

Caracterización mecánica y microestructural de materiales compuestos de matriz aluminio obtenidos por estampación en caliente

* L. Gómez, **V. Amigo, ** M.D. Salvador, **D. Busquets

*Departamento de Ciencia y Tecnología
Universidad Nacional Experimental de Guayana
Puerto Ordaz, Venezuela
e-mail: leobootes@yahoo.es

** Departamento de Ingeniería Mecánica y de Materiales
Universidad Politécnica de Valencia
Valencia, España
e-mail: vamigo@mcm.upv.es / dsalva@mcm.upv.es / dbusque@mcm.upv.es

RESUMEN

Polvos de aleación de aluminio 6061 conteniendo diferentes fracciones volumétricas de partículas de B₄C y SiC, fueron molidos en un molino planetario usando una razón de carga bolas/polvo de 5:1, un tiempo de molienda de 10 horas y una velocidad de rotación de las vasijas de 360 rpm. La caracterización de los polvos molidos fue llevada a cabo mediante difracción de rayos X y microscopía electrónica de barrido (SEM). Mediante la compactación de estos polvos en una prensa uniaxial a 400 MPa, se obtuvieron compactos que luego fueron estampados en una prensa de fricción. Los resultados de los ensayos mecánicos muestran un aumento en las características mecánicas a medida que aumenta la fracción volumétrica del refuerzo, asimismo, se observa un mayor endurecimiento por precipitación en función del contenido de refuerzo. Por otro lado, la caracterización microestructural, realizada mediante microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido, permitió correlacionar la microestructura con las propiedades mecánicas de estos materiales.

Palabras claves: Estampación, AMCs, Molino Planetario, Propiedades Mecánicas

ABSTRACT

MECHANICAL AND MICROSTRUCTURAL CHARACTERIZATION OF ALUMINIUM MATRIX COMPOSITES MATERIALS DEVELOPED BY HOT STAMPING

Using a 5:1 load ratio balls/powder, a milling times of 10 h, and vessel rotational velocity of 360 rpm, aluminium powder alloy 6061 with different volumetric fractions of B₄C and SiC, were milled in a planetary ball mill. X rays diffraction and scanning electron microscopy were used for characterization of milled powders. Uniaxial compaction of powders was carried out at 400 MPa to obtain compacts then stamped in a frictional press. Results from mechanical testing show raising mechanical characteristics with increasing reinforcement volumetric fraction, in addition, upper precipitation hardening with the reinforcement content was observed. In other aspect, the microstructural characterization by OM and SEM, allowed to establish these materials microstructure-properties relationship.

Keywords: Stamping, AMCs, Planetary Ball Mill, Mechanics Properties.

Artículo recibido el 14 de Noviembre de 2006 y aceptado en su forma final el 16 de Enero de 2007

I. INTRODUCCIÓN

Los materiales compuestos de matriz aluminio (AMCs) reforzados con partículas, obtenidos por vía pulvimetalúrgica exhiben propiedades superiores al material base o matriz independientemente de la técnica utilizada para su obtención [8]. Ejemplos de estas técnicas son: el compactado isostático en caliente (HIP) y el compactado isostático en frío (CIP), generalmente seguidos de sinterización bajo atmósferas controladas. Una técnica alternativa es el compactado uniaxial seguido de procesos secundarios de consolidación de polvos como la extrusión o la estampación en caliente por medio de los cuales se logra un endurecimiento por deformación y en algún grado, endurecimiento por dispersión de óxidos sobre el material base, debido a la gran cantidad de trabajo realizado sobre el material. Si el proceso es llevado a cabo sobre materiales compuestos de matriz aluminio AA6061 (AMCs), las piezas obtenidas pueden ser tratadas térmicamente para obtener un endurecimiento por envejecido y así mejorar sus propiedades mecánicas. Aunado a esto, el endurecimiento del material se ve favorecido por la presencia de partículas de refuerzo (ver [2, 4, 5, 7,12]), generalmente de mayor dureza que la matriz, las cuales actúan como núcleos de formación de nudos de dislocaciones. Una característica atractiva de la estampación en caliente frente a la extrusión es que mediante esta técnica se pueden obtener piezas de geometrías y complejidad variadas a partir de polvos compactados en verde.

Previo a estos procesos, la manera como se lleva a cabo la preparación de la mezcla de los polvos es de vital importancia para lograr una distribución homogénea de los refuerzos en la matriz y por ende lograr un material con características deseables. Por ello, la molienda de alta energía es un proceso que permite obtener excelentes prestaciones en materiales compuestos ya que durante este se puede controlar eficientemente la microestructura [1-11]. La aplicación de esta técnica en polvos como la aleación AA6061 en los cuales las partículas constituyentes contienen una capa importante de óxido, permite obtener un material

con una dispersión de óxidos muy fina que a su vez contribuye con el endurecimiento del material final. Por otro lado, al ser la matriz de esta aleación más dúctil que las partículas de refuerzo, se puede obtener un material con una unión íntima en la interfase matriz/refuerzo, la cual es importante consolidar en procesos subsiguientes.

Investigaciones realizadas sobre los AMCs, demuestran que la resistencia a la rotura es elevada por efecto de endurecimiento debido a la formación de precipitados coherentes aciculares (b'') y aunque el proceso no está completamente explicado, describen el efecto del refuerzo como núcleo de crecimiento de granos durante el tratamiento térmico y sugieren que este proceso está influenciado por distintos parámetros; morfología, tamaño, distribución, coeficiente de expansión térmica, mojabilidad mutua en la interfase así como la naturaleza química de los refuerzos, entre otros. [6 ,10]

Estos hechos son determinantes para desarrollar en el presente trabajo, materiales compuestos con la aleación AA6061 como matriz, reforzada con partículas cerámicas de B4C y SiC, cuyas propiedades de tenacidad a la fractura y bajos coeficientes de expansión térmica pueden conferirle a la matriz propiedades adicionales a las ya mencionadas. Para ello se ha seleccionado la vía pulvimetalúrgica seguida del proceso de consolidación de estampación en caliente de los polvos mezclados.

II. DESARROLLO

1. Método experimental

La tabla I recoge las características resaltantes de los polvos utilizados en este trabajo, mientras que en las figuras 1a a 1c, se muestran las morfologías de las partículas empleadas en el presente estudio. La caracterización de estos polvos fue llevada a cabo usando un equipo Mastersizer 2000 de Malvern, para la determinación de la distribución estadística de la granulometría. La morfología fue estudiada mediante un microscopio electrónico de barrido Jeol JSM 6300 equipado con una microsonda de análisis por energías dispersivas de rayos X Link

de Oxford Instruments. Mediante difracción de rayos X, empleando un difractómetro Bruker AXS D5005, se realizaron barridos en un amplio rango a fin de observar las posibles formaciones de nuevas fases durante la molienda y para la caracterización de la estructura cristalina del material.

Las mezclas de polvos de aleación de aluminio AA6061 y polvos cerámicos de carburo de boro y carburo de silicio, en fracciones volumétricas de 2.5; 5.0, 7.5 y 10% en volumen se llevaron a cabo en un molino planetario Retsch PM 400/2.

Tabla I. Polvos utilizados en esta investigación

Material	Características											
Aleación AA6061 (matriz)	Tamaño y morfología: 50. 2 μm – esférico. Densidad: 2.70 g/cm ³ Red Cristalina: FCC Parámetro de red: a = 4.0494 Å Grupo espacial: Fm3m Proveedor: Aluminium Powder Co. Inglaterra. Método de producción: Atomización por gas.											
	<table border="1"> <thead> <tr> <th>%Mg</th> <th>%Si</th> <th>%Cu</th> <th>%Cr</th> <th>%Fe</th> <th>%Al</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>1.04</td> <td>0.63</td> <td>0.23</td> <td>0.21</td> <td>0.03</td> <td>Bal.</td> </tr> </tbody> </table>	%Mg	%Si	%Cu	%Cr	%Fe	%Al	1.04	0.63	0.23	0.21	0.03
%Mg	%Si	%Cu	%Cr	%Fe	%Al							
1.04	0.63	0.23	0.21	0.03	Bal.							
SiC (refuerzo)	Tamaño y morfología: 1.9 μm – poligonal Densidad 3.20 g/cm ³ Red cristalina: Hexagonal Parámetros de red: a = 3.0730 Å, c = 15.0790 Å Grupo espacial: P63mc Proveedor: Alfa Aesar Company Alemania. Método de producción: Síntesis por reacción.											
B ₄ C (refuerzo)	Tamaño y morfología: 12.3 μm – poligonal Densidad 2.52 g/cm ³ Red cristalina: Rombohédrica Parámetros de red: a = 5.06003 Å, c = 12.0860 Å Grupo espacial: R -3m Proveedor: Alfa Aesar Company Alemania Método de Producción: Síntesis por reacción.											

La velocidad de rotación fue de 360 rpm, durante 10 horas con cambios de sentido de rotación de 15 min, sin pausa entre paradas. En todos los casos se utilizó una relación masa de bolas/masa de polvo de 5:1 y 1 % en peso de estearato de aluminio como agente controlador del proceso (ACP). Los polvos compuestos obtenidos fueron compactados uniaxialmente en una prensa manual Graseby/ Specac de 25 tons (~222 kN), hasta una presión de 400 Mpa, en una matriz fija de acero inoxidable, obteniendo compactos en verde de 25 mm de diámetro y entre 20 y 30 mm de altura.

Los compactos fueron precalentados a 360 °C y luego sometidos a estampación en una prensa de fricción Gamei de 300 tons (~2670 kN) con una carga de impacto del 60% nominal. De los materiales obtenidos se extrajeron probetas para determinar las características mecánicas mediante ensayos de tracción. Aunque el material fue sometido previamente a un calentamiento antes

del proceso de estampación, lo cual pudo haber producido cierta solubilización de la matriz, se ha considerado el estado T1 como aquel en el cual está el material tras este proceso y luego enfriado en aire quieto. Por otro lado, un conjunto de muestras fue sometido a tratamiento térmico de envejecimiento T6; mediante una solubilización a 530 °C durante 1 hora, temple en agua y posterior envejecimiento durante 8 h a 175 °C.

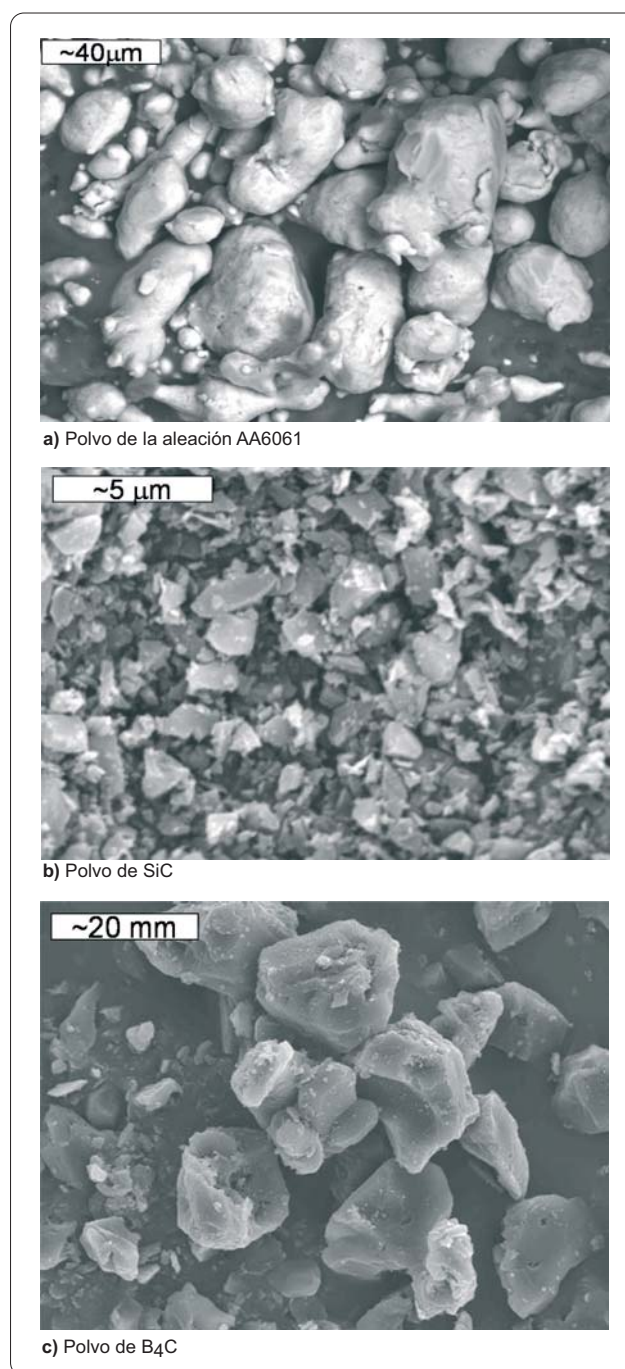


Figura 1. Micrografías SEM de los polvos empleados en la presente investigación

Aplicando la norma ASTM B328, se determinó la densidad real de las piezas estampadas. Se reportan la densidad porcentual y la densidad relativa en función del contenido de refuerzo y del tipo de refuerzo. Las fracturas resultantes de los ensayos de tracción, se observaron mediante microscopía electrónica de barrido, con el objeto de analizar su morfología, mecanismos de fractura presentes y las condiciones de las uniones en las interfaces matriz-refuerzo.

2. Resultados y discusión

La distribución granulométrica de los polvos utilizados en esta investigación muestra una relación de tamaño de polvos matriz/refuerzo de 4:1 para el caso del B₄C y de 27:1 para el SiC con respecto a la aleación AA6061, si se toma en cuenta el tamaño promedio de las partículas en cada caso.

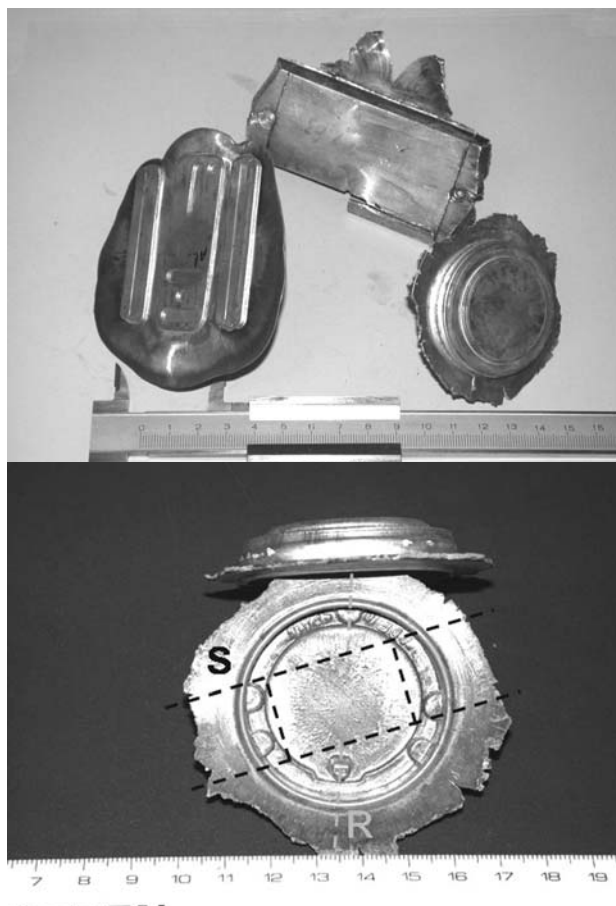


Figura 2. Detalle geométrico de algunas de las piezas estampadas y señalización de cortes practicados en algunas.

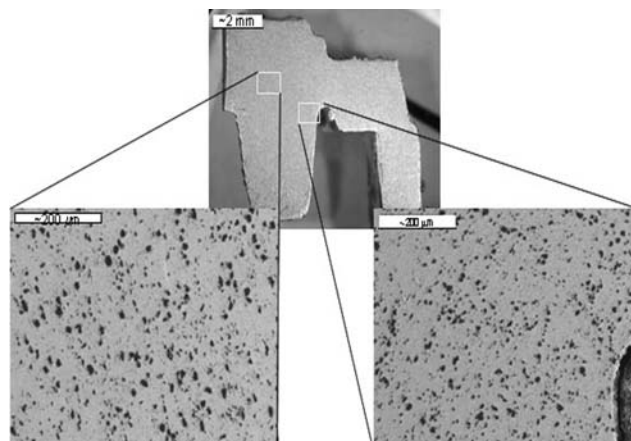


Figura 3. Corte de un material compuesto obtenido por estampación en caliente e imágenes SEM correspondientes a las zonas señaladas. El material corresponde a un AMC reforzado con 7.5% en volumen de B₄C. Se puede observar la distribución uniforme de las partículas de refuerzo.

Lo que verifica que junto a las características descritas en la tabla I, estos polvos cumplen con los criterios de tamaño, morfología y características mecánicas exigidos en el diseño de materiales compuestos.

Mediante la estampación, se logró la densificación y obtención de formas geométricas con un moderado grado de complejidad y alta precisión, empleando los compactos en verde de la aleación base y los AMCs reforzados con B₄C y SiC, tal como se muestran en la figura 2. En general los AMCs presentaron buen comportamiento plástico que permitió su formabilidad, aún para aquellos con contenidos de al menos un 91 % en peso de aleación de aluminio (correspondiente al AMC con 10% vol de refuerzo).

En general, la estructura obtenida para los materiales compuestos reforzados con B₄C y SiC, mostró una distribución homogénea de las partículas de refuerzo en la matriz, observándose poca porosidad en estos materiales. En la figura 3, se muestra un corte transversal de un AMC reforzado con 7.5% de B₄C con geometría mas o menos compleja. En ésta se puede observar un detalle de dos zonas diferentes del material, incluyendo zonas críticas concentradoras de esfuerzos. En estas zonas críticas el material presenta flujo uniforme que puede ser observado con detalle en la imagen mediante microscopía óptica dada en la figura 4.

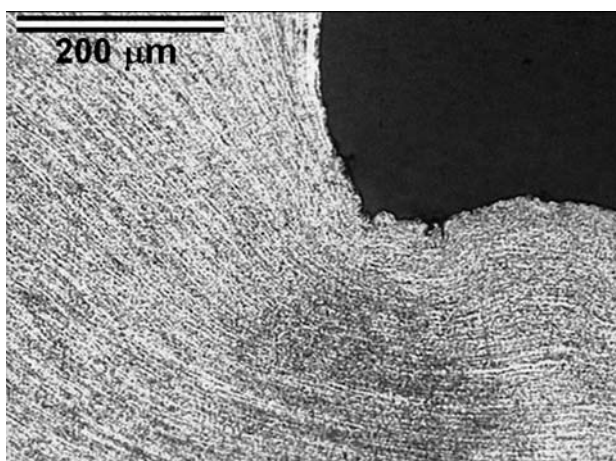


Figura 4. Micrografía mediante microscopía óptica de un corte paralelo a la dirección de estampación mostrando una zona de alta deformación o dobléz en un material constituido por la aleación de aluminio sin reforzar.

Si se aplica la regla de las mezclas para la determinación de la densidad del compuesto en función de las fracciones volumétricas de cada componente, se encuentra que la densidad teórica de los compuestos de aluminio reforzados con SiC tiende a aumentar con el contenido de refuerzo, debido a la mayor densidad de este último con respecto a la matriz, mientras que la densidad de aquellos compuestos reforzados con carburo de boro disminuye.

Pero en general, se encuentra que la densidad porcentual experimental de los materiales obtenidos por estampación disminuye a medida que aumenta el contenido de refuerzo. Esta disminución es mas acusada en el caso de los AMC reforzados con B4C, como se muestra en la figura 5a. La morfología y la relación tamaño de matriz/refuerzo parecieran ser la causa principal de una menor compresibilidad de las muestras en función del refuerzo. Mientras esto sucede, la microdureza del material (medida sobre la matriz), tiene un aumento significativo para materiales con alto contenido de refuerzo (figura 5b), siendo este incremento, mayor para aquellos materiales en condición T6.

La resistencia máxima exhibida por los AMCs, en general aumenta con la fracción de refuerzo, lo que permite establecer una relación íntima entre el endurecimiento mostrado en la gráfica de la figura 5b y los valores presentados en la gráfica de la figura 6. De acuerdo a esta última figura, se

obtiene mayor endurecimiento durante la estampación con los AMCs reforzados con SiC, pero al realizar tratamiento térmico T6 sobre todos estos materiales, los AMCs reforzados con B4C presentan una respuesta mas adecuada al endurecimiento por precipitación, produciéndose un aumento sustancial de la resistencia máxima respecto a la matriz. Esto como consecuencia posiblemente de que la presencia de las partículas de refuerzo del tipo SiC, de menor tamaño promedio, inhiben la formación de precipitados finos endurecedores en la matriz de aluminio.

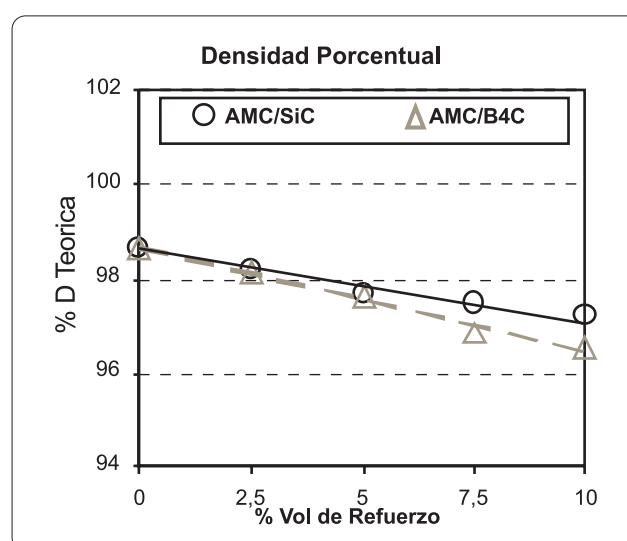


Figura 5a. Densidad porcentual en función de la fracción de refuerzo

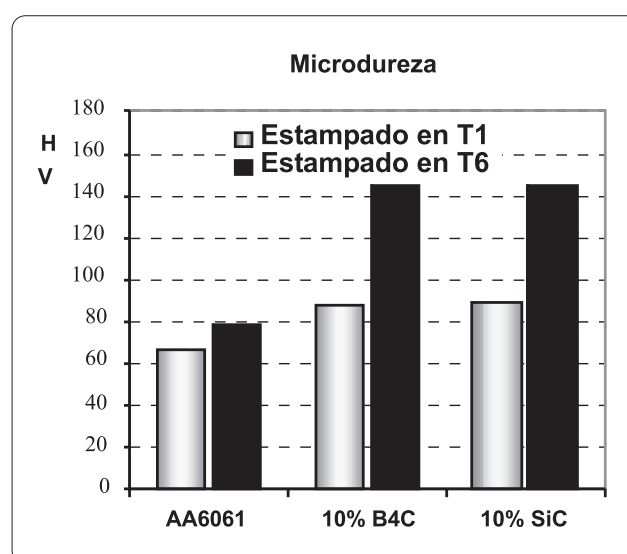


Figura 5b. Microdureza para algunos materiales compuestos estampados según el estado o tratamiento térmico y su comparación con la matriz de aleación de aluminio

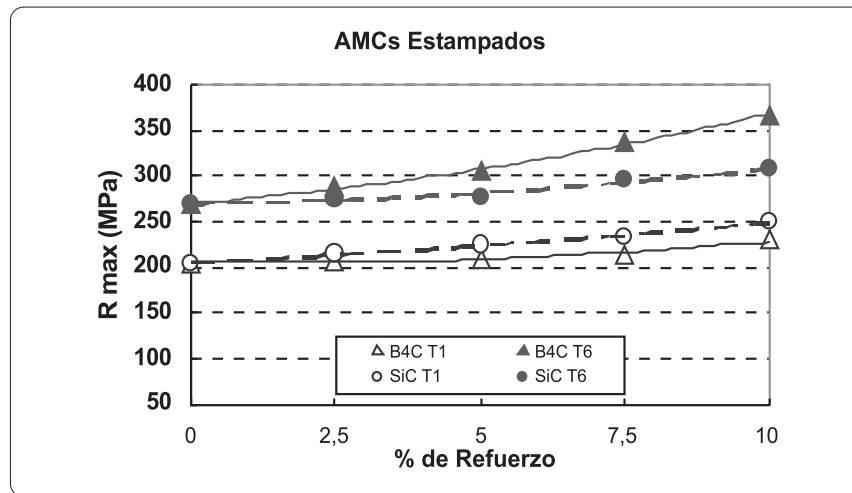


Figura 6. Resistencia máxima para los materiales compuestos reforzados con B₄C y SiC, de los AMCs obtenidos mediante estampación.

En la estampación se logra una rotura importante de la capa de óxido en las partículas de la matriz, pero la dispersión de estos sigue direcciones preferenciales (ver figura 4), formando zonas laminares dentro del material estampado, resultando en un material poco tenaz debido a las tensiones internas y alta concentración de dislocaciones producidas durante la elevada deformación correspondiente al proceso de estampación. Los AMCs con mayor contenido de refuerzo tendrán proporcionalmente menor presencia de estas zonas de óxidos por existir una mayor interfase relativa matriz/refuerzo que

representa un sumidero de vacantes, influyendo durante el tratamiento térmico en la cinética de envejecimiento.

El análisis fractográfico realizado mediante SEM, revela la plasticidad de los materiales compuestos aquí tratados. En la figura 7, se presentan vistas de las superficies de rotura por tracción para AMCs estampados en estado T6. En las fracturas se revela el carácter dúctil en los materiales obtenidos por estampación y tratados térmicamente, aunque mostrando algunas zonas de transición dúctil-frágil al observar la existencia de las estructuras laminares.

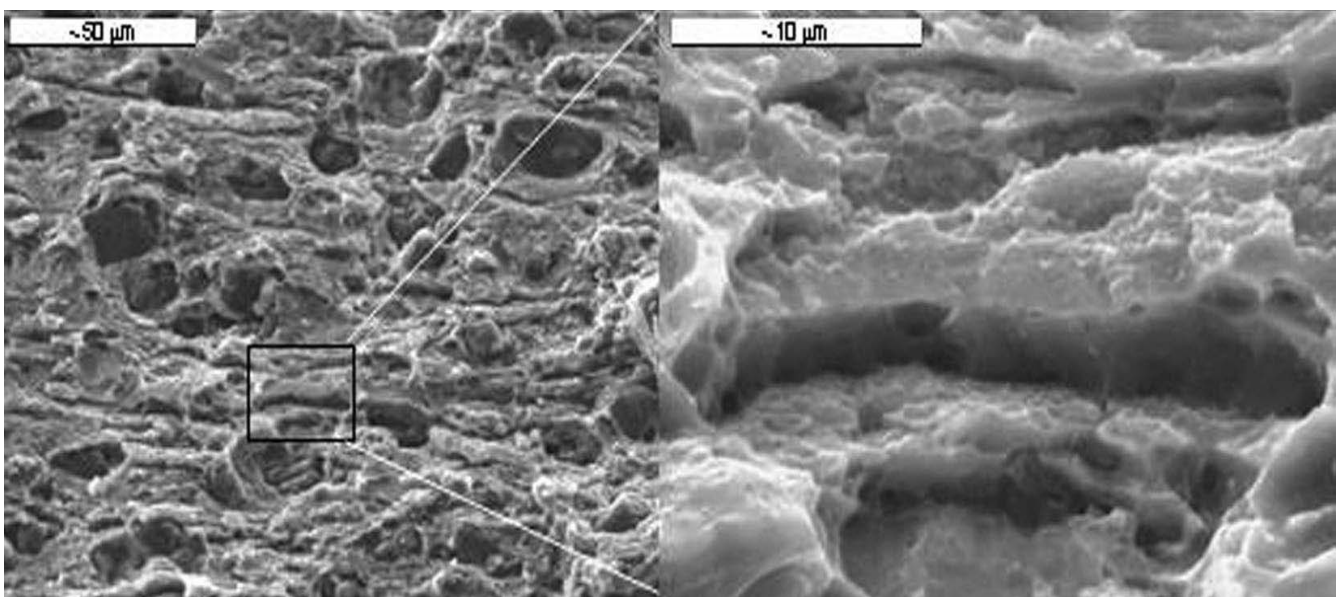


Figura 7. Detalle mediante SEM de la fractura de un material compuesto reforzado con 10% en volumen de B₄C, estampado en estado T6. Se observa una transición dúctil-frágil en estos materiales debido a la alta deformación sufrida en el proceso de estampación.

III. CONCLUSIONES

Empleando condiciones controladas de fabricación es posible desarrollar materiales compuestos de matriz de aluminio reforzados con partículas cerámicas, mediante el proceso de estampación en caliente, lográndose obtener materiales con geometrías y formas complejas y con posibilidades de aplicarlos en la industria. Durante este proceso, se realiza una gran cantidad de trabajo sobre el material produciéndose un endurecimiento por deformación muy importante, obteniendo materiales

compuestos con elevadas resistencias y durezas al compararse con la aleación utilizada como matriz, lo cual trae como consecuencia que estos materiales exhiban una elevada resistencia específica (resistencia/densidad), cuyas aplicaciones en materiales estructurales son deseables. Se comprueba que el tamaño de partícula de refuerzo tiene una influencia importante en el endurecimiento por precipitación en materiales que han tenido gran cantidad de deformación.

IV. REFERENCIAS

1. Besterji M., *Dispersion-Strengthened Aluminium Prepared by Mechanical Alloying*. Cambridge International Publishing, UK, (1999), pp 4.
2. Dowson, G., *Introduction to Powder Metallurgy, the process and its products*. European Powder Metallurgy Association – Education & Training, (2000).
3. Fogagnolo, J.B., Velasco, F., Robert, M. H. y Torralba, J. M., *Effect of mechanical alloying on the morphology, microstructure and properties of aluminium matrix composite powders*. Materials Science and Engineering A, Vol. 342, Issues 1-2, (2003), pp. 131-143.
4. Johannesson, B., Ogin, S. L., Surappa, M. K., Tsakiroopoulos, P., Brynjolfsson S., y Thorbjornsson, I. Ö., *Effect of reinforcement geometry on matrix stresses in three aluminium metal matrix composite systems*. Scripta Materialia, Vol. 45, Issue 8, (2001), pp 993-1000.
5. Kaczmar, J.W., Pietrzak, K. & Wlosinski, W., *The Production and Application of Metal Matrix Composite Materials*. Journal of Materials Processing Technology. vol. 106, (2000), pp 58-67.
6. Kamat, S.V., Hirth, J.P. and Mehrabian, R. *Mechanical properties of particulate -reinforced aluminum-matrix composites*. Acta Metall Vol. 37 N° 9, (1999), pp 2395-2402.
7. O'Donnell, G. y Looney, L., *Production of aluminium matrix composite components using conventional PM technology*. Materials Science and Engineering A, Vol. 303, Issues 1-2, (2001), pp. 292-301.
8. Randall M. German, *Powder Metallurgy Science*, 2nd ed. Princeton, New Jersey, USA.(1994), pp18.
9. Ruiz-Navas E.M., Da Costa, C. E., Lopez, F.V. y Castello, J.M.T., *Mechanical Alloying: A Method to Obtain Metallic Powder Composite Materials*. Revista Metalúrgica (Madrid). Vol.36. N° 4, (2000), pp 279-286.
10. Suárez, O. M. *Precipitation hardening of a novel aluminum matrix composite*. Materials Characterization, Vol 49, Issue 2, (2002), pp 187-191.
11. Suryanarayana, C., Ivanov, E. y Boldyrev, V., *The Science and technology of mechanical alloying*. Materials Science and Engineering Vol. A304-306 (2001), pp. 151-158.
12. Torralba, J. M., Da Costa, C. E y Velasco, F., *P/M aluminum matrix composites: an overview*. Journal of Materials Processing Technology, Vol. 133, Issues 1-2, (2003), pp. 203-206.