insights in several fields of chemistry, physics, and materials science by allowing direct observation of a wide variety of phenomena at submicron and even atomic scale. These experiments may involve controlled temperature and atmosphere, mechanical loading, magnetic and/or electric field among other conditions that are imposed to the sample while its response or evolution is registered. A novel *in situ* high temperature-strain test into a Scanning Electron Microscope (SEM) makes possible the real-time observation of phenomena with resolution of 5 µm, providing qualitative and quantitative data. This setup was used to study the Grain Boundary Sliding (GBS) mechanism and its effect on the high temperature cracking phenomenon known as Ductility-Dip Cracking (DDC). This methodology was applied to study the mechanical behavior of Ni-base filler metal alloys ERNiCrFe-7 and ERNiCr-3, which were evaluated between 700 and 1000 ºC. The DDC susceptibility (threshold strain, ε_{min}) for both alloys was quantified. The ε_{min} of ERNiCrFe-7 and ERNiCr-3 alloys was 7.5 % and 16.5 %, respectively, confirming the better resistance of ERNiCr-3 to DDC.

Keywords: Electrons detector, micro-strain, Ni-base alloys, DDC

Recibido: 10-07-2013 ; **Revisado:** 05-12-2013
Aceptado: 26-12-2013 ; **Publicado:** 17-02-2014

1. INTRODUCCIÓN

El estudio de materiales y sistemas biológicos se realiza generalmente de forma *ex situ*, es decir, el material es analizado antes y después de ser sometido a una condición externa, como temperatura, humedad, carga, etc. Actualmente es necesario el estudio de los fenómenos al momento que estos ocurren para resolver las interrogantes abiertas. Este tipo de investigaciones requiere la obtención de datos en tiempo real, lo que obliga a la construcción de sistemas de observación y medida dinámicos, los cuales son conocidos como *in situ*.

Paradójicamente, por muchos años, este tipo de experiencias fueron impulsadas por los desarrollos obtenidos en microscopía electrónica de transmisión (*Transmission Electron Microscopy*, TEM) [1]. Recientemente, ha surgido una nueva generación de microscopios electrónicos de barrido (*Scanning Electron Microscope*, SEM), con mejoras estructurales, nuevos sistemas computacionales y de medida [2], dando nuevo protagonismo a la microscopía electrónica de barrido.

Al comparar ambas técnicas se considera que TEM es la tecnología más adecuada para el estudio de la materia y la observación de algún fenómeno. Sin embargo, es importante resaltar que los fenómenos ocurren a escalas diferentes y la resolución del instrumento de observación no necesariamente es el factor principal para la realización de un estudio usando TEM o SEM. Muchos fenómenos sólo pueden ser observados a escala macroscópica, otros a escala micro y sin duda existen fenómenos cuya ocurrencia se da a nivel nano [3-5]. Por lo tanto, para ser observado y registrado cada fenómeno, debe ser empleado el equipo adecuado, sea este una cámara de video, un microscopio óptico, electrónico de barrido o de transmisión.

Los fenómenos de agrietamiento son fenómenos macroscópicos cuyo origen se sienta en mecanismos activados a nivel micro, como la formación de micro grietas, la acumulación de deformación en puntos críticos, el deslizamiento intergranular, entre otros. El tipo de agrietamiento está definido de acuerdo con la temperatura en la que acontece [6-7]; particularmente, la fractura por pérdida de la ductilidad (DDC, por sus siglas en inglés) ocurre a una temperatura entre 0,5 y 0,8 la temperatura de fusión del metal [8-9], y afecta materiales como los aceros inoxidables auteníticos, las aleaciones de níquel, cobre y titanio.

Diferentes técnicas han sido utilizadas para la evaluación de este fenómeno como ensayos de ductilidad a alta temperatura, ensayos de doblado en soldaduras, el ensayo de deformación hasta la fractura (*strain-to-fracture*, STF), entre otros [12]. Sin embargo los resultados presentan deficiencias, principalmente para diferenciar entre los diferentes mecanismos de agrietamiento a alta temperatura, en la cuantificación del fenómeno y en la reproducibilidad del ensayo [13-15].

Trabajos recientemente publicados, resaltan la importancia de la aplicación de ensayos *in situ* en SEM para el estudio a nivel micro de fenómenos que se manifiestan a nivel macroscópico, principalmente relacionados con fractura a temperaturas diferentes, efecto de compuestos intermetálicos en la deformación y fractura de materiales, recuperación y recristalización de metales, solidificación y cinética de crecimiento de fases [16,18].

El trabajo presentado a continuación describe los pasos dados para la construcción de un sistema para el estudio *in situ* en el SEM de fenómenos que involucren deformación y/o calentamiento de la muestra. El sistema fue puesto a prueba mediante ensayos de fusión, adquisición de imágenes a alta temperatura, deformación de metales a temperatura ambiente y finalmente el sistema fue utilizado para la evaluación del DDC en níquel puro, metales de aporte AWS A5.14 ERNiCr-3 y ERNiCrFe-7, y modificaciones del ERNiCrFe-7 con adiciones de molibdeno, niobio, hafnio.

2. DESAFÍOS EN INSTRUMENTACIÓN IN SITU EN SEM

La instrumentación para la implementación de experimentos *in situ* puede ser dividida en tres sistemas, como muestra el esquema de la Figura 1: 1) El sistema para observar y registrar el fenómeno de interés, 2) el dispositivo para simular las condiciones en las cuales el fenómeno ocurre y 3) los instrumentos para la realización de las medidas [19]. Cada uno con características propias, pero, en gran medida, restringidos por las características del sistema de observación, en este caso, el microscopio electrónico de barrido.

El microscopio electrónico es el responsable de registrar el fenómeno y albergar el sistema de simulación, y en algunos casos, los de medida. El

dispositivo de simulación contiene la muestra y es responsable de reproducir sobre la muestra las condiciones en las cuales el fenómeno de interés ocurre. Estas condiciones pueden ser deformación, temperatura, diferentes atmósferas o combinaciones de todas ellas. Los sistemas de medida recolectan los datos, tanto para controlar el dispositivo de simulación como los relacionados con el fenómeno de interés.

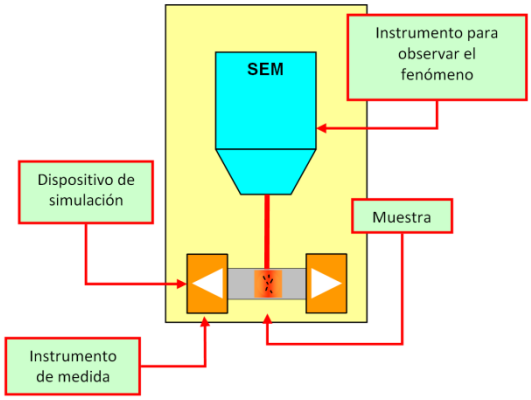


Figura 1. Esquema de un sistema para la ejecución de experimentos *in situ* dentro de un microscopio electrónico de barrido.

En ocasiones se considera que la construcción de los diferentes sistemas contribuye al aumento en el grado de dificultad del proyecto. Sin embargo, muchos de los dispositivos ya son comerciales, lo que implica que en muchos casos el desafío principal recae en la creación de los sistemas o mecanismos que permitan la integración de los diferentes elementos. Inclusive se puede dar el caso donde la mejor opción es la creación de un cerebro que permita coordinar, ejecutar las diferentes acciones y recolectar los datos desde un centro de comando.

En consecuencia, se puede afirmar que los desafíos relacionados con la construcción e implementación de instrumentos para experimentos *in situ*, dentro de un microscopio de barrido, son resumidos en el esquema de la Figura 2: 1) Los relacionados con las características del microscopio, 2) los problemas de compatibilidad entre los diferentes equipos del sistema, 3) las dificultades inherentes a las características del fenómeno a estudiar.

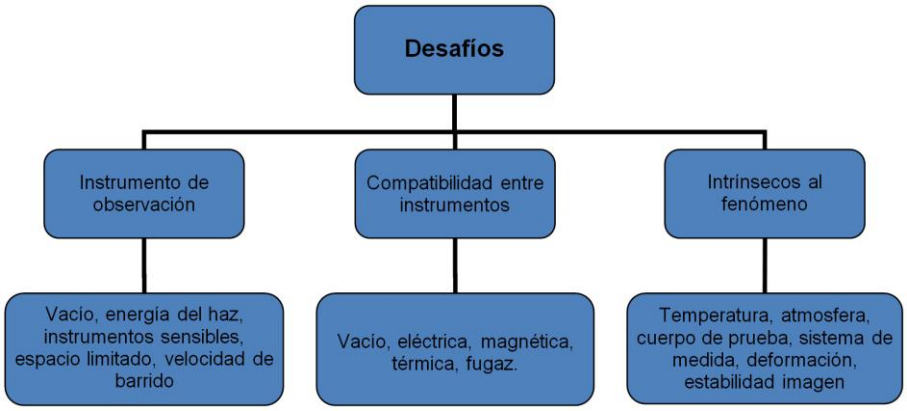


Figura 2. Cuadro resumen de los desafíos asociados a la implementación de la instrumentación *in situ* en microscopía electrónica de barrido.

2.1 Desafíos debido al microscopio electrónico de barrido

Las características y los principios físicos con los cuales operan los microscopios electrónicos, restringen tanto los materiales que pueden ser observados, así como el tipo de experimento que puede ser realizado. Con relación al microscopio electrónico de barrido algunas de las limitaciones que impone para la realización de experimentos *in situ* son:

a. El microscopio trabaja en su interior con un ambiente de vacío, lo que dificulta la trasferencia de calor, la inserción de material con alto contenido de gases o agua, la introducción de sistemas con cables, soldaduras con estaño y elementos de geometría muy pequeña e intrincada, pues en su interior pueden contener gas que es liberado paulatinamente en la cámara del SEM, contaminándola, dificultando el vacío

y reduciendo la resolución en la imagen, a medida que el gas es liberado.

b. El haz de electrones y las señales emitidas por la muestra son presa fácil de campos eléctricos y magnéticos, además de la presencia de gases, lo que restringe el uso de algunos sistemas eléctricos en los instrumentos de simulación y medida, y obliga a la implementación de blindajes magnéticos en los mismos. Los gases interactúan tanto con el haz de electrones como con las señales emitidas por la muestra, dispersando los electrones y reduciendo la resolución, como se mencionó en el ítem anterior.

c. Los detectores de electrones del microscopio, los cuales captan las señales emitidas por la muestra, son instrumentos sensibles a cambios de temperatura y humedad; particularmente los detectores con base en semiconductores, como el detector de electrones retrodispersados, y los detectores con campos eléctricos para atraer o repeler los electrones secundarios, como el caso del detector de electrones secundarios.

d. La cámara del microscopio ofrece un espacio limitado, lo que restringe el uso de instrumentos de gran porte, la introducción de muchos dispositivos, o la observación de muestras voluminosas.

e. Los SEM poseen varias velocidades de adquisición de la imagen, la cual al aumentar disminuye notoriamente la nitidez de la imagen. Algunos fenómenos ocurren a velocidades tales que solo son registrados a tasas de adquisición iguales a superiores a 60 cuadros.s^{-1}, por ende, la calidad de las imágenes se verá seriamente afectada. A tasas de adquisición más bajas el haz de electrones podrá incidir en una mayor cantidad de puntos sobre la superficie de la muestra, generando más señal, la cual permitirá la reconstrucción más precisa y nítida de la superficie.

2.2 Problemas de compatibilidad entre instrumentos

En esta se encuentra uno de los desafíos más exigentes, pues requiere la construcción e implementación de dispositivos que intervengan en la operación e interacción entre los tres sistemas mencionados anteriormente: el sistema de observación (SEM), el dispositivo de simulación y los instrumentos de medida. Por esto, deben ser considerados los siguientes puntos:

a. Los sistemas de simulación y medida (en el caso que este último este dentro del SEM) deben ser construidos de forma que sean compatibles con el vacío del microscopio. Por lo tanto, se recomienda evitar el uso de cable recubiertos, la aplicación de soldadura de estaño y el uso de materiales porosos.

b. Los dispositivos deben ser diseñados de forma tal que disminuyan la generación de campos eléctricos y magnéticos que interfieran con el haz de electrones. En el caso de calentamiento de muestras conductoras, no es recomendable el calentamiento inducido por efecto Joule, ya que la circulación de corriente eléctrica, además de calentamiento genera un campo electromagnético que puede evitar la llegada de los electrones a la muestra.

c. En el caso de experimentos a alta temperatura, es recomendable el diseño de sistemas de enfriamiento, aislamiento térmico y radiación, además de un control rígido del tiempo de permanencia a alta temperatura, evitando que dentro de la cámara la temperatura aumente 1 ºC. Otra medida importante es el uso de una distancia de trabajo máxima, tal que la luz generada por la muestra, así como la fuente de calor, permanezcan distantes del detector de electrones retrodispersados.

d. Cuando el experimento requiera el uso de gases o líquidos para enfriamiento o para simular un ambiente especifico, se debe eliminar completamente el riesgo de fugas dentro de la cámara, pues atenta contra la integridad del SEM.

2.3 Desafíos inherentes al fenómeno a ser estudiado

Para estudiar cada fenómeno deben ser reproducidas, de la mejor forma, las características que lo originan. Para esto se debe tener en cuenta:

a. El diseño de fuentes de calor, cuando estos

sean por efecto Joule, debe considerar el uso de resistencia dobles invertidas, para anular el campo electromagnético generado en cada una.

b. La determinación de una geometría de cuerpo de prueba adecuada que permita la observación de una región lo más amplia posible, que aumente la posibilidad de generación y observación del fenómeno. En este sentido, el empleo de distancias de trabajo grandes favorece el aumento en el campo de visión, pero torna el haz de electrones más sensible a efectos externos además de disminuir la resolución.

c. La construcción de sistemas de monitoreo y control que permitan la verificación de la temperatura en la muestra y no en la fuente de calor, pues es la muestra la que debe mantenerse a una temperatura constante para considerar válido el ensayo. En la fuente de calor debe determinarse el mecanismo mediante el cual se controlará la potencia eléctrica suministrada para mantener la temperatura constante.

d. El diseño, fabricación o adquisición de sistemas de medida, control y aplicación de pequeñas deformaciones y cargas, sobre la muestra. En el caso de deformación, para garantizar que la muestra será deformada y fracturada en la región que está siendo observada, es necesario el uso de cambios de sección localizados, evitando, que a su vez, estos actúen como concentradores de esfuerzos.

Adicional a los desafíos anteriormente mencionados, durante el experimento pueden igualmente presentarse:

a. Cambios en el contraste y brillo en la imagen como consecuencia de aumento de la temperatura y aparición de irregularidades en la superficie de la muestra por efecto de deformación.

b. Imagen inestable debido al desplazamiento de la muestra en el caso particular de ensayos con deformación.

c. Descomposición de la muestra y generación de gases durante ensayos a alta temperatura.

d. La disminución en la relación señal/ruido durante la realización de experimentos a temperatura superior a 1000 °C, como consecuencia del aumento significativo en la emisión de electrones termoiónicos.

3. INSTRUMENTACIÓN CONSTRUIDA

En primer lugar se construyó un sistema para la ejecución de experimentos *in situ* a alta temperatura, el cual se muestra en la Figura 3a. El dispositivo permite la realización de experimentos en la franja de temperatura de 25 °C a 1000 °C, en un periodo de tiempo que oscila entre 60 y 15 min, respectivamente. Este sistema permite el estudio de material particulado o muestras de diámetro de 8,0 mm por 3,0 mm de espesor.

En segundo lugar se instaló un dispositivo de calentamiento y deformación Ernest F. Fullam, mostrado en la Figura 3b, con sistema de control de carga Admet, Inc., y sistema de adquisición de datos MTESTW versión F 8.8e. El dispositivo fue modificado haciéndolo compatible con el microscopio de barrido, para lo cual fue necesaria la instalación de varios sistemas de aislamiento térmico y eléctrico. El dispositivo permite la ejecución de ensayos a temperaturas de hasta 1000 °C, a una carga de 4,4 kN, en cuerpos de prueba de hasta 60 mm de largo por 3 mm de espesor.

Para atenuar los efectos de la alta temperatura en la imagen, durante la realización de experimentos por encima de los 1000 °C, se construyó un sistema que permite la adquisición de imágenes en esta condición. El dispositivo, mostrado esquemáticamente en la Figura 4a, recolecta toda la señal proveniente de la muestra e identifica la señal de electrones secundarios (ES) filtrando el ruido de fondo generado por los electrones termoiónicos [20].

Finalmente, como parte del sistema de control y medida, se instaló un pirómetro infrarrojo *two-color* para la medida de la temperatura en la muestra. Los pirómetros infrarrojo *two-color* permiten medir la temperatura de un elemento sin necesidad de registrar previamente, en el pirómetro, el coeficiente de emisión térmica; por lo tanto, con este pirómetro se puede registrar la temperatura sin importar el tipo de material de la muestra.

Todos estos son sistemas integrados a un sistema único de control (*Sistema de controle para aquecimento in situ* - SCAIS) que permite la administración simultánea de todos los dispositivos.

Todos los sistemas se muestran en la Figura 4b.

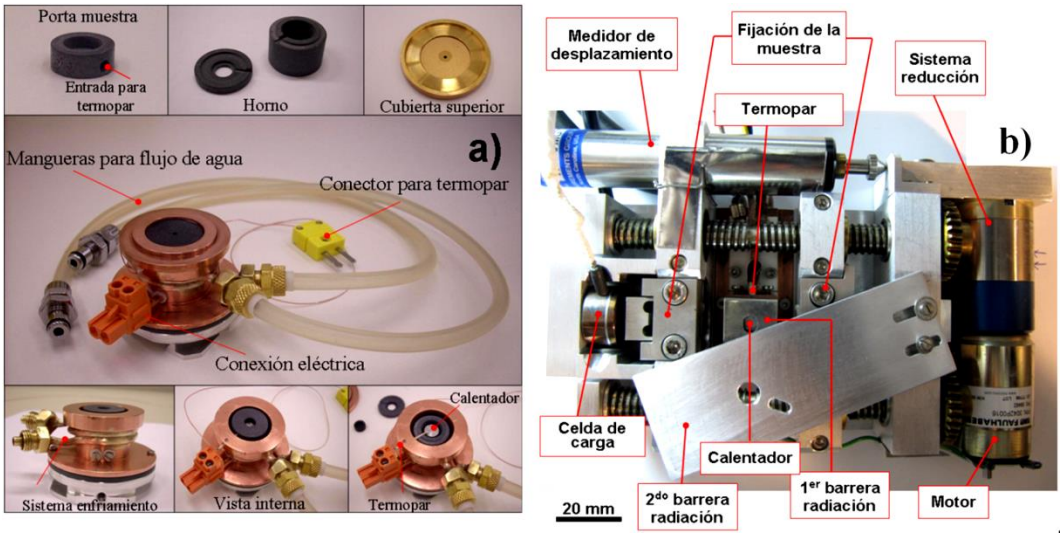


Figura 3. a) Dispositivo para la realización de experimentos a alta temperatura, b) plataforma de deformación y calentamiento.

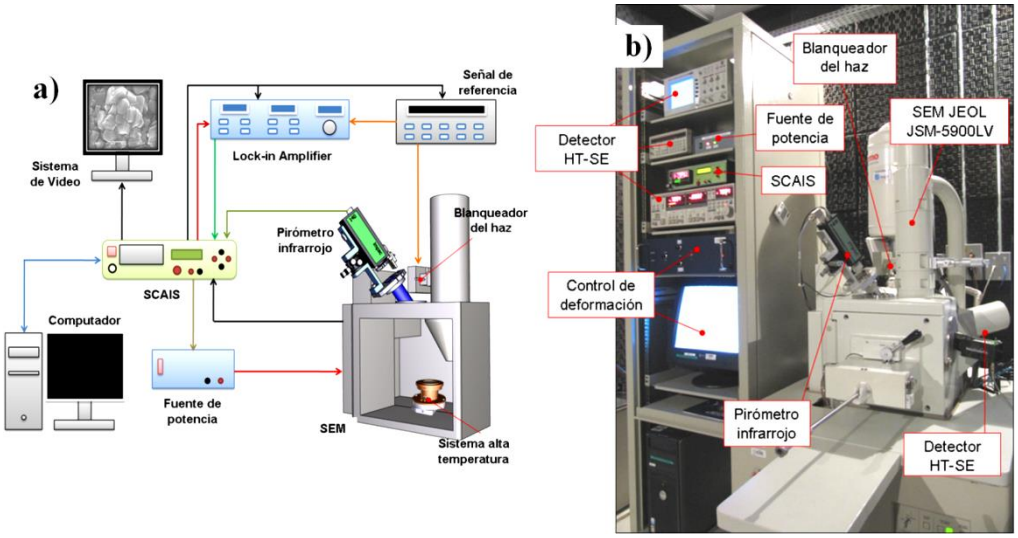


Figura 4. a) Esquema de señales e instrumentación desarrollada para la realización de experimentos *in situ* en un microscopio electrónico de barrido, b) fotografía de la infraestructura para la realización de los ensayos.

4. RESULTADOS

El primer ensayo llevado a cabo fue para la calibración de los sistemas de calentamiento y medida donde se fundieron aluminio, germanio, indio y estaño, puros, para determinar la diferencia entra la temperatura registrada por el sistema de medida y la temperatura real correspondiente al momento exacto de la fusión. La secuencia mostrada en la Figura 5 presenta diferentes instantes durante la fusión de estaño puro.

Una vez calibrado el sistema de calentamiento y medida de temperatura se realizaron dos ensayos para comparar el funcionamiento y calidad de las imágenes a baja y alta temperatura. En primer lugar se obtuvieron imágenes a temperatura ambiente usando tres detectores diferentes: el detector convencional de electrones secundarios (CES), un detector comercial para alta temperatura basado en electrones retro-dispersados (*high temperature backscattering electrons*, HT-BSE) y el nuevo sistema de detección basado en ES (*high temperature secondary electrons*, HT-SE), mostrado en la Figura 4a. Las medidas fueron realizadas en

muestras de acero inoxidable con depósitos de oro (patrón rectangular sobre la matriz austenítica) para mejorar el contraste. Las imágenes presentadas en la Figura 6 son claras en evidenciar la superioridad del nuevo sistema HT-SE en comparación con el sistema comercial HT-BSE, cuya señal y contraste, tanto morfológico como químico, son relativamente pobres. La diferencia entre el nuevo sistema (HT-SE) y el detector convencional (CSE) radica principalmente en la nitidez de la imagen, la cual depende directamente de la intensidad de la señal recibida y procesada por el detector. En este caso el aspecto granular de la imagen de HT-SE está relacionado con la menor cantidad de señal obtenida en cada punto de la imagen.

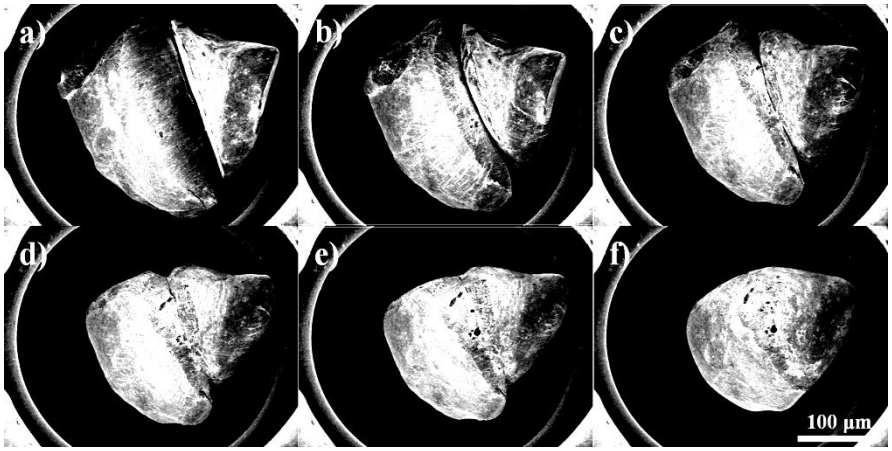


Figura 5. Secuencia de imágenes del proceso de fusión de estaño puro a 232 ºC, para calibración de la temperatura en la plataforma de deformación y alta temperatura.

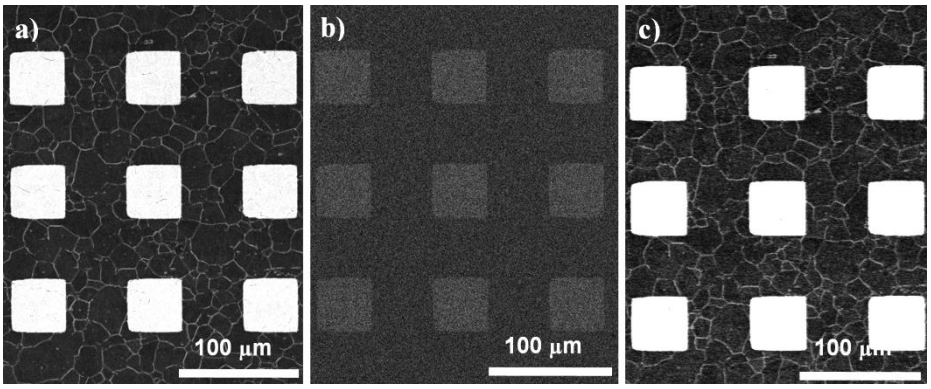


Figura 6. Imágenes a temperatura ambiente usando diferentes detectores de una muestra de acero inoxidable 316L con un arreglo de puntos de oro: a) detector convencional de CES, b) detector comercial HT-BSE y c) nuevo sistema HT-SE.

Verificado el mejor comportamiento de los detectores CSE y HT-SE, la segunda serie de ensayos fue realizada a temperatura arriba de 1000 °C para comprobar la eficiencia del sistema de detección en esta condición. La Figura 7 corresponde a dos imágenes tomadas a temperatura ambiente y a alta temperatura, tanto con el CES como con el HT-SE. La Figura 7b fue adquirida a 1250 °C, en la parte superior con el detector CSE y en la inferior con el HT-SE; en la imagen es evidente, en la parte superior, la presencia de ruido generado por el efecto termoiónico. En la parte inferior de la figura, la imagen adquirida con el sistema HT-SE, además de eliminar el ruido, mantiene el contraste topográfico típico del modo de formación de imágenes con ES; pero, a pesar de los buenos resultados, cuenta con una limitante: la velocidad de adquisición de imágenes, la cual permite la obtención de imágenes adecuadas a partir de 4 cuadros.s^{-1}.

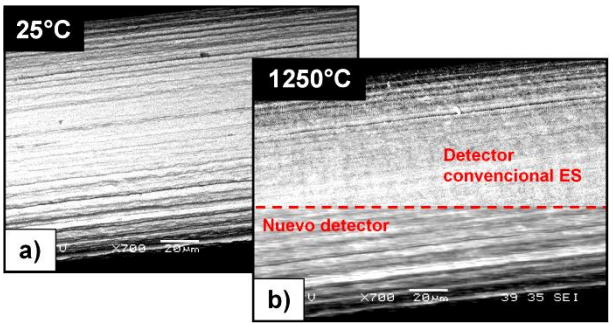


Figura 7. Imágenes de alambre de tungsteno obtenidas por microscopía electrónica de barrido: a) obtenida a temperatura ambiente (25 °C) con el detector convencional de ES, b) a alta temperatura (1250 °C) obtenida con el detector convencional de ES (parte superior) y con el nuevo sistema de detección (parte inferior).

Con los sistemas de calentamiento y adquisición de imágenes probados, el paso a seguir fue la realización de ensayos de deformación a temperatura ambiente. Un ejemplo representativo de los resultados que pueden ser obtenidos se presenta en la Figura 8, en la cual se exhibe una secuencia de imágenes obtenidas a partir del video durante el ensayo de tracción. Las micrografías corresponden a un grano en tres condiciones de deformación, determinada a partir de dos puntos en la imagen, donde L_o es la distancia entre los puntos sin deformación y L_f la distancia con la muestra deformada.

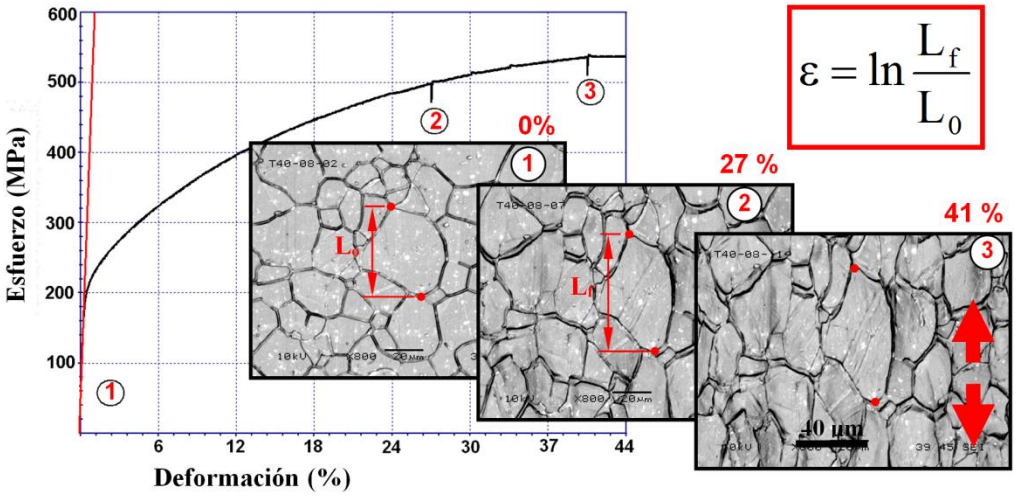


Figura 8. Ensayo de deformación *in situ* a temperatura ambiente (25 ºC) de una muestra de acero inoxidable austenítico AISI 316L. Las flechas rojas corresponden a la dirección de aplicación de la carga. Los puntos 1, 2 y 3 corresponden a los estados de la muestra: sin deformación, con 27 % de deformación y con 41 % de deformación. Estos estados también son ilustrados en la curva de esfuerzo contra deformación, donde la línea roja indica la línea de deformación elástica.

El sistema permite la adquisición de la curva esfuerzo contra deformación, además de otras informaciones como límite elástico, módulo de elasticidad, módulo de rigidez, resistencia a la tracción, coeficiente de endurecimiento, módulo de Poisson, etc. La secuencia de imágenes evidencia la posibilidad de estudiar los mecanismos de deformación, nucleación y propagación de grietas en diferentes tipos de materiales. En el caso particular de la Figura 8 se observa como el sistema de deslizamiento por maclas es predominante sobre el sistema de deformación por dislocaciones. Para el cálculo de la deformación se empleó la ecuación de deformación verdadera mostrada en la Figura 8.

Recientemente, sistemas similares se han empleado con éxito para el estudio de los mecanismos de deformación, fractura y propagación de grietas en compuestos [21] y metales de alta resistencia [22].

Para finalizar, se realizaron ensayos *in situ* de deformación en el intervalo de temperaturas de 600 °C a 1000 °C, simulando las condiciones para la aparición del fenómeno de agrietamiento por pérdida de ductilidad (*Ductility Dip Cracking*, DDC) [23]. Para esto se utilizaron níquel puro, dos aleaciones comerciales de níquel y dos aleaciones de níquel modificadas.

La Figura 9a muestra la microestructura de la

aleación de níquel ERNiCr-3 antes de ser deformada, mientras que la Figura 9b presenta la microestructura, en el mismo punto, justo en el momento de inicio del agrietamiento, cuando la muestra es deformada a una temperatura de 927 °C [24]. Este ensayo fue repetido en el níquel puro y en las aleaciones NiCrFe comerciales y modificadas. La Figura 9c resume todos los resultados de estos ensayos en la curva de deformación contra temperatura construida a partir de los datos de deformación antes del inicio del agrietamiento. El punto inferior de esta curva representa la susceptibilidad al DDC de cada material, conocida como el límite de deformación (ε_{min}). Este valor indica la temperatura crítica y la deformación máxima que soporta el metal antes de iniciar su agrietamiento a esa temperatura. Para las aleaciones ERNiCrFe-7 y el ERNiCr-3 los valores de ε_{min} fueron de 7,5% y 16,5%, respectivamente, confirmando la mayor resistencia del ERNiCr-3 [9,11,14].

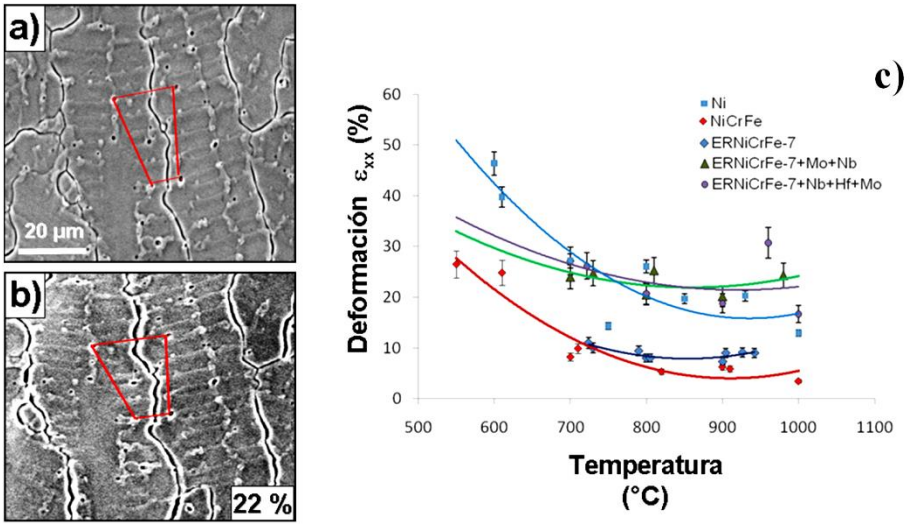


Figura 9. Cuantificación de la susceptibilidad al DDC en Ni puro, en una aleación NiCrFe, la aleación comercial ERNiCrFe-7, y dos versiones de ésta modificadas con Mo, Nb, y Hf [24].

Igualmente el sistema permitió determinar la importancia de algunos elementos de aleación en el aumento de la resistencia al DDC, como se puede observar en la Figura 9c. El níquel puro presenta uno de los menores valores de resistencia, siendo que la combinación de Cr y Fe actúan en detrimento de la misma, mientras que combinaciones de Ni, Cr, Fe, Mo y Nb producen una mejora sensible frente al DDC.

Fang *et al.* [25] utilizaron un sistema similar para estudiar los mecanismos de falla a alta temperatura en molibdeno puro, evidenciando como un sistema de estas características puede ser empleado ampliamente. Los resultados permitieron identificar el cambio del mecanismo de fractura en este metal, dependiendo de la temperatura a la que esté sometido; igualmente observaron como a pesar que la fractura presenta un micromecanismo de clivaje, las muestras sufren deformación significativa antes de su falla.

Además de determinar la susceptibilidad al DDC de cada material, el sistema *in situ* desarrollado permite identificar los sitios preferenciales para el inicio del agrietamiento, así como el efecto de los precipitados y los contornos de granos en los fenómenos de acumulación de deformación y deslizamiento de contornos de grano. Como complemento se implementó un sistema de análisis de imágenes para la medida y mapeo de la deformación en las imágenes. Este sistema permite identificar los puntos críticos en los cuales la deformación se acumula, así como la evolución de esta deformación con el tiempo. La aplicación, desarrollada bajo el entorno de imagen de Matlab®, fue construida a partir de módulos que permiten el procesamiento de los videos, la extracción, tratamiento, alineación y correlación digital de imágenes (DIC), así como el cálculo de las deformaciones y la representación

©2015 Universidad Simón Bolívar

gráfica de los resultados. El proceso inicia con la extracción de las imágenes a partir del video; a estas imágenes se le aplican filtros del tipo Gaussiano, corrección de contraste; el procesamiento requiere la subdivisión de la imagen en *n x m* subregiones rectangulares. Para el DIC, a pesar que normalmente para la medida de deformaciones se usan algoritmos para el análisis de imagen basado en el método de correlación de primer orden, según la optimización Newton-Rapson, la aplicación desarrollada utiliza correlaciones no lineales para la resolución de polinomios de orden *n*. Como resultado durante el ensayo se generan mapas y videos de la evolución de la deformación. Un ejemplo de esto se muestra en la Figura 10, donde se construyó el mapa de deformación de una muestra deformada a alta temperatura.

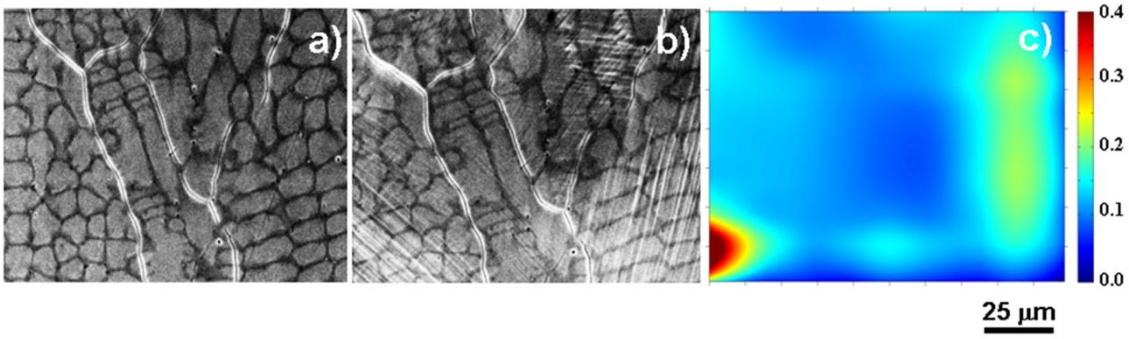


Figura 10. Mapa de deformación efectiva calculado para una muestra de la aleación de níquel ERNiCrFe-7 deformada a 970 °C. a) Imagen de referencia, b) imagen deformada, c) mapa de deformación efectiva.

Dichos mapas presentan la distribución de la deformación en las imágenes capturadas a lo largo del ensayo *in situ*. Los mapas pueden ser superpuestos a las micrografías lo que permite mostrar como se acumula la deformación en puntos críticos como precipitados, contornos de grano y puntos triples. Con esta herramienta es posible obtener evidencias sobre el efecto de anclaje que realizan los precipitados sobre la matriz reduciendo su deformación, lo que lleva al aumento del deslizamiento entre granos, fenómeno que se acentúa a alta temperatura, donde el DDC ocurre.

Al igual que la fractura por pérdida de ductilidad, actualmente el desarrollo de sistemas *in situ* está siendo aplicado tanto a fenómenos biológicos, físicos, mecánicos y metalúrgicos, como al desarrollo de sistemas micro-estructurados. Ejemplos de esto son los trabajos desarrollados por Karbakhsh y Nishida [26], Heinrichs *et al.* [27] y Jensen *et al.* [28].

Karbakhsh y Nishida [26] lograron estudiar la transformación martensítica en aleaciones de Ti-Ni, determinando la secuencia para alcanzar la formación de martensita, por medio de transformaciones intermedias denominadas trasformaciones multiestado. En este trabajo se destaca que el estudio utiliza para el enfriamiento un sistema tipo peltier, para promover la transformación martensítica; el peltier permite un control más fino de la temperatura a ser alcanzada, pero no es eficiente para el control de la tasa de enfriamiento, semejante a lo que sucede con el sistema SCAIS, ya que el calentamiento o enfriamiento de la muestra es indirecto.

En el trabajo desarrollado por Heinrichs *et al.* [27] se estudiaron los mecanismos de adherencia de material durante los procesos de conformación mecánica, con especial interés en la conformación del aluminio. El dispositivo desarrollado permite simular la adherencia del aluminio mediante el desplazamiento de una pieza de aluminio sobre una lámina de acero de alta resistencia; con esta experiencia se pudo establecer como la topografía y la composición química del acero son preponderantes en la trasferencia de aluminio sobre el acero. En la parte experimental se resalta la implementación de un sistema de manipulación dentro del SEM convencional; sin embargo, el dispositivo permite ejecutar varias pruebas con el mismo montaje, lo cual reduce significativamente el número de muestras, pero no permite controlar la fuerza ejercida sobre el aluminio, la cual es un parámetro importante durante el procesamiento de los materiales. La enorme dificultad en la

©2015 Universidad Simón Bolívar

implementación de un sistema con control fino de la carga ha llevado al desarrollo de sistemas donde la carga no es el resultado directo del control sobre una variable, sino que se desprende de la deformación inducida sobre un elemento o mecanismo. La aplicación de carga de forma controlada es viable mediante sistemas piezoeléctricos, en el caso de cargas pequeñas, o hidráulicos para cargas grandes, con el riesgo, en el segundo caso, que implica la presencia de un fluido presurizado dentro de la cámara del microscopio.

Finalmente en el trabajo presentado por Jensen *et al*. [28] los procesos de fabricación y corrección de defectos son implementados a escala microscópica, lo que ha potenciado la utilización de estudios *in situ* principalmente en la industria electrónica. Dicho trabajo aborda la fabricación de microchips mediante reacciones electro-químicas dentro de una cámara especialmente diseñada para este fin, denominada celda electro-química para SEM (*Electrochemical-SEM Cell*, EC-SEM CEll), lo que permite la manipulación de líquidos dentro de la cámara de vacío del SEM.

Es claro que los sistemas *in situ* permiten el estudio del fenómeno en tiempo real, y que su implementación en sistemas de observación avanzados, como lo son los microscopios electrónicos, tanto en transmisión como barrido, aportan información fundamental que permite desvelar los mecanismos de fenómenos que actúan entre los 100 nm y 50 µm, y que se manifiestan macroscópicamente.

5. CONCLUSIONES

Se construyeron y probaron instrumentos para la realización de ensayos *in situ* de calentamiento y deformación a alta temperatura, dentro de un microscopio electrónico de barrido. Se identificaron tres desafíos para la implementación de instrumentación para ensayos *in situ*: 1) Desafíos propios del instrumento de observación, 2) Problemas de compatibilidad entre los diferentes equipos, 3) Dificultades propias del fenómeno que se pretende estudiar. Los desafíos más significativos a la hora de la implementación de un ensayo *in situ* están relacionados con el tipo de fuente de calor, la generación de campos magnéticos, la compatibilidad con el vacío, la aplicación y medida de deformaciones pequeñas. También, se construyó y probó un nuevo sistema para la formación de imágenes de muestras sometidas a alta temperatura. El denominado HT-SE permite la adquisición de imágenes con las características de una sistema de electrones secundarios, pero suprimiendo el ruido termoiónico generado por el calentamiento de la muestra. El sistema *in situ*, en general, fue probado con éxito, siendo posible la obtención de videos e imágenes durante la fusión de varios elementos puros, la obtención de imágenes a alta temperatura, la realización de ensayos de deformación a temperatura ambiente y la realización de ensayos de tracción a alta temperatura. Finalmente, el dispositivo *in situ* permitió el estudio del fenómeno de alta temperatura denominado fractura por pérdida de ductilidad (DDC) en metal de aporte. Se pudo confirmar la mayor resistencia de la aleación comercial de níquel ERNiCr-3 frente a la ERNiCrFe-7, con valores de ε_{min} de 16,5 y 7,5%, respectivamente. Igualmente se verificó la mejora en la resistencia al DDC de las aleaciones modificadas con molibdeno, niobio y hafnio.

6. AGRADECIMIENTOS

Por el soporte financiero a la Fundação ao Amparo e a Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP) y el Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), y por el apoyo financiero y técnico al Centro Nacional e Pesquina em Energía e Materiais (CNPEM).

7. REFERENCIAS

[1]. Imura T, Microsc. Microanal. Microestruct. 1993; 4: 101-110.

[2]. Ramirez AJ, Santos RG, Torres EA, Scorzato CR, Patente. (2007) INPI PI07055480.

[3]. Boehlert CJ, Microsc. Microanal. 2007; 13 (S2): 916-917.

[4]. Mishra R, Kubic R, Microsc. Microanal. 2008; 14 (S2): 552-553.

[5]. Prior D, Seward G, Bestmann M, Piazolo S, Wheeler J, Microsc. Microanal.: 2003, 9 (S2): 78-79.

[6]. Wu W, Tsai CH, Metall. Trans. A. 1999; 30(2): 417-425.

[7]. Lippold JC, "Recent developments in weldability testing for advanced materials". En Lienert TJ, Weil KS, Zhou YN, Smith RW, Powers M (eds.) Materials solutions 2004 on joining of advanced and specialty materials. Ohio (USA): ASM International, 2005, p. 1-7.

[8]. Capobianco T, Hanson M, "Auger spectroscopy

results from ductility dip cracks opened under ultra-high vacuum". En Proceedings del 7th International Conference on Trends in Welding Reserch. (USA), ASM International: 2006, p. 767-772.

[9]. Collins MG, Ramirez AJ, Lippold JC, Weld. J. 2003; 82(12): 39s-49s.

[10]. Collins MG, Lippold JC, Weld. J. 2003; 82(10): 288s-295s.

[11]. Ramirez AJ, Lippold JC, Mater. Sci. Eng. A. 2004; 380: 245-258.

[12]. Nissley NE. Intermediate temperature grain boundary embrittlement in nickel-base weld metals, Tesis Ph.D., Columbus (USA): The Ohio State University, 2006.

[13]. Mandziej ST "Testing for susceptibility to hot cracking on Gleeble physical simulator". En Böllinghaus T., Herold H. (eds.), Hot cracking phenomena in welds. Berlin: Springer, 2012, 347-376.

[14]. Ramirez AJ, Lippold JC, Mat. Sci. Eng. A. 2004; 380: 259-271.

[15]. Nissley NE, Lippold JC, Weld. J. 2004; 82(12): 355s-364s.

[16]. Torres EA, Ramirez AJ, Sci. Technol. Weld. J. 2011; 16(1): 68-78.

[17]. Podor R, Ravaux J, Brau HP, "In Situ Experiments in the Scanning Electron Microscope Chamber". En Viacheslav K (Ed.), Scanning Electron Microscopy. 2012, ISBN: 978-953-51-0092-8, InTech, DOI: 10.5772/36433.

[18]. Yu-ichi K, Transactions of JWRI. 2011; 40(2): 7-20.

[19]. Torres EA, Caram R, Ramirez AJ, Mater. Sci. Forum. 2010; 638-642: 2858-2863.

[20]. Torres EA, Peternella FG, Ramirez AJ, "In situ temperature straining test to study welding solid state cracking phenomena". En Proceedings del 8th International Conference on Trends in Welding Reserch. (USA), ASM International: 2009, p. 354-357.

[21]. Canal LP, González C, Segurado J, LLorca J. "Intraply fracture of fiber-reinforced composites: Microscopic mechanisms and modeling". Composites Science and Technology. 2012, 72: 1223-1232.

[22]. Muñoz-Moreno R, Boehlert CJ, Pérez-Prado MT, Ruiz-Navas EM, Llorca J. "In situ observations of the deformation behavior and fracture mechanisms of Ti-45Al-2Nb-2Mn + 0.8 vol pct TiB_2". Metallurgical and Materials Transactions A. 2012, 43A: 1198-1208.

[23]. Ramirez AJ, Lippold JC, Mat. Sci. Eng. A. 2004; 380(1): 245-258.

[24]. Unfried JS, Torres EA, Ramirez AJ. "In situ observations of ductility-dip cracking mechanism in Ni-Cr-Fe alloys". En Lippold JC, Böllinghaus T, Cross CE (eds.), Hot Cracking Phenomena in Welds III. Berlin: Springer, 2011, 295-315.

[25]. Fang F, Zhou YY, Yang W, Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials. 2013; http://dx.doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2013.01.014.

[26]. Karbakhsh Ravari B, Nishida M. Philosophical Magazine. 2013; 93 (18): 1-18.

[27]. Heinrichs J, Olsson M, Jacobson S. Wear. 2013; 302: 1249-1256.

[28]. Jensen E, Købler C, Jensen PS, Mølhave K. Ultramicroscopy. 2013, 129: 63-69.