

MICROMECAÁNICA DE METALES DE FABRICACIÓN ADITIVA MEDIANTE FUSIÓN POR HAZ DE ELECTRONES

Francesc Barberá¹, Carlos Botero³, Emilio Jimenez Pique^{1,2}, Laia Ortiz Membrado¹

¹ Departamento de ciencia e ingeniería de materiales, Universitat Politècnica de Catalunya, Campus Diagonal Besòs-EEBE, C. d'Eduard Maristany 10–14, 08019 Barcelona, Spain. francesc.barbera@upc.edu

² Barcelona Research Center in Multiscale Science and Engineering – Universitat Politècnica de Catalunya-Barcelona TECH, Campus Diagonal Besòs (EEBE), C. d'Eduard Maristany 10–14, 08019 Barcelona, Spain

³ Sports Tech Research Centre, Department of Quality Management and Mechanical Engineering, Mid Sweden University, Akademigatan 1, SE83125 Östersund, Sweden;

Resumen: En el presente estudio, se han analizado una serie de muestras de metales producidos mediante PBF-EB (*Powder Bed Fusion – Electron Beam*) usando diferentes parámetros de manufactura mediante ensayos de nanoindentación con el objetivo de conocer los cambios que se producen en las propiedades mecánicas (concretamente, la dureza y el módulo elástico), y correlacionarlos con la microestructura. Paralelamente, se han llevado a cabo análisis estadísticos de los datos obtenidos en los ensayos mediante algoritmos de aprendizaje automático (*Machine Learning*). Concretamente, se han aplicado métodos de agrupación (*clustering*), con la intención de crear un método robusto que sea capaz de, a partir de los datos de los ensayos de nanoindentación, identificar determinadas características del material, como por ejemplo qué fases contiene, cómo están distribuidas y sus orientaciones cristalinas.

Palabras clave: micromecánica, nanoindentación, estadística, microestructura, manufactura aditiva, *Machine Learning*, *clustering*, propiedades mecánicas, caracterización.

1.- INTRODUCCIÓN

La micromecánica, también denominada micromecánica continua de materiales, estudia las conexiones entre la microestructura y las propiedades de los materiales multifásicos [1]. Algunos de los métodos micromecánicos más comunes son los computacionales, como el seccionamiento en serie, el estadístico sintético o el multicelular, que proporcionan mejores estimaciones de las propiedades que los métodos analíticos [2].

La nanoindentación se correlaciona con la micromecánica por el hecho de que puede utilizarse en los modelos micromecánicos mencionados junto con el análisis de elementos finitos (FEA), para predecir las propiedades mecánicas intrínsecas midiéndolas en fases individuales de materiales heterogéneos [3].

Dado que la nanoindentación proporciona datos de alto rendimiento debido a las velocidades de ensayo altas, el uso de métodos estadísticos permite determinar las propiedades mecánicas intrínsecas de las fases constitutivas del material [4]. Por ello, se aplican técnicas de aprendizaje automático no supervisado, también conocidas como *cluster analysis*, que consisten en la partición de los datos en subgrupos relevantes cuando el número de subgrupos es desconocido [5]. Algunas de estas técnicas son el *Gaussian Mixture Model* (GMM), el *K-means clustering* y el *Agglomerative Hierarchical Clustering* (HAC), entre otras.

La fabricación aditiva (AM, *Additive Manufacturing*) es una técnica de fabricación, también conocida como

impresión 3D, que se basa en el principio de deposición de material capa por capa. Una ventaja clave del AM es la capacidad de fabricar piezas de formas complejas, imposibles de obtener mediante técnicas tradicionales [6].

Una de las tecnologías de AM más importantes para metales recibe el nombre de PBF-EB (*Electron Beam based Powder Bed Fusion*) y ofrece la capacidad de lograr un control avanzado sobre el proceso de fabricación. Las tecnologías de PBF-EB se han utilizado para fabricar distintos tipos de aleaciones metálicas. Algunos ejemplos son los aceros inoxidables monofásicos, como el 316L [7-9] y materiales multifásicos más complejos como el superdúplex [10], y aceros de herramientas para trabajo en frío como el V4E, en el que se forman carburos durante la fabricación [11-12]. Además, otra ventaja de esta técnica es que permite la adaptación local de la microestructura del material, de modo que es posible obtener diferentes propiedades en un único material, como las mecánicas, térmicas y eléctricas [13-15]. Además, también es posible utilizar diferentes polvos y combinarlos durante la fabricación en múltiples etapas separadas, dando lugar a un componente multimaterial en el que los componentes se construyen con diferentes aleaciones que contienen distintas fases [16].

Combinando la nanoindentación de alta velocidad con técnicas de agrupación (*clustering*), se puede obtener una comprensión exhaustiva de las propiedades mecánicas de los materiales fabricados mediante AM. Este análisis puede facilitar la identificación de diferentes propiedades

mecánicas asociadas a ambas fases e incluso a las orientaciones cristalinas.

Es sabido que las diferencias en microestructura y fases implican diferentes propiedades [17]-[20]. Por lo tanto, se pretende obtener información sobre la cantidad y distribución de las fases, ya que nos permitiría comprender el comportamiento global del material, y la única forma de conseguirlo es realizar ensayos de nanoindentación.

Los ensayos de nanoindentación son ampliamente utilizados para medir las propiedades mecánicas de películas delgadas y pequeños volúmenes de material, permitiendo la medición precisa de fuerzas a escala nanométrica [21]. Como es posible realizar indentaciones con una tasa de alta velocidad de hasta 1 indentación por segundo, se obtienen mapas de indentación de alta velocidad con las propiedades del material (y, por tanto, la distribución de fases) [3].

Llegados a este punto, es posible correlacionar los mapas de propiedades mecánicas con la microestructura del material. Sin embargo, esta correlación es visualmente aparente, pero no cuantitativa. Para cuantificar la información de las fases, los datos deben ser deconvolucionados utilizando métodos estadísticos [22].

Cabe destacar que tanto la nanoindentación como los análisis estadísticos son muy útiles y adecuados para los materiales fabricados con PBF-EB, ya que presentan cambios locales en la composición y microestructura, que consecuentemente resultan en cambios locales en las propiedades mecánicas. En este estudio, un grupo de muestras metálicas fabricadas mediante PBF-EB se analizan mediante ensayos de nanoindentación y los datos se tratan mediante el algoritmo *Gaussian Mixture Model* (GMM).

2.- INFORMACIÓN DE LAS MUESTRAS

Un total de 7 muestras han sido incluidas en este estudio y se clasifican en 3 grupos según las estrategias utilizadas para su fabricación: "materiales multicapa", "materiales microestructuralmente adaptados" y "materiales multifásicos y compuestos".

2.1. Materiales multicapa.

A partir de polvos metálicos de acero inoxidable 316L y vanadis 4 extra (V4E), se obtuvo una muestra con una estructura de transición entre ambos metales (Figura 1) y otra con una estructura de gradiente (Figura 2).

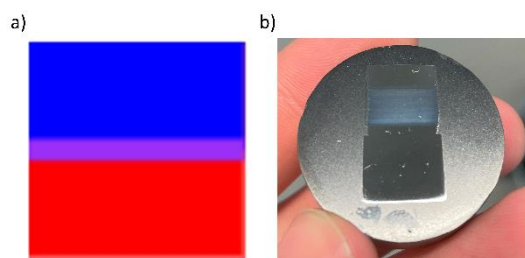


Figura 1: a) representación esquemática de la estructura [16] y b) muestra de acero inoxidable 316L y V4E con estructura de transición. Imagen del autor.

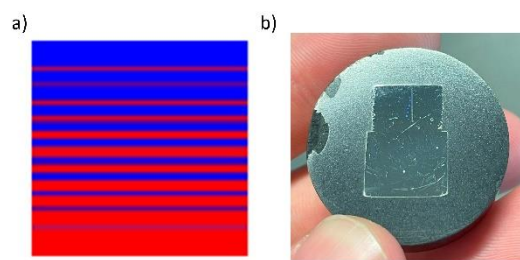


Figura 2: a) representación esquemática de la estructura [16] y b) muestra de acero inoxidable 316L y V4E con estructura de gradiente. Imagen del autor.

2.2. Materiales microestructuralmente adaptados.

Estas muestras se han fabricado mediante un proceso conocido como refundición por capas (*layer remelting*), el cual consiste en la fundición del material (acero 316L en este caso) por capas usando para cada una de ellas unos parámetros del haz de electrones diferentes (Figuras 3 y 4).

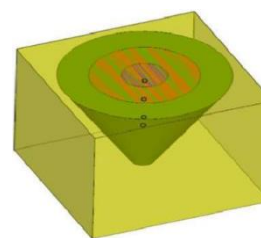


Figura 3: representación esquemática de la estructura de las muestras fabricadas mediante *layer remelting* [16].

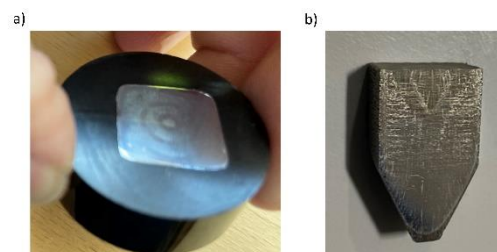


Figura 4: muestras de acero inoxidable 316L fabricadas mediante *layer remelting*, siendo a) la correspondiente a la vista axial de la Ilustración 3 y b) la correspondiente a la vista transversal. Imagen del autor.

2.3. Materiales multifásicos y compuestos.

En este grupo se han incluido muestras de las cuales cabe esperar la presencia de múltiples fases.

3.- METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

3.1. Caracterización microestructural.

Se utilizaron SEM, EDS y EBSD para analizar y caracterizar las muestras. Se utilizó el SEM Phenom XL para obtener las imágenes SEM de la microestructura y las nanoindentaciones. Para el análisis elemental se utilizó el SEM Zeiss Neon40 equipado con EDS Oxford. Para el análisis EBSD, se utilizó el SEM JEOL JSM-7001F equipado con Oxford EBSD operado a 20kV con un tamaño de paso de 0,1 μm .

3.2. Ensayos de nanoindentación.

Los ensayos de nanoindentación se realizaron con control de carga utilizando el nanoindentador iMicro (KLA) equipado con una punta de diamante Berkovich.

4.- RESULTADOS

La Figura 5 muestra la microestructura y una imagen general de la muestra de acero Súper Dúplex 2507. En la Figura 6 se muestra la microestructura y una imagen de la muestra de acero inoxidable 316L y nitruro de boro (BN).

Para cada una de las muestras, se incluyen los resultados provenientes de los ensayos de nanoindentación y de los análisis estadísticos.

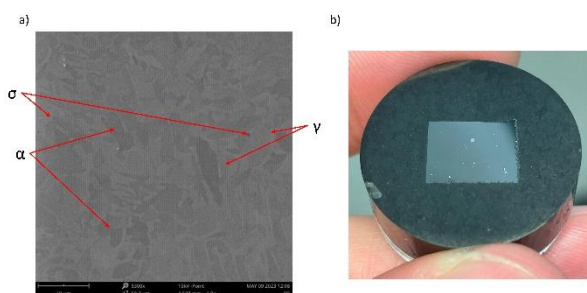


Figura 5: a) microestructura y b) muestra de acero Súper Dúplex 2507. Imagen del autor.

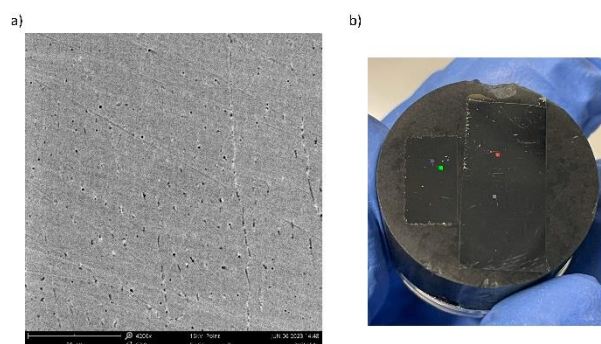


Figura 6: a) microestructura y b) muestra de acero inoxidable 316L y nitruro de boro (BN). Imagen del autor.

4.1. Muestra de acero 316L + V4E con estructura de transición.

La microestructura de esta muestra se observa en la Figura 7

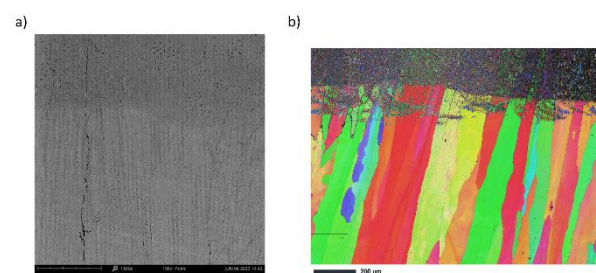


Figura 7: microestructura de la muestra obtenida mediante a) SEM y b) EBSD. Imagen del autor.

4.1.1. Región del acero 316L

En la Figura 8 se muestra un mapa de dureza y el mapa de módulo elástico de la región del acero 316L, mientras que en la Figura 9 se puede observar el mapa obtenido mediante el GMM y el histograma con la contribución de cada clúster para la región de acero 316L.

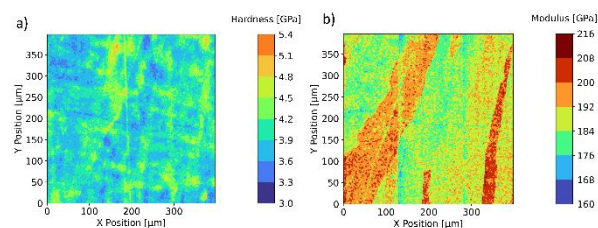


Figura 8: a) mapa de dureza y b) mapa de módulo elástico de la región del acero 316L. Imagen del autor.

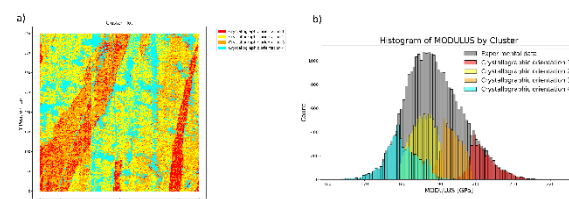


Figura 9: a) mapa obtenido mediante el GMM y b) histograma con la contribución de cada clúster para la región de acero 316L. Imagen de autor.

4.1.2. Región del V4E.

Análogamente, en las figuras 10 y 11 se muestran los mapas de dureza y de módulo elástico, así como el mapa obtenido mediante el GMM y el histograma con la contribución de cada clúster para la región de acero 316L

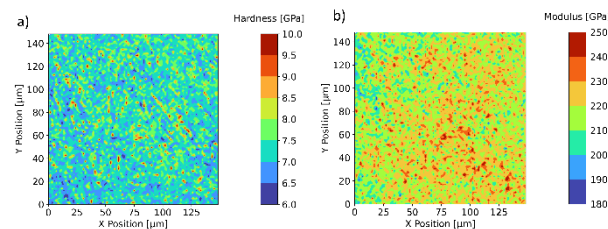


Figura 10: a) mapa de dureza y b) mapa de módulo elástico de la región de V4E. Imagen de autor.

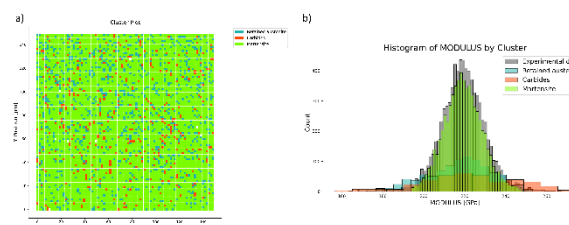


Figura 11: a) mapa obtenido mediante el GMM y b) histograma con la contribución de cada clúster para la región de V4E. Imagen de autor.

4.2. Muestra de acero 316L + V4E con estructura de gradiente.

En la Figura 12 se ilustra la concatenación de 14 mapas de módulo elástico y dureza obtenidos a partir de ensayos de nanoindentación,

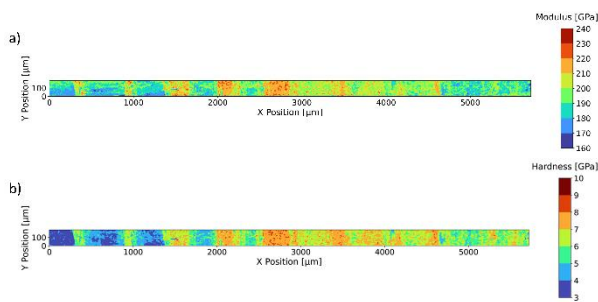


Figura 22: concatenación de 14 mapas a) módulo elástico y b) dureza obtenidos a partir de ensayos de nanoindentación. Imagen de autor.

4.3. Muestras de acero 316L fabricada mediante layer remelting.

En la Figura 13 se ilustra una concatenación de 14 mapas de dureza obtenidos mediante ensayos de nanoindentación de la muestra en vista transversal axial.

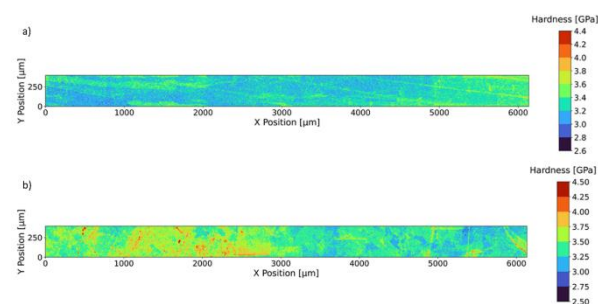


Figura 13: concatenación de 14 mapas de dureza obtenidos mediante ensayos de nanoindentación de a) la muestra de la vista transversal y b) de la vista axial. Imagen de autor.

4.4. Muestra de acero Super Dúplex 2507.

La Figura 14 muestra los mapas de dureza y módulo elástico de la muestra de acero SD 2507.

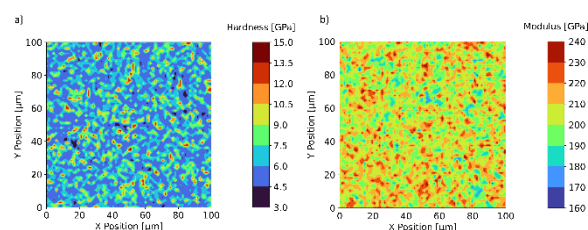


Figura 14: mapas de a) dureza y b) módulo elástico de la muestra de acero SD 2507. Imagen de autor.

La Figura 15 muestra la dispersión de la contribución de cada clúster y los resultados del ensayo EBSD con las fases identificadas en la muestra SD 2507.

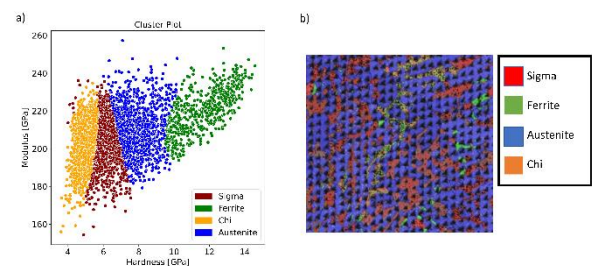


Figura 15: a) gráfico de dispersión de la contribución de cada clúster y b) ensayo EBSD con las fases identificadas en la muestra SD 2507. Imagen de autor.

4.5. Muestra de acero 316L + BN.

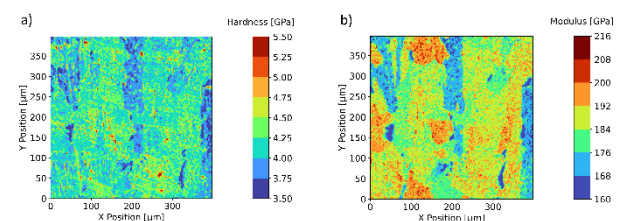


Figura 16: a) mapa de dureza y b) mapa de módulo elástico. Imagen de autor.

Como se puede observar, los mapas de propiedades mecánicas obtenidos mediante los ensayos de nanoindentación reflejan la microestructura de las muestras, la presencia de defectos e incluso las regiones donde las orientaciones cristalinas son distintas.

5.- CONCLUSIONES

Las conclusiones a las que se han llegado a partir de la realización de este estudio son las siguientes:

- La nanoindentación de alta velocidad es un método rápido para obtener propiedades mecánicas a escala de micrométrica de grandes superficies.
- La microestructura y las diferentes orientaciones cristalográficas pueden observarse mediante la nanoindentación de alta velocidad. Esto es especialmente importante ya que, en algunos casos, podría representar una alternativa a otras técnicas de caracterización como EBSD, SEM o EDS.
- Aunque el GMM puede identificar las fases en algunas muestras, en otras como 316L+V4E el modelo no funciona bien. En general, los modelos no supervisados han demostrado que no son capaces de ajustarse bien a las fases identificadas. Por lo tanto, aún quedan algunos avances por hacer en el análisis estadístico.
- El gradiente de capas de 316L y V4E muestra que la mezcla de ambos materiales puede mejorar con éxito los valores de dureza. Esto podría suponer una ventaja competitiva, ya que sería posible modificar las propiedades mecánicas de piezas con geometrías complejas mediante AM.

6.- REFERENCIAS

- [1] H. J. Böhm, "Micromechanics," *Encyclopedia of Continuum Mechanics*, 2020.
- [2] G. V. Jagadeesh and S. Gangi Setti, "A review on micromechanical methods for evaluation of mechanical behavior of particulate reinforced metal matrix composites", *Journal of Materials Science*, vol. 55, no. 23, 2020.
- [3] P. Sudharshan Phani and W. C. Oliver, "A critical assessment of the effect of indentation spacing on the measurement of hardness and modulus using instrumented indentation testing," *Mater Des*, vol. 164, 2019.
- [4] Gordon, S., Besharatloo, H., Wheeler, J. M., Rodriguez-Suarez, T., Roa, J. J., Jiménez-Piqué, E., & Llanes, L. "Micromechanical mapping of polycrystalline cubic boron nitride composites by means of high-speed nanoindentation: Assessment of microstructural assemblage effects". *Journal of the European Ceramic Society*, vol.43, 2022.
- [5] C. Fraley and A. E. Raftery, "How Many Clusters? Which Clustering Method? Answers Via Model-Based Cluster Analysis."
- [6] Koptug, A., Popov, V. v., Botero Vega, C. A., Jiménez-Piqué, E., Katz-Demyanetz, A., Rännar, L. E., & Bäckström, M. "Compositionally-tailored steel-based materials manufactured by electron beam melting using blended pre-alloyed powders," *Materials Science and Engineering A*, vol. 771, 2020.
- [7] S. Roos and L. E. Rännar, "Process window for electron beam melting of 316L stainless steel," *Metals (Basel)*, vol. 11, no. 1, 2021.
- [8] L. E. Rännar, A. Koptug, J. Olsén, K. Saeidi, and Z. Shen, "Hierarchical structures of stainless steel 316L manufactured by Electron Beam Melting," *Addit Manuf*, vol. 17, 2017.
- [9] Zhong, Y., Rännar, L. E., Liu, L., Koptug, A., Wikman, S., Olsen, J., Cui, D., & Shen, Z. "Additive manufacturing of 316L stainless steel by electron beam melting for nuclear fusion applications," *Journal of Nuclear Materials*, vol. 486, 2017.
- [10] S. Roos, C. Botero, and L. E. Rännar, "Electron beam powder bed fusion processing of 2507 super duplex stainless steel. as-built phase composition and microstructural properties," *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 24, 2023.
- [11] Botero, C., Ramsperger, M., Selte, A., Åsvik, K., Koptug, A., Skoglund, P., Roos, S., Rännar, L. and Bäckström, M, "Additive Manufacturing of a Cold-Work Tool Steel using Electron Beam Melting", 2020.
- [12] Botero, C. A., Şelte, A., Ramsperger, M., Maistro, G., Koptug, A., Bäckström, M., Sjöström, W., & Rännar, L. E. "Microstructural and mechanical evaluation of a cr-mo-v cold-work tool steel produced via electron beam melting (Ebm)," *Materials*, vol. 14, no. 11, 2021.
- [13] Koptug, A., Popov, V. v., Botero Vega, C. A., Jiménez-Piqué, E., Katz-Demyanetz, A., Rännar, L. E., & Bäckström, M. "Compositionally-tailored steel-based materials manufactured by electron beam melting using blended pre-alloyed powders," *Materials Science and Engineering A*, vol. 771, 2020.
- [14] M. Bäckström, C. A. Botero Vega, V. Popov, and E. Chudinova, "Developing new materials for electron beam melting: Experiences and challenges". *Materials Science Forum*, vol. 941, 2018.
- [15] A. Koptug, C. Botero, W. Sjöström, M. Bäckström, L.-E. Rännar, and A. S. Tremsin, "Electron Beam Melting: from Shape Freedom to Material Properties Control at Macro-and Microscale.", *Materials Science Forum*, vol.1016, 2021.
- [16] F. Johansson, "Functionally gradient lamellas produced with Electron Beam Melting A method for additive manufacturing of multi-material components using dissimilar metal powders within one process.", 2022.
- [17] J. M. Sanchez, A. Pascual, I. Vicario, J. Albizuri, T. Guraya, and H. Galarraga, "Microstructure and Phase Formation of Novel Al80Mg5Sn5Zn5X5 Light-Weight Complex Concentrated Aluminum Alloys," *Metals* 2021, Vol. 11, 2021.
- [18] R. Pederson, "Microstructure and Phase Transformation of Ti-6Al-4V," 2002.
- [19] H. Clemens, S. Mayer, and C. Scheu, "Microstructure and Properties of Engineering Materials," *Neutrons and Synchrotron Radiation in Engineering Materials Science: From Fundamentals to Applications: Second Edition*, 2017.
- [20] M. Chegini, M. H. Shaeri, R. Taghiabadi, S. Chegini, and F. Djavanroodi, "The Correlation of Microstructure and Mechanical Properties of In-Situ Al-Mg2Si Cast Composite Processed by Equal Channel Angular Pressing," *Materials*, vol. 12, 2019,
- [21] W. C. Oliver and G. M. Pharr, "Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology," 2004.
- [22] B. Vignesh, W. C. Oliver, G. S. Kumar, and P. S. Phani, "Critical assessment of high speed nanoindentation mapping technique and data deconvolution on thermal barrier coatings," *Mater Des*, vol. 181, 2019.