

REFORZAMIENTO DE LA ALEACION DE ALUMINIO 6061 CON CARBUROS DOBLES DE Fe-Cr OBTENIDOS POR ALEACION MECANICA

Reinforcement of AA6061 with Doubles Carbides of Fe-Cr obtained by Mechanical Alloying

RESUMEN

En este trabajo, se obtienen materiales compuestos vía pulvimetalurgia, de polvos de AA6061 reforzado con partículas de carburos dobles de Fe-Cr, obtenidos por Aleación Mecánica en un molino planetario. Los polvos, tanto de la matriz como del refuerzo son caracterizados y mezclados, para luego ser compactados, extruídos y finalmente envejecidos artificialmente, con el fin de evaluar sus propiedades mecánicas y tribológicas. La metodología experimental involucra el estudio de tres factores: factor composición (5 y 10% en volumen de refuerzo); factor tratamiento (T1 = material extruído, y T6 = envejecimiento artificial); y el factor refuerzo (tamizado por malla 400 y sin tamizar).

PALABRAS CLAVES: Aleación Mecánica, Al-MMCs, Carburos dobles de Fe-Cr, Extrusión, Pulvimetalurgia.

ABSTRACT

In this work, compound materials are obtained via powder metallurgy, using powders AA6061 reinforced with Fe-Cr double carbide particles, obtained by mechanical alloying in a planetary ball mill. The matrix and the reinforcement powders are characterized and mixed, to be compacted later, extruded and finally artificially aged with the purpose of evaluating their mechanical and tribological properties. The experimental methodology involves the study of three factors: composition factor (5 and 10% of reinforcement volume); treatment factor (T1 = extruded material and T6 = artificial aging); and the reinforcement factor (sieved with mesh 400 and without sieving).

KEYWORDS: Mechanical Alloying, Al-MMCs, Carbides double of Fe-Cr, Extrusion, Powder Metallurgy

JULIO C. CUEVAS

Ingeniero de Materiales.
Universidad del Valle
Juliocco@hotmail.com

WILLIAM BARONA M.

Ingeniero Químico, Ph.D.
Profesor
Universidad del Valle, Universidad
Santiago de Cali
Willbam55@yahoo.com

HECTOR SANCHEZ

Ingeniero Metalúrgico, Ph.D.
Director Escuela Ing. Materiales
Universidad del Valle
hsestepa@univalle.edu.co

IRVIN CASTRO

Ingeniero de Materiales.
Laboratorista
Universidad del Valle
irvinavas@yahoo.es

1. INTRODUCCIÓN

Diversas investigaciones realizadas con materiales compuestos de matriz metálica (MMCs) reforzados con partículas cerámicas vía pulvimetalúrgica, demuestran que estos materiales logran propiedades mecánicas y tribológicas superiores a los de la matriz metálica. El aluminio y sus aleaciones por su baja densidad, buena resistencia a corrosión y propiedades mecánicas aceptables son objeto de múltiples investigaciones en este campo [1, 2, 3, 4, 5]. En esta investigación se reforzó la aleación de aluminio AA6061 con carburos dobles de hierro-cromo preparados por aleación mecánica (AM).

La AM fue desarrollada en los años 60 del siglo XX por la compañía INCO (International Nickel Co of USA) con el propósito de producir polvos de aleaciones de base níquel que combinaran dos formas de endurecimiento: refuerzo por dispersión de óxidos y precipitación (Oxide-Dispersion Strengthened, ODS)[5]. Es una técnica básicamente de procesamiento en estado sólido mediante la cual se pueden producir aleaciones a partir de mezclas

de polvos elementales o de polvos prealeados, se realiza en molinos de alta energía[6]

2. METODOLOGÍA

2.1 Procedimiento Experimental

2.1.1 Materia Prima

Se utilizó como matriz metálica aleación de aluminio en polvo (AA6061 producida por atomización gaseosa por Aluminium Powder Co. Ltd), con un tamaño máximo de partícula de 75 μm y composición porcentual en peso: 0.96Mg, 0.69Si, 0.24Cr, 0.19Cu, 0.06Fe el resto Al; Con una densidad aparente de 1.589 g/cm^3 .

Como refuerzo de la aleación AA6061 se emplearon Carburos dobles de Fe-Cr en polvo, estos se obtuvieron por Aleación Mecánica (AM) [7]. Los carburos se prepararon a partir de polvos elementales de Fe, Cr y carbono tipo industrial de las siguientes características: cromo de 99 % de pureza y tamaño de partícula pasa

malla 325, hierro de 99.9 % de pureza y tamaño de partícula pasa malla 325 y carbono industrial con la siguiente distribución de partícula: 90% < 143.252 μm ; 50% < 68,094 μm y 10% < 19.021 μm . La molienda se realizó en un molino planetario tipo Pulverisette 5 a 280 rpm, con una relación masa de bolas a masa de polvos de 20:1, durante 30 h.

2.1.2 Diseño Experimental

En esta investigación se utilizó un diseño experimental factorial de tres factores con dos niveles por factor. Los factores y niveles se aprecian en la tabla 1.

FACTOR	NIVEL 1	NIVEL 2
Composición	5 % vol. refuerzo	10 % vol. refuerzo
Trat. térmico	T1	T6
Refuerzo	Sin Tamizar.	Tamizado malla 400

Tabla 1. Factores y niveles para la preparación del material compuesto (Al-MMCs).

De los factores y niveles se obtienen 8 combinaciones para cada replica. Se reportan los promedios de las propiedades mecánicas y tribológicas de las probetas correspondientes a dos replicas. A su vez se comparan las propiedades de los Al-MMCs con las de la aleación AA6061 sin refuerzo con los tratamientos térmicos T1 (material extruido normalizado) y T6 (ver apartado 2.1.7).

2.1.3 Mezcla de la aleación y refuerzo

Para la mezcla de los polvos, se empleo el mismo molino planetario, solo que se utilizo a 150 rpm por tiempo de 1 hora, con el fin de lograr una mezcla homogénea en la que el refuerzo quedara bien distribuido en la matriz.

2.1.4 Compactación

Para la compactación en verde de los polvos se empleo doble compactación uniaxial en frío a 400 MPa y cargas de mezcla de polvos de 15 g. El diámetro de los compactos en verde fue de 20 mm, y su altura de 18 ± 2 mm. La densificación lograda para el caso de la AA6061 sin refuerzo fue del 90 % aproximadamente. Se empleo como lubricante del dispositivo de compactación estearato de zinc.

2.1.5 Extrusión

Para obtener perfiles redondos de 5 mm de diámetro y 180 mm de longitud, se empleo un dispositivo extrusor con una relación de extrusión de 16:1 y ángulo de ataque de 120°. La extrusión se realizó a 560°C con sostenimiento de 30 min y velocidad de 2.5 ± 0.2 mm/s. La lubricación de los compactos y del dispositivo extrusor se hizo con una

suspensión al 20% en peso de grafito en aceite SAE 15W40.

La extrusión de la aleación sin refuerzo requirió una carga de 8000 Kgf, mientras que para los Al-MMCs con 5 y 10 % en volumen de refuerzo se requirió 10000 y 112000 Kgf respectivamente.

2.1.6 Tratamiento Térmico

Algunos de los perfiles se sometieron a tratamiento T6, este se realizo calentando las muestras a 530°C, con sostenimiento de 90 min, seguido de enfriamiento en agua a temperatura ambiente y posterior calentamiento a 175°C por 6 horas.

2.1.7 Ensayos de Tracción

Los ensayos de tracción fueron realizados en una Maquina Universal de Ensayos INSTRON Modelo 3366. El control del ensayo se realiza mediante un programa informático. La velocidad de la cruceta fue de 7,2 mm/min. Las probetas utilizadas fueron maquinadas de acuerdo a la norma ASTM E 8 – 04 [9].

2.1.8 Ensayos Tribológicos

Para estos ensayos se utilizo un CSEM TRIBOMETER del Laboratorio de Películas Delgadas de la Escuela de Ingeniería de Materiales de la Universidad del Valle. El ensayo de desgaste se realizó siguiendo los procedimientos y especificaciones de la norma ASTM G 99-05 [10]. Este ensayo se efectuó con dos tipos de probetas.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Caracterización del refuerzo

La figura 1 a) muestra el difractograma de los carburos de Fe, Cr que obtuvieron por AM A 30 h. de molienda. Se presentan dos fuertes ensanchamientos de los picos de difracción alrededor de los ángulos 2θ de 45° y 82°. Esto sugiere que se formaron diversos componentes con diferentes estequiometrías, tales como los carburos de hierro cromo $\text{Fe}_{4.07}\text{Cr}_{18.93}\text{C}_6$ y $\text{Fe}_{15.58}\text{Cr}_{7.42}\text{C}_6$. Se observan también un significativo número de picos superpuestos, que corresponden a la formación de fases cristalinas de carburos de hierro, como Fe_3C y Fe_7C_3 . La figura 1 b) muestra el ajuste del espectro Mössbauer de esta mezcla. El doblete es una fase paramagnética, por su anchura nos sugiere se trata de varias fases que corresponden a los carburos $\text{Fe}_{4.07}\text{Cr}_{18.93}\text{C}_6$ y $\text{Fe}_{15.58}\text{Cr}_{7.42}\text{C}_6$. La figura 1 c) muestra la distribución magnética donde se determina el campo magnético que caracteriza los carburos de hierro Fe_3C , y Fe_7C_3 , la figura también muestra un campo magnético de 36.5T que corresponde a un óxido de hierro Cromo. Los carburos de hierro cromo poseen una microdureza promedio de 1483 HV y densidad aparente

de 3,382 g/cm³. Se realizo granulometría láser a los carburos en estado tamizado (pasa malla 400) y sin tamizar. Para los carburos tamizados el 90% de las partículas esta por debajo de 29 μm, mientras que para los carburos sin tamizar el 90% de las partículas esta por debajo de 45 μm.

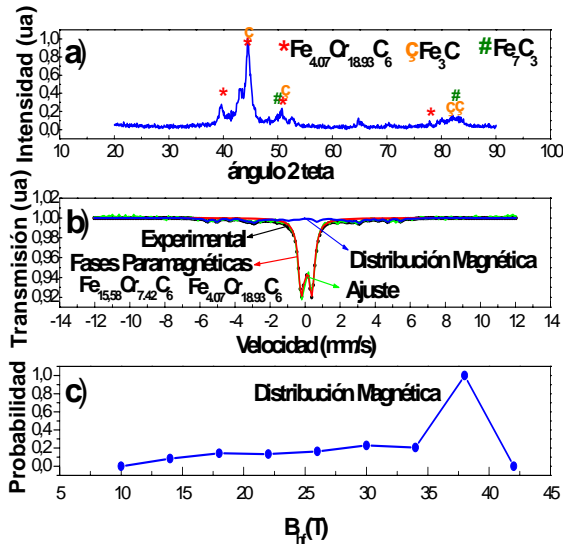


Figura 1. Caracterización por a) difracción de Rayos x, b) Espectrometría Mössbauer y c) distribución Magnética. Muestra sin tamizar.

3.2 Al-MMCs

3.2.1 Densificación

Las densidades promedio en verde y de los perfiles extruidos se reporta en la tabla 2.

DENSIDAD PROMEDIO	0%	5%	5% Tam	10%	10% Tam
VERDE	2.433	2.530	2.605	2.665	2.765
EXTRUIDO	2.685	2.894	2.948	3.062	3.129

Tabla 2. Densidades en verde y de los perfiles extruidos.

Los resultados arrojan una densificación de la aleación AA6061 en verde del 90,6% con respecto a la densidad teórica de la aleación 6061 (2.685 g/cm³); mientras que en el producto extruido se obtuvo un 100% de densificación, es decir, un aumento del 10,36%. Para el caso de los compuestos, para los cuales no existe un reporte teórico de densidad, el aumento en la densificación de los compactos verdes a los perfiles extruidos fue de un 13,16% en promedio.

3.2.2 Metalografía Óptica

La figura 2 muestra 5 fotomicrografías longitudinales de zonas centrales de los perfiles extruidos de los diferentes tipos de material. En a) se aprecia deformación preferencial en el sentido de la extrusión (eje x), debido a la fricción generada entre las superficies del material y las paredes internas del dispositivo extrusor. En el caso de los materiales reforzados b), c), d) y e) se observa como las partículas interfieren el flujo plástico de la aleación base, desviándolo y generando una textura claramente diferenciada de la que se presenta en la aleación sin refuerzo. Esta desviación plástica sumada a la deformación por fricción con el dispositivo extrusor, ocasiona un rompimiento más efectivo de la capa de óxidos que originalmente recubre los polvos, lo cual garantiza no solo una redistribución más homogénea de estas capas a través de la matriz sino la unión efectiva de los polvos en la misma. Las aglomeraciones de partículas cuya presencia es mas probable a medida que se incrementa el porcentaje de refuerzo c) y e), nuclean microfisuras que tenderán a reducir la ductilidad del Al-MMC, aunque incremente el valor de resistencia en algunos casos, dependiendo de la longitud y orientación de estas.

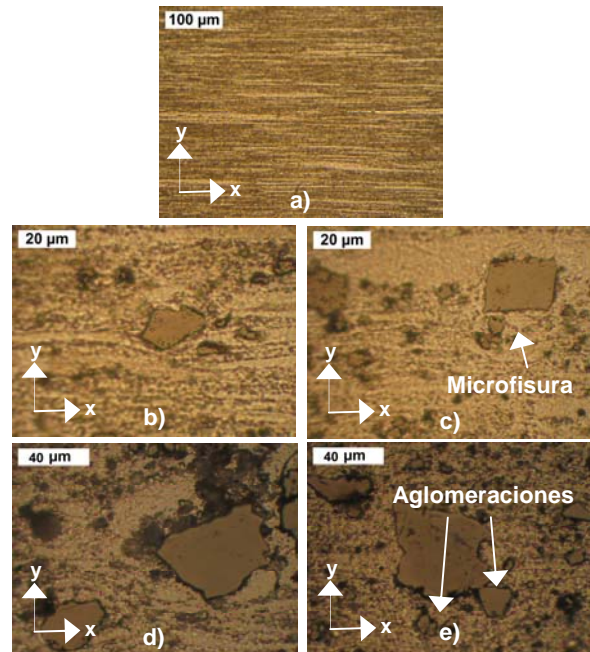


Figura 2. Cortes longitudinales atacados con reactivo Keller por 1 min. a) AA6061 T1 b) 5% Tamizado T1 c) 10% Tamizado T1 d) 5% T1 e) 10% T1. El eje x representa la dirección de extrusión.

La figura 3 muestra fotomicrografías ópticas de secciones transversales de los perfiles extruidos de la aleación AA6061 y de los Al-MMCs sin atacar. En a) se aprecia una escasa y fina porosidad del extruido, lo cual termina de explicar la densificación del 100% obtenida para la

aleación 6061 (tabla 2). En b), c), d) y e) se observa una distribución de partículas en la matriz razonablemente uniforme; sin embargo, se observa un incremento del grado de aglomeración de las partículas de refuerzo con el incremento de porcentaje de estos. Como se menciona en [2] durante el proceso de envejecimiento, si se tienen partículas de refuerzo muy finas, estas van a actuar como centros preferenciales de nucleación heterogénea de las fases precipitadas. Si la precipitación se da fundamentalmente en los límites de grano, la resistencia a la tracción del material será relativamente baja. Si por el contrario, las partículas de óxido y de refuerzo agregado se encuentran uniformemente dispersas, la precipitación se llevará a cabo de forma más homogénea a través de todo el material, lo cual puede conducir a un incremento de las propiedades mecánicas.

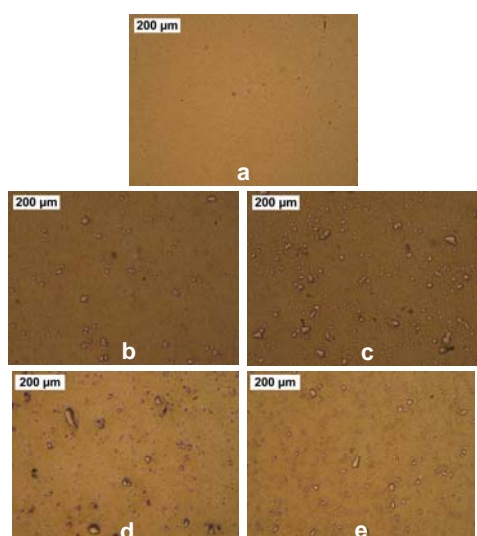


Figura 3. Cortes Transversales sin ataque químico. a) AA6061 T1 b) 5% Tamizado T1 c) 10% Tamizado T1 d) 5% T1 e) 10% T1.

3.2.3 Caracterización Mecánica

Los ensayos de tracción muestran dos materiales con combinación de propiedades interesantes, estos son los compuestos con refuerzo tamizado (Tam) con 5% T6 y 10% T1; ambos presentan mayores resistencias máxima (figura 4), de fluencia al 0,2% de deformación (figura 5) y dureza (figura 7), con respecto a la aleación envejecida; sin embargo, según la figura 6, en el primer material mencionado (5% Tam T6), la ductilidad disminuyó a casi la mitad (10%), lo cual lo confirma como un material más resistente pero menos dúctil y más frágil con respecto a la AA6061 T6.

En el segundo caso (10% Tam T1), solo la ductilidad estuvo un poco por debajo de la aleación 6061 envejecida. Esta combinación de propiedades superiores a la aleación 6061, hacen de este material el más interesante producido en esta investigación desde el

punto de vista mecánico, ya que se supera a la aleación sin necesidad de un tratamiento térmico de envejecimiento artificial. El envejecimiento artificial en este tipo de materiales eleva el costo de producción a su vez que disminuye la productividad, ya que se necesitan largos periodos de tiempo de sostenimiento a la temperatura de envejecimiento artificial; es por esto que lo obtenido con este material puede hacerlo muy atractivo para su producción a nivel industrial. Por otro lado, las graficas no muestran una tendencia clara que nos indique si en términos generales con el incremento del refuerzo en la matriz o el envejecimiento artificial se aumentan o disminuyen las propiedades mecánicas considerablemente, pero lo que si se observa es que para los Al-MMCs con 10% de refuerzo (sin Tam. y Tam.), el envejecimiento a 6 horas (T6) no mejora significativamente las propiedades con respecto a su estado T1, incluso llegando a estar por debajo de estos últimos. Para el caso de los Al-MMCs con 5% de refuerzo, el envejecimiento a 6 horas parece no ser tampoco tan significativo en cuanto a las propiedades mecánicas, salvo en el caso del compuesto con 5% de carburo tamizado, que supero significativamente las propiedades de la aleación 6061 envejecida.

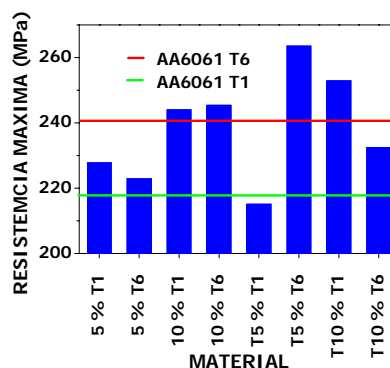


Figura 4. Resistencia máxima de los Al-MMCs comparada con la de la AA6061 en estado T1 y T6.

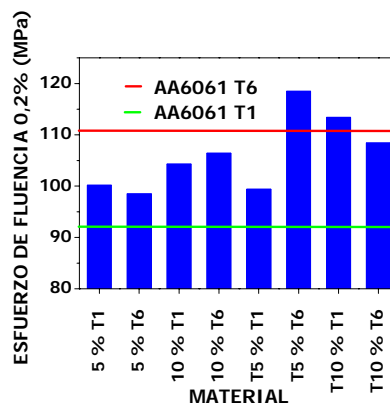


Figura 5. Esfuerzo de fluencia al 0,2% de los Al-MMCs comparado con el de la AA6061 en estado T1 y T6.

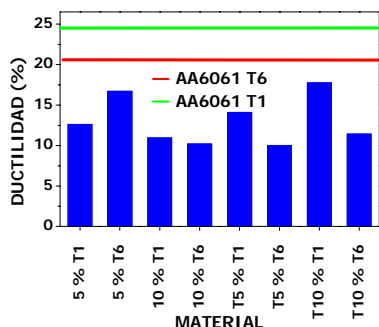


Figura 6. Ductilidad de los Al-MMCs comparada con la de la AA6061 en estado T1 y T6.

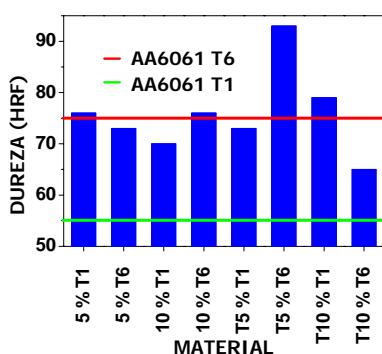


Figura 7. Dureza HRF de los Al-MMCs comparada con la de la AA6061 en estado T1 y T6.

Lo anterior indica que los factores de estudio de composición y tratamiento térmico no son tan claramente significativos en cuanto a las propiedades mecánicas de los Al-MMCs como si lo es el factor de tamizado de los carburos dobles; pues en el caso de los Al-MMCs con 5 y 10 %, solo los de refuerzo tamizado presentaron diferencias importantes en sus propiedades mecánicas entre sus estados T1 y T6, mejorando en los primeros las propiedades en su estado T6 y en los segundos en su estado T1. Por lo anterior, cabe pensar que si se logra refinar el tamaño de partícula del refuerzo, es posible que las propiedades mecánicas de los Al-MMCs mejoren significativamente, con respecto a las de la AA6061 en estado T6. En términos generales los Al-MMCs presentan niveles intermedios entre los estados T1 y T6 de la AA6061, encontrándose algunos con propiedades cercanas o al nivel de la AA6061 T6, salvo en el caso de los dos materiales mas sobresalientes en los que se alcanzo a obtener un efecto de reforzamiento.

3.2.3 Caracterización Tribológica

La caracterización tribológica se realizó mediante el ensayo de pin on disk. En esta prueba se utilizaron discos giratorios de los diferentes perfiles extruídos de la aleación reforzada, y un pin fijo esférico de acero KML

(alemán) de 57 HRC de dureza. Los parámetros del ensayo fueron: Carga 3N, recorrido 200 m y velocidad 10 cm/s.

La figura 8 muestra el Comportamiento al desgaste de los diferentes Al-MMCs comparados con la AA6061 en estados T1 y T6. El mayor desgaste lo presento la aleación 6061 es sus estados T1 y T6 respectivamente, lo cual indica que con la incorporación de refuerzo, la resistencia al desgaste aumenta significativamente. El material que presento el menor desgaste, fue el de 5% de carburo sin tamizar en estado T6. El material con menor desgaste tiene tamaños de partículas más grandes pues estas no fueron tamizadas, como tiene apenas un 5% de refuerzo, es posible que el número de partículas grandes sea mas significativo que en un material con 10% de refuerzo. En términos generales para una misma cantidad de refuerzo el estado T6 ofrece las mejores condiciones debido a que la matriz presenta una mayor resistencia al flujo plástico, reteniendo de manera más efectiva a las partículas de carburo.

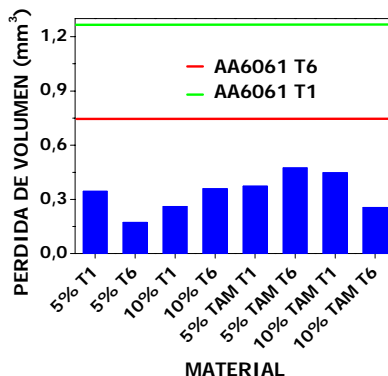


Figura 8. Comportamiento de desgaste de los diferentes Al-MMCs comparados con la AA6061 en estados T1 y T6.

La figura 9 muestra la huella en estos materiales después del ensayo de pin on disk. La huella en la aleación 6061 es más ancha e irregular, consecuencia de una mayor deformación plástica durante el ensayo. El comportamiento al desgaste en este caso es de tipo adhesivo, por tratarse de un material blando, se ven involucrados procesos de deformación plástica (debida a la presión localizada en los puntos de contacto), adhesión y fractura de juntas superficiales en el par tribológico. Esto ocasiona que la fuerza de fricción aumente. Este comportamiento se mejora un poco cuando la aleación posee tratamiento T6. En el caso de los Al-MMCs la huella es menos irregular, mejor definida y menos profunda, resultado de una menor deformación plástica del material. La presencia de las partículas de refuerzo que se caracterizan por su elevada dureza, disminuyen estas juntas, pero a su vez pueden desprenderse algunas de estas partículas y quedar atrapadas en la superficie de contacto y actuar como lubricante disminuyendo la fuerza de fricción y por ende el desgaste. Este

comportamiento es mas evidente en el Al-MMC con 5% de refuerzo T6, cuya huella es mas nítida.

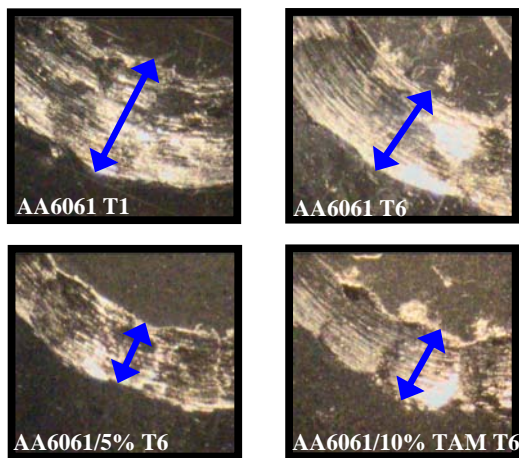


Figura 9. Fotografías tomadas a las huellas de desgaste sobre los materiales.

4. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

Procesos como la sinterización de compactos verdes, en los que la densificación alcanza valores cercanos al 90% o en el mejor de los casos 95%, hacen que el proceso de extrusión de polvos con el cual se garantiza una densificación del 100%, sea una opción muy interesante, ya que generalmente con una mayor densificación se mejora el desempeño de los materiales producidos por técnicas pulvimetalúrgicas.

En términos generales, se logro obtener perfiles extruídos en los que el refuerzo esta homogéneamente distribuido dentro de la matriz, siendo mayor este efecto en los Al-MMCs con 5% de refuerzo tamizado y sin tamizar, en los que se aprecian menos aglomeraciones de partículas. Lo anterior es importante puesto que una distribución de partículas homogénea induce una mejor combinación de propiedades del material compuesto.

La caracterización mecánica de todos los Al-MMCs obtenidos en este trabajo, arrojó a dos materiales que sobresalen de los demás, en cuanto que superan las propiedades de la AA6061 envejecida. Con esto podemos concluir que los carburos dobles de hierro-cromo efectivamente pueden llegar a reforzar aleaciones ligeras como las de aluminio, en este caso la aleación 6061.

Los Al-MMCs obtenidos mejoraron significativamente las propiedades tribológicas de la AA6061 envejecida, independientemente del tratamiento térmico y de si contienen carburo tamizado o no.

Por lo anterior podemos afirmar efectivamente se logro reforzar la AA6061 con los carburos dobles de Fe-Cr obtenidos por MA.

Finalmente, quedan como perspectivas para la realización de estudios complementarios:

- Caracterización microestructural de la interfaz matriz-refuerzo para determinar la estabilidad del refuerzo dentro de la matriz.
- Purificación y refinamiento del refuerzo.
- Estudio de la cinética de endurecimiento por precipitación con respecto al endurecimiento por dispersión producto de la incorporación de partículas de refuerzo en la matriz.

5. REFERENCIAS

- [1] Cambronero, L. E. G., Ruiz, R. J. M., y Salvador M. D., "Propiedades Tribológicas de las Aleaciones AA6061 y AA7015 reforzadas con Cerámicas," artículo publicado en el VIII Congreso Nacional de Propiedades de Sólidos, Gandia, 2002, ETSI Minas-Universidad Politécnica de Madrid.
- [2] Ortiz, R. J. L. "Materiales Compuestos de Matriz de Aleación Al-Mg-Si-Cu 6061, reforzados con partículas de Nitruro, obtenidos por Extrusión de polvos: Producción, Estructura y Propiedades," Tesis doctoral, Universidad Politécnica de Valencia, 2000.
- [3] García, R. E; Suárez. C. G; y Galindo, N. J; "Desarrollo de Materiales Compuestos en Matriz de Aluminio Reforzados con Partículas Cerámicas" Revista de Ingeniería UPTC, Vol. 12 – 2003
- [4] Vanegas, E. O. "Síntesis y Caracterización de la Aleación de aluminio 6061 reforzada con partículas intermetálicas de $-CuAl_2-$ vía Pulvimetalurgia," Tesis de pregrado, Universidad del Valle, Facultad de Ingeniería de Materiales, Santiago de Cali, 2006.
- [5] Benjamin J.S. "Dispersion Strengthened Superalloy by Mechanical Alloying" Metallurgical Transactions, Vol. 1, pp. 2943-2951, 1970
- [6] Suryanarayana C. "Mechanical Alloying AND Milling " Progress in Material Science, Vol.46, pp. 1-184, 2001
- [7] Barona, M. W. "Síntesis y Caracterización de Carburos Dobles de Hierro y M obtenidos mediante Aleación Mecánica: Al, Si, Cr," Tesis doctoral, Universidad del Valle, Santiago de Cali, 2007.
- [8] Metals Handbook, "Powder Metal Technologies and Applications," Vol. 7, Ed. ASM, United States of America, 1998.
- [9] ASTM E8, Standard test methods for tension testing of metallic materials, ASTM international, 2004.
- [10] ASTM G99, Standard test method for wear testing with a pin- on- disk apparatus, ASTM international, 2005.