

# Caracterización de aleaciones de aluminio (AA2014) reforzadas con partículas de SiC

M.D. ESCALERA, A. UREÑA, J.M. GÓMEZ DE SALAZAR, E. ESCRICHE  
Dpto. Ciencia Materiales e Ingeniería Metalúrgica. Facultad Ciencias Químicas  
Universidad Complutense de Madrid

En el presente trabajo se realiza un estudio microestructural (MO, SEM, EDS) y de cinética de precipitación (macro y microdurezas) de tres materiales compuestos de matriz de aluminio reforzados con diferentes proporciones de partículas de SiC (6, 13 y 20%), así como de la misma aleación sin reforzar, con objeto de determinar la influencia de porcentaje en partículas de refuerzo sobre sus propiedades. Se ha comprobado que el aumento del porcentaje de refuerzo produce una importante reducción del tamaño de grano, así como una disminución del bandeo. En cuanto a la cinética de envejecimiento se comprueba que el aumento del porcentaje de refuerzo retrasa la cinética de precipitación de la fase  $\lambda'$ , mientras que acelera la de la fase endurecedora  $\theta'$ .

*Palabras Clave: Material compuesto, aluminio, partículas de SiC, microestructura, tratamientos térmicos.*

## Characterization of aluminium alloys (AA2014) reinforced with SiC particles

In the present work the microstructure (using OM, SEM and EDS) and the aging kinetic (determined by micro and macrohardness and DSC test) of three aluminium matrix composites reinforced with different percentages of SiC particles (6, 13 and 20%) have been studied to determine the influence of the reinforcement percentage on the properties. An important decrease in the grain size and a reduction of banding with the reinforcement percentage have been found. The aging kinetic study reveals that the increase in the reinforcement percentage slows down the precipitation of  $\lambda'$  phase and accelerates the kinetic of  $\theta'$  phase.

*Key words: Aluminium matrix composite, SiC particles, microstructure, heat treatments.*

## 1. INTRODUCCION

Los materiales compuestos de matriz de aluminio despiertan un gran interés debido a que reúnen propiedades tales como su bajo peso, con una alta resistencia mecánica, proporcionada por el refuerzo. Este tipo de propiedades les convierte en materiales de uso potencial en aplicaciones donde una alta relación resistencia/peso es fundamental como puede ser la industria del transporte así como ciertas aplicaciones deportivas. Sin embargo, los procesos de unión en este tipo de materiales son complejos debido precisamente a la presencia del refuerzo. Englobado dentro de un estudio más amplio y como paso previo a su soldadura, se ha realizado el presente estudio de caracterización.

Está ampliamente comprobado en diversos trabajos (1,2) que la variación del porcentaje de refuerzo afecta, de forma importante, a la mayor parte de las características del material, al modificar drásticamente la microestructura de la que dependen otras muchas propiedades entre las que se encuentra la cinética de precipitación de la aleación matriz. En este estudio se pretende analizar cual es la variación de dichos parámetros cinéticos y microestructurales en el caso concreto del sistema formado por la aleación matriz AA 2014 (Al-4,3 Cu-0,2 Mg) reforzada con partículas de SiC.

## 2. PARTE EXPERIMENTAL

La matriz de los materiales compuestos estudiados ha sido, en los tres casos, la misma aleación AA2014 (Al-4,3Cu-0.2Mg). Dicha aleación estaba reforzada con porcentajes volumétricos de partículas de SiC del 6, 13 y 20 % respectivamente. Así mismo, se realizaron estudios con la matriz sin reforzar. Los materiales se recibieron en forma de chapones extruidos de 13 mm de espesor.

Para la caracterización microestructural se prepararon los tres planos ortogonales (L-T<sub>C</sub>, L-T<sub>L</sub> y T<sub>C</sub>-T<sub>L</sub>), referidos a la dirección de extrusión, de los materiales estudiados. Una vez preparados metalográficamente, fueron observados empleando para ello técnicas de microscopía óptica y electrónica de barrido. También se midió el tamaño y relación de aspecto del refuerzo. Así mismo, se estudió también la microestructura de los materiales tras un tratamiento de solubilización a 500°C durante 5 horas seguido de temple en agua.

Para comprobar la influencia del refuerzo en la cinética de endurecimiento por precipitación de las matrices reforzadas, se realizaron ensayos de dureza (10Kg) y microdureza (25 g) Vickers sobre los cuatro materiales solubilizados, en las condiciones anteriormente descritas sometidas posteriormente a envejecimiento artificial por tiempos comprendidos entre 0 y

24 h, y temperaturas de 170 y 190 °C. Además se realizaron ensayos de calorimetría diferencial de barrido (DSC) en probetas solubilizadas y templadas, calentándolas desde temperatura ambiente hasta 480 °C, a una velocidad de 10 °C/min.

### 3. RESULTADOS Y DISCUSION

#### 3.1. Estudio Microestructural

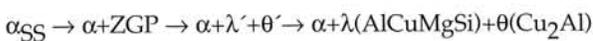
Como aspecto general, tal y como puede observarse en las figuras 1.(a,b,c y d) puede destacarse que los cuatro materiales presentan una matriz parcialmente recrystalizada, cuyo tamaño de grano disminuye de forma evidente con la adición de partículas de refuerzo. Las longitudes de grano, medidas en la dirección de laminación, varían desde 300-500 μm, para el material no reforzado hasta tamaños inferiores a 10 μm para el que posee un 20 % de SiC (Fig. 1.d), cambiando su forma de alargado a equiaxial.

Por otro lado, la distribución de partículas de SiC en los materiales reforzados no es del todo homogénea, sino que éstas se alinean preferentemente en la dirección de laminación, generando una distribución alternada de bandas ricas en partículas, con otras de bajo e incluso nulo % de refuerzo (Fig.2). Así mismo, se aprecia la existencia de agrupaciones locales de partículas (*clusters*) (Fig.3), que según algunos autores (3) pueden ser los responsables de la nucleación de grietas que favorezcan la baja tenacidad de este tipo de materiales. Ambos fenómenos, y especialmente el primero de ellos, se reducen conforme aumenta el grado de refuerzo del material. Las partículas de SiC que actúan como refuerzo poseen tamaños próximos a 10 μm y relaciones de forma (longitud/diámetro) que varían entre 3:1 hasta 1:1.

La matriz en estado de recepción presenta, así mismo, precipitados de equilibrio propios de la aleación (fundamentalmente fase θ), que aparecen tanto en los límites de grano como en su interior. La aplicación a los materiales estudiados, de un tratamiento de solubilización a 500 °C durante 4 h, seguido de temple en agua, permite la disolución total de dichos precipitados, aunque siguen observándose la presencia de pequeños precipitados intracristalinos con morfologías fundamentalmente aciculares (Fig. 4), que han sido identificados mediante EDS como fases ternarias de Al-Fe-Si.

#### 3.2. Cinética de precipitación

La precipitación en las aleaciones Al-Cu-Mg-Si como la AA 2014 ha sido ya estudiada por otros autores. Dubost et al. (4) encontraron que los compuestos endurecedores en estas aleaciones son la fase θ' (CuAl<sub>2</sub> metaestable) y la fase cuaternaria λ' metaestable que sustituye en las aleaciones que contienen una cantidad significativa de Si a la fase S (Al<sub>2</sub>CuMg). Posteriormente Dutta et al. (5) establecieron que la secuencia de precipitación es



Las medidas de dureza y microdureza Vickers realizadas para las diferentes condiciones de envejecimiento se muestran en las fig. 5 y 6. La utilización de ambas técnicas de medida tiene como misión corregir, en la medida de lo posible, las desviaciones locales de microdureza observadas y que son origi-

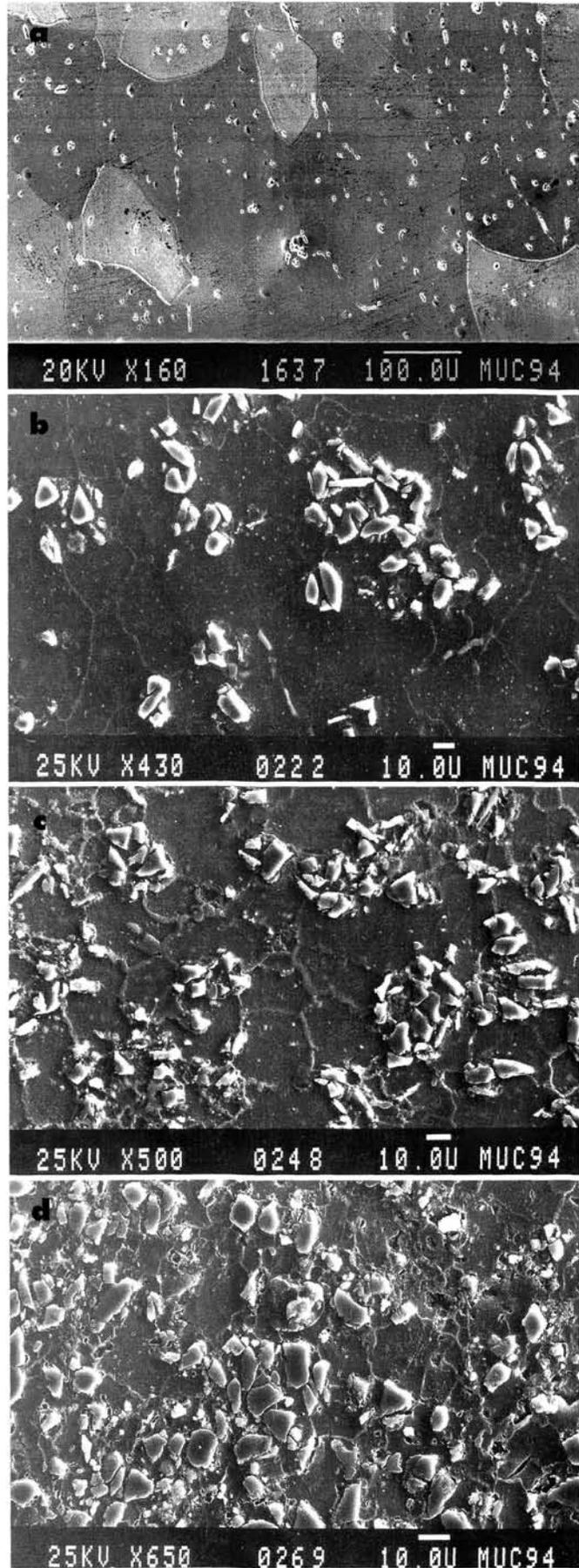


Fig. 1. Microestructura de los materiales estudiados (L). a) AA 2014. b) AA 2014/SiC/6p. c) AA 2014/SiC/13p. d) AA 2014/SiC/20p.

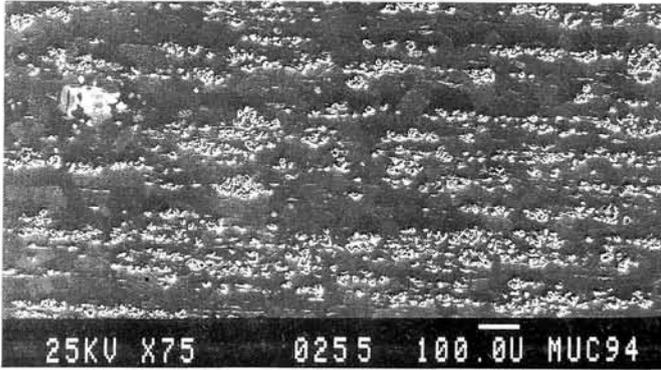


Fig. 2. Detalle del bandeo.

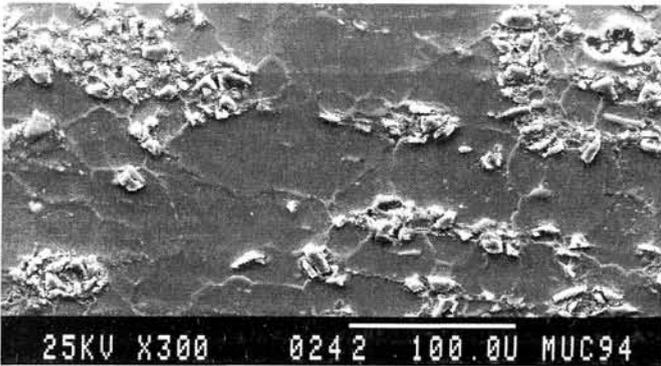


Fig. 3. Detalle de un agrupamiento de partículas (cluster).

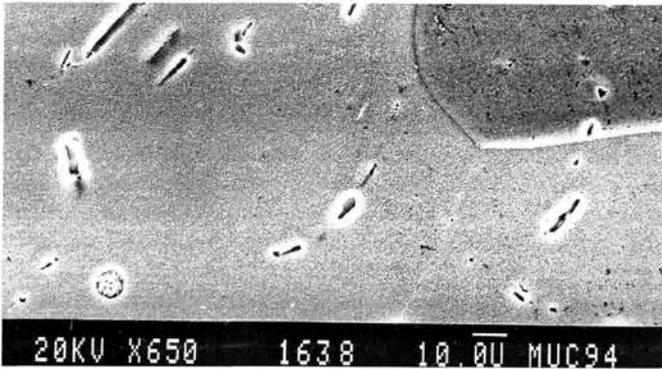


Fig. 4. Precipitados aciculares intracristalinos (fases de Fe, Si y Al) presentes en la matriz solubilizada.

nadas por la distribución heterogénea de las partículas de refuerzo en la matriz.

En general, y en ambos tipos de curvas, se observa que la cinética de endurecimiento de los materiales compuestos depende del % de refuerzo. El pico de dureza para la aleación sin reforzar aparece a tiempos mayores que en la matriz reforzada y disminuye el tiempo necesario para alcanzar la dureza máxima conforme aumenta el porcentaje en refuerzo. Este pico de dureza se corresponde con la precipitación de la fase metaestable  $\theta'$ .

Las curvas de dureza presentan otro pico de dureza algo menor, para tiempos mas cortos de maduración que se corresponde a la precipitación de la fase metaestable  $\lambda'$ . Ésta se ve ligeramente retrasada con el aumento de la densidad de partículas de SiC en el material. Este fenómeno se observa fundamentalmente cuando la maduración se realiza a 190 °C.

La aceleración de la cinética está relacionada con la diferente

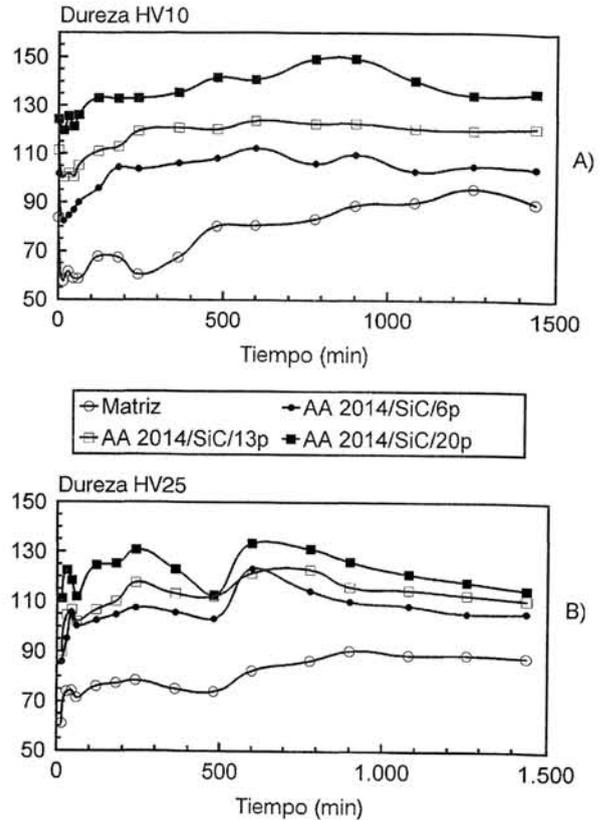


Fig. 5. Variación de dureza en función del tiempo de los cuatro materiales estudiados para una temperatura de envejecimiento de 190 °C. a) Macro dureza. b) Microdureza.

forma que tienen los precipitados de nuclear (5). Los precipitados  $\lambda'$  nuclean en las vacantes mientras que la fase  $\theta'$  lo hace en las dislocaciones. Debido a la presencia de partículas y a la disminución del tamaño de grano en los materiales compuestos existe una mayor densidad de dislocaciones lo que acelera la cinética de la fase  $\theta'$  y aumenta la cantidad de este precipitado endurecedor. En cambio, al aumentar el número de partículas de SiC en el material, se produce una disminución de la concentración de vacantes ya que tanto las intercaras matriz-partícula como el mayor número de límites de grano y dislocaciones existentes actúan como sumideros de estos defectos, lo que reduce y retarda la precipitación de  $\lambda'$ .

Se observa, además, que la dureza alcanzada en los materiales compuestos es mayor que la de la matriz sin reforzar y que el valor de este máximo de dureza aumenta conforme lo hace el porcentaje de refuerzo. Este hecho se atribuye a dos factores. Por un lado el aumento de la densidad de dislocaciones conforme aumenta el porcentaje de refuerzo produce una mayor homogeneidad en la distribución de los precipitados y favorece un precipitación más fina (5). Por otro lado hay que considerar la influencia de la presencia del refuerzo sobre las medidas de macro y microdureza realizadas.

Estos hechos han sido comprobados con ensayos de calorimetría diferencial de barrido (DSC) cuyos resultados se muestran en la fig. 7. En todas las curvas se observa la presencia de dos picos endotérmicos correspondientes a la precipitación de las fases  $\lambda'$  y  $\theta'$ . En la curva correspondiente al análisis de la matriz sin refuerzo es posible apreciar además la existencia a una temperatura de 195 °C de un pequeño pico que correspondería con la aparición de las zonas GP. Este pico no aparece en los materiales reforzados ya que la presencia del refuerzo ace-

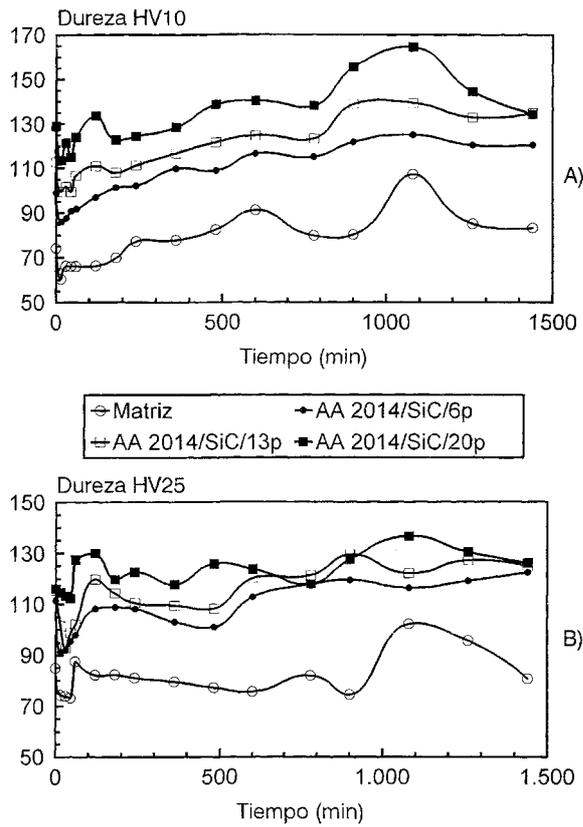


Fig. 6. Variación de dureza en función del tiempo de los cuatro materiales estudiados para una temperatura de envejecimiento de 170 °C. a) Macro dureza. b) Microdureza.

lera su cinética y lo enmascara. El desplazamiento de los picos según varía el porcentaje de refuerzo confirma los datos obtenidos mediante micro y macro durezas.

4. CONCLUSIONES

1. El porcentaje en partículas que refuerzan la aleación AA2014 influye sobre algunas de sus características microestructurales como es, principalmente, su tamaño de grano; de forma que para las mismas condiciones de procesado, el tamaño de grano disminuye al aumentar el grado de refuerzo.
2. La distribución del refuerzo en la matriz no es homogénea sino que se producen fenómenos de bandeado y "clustering" originados durante los procesos de conformado. Esto explica las desviaciones locales que se producen cuando se emplea como método de seguimiento de la cinética de envejecimiento, la medida de microdurezas.
3. La adición del refuerzo acelera la cinética de las zonas GP y la precipitación de  $\theta'$  mientras que disminuye la velocidad de formación de precipitados  $\lambda'$ . Debido a esto la cinética de precipitación de los materiales compuestos es más rápida que la de la matriz sin reforzar.

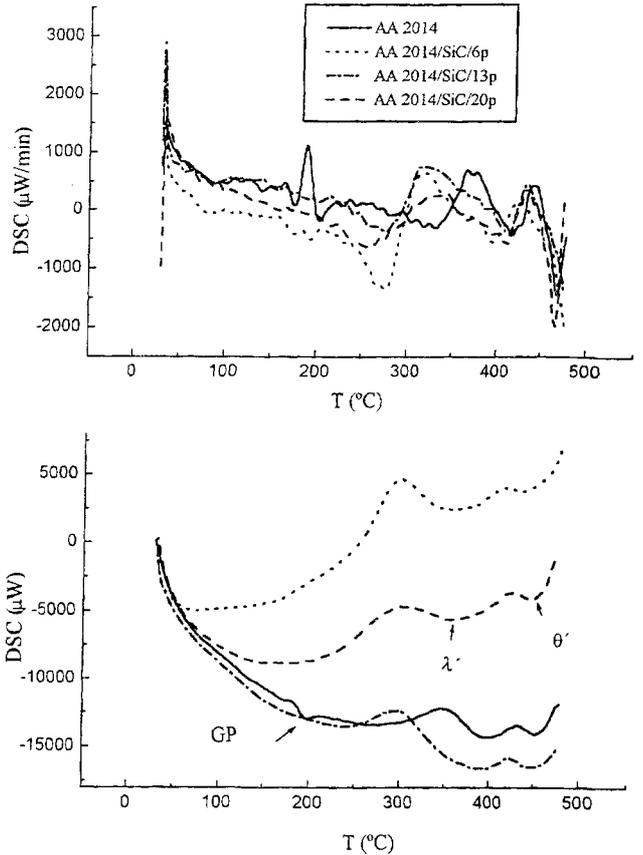


Fig. 7. a) Curvas de calorimetría diferencial de barrido para los cuatro materiales estudiados. b) Curvas derivadas.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean mostrar su agradecimiento a la CICYT por su apoyo económico para la realización del presente trabajo (proyecto MAT 93/0210). ♦

BIBLIOGRAFÍA

1. J. W. Luster, M. Thumann, and R. Baumann. "Mechanical Properties of Aluminium Alloy 6061- $Al_2O_3$  Composites". *Mat. Sci. & Tech.*, **9**, 853-862, (1989).
2. K. K. Chawla, A. H. Esmaili, A. K. Datye, and A. K. Vasudevan. "Effect of Homogeneous Precipitation on Aging Behaviour of SiCp/Al 2014 Composite". *Scr. Met.*, **25**, 1315-1319, (1991).
3. J. K. Shang, R. O. Ritchie. "Crack Bridging by Uncracked Ligaments during Fatigue-Crack Growth in SiC-Reinforced Aluminum-Alloy Composites". *Metall. Trans. A*, **20A**, 897-908, (1989).
4. B. Dubost, J. Bouvaist, and M. Reboul. *Proc. Int. Conf. on Aluminium Alloys*, Charlottesville, VA, vol.II, 1109-23, (1986).
5. I. Dutta, C. P. Harper and G. Dutta. "Role of  $Al_2O_3$  Particulate Reinforcements on Precipitation in Al-Matrix Composites". *Metall. Trans. A*, **25A**, 1994-1591, (1994).