

MECANISMOS DE ROTURA EN MATERIALES COMPUESTOS DE MATRIZ DE ALUMINIO REFORZADOS CON PARTÍCULAS CERÁMICAS.

P. Poza y J. LLorca.

Departamento de Ciencia de Materiales. Universidad Politécnica de Madrid. E.T.S.I. de Caminos, Canales y Puertos. Ciudad Universitaria, E - 28040 - Madrid.

RESUMEN. En esta comunicación se presenta un estudio de los mecanismos de rotura bajo carga monótona y cíclica en tres materiales: la aleación Al 2618 reforzada al 15% en volumen con partículas de SiC, y las aleaciones Al 2014 y Al 6061 reforzadas al 15% en volumen con partículas de Al₂O₃.

Los estudios de metalografía cuantitativa, empleando Microscopía Óptica y Electrónica de Barrido, muestran que el mecanismo de rotura dominante fue la fractura frágil de las partículas cerámicas. En particular, las partículas de mayor tamaño y más alargadas presentan una mayor probabilidad de fractura. Así mismo, las zonas de alta concentración de refuerzo suelen ser lugares donde se produce la rotura de las partículas. Las conclusiones del trabajo indican que el refuerzo óptimo, desde el punto de vista de la ductilidad en tracción y fatiga, está constituido por partículas redondeadas de unas 5 µm de diámetro y homogéneamente distribuidas en la matriz.

ABSTRACT. In this paper, a study of the fracture mechanisms under monotonic and cyclic loads is presented. The materials used in this investigation were a 2618 Al alloy reinforced with 15 vol. % SiC particulates, and two Al other alloys (2014 and 6061) reinforced with 15 vol. % of Al₂O₃ particulates.

Quantitative metallography, using Optical and Scanning Electron Microscopy, indicated that the dominant failure mechanism was the fracture of the reinforcement during deformation. The probability of particulate fracture increased with reinforcement size, and elongated particulates were more prone to fail than small, equiaxed ones. Clusters of particulates were usually places where failure begins. Thus, the optimum reinforcements from the point of view of ductility are rounded particulates, of about 5 µm in diameter and homogeneously distributed in the matrix.

1. INTRODUCCIÓN

Durante los últimos años la investigación sobre Materiales Compuestos de Matriz Metálica (MCMM) se ha centrado en aquellos reforzados de forma discontinua, concretamente con partículas cerámicas. Estos materiales presentan importantes ventajas frente a las correspondientes aleaciones sin reforzar, como el aumento en el módulo de Young y en el límite elástico. A causa de estas buenas propiedades mecánicas se han convertido en candidatos potenciales como materiales estructurales en la industria del automóvil y la aeronáutica. Sin embargo, los principales inconvenientes que presentan son su reducida ductilidad y tenacidad de fractura; mejorar estas propiedades ha sido un objetivo prioritario y ha motivado el estudio de los mecanismos de rotura dominantes en estos materiales. En los MCMM el proceso de fractura puede originarse bien por rotura dúctil de la matriz, bien por fractura frágil del refuerzo cerámico, o bien por decohesión de la intercara matriz-refuerzo.

Estudios previos [1-4] realizados sobre Materiales Compuestos de Matriz de Aluminio (MCMAI) reforzados con partículas cerámicas han señalado que la

fractura frágil del refuerzo cerámico es el mecanismo de rotura dominante. El objetivo principal de esta investigación fue determinar la influencia del tamaño, forma y distribución de las partículas cerámicas en el proceso de rotura bajo carga monótona y cíclica. El trabajo se ha centrado en tres MCMAI en los que los mecanismos de fractura se han estudiado detalladamente mediante técnicas de microscopía cuantitativa.

2. MATERIALES Y TÉCNICAS EXPERIMENTALES

Los materiales analizados, así como los tratamientos térmicos a que fueron sometidos, se detallan a continuación:

El primer material estudiado fue una aleación Al 2618 reforzada al 15 % en volumen con partículas de SiC, suministrada por Cospray (Reino Unido) en forma de barras extruidas con una sección de 24.4 mm x 62.5 mm. Tras la extrusión, las barras fueron tratadas a 530°C durante 1 hora, templadas en agua y deformadas

un 2% para eliminar las tensiones residuales introducidas durante el templado. Finalmente se realizó el proceso de maduración artificial a 190°C durante 10 horas; de este modo el material alcanza la condición T651 que le confiere la máxima resistencia. Las probetas fueron mecanizadas de las barras. Algunas de ellas fueron de nuevo tratadas a 530°C durante 1 hora, templadas en agua y maduradas de forma natural a temperatura ambiente durante 96 horas; por este proceso el material alcanza la condición T4.

Los otros materiales estudiados, las aleaciones Al 2014 y Al 6061 reforzadas al 15% en volumen con partículas de Al₂O₃, fueron suministradas por Duralcan (Estados Unidos) en forma de barras extruidas de 50 mm de diámetro. Ambos materiales fueron recibidos en la condición T6. Para el material basado en la aleación Al 2014 esta condición se obtiene tratando el material a 502°C durante 2 horas, templándolo en agua y realizando un madurado artificial durante 16 horas a 160°C. El tratamiento para el material compuesto basado en la aleación Al 6061 es análogo, con una temperatura de solubilización de 560°C. Al igual que con el material reforzado con SiC, las probetas fueron mecanizadas de las barras y algunas fueron tratadas a la temperatura de solubilización y maduradas de forma natural a temperatura ambiente durante 96 horas, alcanzando la condición T4.

Se mecanizaron dos tipos de probetas para realizar los ensayos de tracción y de deformación cíclica. Los ensayos de tracción se realizaron de acuerdo con la norma ASTM E8M, a una velocidad de deformación media de 10⁻⁴ s⁻¹ para el material reforzado con SiC, y 10⁻³ s⁻¹ para los materiales reforzados con Al₂O₃. En todos los casos se utilizó un extensómetro con una base de medida de 50 mm, para conseguir resolución suficiente al medir el módulo elástico. El comportamiento en fatiga se estudió mediante ensayos de deformación cíclica en tracción-compresión con control de deformación. En todos los casos se utilizó una onda sinusoidal con una frecuencia de 0.2 Hz, la semiamplitud de deformación inicial fue del 0.3% elevándose en incrementos del 0.1% hasta rotura. Se realizaron 20 ciclos de deformación para cada semiamplitud.

La superficie de fractura de las probetas ensayadas bajo carga monótona y cíclica se estudió utilizando un microscopio electrónico de barrido JEOL-JSM 6300. Posteriormente las probetas se seccionaron de forma transversal a la superficie de rotura y fueron embutidas en resina para su estudio metalográfico. Las probetas embutidas se devastaron con lijas de SiC de grano decreciente hasta 600 grit, y a continuación se pulieron con pasta de diamante de 9 μm, 3 μm y 1 μm, y finalmente con MgO. Por este mismo proceso también se prepararon muestras de material sin ensayar para analizar su microestructura. Las probetas pulidas se estudiaron utilizando técnicas de Microscopía Óptica y Electrónica de Barrido. Para el análisis de los parámetros geométricos de las partículas de refuerzo se utilizó un sistema de análisis de imagen controlado por

ordenador.

3. RESULTADOS EXPERIMENTALES

3.1 Microestructura

Las partículas de SiC que refuerzan la aleación Al 2618 están orientadas en la dirección longitudinal, paralela al eje de extrusión. En la matriz aparecían inclusiones redondeadas con diámetro en torno a las 3 μm, tanto en la condición T651 como en la condición T4, constituidas por Al, Ni y Fe según el microanálisis EDX. Estudios más finos por difracción de rayos X confirmaron que se trata de intermetálicos de estructura monoclinica Al₉NiFe. Estudios de Microscopía Electrónica de Transmisión realizados por Zhang y Cantor [5] mostraron la presencia de precipitados Al₂CuMg en la condición T651.

Las partículas de Al₂O₃ que refuerzan las aleaciones Al 2014 y Al 6061 se encontraban también orientadas en la dirección longitudinal, paralela al eje de extrusión. En la matriz de Al 2014 aparecían, en las condiciones T6 y T4, inclusiones de forma irregular y tamaño medio del orden de 1 μm constituidas por Al, Cu y Mn según el microanálisis EDX. Por otra parte la maduración artificial produjo la aparición de precipitados Al₂Cu.

La matriz de Al 6061 es la que apareció más limpia. Los estudios de Microscopía Electrónica de Transmisión realizados por Mingler y Karnthaler [6] en este material compuesto, indican que existen inclusiones dispersas en la matriz de tamaño muy inferior a 1 μm y forma redondeada, constituidas por Mn y Cr. En la condición T6, según los mismos autores, aparecen precipitados coherentes y semicoherentes de Mg₂Si.

El estado del refuerzo se analizó antes de realizar los ensayos. Algunas de las partículas de Al₂O₃, que reforzaban las aleaciones Al 2014 y Al 6061, se encontraban aisladas y fracturadas por una grieta normal al eje de extrusión. Sin embargo, la mayor parte de las partículas rotas antes de ensayar los materiales se encontraban en zonas con alta densidad de partículas, en las que las partículas estaban machacadas. El material basado en la aleación Al 6061 es el que presentó más daño, siendo el porcentaje de partículas machacadas dentro de agrupaciones del 13%; la figura 1 muestra el aspecto de estas partículas de Al₂O₃ machacadas en el material basado en la aleación Al 6061. El refuerzo de la aleación Al 2618 es el que presentó mejores características; el número de partículas machacadas fue despreciable. Los resultados obtenidos aparecen en la tabla 1, donde vemos el porcentaje de refuerzo roto en las condiciones indicadas.

Las características geométricas del refuerzo aparecen en la tabla 2: área, dimensión mayor (D_{máx}), dimensión menor (D_{mín}) y factor de forma, definido en esta investigación como el cociente entre las dimensiones menor y mayor de la partícula D_{mín}/D_{máx}. Las

partículas de Al_2O_3 que refuerzan las aleaciones Al 2014 y Al 6061 tienen tamaño y forma muy similares. Por el contrario las partículas de SiC son notablemente más pequeñas, con un factor de forma parecido al de las partículas de Al_2O_3 .

Tabla 1: Porcentaje de partículas rotas en los materiales sin ensayar.

Material	Partículas aisladas	Agrupaciones de partículas
Al 2014 + Al_2O_3	5.5%	8.5%
Al 6061 + Al_2O_3	2.7%	13.0%
Al 2618 + SiC	2.0%	—

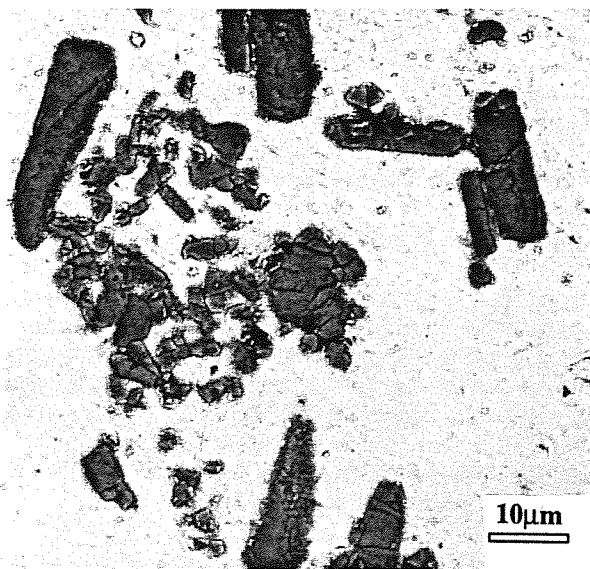


Figura 1: Micrografía electrónica realizada con contraste de electrones retrodispersados de la superficie pulida de la aleación Al 6061 reforzada con Al_2O_3 (T6), antes de ensayar.

3.2 Rotura en tracción

3.2.1 Fractografía

El aspecto de las superficies de fractura es característico del proceso de rotura por nucleación, crecimiento y coalescencia de huecos. En la aleación Al 2618

reforzada con SiC (figura 2a), en las condiciones T651 y T4, aparecen dos poblaciones de huecos; una de ellas formada por cavidades de 10 μm de tamaño nucleadas en torno a partículas de refuerzo rotas durante el ensayo, y una segunda población de huecos, de tamaño inferior, nucleados en torno a las inclusiones de Al_9NiFe . En la aleación Al 2014 reforzada con Al_2O_3 observamos una población de huecos de tamaño superior a 10 μm , nucleados en torno a partículas de Al_2O_3 fracturadas durante el ensayo. Una segunda población de huecos de tamaño intermedio se nucleó en torno a las inclusiones constituidas por Al, Cu y Mn. Finalmente, la aleación Al 6061 reforzada con partículas de Al_2O_3 (figura 2b) también presenta una población mayoritaria de huecos nucleados en torno a las partículas de refuerzo fracturadas. La conexión entre estos huecos principales se produjo a través de microhuecos con bordes afilados, producidos por estricción de la matriz. En el interior de estos huecos aparecen líneas serpenteantes, características de procesos de deformación por cizalla en materiales cristalinos dúctiles, que revela cual ha sido el proceso de coalescencia de huecos. En este material también puede observarse una población de huecos de tamaño inferior a 1 μm , posiblemente nucleados alrededor de las inclusiones constituidas por Mn y Cr.

3.2.2 Rotura del refuerzo

Las secciones transversales a las superficies de fractura presentaron una gran cantidad de partículas rotas en la dirección normal a la dirección de carga, incluso lejos de la superficie de fractura (figura 3a). Cerca de la superficie de fractura (figura 3b) se produjo la nucleación y coalescencia de cavidades en la matriz alrededor de las partículas fracturadas.

La relación entre el porcentaje de partículas rotas y el tamaño de las mismas se representa en la figura 4: la probabilidad de encontrar una partícula rota crece al aumentar su tamaño, de tal modo que para el material reforzado con SiC partículas menores de 5 μm nunca aparecían rotas, y aquellas de tamaño superior a 20 μm siempre aparecían rotas. El porcentaje de partículas rotas en los materiales reforzados con Al_2O_3 nunca alcanzó el 100%. Sin embargo la probabilidad de encontrar una partícula rota de tamaño superior a 20 μm es notablemente mayor que la encontrada en partículas más pequeñas.

Tabla 2: Características geométricas de las partículas de refuerzo.

Material	$A \pm SD$ (μm^2)	$D_{\text{max}} \pm SD$ (μm)	$D_{\text{min}} \pm SD$ (μm)	Factor de Forma $\pm SD$
Al 2014 + Al_2O_3	140	21.3 ± 6.9	8.3 ± 3.4	0.41 ± 0.17
Al 6061 + Al_2O_3	144	19.3 ± 5.7	9.6 ± 3.2	0.51 ± 0.19
Al 2618 + SiC	54.9	10.6 ± 7.2	5.4 ± 3.0	0.56 ± 0.19

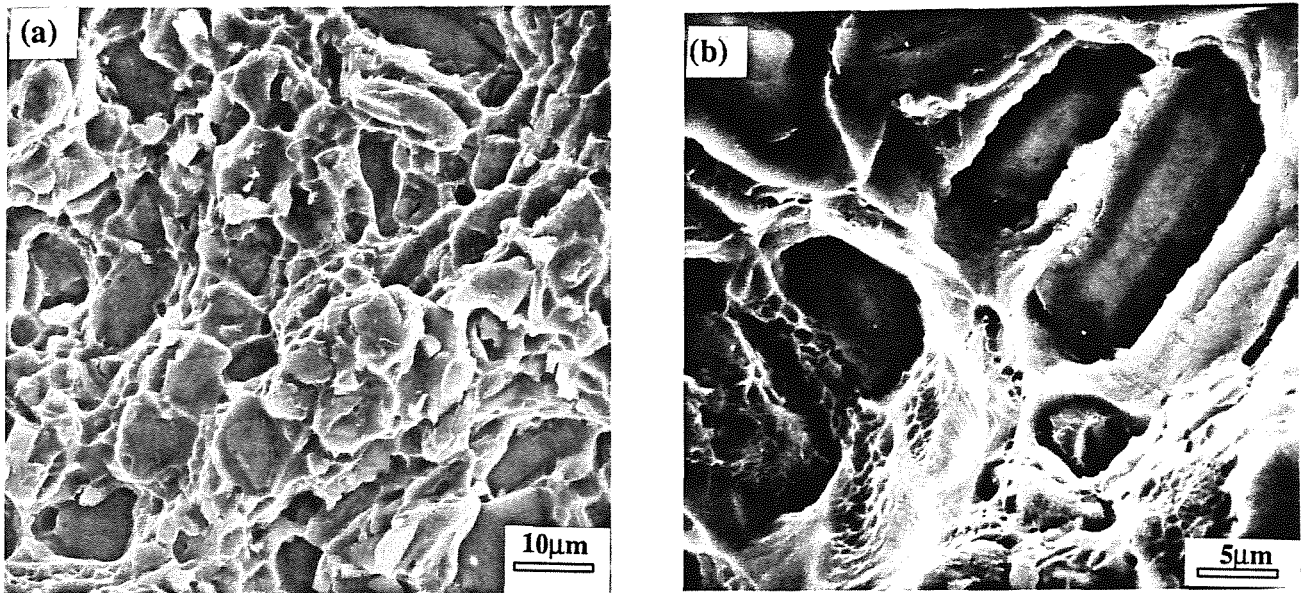


Figura 2: a) Micrografía electrónica realizada con contraste de electrones secundarios, de la superficie de fractura de la aleación Al 2618 reforzada con partículas de SiC (T651). b) Idem, para la aleación Al 6061 reforzada con partículas de Al_2O_3 (T4).

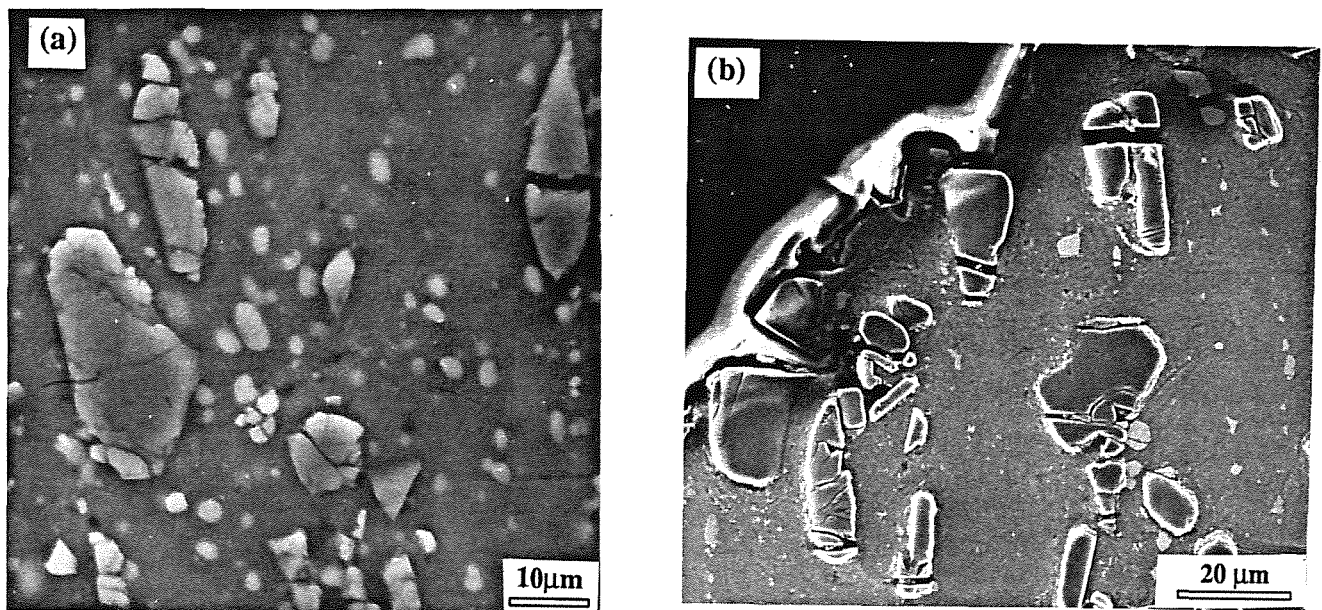


Figura 3: a) Micrografía electrónica realizada con contraste de electrones secundarios de la superficie pulida, normal a la superficie de fractura, de la aleación Al 2618 reforzada con SiC (T651). b) Idem para la aleación Al 6061 reforzada con Al_2O_3 . En este caso la imagen fue tomada en la sección donde se produce la rotura, y muestra el mecanismo de nucleación de huecos. En ambas micrografías la dirección de carga es vertical.

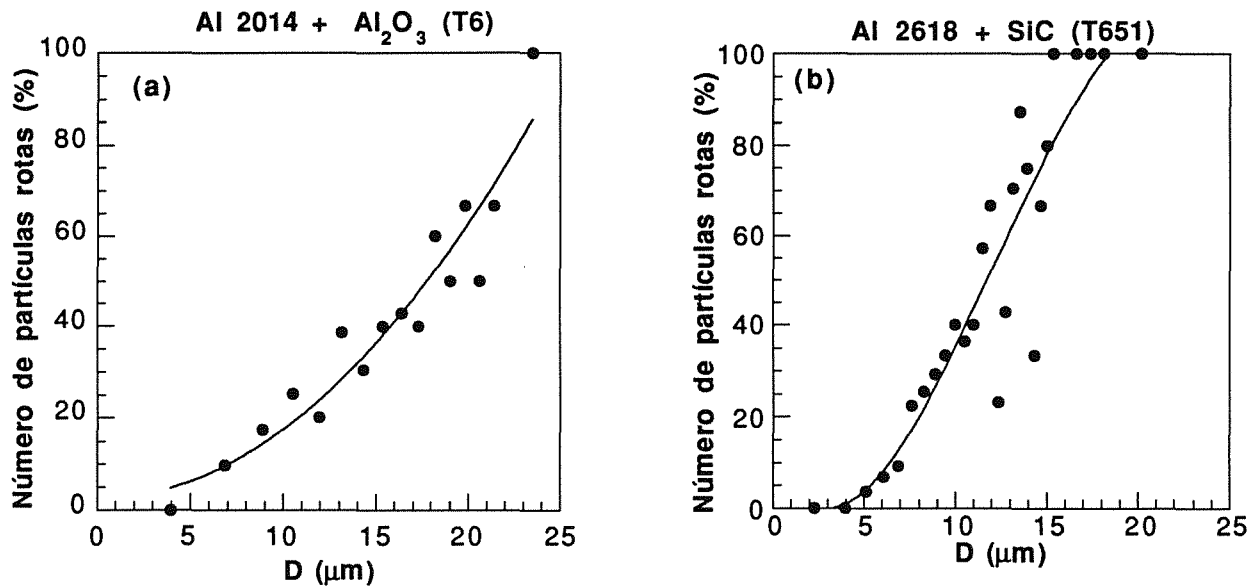


Fig. 4. Influencia del tamaño de las partículas en el proceso de rotura. La figura representa la fracción de partículas rotas en función del tamaño de la partícula, para los materiales basados en las aleaciones: a) Al 2014 (T6) y b) Al 2618 (T4).

Otro factor estudiado fue la influencia de la forma del refuerzo en el proceso de rotura. El porcentaje de partículas rotas frente al factor de forma se encuentra recogido en la figura 5. La probabilidad de encontrar una partícula rota decreció a medida que $D_{\text{mín}}/D_{\text{máx}}$ se

aproximaba a uno. Esto significa que las partículas de forma redondeada son menos susceptibles de romperse que aquellas de forma alargada, orientadas en la dirección de carga.

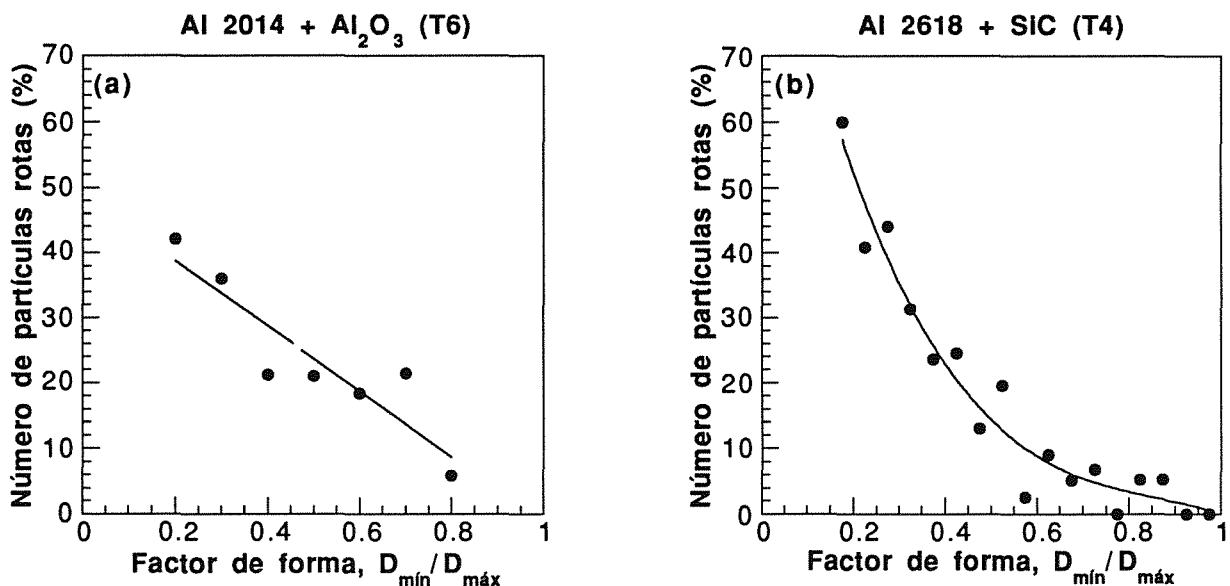


Fig. 5: Influencia de la forma de las partículas en el proceso de rotura. La figura representa el porcentaje de partículas rotas en función del factor de forma de la partícula, para los materiales basados en las aleaciones: a) Al 2014 (T6) y b) Al 2618 (T4).

3.3 Rotura bajo carga cíclica

3.3.1. Fractografía.

El aspecto de las superficies de fractura de las probetas ensayadas bajo carga cíclica no difiere del observado en las probetas ensayadas bajo carga monótona. El mecanismo de rotura en los ensayos de deformación cíclica fue la nucleación, crecimiento y coalescencia de huecos en la matriz de aluminio alrededor de refuerzos cerámicos fracturados.

3.3.3 Rotura del refuerzo

Las secciones transversales a las superficies de fractura de las probetas ensayadas bajo carga cíclica presentaron un porcentaje elevado de partículas rotas. El aspecto del refuerzo fracturado tras los ensayos de deformación cíclica fue similar al observado en las probetas ensayadas en tracción.

Se realizaron medidas del porcentaje de partículas rotas en función de la distancia a la superficie de fractura, en las probetas ensayadas bajo carga monótona y cíclica. Los resultados, representados en la figura 6, sólo incluyen aquellas partículas rotas de forma aislada por una o varias grietas normales a la dirección de carga. Los refuerzos destrozados dentro de agrupaciones de partículas estaban rotos antes de producirse el ensayo, y no se incluyen en esta gráfica.

Los resultados muestran una concentración del daño en la sección donde se produjo la rotura, si bien este hecho es mucho más acusado al ensayar el material bajo carga cíclica. La fracción de partículas rotas lejos de la superficie de rotura oscila entre un 10% y un 20% en los ensayos de tracción, mientras que en el caso de deformación cíclica este valor queda comprendido entre un 2% y un 12%. El porcentaje de partículas rotas es siempre mayor en los ensayos de tracción, aumentando la diferencia con la distancia a la superficie de fractura.

Fijando nuestra atención en los materiales reforzados con partículas de Al_2O_3 , de características muy similares, observamos que el material basado en la aleación más dúctil, Al 6061 en condición T4, es el que presenta un mayor porcentaje de partículas rotas, distribuidas de modo más homogéneo que en las aleaciones más resistentes, especialmente la aleación Al 2014 en condición T6. El porcentaje de partículas rotas en la sección donde se produce la rotura es ligeramente superior en la aleación más dúctil cuando se incluye en los resultados el porcentaje de partículas rotas antes de realizar los ensayos. Por tanto, a medida que aumenta la ductilidad del material compuesto crece el porcentaje de refuerzo fracturado, y se reduce la concentración del daño en torno a la superficie de fractura.

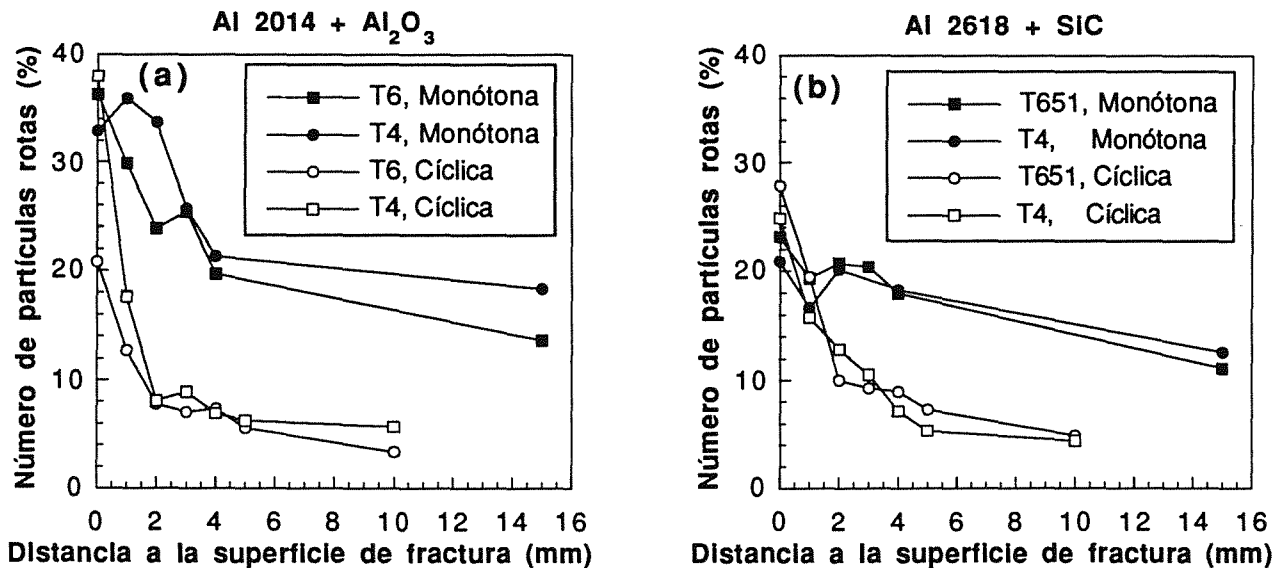


Fig. 6: a) Porcentaje de partículas rotas en función de la distancia a la superficie de fractura para el material basado en la aleación Al 2014, ensayado bajo carga monótona y cíclica. b) Idem para el material basado en la aleación Al 2618.

4. DISCUSIÓN

Según los resultados obtenidos el mecanismo de rotura dominante en estos materiales fue la fractura frágil del refuerzo cerámico, que provoca la nucleación de huecos en torno a las partículas rotas dando lugar a la fractura del material compuesto por nucleación, crecimiento y coalescencia de huecos.

El porcentaje de partículas rotas en función de la deformación plástica ha sido estimado a partir de medidas de la degradación del módulo de Young [2, 3]. Estos resultados mostraron que el proceso de rotura se acelera al aumentar la resistencia del material compuesto y reducir su ductilidad, y están en consonancia con la leve localización de partículas fracturadas en torno a la sección donde se produce la rotura encontrada en los ensayos de tracción. Ambos hechos pueden entenderse considerando que la rotura de los MCMAI se produce en dos etapas. Inicialmente el material transfiere carga de la matriz al refuerzo y aquellas partículas donde aparezca una mayor concentración de tensiones, o en las que existan defectos de mayor tamaño, comenzarán a romperse liberando la carga que han almacenado a la matriz. De este modo se produce un proceso de rotura homogénea del refuerzo en todo el material ensayado. Este proceso se prolongará mientras la matriz sea capaz de absorber la carga liberada por las partículas al romperse, y por tanto será más prolongado cuanto más dúctil sea la matriz y mayor sea su capacidad de endurecimiento por deformación.

La segunda etapa del proceso de fractura da comienzo al saturarse la matriz. La carga liberada por la rotura del refuerzo pasa inmediatamente a la partícula más próxima, produciéndose una reacción en cadena sumamente rápida que finaliza con la rotura del material compuesto.

Matrices muy resistentes y poco dúctiles se saturan rápidamente: la primera etapa se abrevia, las partículas rotas se concentran más rápidamente en una sección del material, y se acelera la rotura del material compuesto. Matrices muy dúctiles se saturarán lentamente y la primera etapa del proceso de rotura será más larga: las partículas rotas se distribuirán homogéneamente, y la rotura se prolongará al retrasarse el comienzo de la segunda etapa caracterizada por una reacción en cadena rápida.

En los materiales ensayados bajo carga cíclica la distribución de partículas rotas es menos homogénea. Si tratamos de explicar este hecho basándonos en el mismo proceso que da lugar a la rotura en los ensayos de tracción, la etapa inicial caracterizada por la rotura homogénea del refuerzo es más breve. Esto significa que la matriz del material compuesto se satura más rápidamente en los ensayos de deformación cíclica.

5. CONCLUSIONES

En esta investigación se estudió el comportamiento bajo carga monótona y cíclica de tres MCMAI reforzados con partículas cerámicas.

El aspecto de las superficies de fractura, observadas al Microscopio Electrónico de Barrido, es característico de rotura por nucleación, crecimiento y coalescencia de huecos. El estudio metalográfico de las secciones transversales a la superficie de fractura mostró que la fractura frágil de las partículas de refuerzo es el mecanismo de rotura dominante en estos materiales.

Análisis cuantitativos de los parámetros geométricos de las partículas de refuerzo, indican que las partículas de mayor tamaño aparecen rotas con mayor frecuencia, y que aquellas alargadas, orientadas en la dirección de carga, tienen mayor probabilidad de romperse al someter el material a solicitaciones mecánicas.

La evolución del daño durante la deformación está influida por la ductilidad del material compuesto, de tal manera que el proceso de rotura del refuerzo se acelera con la resistencia de la matriz.

Por tanto, si se pretende mejorar la ductilidad de los MCMM deben emplearse partículas de refuerzo de tamaño pequeño (5 μm), redondeadas y dispersas. Por otra parte las aleaciones empleadas como matrices han de tener la mayor ductilidad posible para retardar el proceso de rotura de las partículas cerámicas.

6. REFERENCIAS

- [1] Lloyd D. J., "Aspects of fracture in particulate reinforced metal matrix composites", *Acta Metall. Mater.*, **39**, 59-71 (1991).
- [2] LLorca J., Martín A., Ruiz J. y Elices M., "Particulate fracture during deformation of a spray formed metal matrix composite", *Metall. Trans.*, **A 24**, 1575-1588 (1993).
- [3] Llorca J. y Poza P., "Influence of matrix strength on reinforcement fracture and ductility in Al/Al₂O₃ composites", *Mater. Sci. Engng.*, **A**. En imprenta.
- [4] LLorca J. y Poza P., "Fracture toughness of Al/SiC composite in the temperature range -130°C to 190°C", *Scripta Metall. Mater.*, **41**, 261-266 (1993).
- [5] Zhang D. L. y Cantor B., "T.E.M. characterisation of 2618/SiC_p composites" in *Euromat '91*, Institute of Metals, London, U. K., (1991).
- [6] Mingler B. y Karnthaler H.-P., "T.E.M. investigations of Al 6061 and of composites reinforced with Al₂O₃ particles", *Z. Metallkd.*, **84**,

313-319 (1993).

[7] Duralcan, Duralcan Composites for Wrought Products: Mechanical and Physical Property Data, San Diego, U.S.A., 1993.

[8] LLorca J., "A numerical study of the mechanisms of cyclic strain hardening in metal matrix composites", *Acta Metall. Mater.*, **42**, 151-162 (1993).

[9] Van Stone R. H., Cox T. B., Low J. R. y Psioda J. A., "Microstructural aspects of fracture by dimpled rupture", *Inter. Metals. Rev.*, **30**, 157-179 (1985).

[10] LLorca J., "The cyclic stress-strain curve of discontinuously reinforced Al and Mg based composites", *Scripta Metall. Mater.*, (1994) En imprenta.

[11] Viletel G. M., Van Aken D. C. y Allison J. E., "Effect of microstructure on the cyclic response and fatigue behaviour of an XDTM aluminum metal matrix composite", *Scripta Metall. Mater.*, **25**, 2405-2410 (1991).

[15] Allison J. E. y Jones J. W., "Fatigue behavior of discontinuously reinforced metal matrix composites", *Fundamentals of Metal Matrix Composites*, (1993).