

## FRACTURA DE MATERIALES COMPUESTOS DE MATRIZ DE Mg REFORZADOS CON SiC

J. Ruiz, L. Caballero, J. LLorca y M. Elices

Departamento de Ciencia de Materiales. Universidad Politécnica de Madrid. E. T. S. de Ingenieros de Caminos. 28040 - Madrid

### RESUMEN

En este trabajo se estudian los mecanismos de deformación y fractura de materiales compuestos de matriz de Mg (AZ91C) reforzados con partículas cerámicas de SiC. Materiales con diferentes contenidos de SiC (0 - 20%), procesados por moldeado en arena y por inyección, y sometidos a diversos tratamientos térmicos fueron ensayados a tracción. Las superficies de fractura fueron examinadas con un microscopio electrónico de barrido. Los resultados muestran que el mecanismo de fractura dominante en estos materiales compuestos es la rotura prematura de las intercaras matriz-refuerzo. La ductilidad de estos materiales compuestos puede mejorarse mediante tratamientos térmicos de solubilización, mientras que los tratamientos de envejecimiento aumentan la capacidad de endurecimiento por deformación y reducen la ductilidad.

### ABSTRACT

The mechanisms of deformation and fracture in SiC particulate-reinforced Mg-matrix (AZ91C) composites have been studied. Composites with various SiC volume fractions (0 - 20%), processed by sand cast and die cast techniques, and with different heat treatments were tested in tension. Fracture surfaces were examined by scanning electron microscopy. The results point out that the main fracture mechanism is the interfacial decohesion between the matrix and the reinforcement. The ductility of these composite materials can be improved through solution heat treatments. Artificial aging gives rise to larger strain hardening but ductility decreases very rapidly with aging time.

### 1. INTRODUCCION

El estudio de las propiedades mecánicas de las aleaciones de Mg tuvo un fuerte desarrollo durante las décadas de 1950 y 1960. El interés de estas aleaciones radica en su baja densidad (aproximadamente un 30% inferior a las aleaciones de Al), con un claro potencial en la industria aeroespacial. Sin embargo, los graves problemas de corrosión encontrados llevaron a abandonar su aplicación como materiales estructurales. Durante los últimos diez años, estas propiedades han mejorado considerablemente mediante el uso de nuevas técnicas de fabricación, la eliminación de sustancias que facilitan la corrosión del Mg y la adición de nuevos elementos aleantes [1]. Estas nuevas aleaciones presentan unas propiedades muy interesantes para su uso en la industria espacial, donde el ahorro de peso es un factor de enorme importancia y los problemas de corrosión son reducidos.

Un modo de mejorar las propiedades mecánicas de estas nuevas aleaciones de Mg es reforzarlas con partículas

cerámicas. Los resultados disponibles en aleaciones de Al reforzadas con partículas cerámicas muestran una mejora considerable en el módulo de elasticidad, el límite elástico y la tensión de rotura en comparación con las matrices sin reforzar [2]. Su principal limitación se encuentra en los bajos valores de ductilidad y tenacidad de fractura, debidos a la introducción de partículas frágiles dentro de una matriz dúctil. El estudio de la rotura de estos materiales compuestos ha identificado tres mecanismos principales: rotura de las partículas cerámicas, decohesión entre la matriz y las partículas, y rotura dúctil en la matriz [3-5]. El mecanismo dominante puede variar en función de diversos factores tales como el tipo de sollicitación, el proceso de fabricación, los tratamientos térmicos, el tamaño medio de las partículas, la temperatura, etc.

Los escasos resultados experimentales disponibles sobre materiales compuestos de matriz de Mg reforzados con partículas cerámicas [6-7] muestran también una

mejora en el módulo de elasticidad, el límite elástico y la tensión de rotura, y una pronunciada reducción en la ductilidad. Sin embargo, las causas de la rotura no han sido analizadas. El objetivo de este trabajo es determinar cuales son los mecanismos dominantes y la influencia que tienen sobre ellos el proceso de fabricación, los tratamientos térmicos de solubilización y envejecimiento, y el contenido de partículas cerámicas.

## 2. MATERIALES Y TECNICAS EXPERIMENTALES

Para el presente estudio se han utilizado materiales compuestos constituidos por una aleación de Mg AZ91C (9% Al, 0.5% Zn y 0.3% Mn) reforzada en un 13% y un 20% en volumen con partículas de SiC. Los materiales fueron fabricados y suministrados por Dow Chemical. El compuesto AZ91+13% SiC fue fabricado por un proceso de moldeo en arena, mientras que el material AZ91+20% SiC se fabricó mediante moldado por inyección. Con objeto de estudiar la influencia de las propiedades de la matriz en el comportamiento mecánico de los compuestos, se ha estudiado también la aleación AZ91C sin reforzar y procesada mediante la técnica de moldéo por inyección.

Las probetas de sección circular suministradas por el fabricante fueron rectificadas ligeramente para eliminar los defectos y la capa de óxido superficial y sometidas a tratamientos térmicos en atmosfera de argon para evitar la oxidación. Las probetas, recibidas en la condición F, fueron solubilizadas a 410°C durante 18 horas (condición T4). Posteriormente, algunas probetas fueron envejecidas durante 8 y 16 horas (condiciones T6 - 8 horas y T6 - 16 horas) a 170°C, de acuerdo con la práctica habitual para la aleación AZ91C [8].

Las probetas fueron ensayadas a tracción de acuerdo con las especificaciones de la norma ASTM E-8M-89, y los valores de la carga y la deformación durante los ensayos se registraron mediante un sistema de adquisición de datos por ordenador. Las superficies de rotura fueron examinadas en un microscopio electrónico de barrido para determinar los mecanismos de fractura dominantes.

## 3. RESULTADOS

Las curvas tensión-deformación para la aleación AZ91C moldeada por inyección y los materiales compuestos moldeados por inyección y en arena se han dibujado en las Figs. 1, 2 y 3, respectivamente. El módulo de Young,  $E$ , el límite elástico,  $\sigma_y$ , la tensión de rotura,  $\sigma_u$  y la deformación de rotura,  $\epsilon_u$ , obtenidas a partir de dichas curvas pueden verse en las tablas 1, 2 y 3 para los mismos materiales.

Los resultados experimentales muestran un aumento significativo en el módulo de Young, el límite elástico y la tensión de rotura, en los materiales moldeados por inyección debido al refuerzo con partículas de SiC. El módulo de Young aumenta en un 50% mientras que los mayores incrementos relativos en  $\sigma_y$ , en relación con la

Tabla 1. AZ91C moldeado por inyección.

Condición	$E$ (GPa)	$\sigma_y$ (MPa)	$\sigma_u$ (MPa)	$\epsilon_u$ (%)
F	39	143	196	2.9
T4	39	100	187	5.7
T6 (16 h.)	42	139	197	2.1

Tabla 2. AZ91C + 20% SiC moldeado por inyección.

Condición	$E$ (GPa)	$\sigma_y$ (MPa)	$\sigma_u$ (MPa)	$\epsilon_u$ (%)
F	60	220	235	0.7
T4	56	197	250	1.3
T6 (8 h.)	60	215	252	1.1
T6 (16 h.)	60	233	244	0.7

Tabla 3. AZ91C + 13% SiC moldeado en arena.

Condición	$E$ (GPa)	$\sigma_y$ (MPa)	$\sigma_u$ (MPa)	$\epsilon_u$ (%)
T4	50 <sup>†</sup>	120 <sup>†</sup>	185 <sup>†</sup>	3.6 <sup>†</sup>
T6 (8 h.)	50	125	180	1.8
T6 (16 h.)	50	168	180	0.7

<sup>†</sup> Dato obtenido de [6].

aleación AZ91C, se obtienen para los materiales compuestos en la condición T4, lográndose una mejora del 97% con una fracción volumétrica de SiC del 20%. Las menores diferencias se dan para las condiciones F y T6 (16 horas) con un aumento del 50% en  $\sigma_y$ . Por otro lado, la ductilidad de los materiales compuestos es menor que la que presenta la aleación sin reforzar. Los tratamientos térmicos de solubilización y envejecimiento producen el mismo efecto en la aleación de Mg y en los materiales compuestos. La condición T4 presenta una reducción en  $\sigma_y$  y una mejora en  $\epsilon_u$  en comparación con la condición F. Los tratamientos térmicos de envejecimiento reducen progresivamente la ductilidad e incrementan el límite elástico. La tensión de rotura no se ve afectada por los tratamientos térmicos porque el mayor endurecimiento por deformación en las condiciones F y T6 es compensado por la reducción en ductilidad.

Las superficies de fractura de las probetas moldeadas en arena presentan defectos macroscópicos de pequeñas dimensiones y, probablemente, de poca trascendencia en cuanto a las propiedades mecánicas de las probetas (Fig. 4). Aunque no se conoce la naturaleza exacta de estos defectos, su aspecto brillante en el microscopio electrónico indica una baja conductividad eléctrica. En algunos casos, su morfología sugiere que podrían ser partículas de SiC insuficientemente fragmentadas. No parece que estos defectos guarden relación con los tratamientos térmicos, sino con el procedimiento de moldeo y probablemente con el control granulométrico

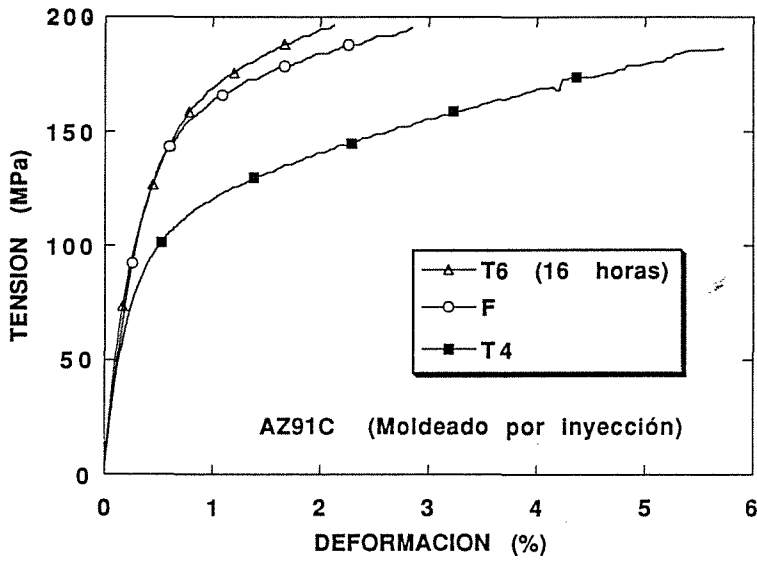


Fig. 1. Curvas  $\sigma - \epsilon$  para AZ91C moldeado por inyección.

Fig. 2. Curvas  $\sigma - \epsilon$  para AZ91C + 20%SiC moldeado por inyección.

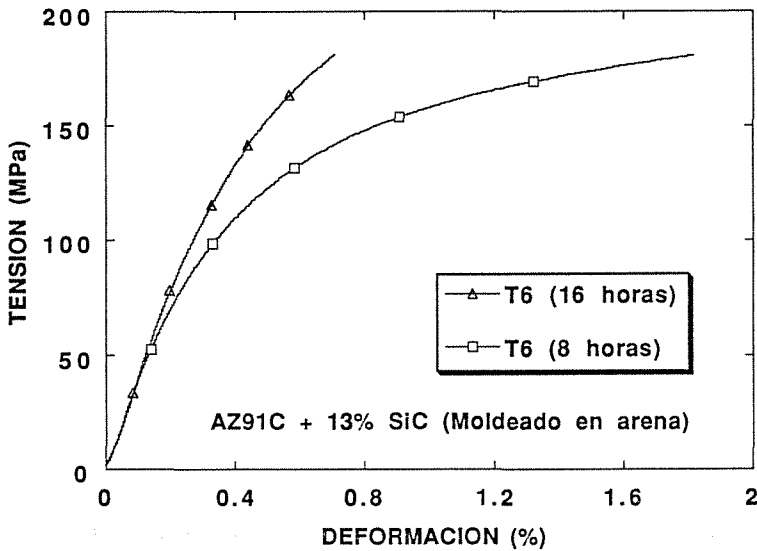
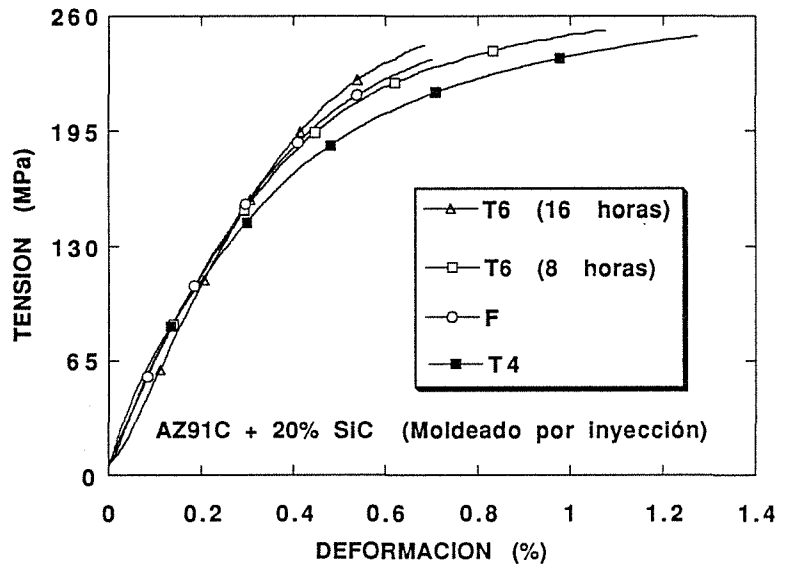


Fig. 3. Curvas  $\sigma - \epsilon$  para AZ91C + 13%SiC moldeado en arena.

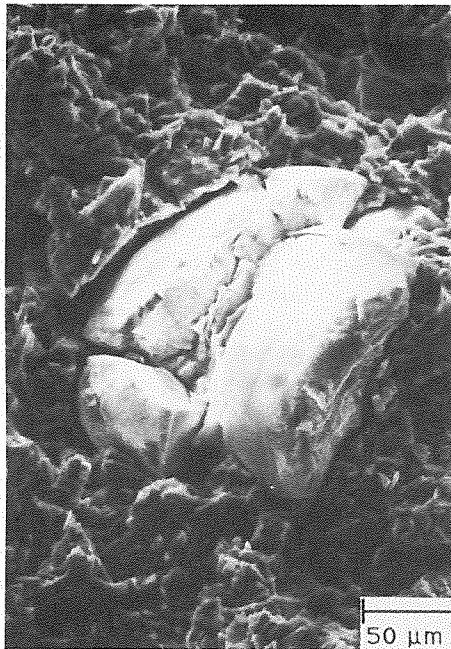


Fig. 4. Defecto en la superficie de fractura de AZ91C + 13%SiC (T6 - 8 horas).

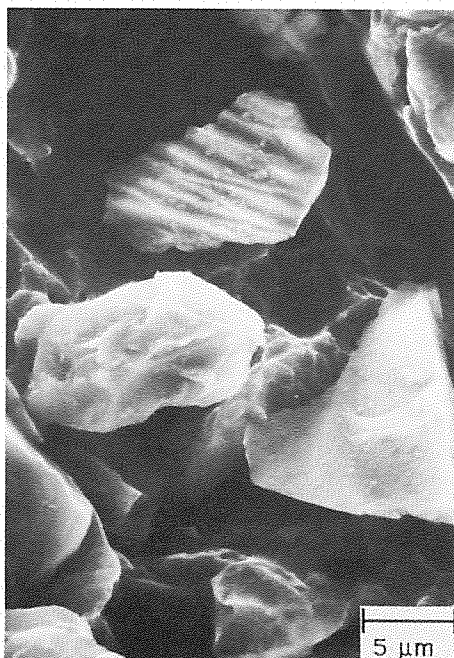


Fig. 5. Partículas de SiC en la superficie de fractura de AZ91C + 13%SiC (T6 - 8 horas). Obsérvese la decohesión entre las partículas y la matriz.

del SiC. En el aspecto microscópico, se observa que la fractura se produce con separación en la intercara matriz-partícula y rotura dúctil en la matriz, independientemente del tratamiento térmico (Fig. 5). La separación de las partículas respecto a la matriz ocurre fundamentalmente en las intercaras con orientación normal a la tensión macroscópica, mientras que las orientadas en la dirección de la tensión parecen separarse más o menos según el tratamiento térmico: tendencia menor en el estado T6 (16 horas) que en el T4 y en el T6 (8 horas).

En el material compuesto moldeado por inyección destaca la menor presencia de defectos macroscópicos en las superficies de fractura. Como excepción aparece un defecto extenso en el borde de la superficie de fractura en la probeta en condición F, que podría haber provocado su rotura prematura. Defectos menos importantes aparecen en el interior de la superficie de la probeta en la condición T4. Desde el punto de vista microscópico, se observa que la fractura del material compuesto tiene lugar por la separación de la intercara matriz-partícula (Fig. 6), acompañada de rotura dúctil de la matriz entre las partículas (Fig. 7). Localmente aparecen zonas de aspecto globular atribuibles a la presencia de microporosidad, que es un defecto frecuente en las aleaciones de base Mg. Aunque parece, al igual que en el material colado en arena, que la separación entre la matriz y las partículas decrece con la severidad del envejecimiento, esta posible tendencia necesita ser confirmada cuantitativamente.

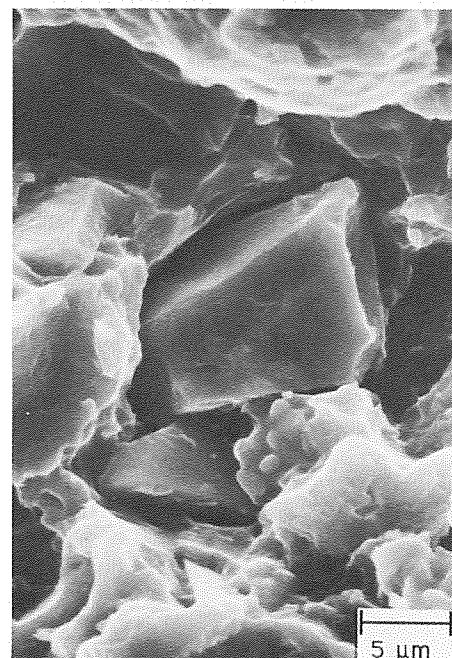


Fig. 6. Detalle de la superficie de fractura de AZ91C + 20%SiC (F). La partícula de SiC se encuentra separada de la matriz.

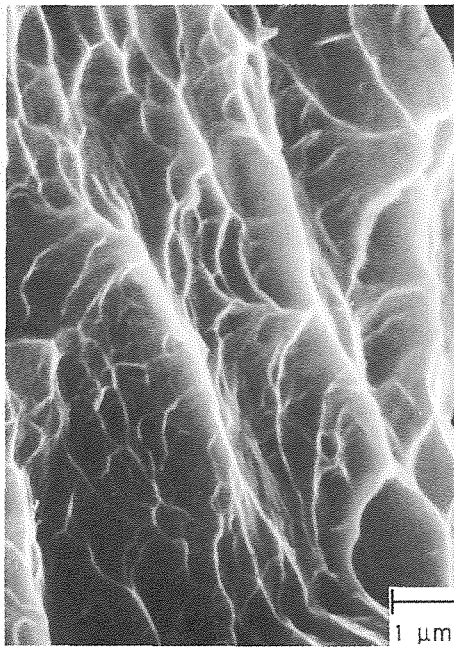


Fig. 7. Rotura dúctil en la matriz de AZ91C + 20%SiC (T4).

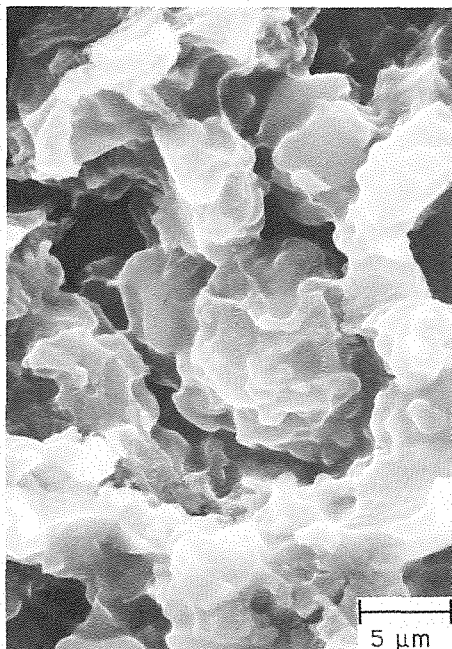


Fig. 8. Superficie de fractura de la aleación AZ91C (F).

En la aleación sin reforzar, la característica fractográfica más destacable es la generalización de la topografía globular (Fig. 8). La microporosidad desarrollada en el proceso de moldeado debe ser muy extensa a juzgar por el aspecto de las superficies de fractura. La fractura es de tipo dúctil, sin apreciarse ninguna influencia de los tratamientos térmicos.

#### 4. DISCUSION

Los incrementos en  $E$ ,  $\sigma_y$  y  $\sigma_u$  obtenidas con la adición de SiC a la aleación AZ91C están de acuerdo con los resultados conocidos para otros materiales compuestos con matrices de Al y Mg [2, 6-7]. Los materiales compuestos moldeados por inyección presentan propiedades superiores a los moldeados en arena, pudiéndose atribuir este comportamiento al mayor contenido en SiC y a las mejores propiedades mecánicas de la matriz. Más interesante es el estudio del efecto de los tratamientos térmicos sobre los mecanismos de endurecimiento y rotura. Análisis por difracción de rayos X [6, 9] han mostrado que la matriz del material compuesto, así como la de la aleación sin reforzar, está compuesta en la condición F por una fase de  $\alpha$ -Mg con precipitados de  $\beta$ - $Mg_{17}Al_{12}$ . Los precipitados intermetálicos de  $Mg_{17}Al_{12}$  dan lugar a un endurecimiento del material por dispersión [8] y tienden a concentrarse alrededor de las partículas cerámicas durante la solidificación del material compuesto debido a la menor conductividad térmica de estas últimas [6]. Durante la deformación, el material de la matriz situado junto a las partículas cerámicas se ve sometido a grandes deformaciones plásticas y a elevadas tensiones hidrostáticas, debido a la diferencia entre las propiedades de la matriz y del refuerzo y a las limitaciones geométricas para la deformación de la matriz impuestas por la presencia de partículas cerámicas [5]. Los precipitados presentes en esas zonas reducen la ductilidad de la matriz y dan lugar a la rotura prematura de la interfase, disminuyendo la ductilidad del material compuesto. El tratamiento térmico de 18 horas a  $410^\circ\text{C}$  disuelve completamente estos precipitados y los materiales en la condición T4 presentan una menor resistencia y un incremento en la ductilidad debido a la ausencia de compuestos intermetálicos frágiles en las intercaras matriz-refuerzo. Estos precipitados vuelven a aparecer con los tratamientos de envejecimiento, recuperándose las propiedades mecánicas y disminuyendo  $\epsilon_u$  con el tiempo de envejecido.

La morfología de las partículas de SiC en las superficies de fractura indica que no se han fracturado durante el proceso de deformación y que, de existir una mejor adhesión con la matriz, serían capaces de soportar mayores tensiones, con la consiguiente mejora en la tensión de rotura del material compuesto.

#### 5. CONCLUSIONES

El refuerzo de una aleación comercial de Mg AZ91C con partículas de SiC da lugar a notables mejoras en las propiedades mecánicas, a excepción de la ductili-

dad que experimenta una drástica reducción. El incremento en  $E$  y  $\sigma_y$  es debido a la transferencia de carga de la matriz a las partículas. Las propiedades mecánicas de los materiales compuestos pueden modificarse mediante tratamientos térmicos de solubilización y envejecimiento, al igual que ocurre con la aleación comercial.

Las superficies de fractura muestran que el mecanismo de fractura dominante es la rotura de las intercaras matriz-refuerzo, posiblemente debido a la presencia de precipitados de  $Mg_{17}Al_{12}$ . Cuando se eliminan estos precipitados por un tratamiento térmico de solubilización, la ductilidad de los materiales compuestos aumenta, sin disminuir la tensión de rotura. Los tratamientos térmicos de envejecimiento no parecen deseables porque, aunque aumentan la capacidad de endurecimiento por deformación, reducen mucho la ductilidad.

## 6. Agradecimientos

Los autores desean expresar su agradecimiento a los Drs. B. A. Mikucki y W. E. Mercer, de Dow Chemical (Freeport, TX), que proporcionaron los materiales utilizados en la presente investigación.

## 7. REFERENCIAS

- [1] Bray, D. J. (1990) Cast and Rapidly Solidified Magnesium Alloys, en *New Light Alloys*, AGARD Lecture Series 174, pp. 7.1-7.29.
- [2] McDanel, D. L. (1985) Analysis of Stress-Strain, Fracture and Ductility of Aluminum Matrix Composites Containing Discontinuous Silicon Carbide Reinforcement. *Metall. Trans.*, 16A, pp. 1105-1115.
- [3] You, C. P., Thompson, A. W. y Bernstein, I. M. (1987) Proposed Failure Mechanism in a Discontinuously Reinforced Aluminum Alloy. *Script. Metall.* 21, pp. 181-187.
- [4] Lewandowski, J. J., Liu, C. y Hunt, W. H., (1989) Effect of Matrix Microstructure and Particle Distribution on Fracture of an Aluminum Metal-Matrix Composite. *Mater. Sci. Engng.*, A107, pp. 241-255.
- [5] LLorca, J., Suresh, S. y Needleman, A. (1991) An Analysis of the Effects of Matrix Void Growth on Deformation and Ductility in Metal-Ceramic Composites. *Acta Metall. Mater.*, 39. En imprenta.
- [6] Mikucki, B. A., Shook, S. O., Mercer, W. E. y Green, W. G. (1986) Magnesium Matrix Composites at Dow: Status Update, en *The 43rd Annual World Magnesium Conference*, Los Angeles, California, pp. 13-23.
- [7] Whalen, R. T., González G., Robinson, S. L. y Sherby, O.D. (1989) Mechanical Properties of Particulate Composites Based on Body-Centered Cubic Mg-Li Alloy Containing Boron. *Script. Metall.* 23, pp. 137-140.
- [8] Roberts, C. S. (1960) *Magnesium and its Alloys*, John Wiley, Nueva York.

- [9] Nussbaum, G., Sainfort, P. y Regazzoni, G. (1989) Strengthening Mechanisms in the Rapidly Solidified AZ91 Magnesium Alloy, *Script. Metall. Mater.*, 23, pp. 1079-1084.