

Evolución de la fricción interna del material compuesto de matriz Al-Li 8090 reforzado con partículas de SiC

I. Gutiérrez-Urrutia*, I. Gallego**, M.L. Nó** y J.M. San Juan*

Resumen El presente trabajo investiga el mecanismo de relajación de tensiones térmicas a temperaturas por debajo de la de ambiente en el material compuesto Al-Li 8090/SiC. Para ello se ha empleado la técnica experimental de fricción interna que se ha mostrado la más eficaz para tal fin. Aplicando diferentes ciclos térmicos de 453 K a 100 K se midió tanto la fricción interna como el módulo elástico del material concluyendo que el mecanismo de relajación de tensiones térmicas es el de microdeformación plástica alrededor del reforzamiento. También se relaciona la variación del módulo elástico con los diferentes estadios de precipitación.

Palabras clave Material compuesto de matriz metálica. Fricción interna. Acumulación de daño. Microdeformación plástica.

Evolution of the internal friction in SiC particle reinforced 8090 Al-Li metal matrix composite

Abstract The present study has been undertaken to investigate the mechanism of thermal stress relief at the range of temperatures below room temperature for the metal matrix composite Al-Li 8090/SiC. For this aim the experimental technique of internal friction has been used which has been showed up very effective. Several thermal cycles from 453 K to 100 K were used in order to measure the internal friction as well as the elastic modulus of the material concluding that thermal stresses are relaxed by microplastic deformation around the reinforcements. It has been also related the variation in the elastic modulus with the different levels of precipitation.

Keywords Metal matrix composite. Internal friction. Damage accumulation. Microplastic deformation.

1. INTRODUCCIÓN

Las aleaciones de aluminio-litio 8090 han recibido una atención considerable durante los últimos años para aplicaciones aeronáuticas y aeroespaciales debido principalmente a su baja densidad y su alto módulo elástico^[1]. Además, adiciones de refuerzos cerámicos (SiC, Al₂O₃) han mejorado las propiedades elásticas y la respuesta de estos materiales a temperaturas elevadas^[2].

Por otra parte, en los materiales compuestos de matriz metálica (MCM) la diferencia en los coeficientes de expansión térmica (C.E.T.) entre la matriz y el refuerzo conlleva a que la intercara metal/cerámica esté en equilibrio únicamente a la

temperatura en la que la matriz y el refuerzo se pusieron en contacto, apareciendo por lo tanto campos de tensiones en el material a cualquier otra temperatura^[3]. Estas tensiones de origen térmico pueden llegar a ser muy intensas al realizar ciclos térmicos en un rango de temperaturas moderadas de manera reiterativa pudiendo ocurrir fatiga térmica^[4]. Esta fatiga térmica se revela mediante una acumulación de daño alrededor de los refuerzos dando lugar a un agrietamiento paulatino de los refuerzos^[5] o a una microdeformación plástica alrededor de estos refuerzos^[6].

Para investigar el mecanismo de relajación de las tensiones térmicas producidas durante ciclos térmicos la técnica experimental de fricción

(*) Departamento de Física de la Materia Condensada. Facultad de Ciencias (Campus de Leioa). Universidad del País Vasco (UPV/EHU). Apdo. 644. 48080 Bilbao (España).

(**) Departamento de Física Aplicada II. Facultad de Ciencias (Campus de Leioa). Universidad del País Vasco (UPV/EHU). Apdo. 644. 48080 Bilbao (España).

interna se ha mostrado muy eficaz en los últimos años en MCMM como Al/SiC [7], Al 7075/SiC [8], Al/ Al₂O₃ [9] y AlCu/Al₂O₃ [10] por citar algunos. Esta técnica permite detectar el mecanismo de relajación de estas tensiones así como la intensidad del mismo.

El principal propósito de este estudio fue el de determinar el mecanismo de relajación de tensiones térmicas en el MCMM Al-Li 8090/SiC mediante la aplicación de la técnica de fricción interna.

2. TÉCNICAS EXPERIMENTALES

Las muestras empleadas en este estudio han sido la aleación de aluminio-litio 8090 y el material compuesto de matriz Al-Li 8090 reforzado con partículas de carburo de silicio (15 % vol.). Estos materiales, suministrados por Goodfellow, han sido producidos mediante la técnica de pulvimetalurgia usando el método OSPREY.

Las muestras fueron sometidas simultáneamente a un tratamiento de solución sólida de 20 min a 530 ± 1 °C y a un temple en agua con hielos. Inmediatamente después del tratamiento las muestras se han mantenido en un recipiente con nitrógeno líquido mientras no estaban siendo utilizadas para controlar la evolución de la microestructura.

Los tratamientos de envejecimiento de las muestras empleadas para la medida de la fricción interna fueron realizados in situ en el péndulo de torsión. Estos fueron de 120 s a 17 d a una temperatura de 453 K. Las muestras empleadas de 1,6 mm de espesor, 5 mm de anchura y 50 mm de longitud fueron obtenidas a partir de placas y montadas en el péndulo de oscilación forzada.

Por otra parte, los tratamientos de las muestras empleadas para la medida del poder termoeléctrico (PTE) fueron realizados en un horno de sal a 453 ± 1 K para tiempos de 1 a 10^6 segundos. Estas muestras tenían unas dimensiones de sección 4 mm^2 y longitud 50 mm.

Las medidas de fricción interna fueron llevadas a cabo en un péndulo a oscilación forzada trabajando a una frecuencia de 0,05 Hz a una amplitud de 1×10^{-5} . Los ciclos realizados en temperatura eran de 453 a 100 K empleando para ello una rampa de 2 K/min tanto durante la subida como durante la bajada. Después de cada ciclo la muestra era mantenida durante 30 min a la temperatura final de 453 K. La fricción interna fue calculada a partir del desfase ϕ entre la tensión aplicada y la

deformación de oscilación de la muestra. Por otra parte, las medidas de PTE fueron realizadas a temperatura ambiente.

3. RESULTADOS EXPERIMENTALES

La figura 1 muestra el espectro de fricción interna para una muestra de material compuesto envejecida durante 160 s a 453 K (a) y $1,4 \times 10^6$ segundos a 453 K (b). Observamos la formación de un pico de fricción interna durante la rampa de enfriamiento para ambos estados microestructurales. Este pico ha sido observado en varios MCMM de matriz aluminio [7-10] y está relacionado con el mecanismo de relajación de microdeformación plástica. La altura del pico en la figura 1 (b) es bastante menor que el de la figura 1 (a) y esto es debido a la microestructura diferente de cada estado.

En la figura 2 se presenta la medida del poder termoeléctrico en función del tiempo de envejecimiento para una muestra de MCMM envejecida a 453 K. Se observan claramente dos estadios correspondiendo el estadio (a) a la precipitación de d' [11 y 12] y el estadio (b) a la precipitación de d junto a T_1 y eventualmente T_2 [13 y 14]. El estadio intermedio entre el estadio (a) y el estadio (b) corresponde a la precipitación de la fase S' [14].

La comparación de las figuras 1 y 2 pone en evidencia que el pico de fricción interna que aparece en la figura 1(a) corresponde a un estado microestructural en el que ya se ha producido la precipitación homogénea de la mayor parte de la fase d' , mientras que el pico de fricción interna de la figura 1(b) corresponde a un estado en el que la fase d' se ha disuelto para dar lugar a la precipitación de las fases d y T_1 .

Las figuras 3 y 4 muestran la variación del módulo elástico en función de la temperatura durante una serie de ciclos de 453 K-100 K correspondiendo la figura 3 a la aleación sin reforzar y la figura 4 al material compuesto. En las figuras se muestra la variación del módulo de 300 a 100 K para apreciar mejor las diferencias entre las diferentes curvas. La tabla 1 muestra el tiempo de envejecimiento correspondiente a cada ciclo. Observamos cómo hay un aumento del módulo coincidiendo con la precipitación de la fase d' para ambos materiales. Se puede también apreciar cómo la precipitación de las fases que lo hacen en juntas y subjuntas de grano (d , T_1 , T_2) implica un descenso en el módulo debido a la disolución de los precipitados que hay en la matriz.

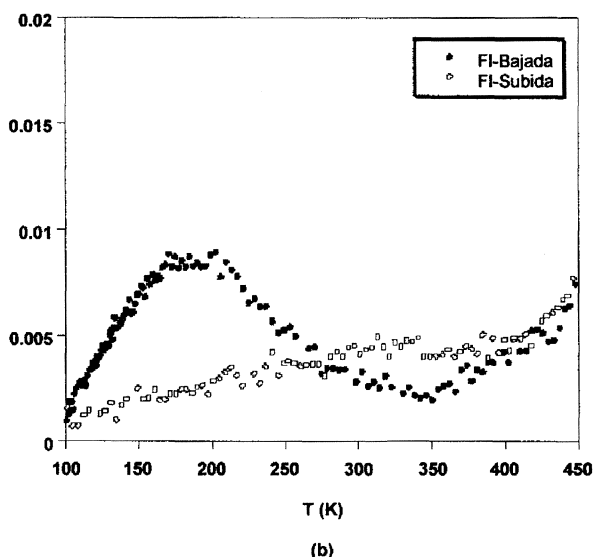
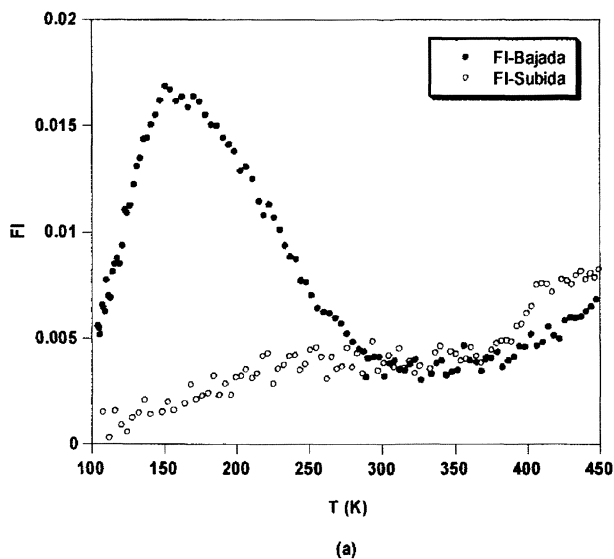


Figura 1. Espectros de fricción interna correspondiente a un tiempo de envejecimiento de 160 s a 453 K (a) y $1,4 \times 10^6$ s a 453 K (b). La rampa fue de 2 K/min, la frecuencia 0,05 Hz y la amplitud 1×10^{-5} .

Figure 1. Internal friction spectra corresponding to ageing times of 160 s at 453 K (a) and 1.4×10^6 s at 453 K (b). Cooling and heating rate: 2 K/min, frequency: 0.05 Hz and strain amplitude: 1×10^{-5} .

4. DISCUSIÓN

4.1. Mecanismos de relajación de tensiones térmicas

El fenómeno de fricción interna transitoria fue observado por primera vez durante transiciones de fase martensíticas^[15]. Posteriormente, Delorme et al^[16] obtuvieron que el término transitorio tenía una dependencia lineal en $(dT/dt)x$, aspecto en el

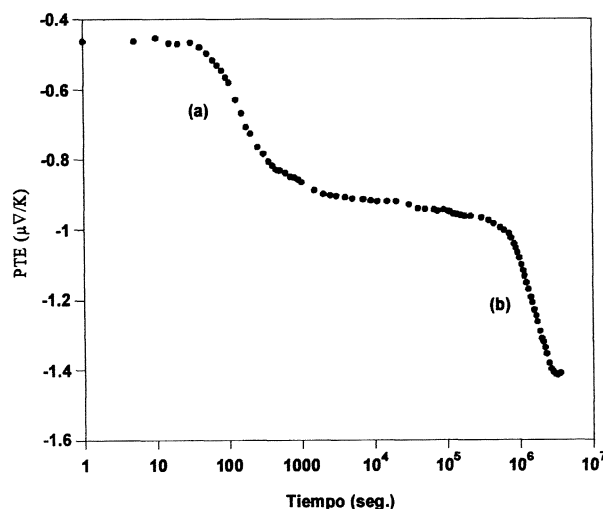


Figura 2. Evolución de PTE en función del tiempo de envejecimiento para una muestra envejecida a 453 K.

Figure 2. TEP evolution as a function of ageing time for a sample aged at 453 K.

que actualmente todos los modelos propuestos están de acuerdo^[17].

A partir de estos modelos C. Girard et al^[7] propusieron un modelo para los materiales compuestos de matriz aluminio en el que el incremento de la deformación plástica es proporcional a la tensión aplicada:

$$d\varepsilon_p = K \sigma d\varepsilon_T$$

donde $d\varepsilon_T = \lambda a dT$ es la deformación asociada a la diferencia de los C.E.T. (λa) entre las partículas y la matriz durante un cambio de temperatura dT y el parámetro K es una función cuasiconstante durante un período de oscilación. De esta manera resulta que la fricción interna asociada a este proceso es proporcional a $(dT/dt)x\bar{\omega}$.

Así el término de fricción interna asociado con la relajación de tensiones térmicas mediante generación de dislocaciones en la intercara matriz/cerámica da lugar a un pico en el espectro de fricción interna al producirse una rampa de enfriamiento. El pico se produce debido a que las tensiones de origen térmico son mayores que el límite elástico de la matriz a partir de una cierta temperatura produciéndose una generación de dislocaciones en la intercara metal-cerámica y su posterior movimiento a lo largo de la matriz resultando un aumento de la fricción interna. El descenso de la fricción interna es debido a que el endurecimiento de la matriz por aumento en la densidad de dislocaciones junto con la propia interacción de las dislocaciones

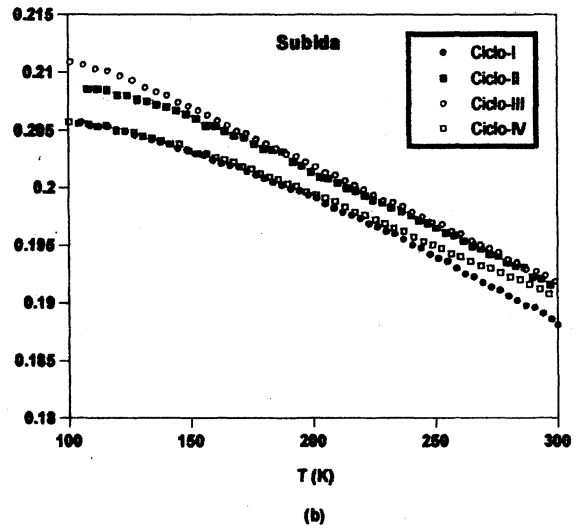
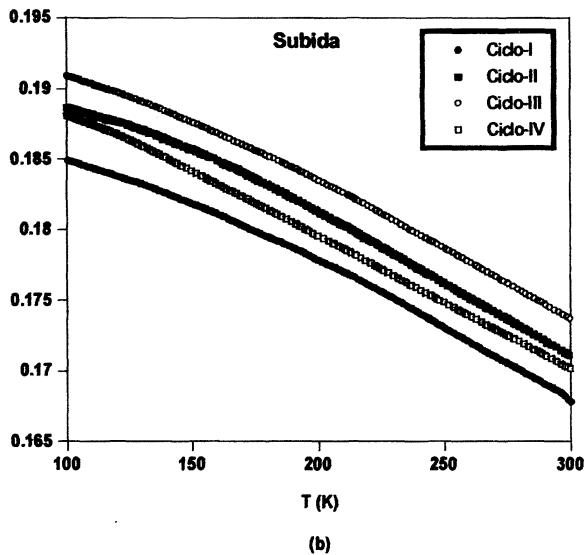
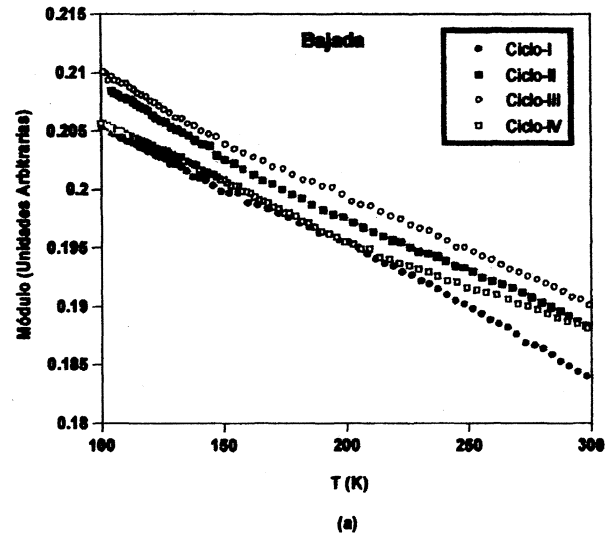
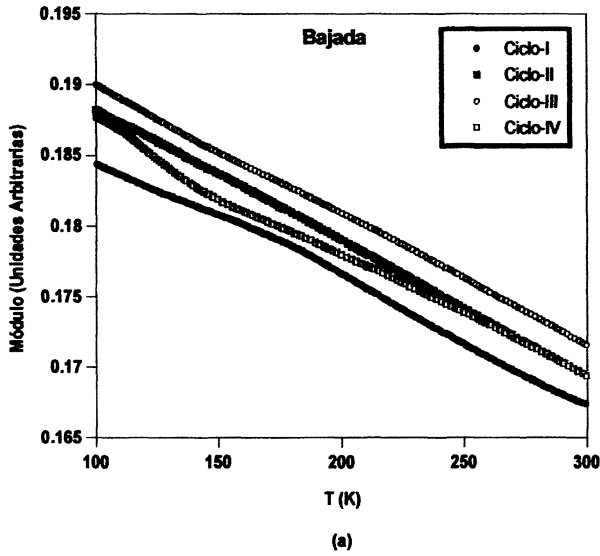


Figura 3. Variación del módulo elástico a lo largo de diferentes ciclos térmicos para la aleación Al-Li 8090, durante la bajada (a) y la subida (b). Se observa un incremento del módulo debido fundamentalmente a la precipitación de d' .

Figure 3. Variation of the elastic modulus during several thermal cycles for the Al-Li 8090 alloy on cooling (a) and on heating (b). It is observed an increase of modulus mainly due to d' precipitation.

entre sí requiere que la tensión necesaria para continuar el proceso aumente.

En nuestro caso se puede observar en la figura 1 el pico de fricción interna está presente incluso para tiempos de envejecimiento de 1×10^6 segundos. La variación en la altura del pico con el tiempo de envejecimiento está relacionada con los precipitados presentes en cada momento. Así, la mayor altura de pico (figura 1(a)) se consigue en plena precipitación d' lo que indica que estos pre-

Figura 4. Variación del módulo elástico a lo largo de diferentes ciclos térmicos para el MMC, durante la bajada (a) y en la subida (b). Se observa un incremento del módulo debido fundamentalmente a la precipitación de d' .

Figure 4. Variation of the elastic modulus during several thermal cycles for the MMC on cooling (a) and on heating (b). It is observed an increase of modulus mainly due to d' precipitation.

cipitados son los que más libertad de movimiento dejan a las dislocaciones presentes. Esto está de acuerdo con el hecho de que los precipitados d' sean cizallables. Por el contrario, la menor altura de pico se obtiene para una microestructura en la que empiezan a precipitar fases S' ^[18]. Estas fases precipitan heterogéneamente principalmente en dislocaciones y juntas de grano. Como la distribución de dislocaciones es bastante homogénea a lo largo de la matriz debido a la presencia de los refuerzos, esto hace que la distribución de los precipitados S' también lo sea. Este hecho junto con que sean

Tabla I. Tiempo de envejecimiento correspondiente a cada ciclo térmico*Table I.* Ageing time corresponding to every thermal cycle

Número de ciclos	Tiempo de envejecimiento
I	50 s a 453K
II	150 s a 453K
III	3.600 s a 453K
IV	850.000 s a 453K

unos precipitados no cizallables va a hacer que las dislocaciones presentes vean dificultado su movimiento.

Cabe destacar que el pico de la figura 1(b) es mayor que el mínimo observado. Esto es así ya que el estado de la figura 1(b) corresponde a la precipitación de la fases que precipitan en juntas y subjuntas de grano (δ, T_1, T_2). Debido a la disolución de los precipitados δ' la matriz queda limpia de precipitados, por lo que las dislocaciones presentes tienen mayor libertad de movimiento.

Como los ciclos se han realizado en diferentes estados microestructurales podemos concluir que el mecanismo de relajación de las tensiones térmicas generadas durante los diferentes ciclos es el de microdeformación plástica.

4.2. Precipitación

Observando las figuras 3 y 4 se puede identificar la variación del módulo elástico con el estado microestructural correspondiente. Así, a medida que la fase δ' va precipitando el módulo va aumentando hasta que se estabiliza. Esto se produce cuando la fase δ' está casi totalmente precipitada. Posteriormente no hay ningún cambio en el módulo hasta que la fase δ' empieza a disolverse dando lugar a la precipitación de las fases δ, T_1 y T_2 . Cuando esto ocurre se produce una disminución en el módulo hasta casi alcanzar los valores del módulo cuando no hay ninguna fase precipitada. Esto es debido a que en la matriz deja de haber precipitados.

Por lo tanto, el precipitado que más influye en la variación del módulo es δ' siendo la influencia de los demás precipitados mínima. Ahora bien, esta variación de módulo es más acusada en la aleación que en el material compuesto. Así, mientras que el aumento en el módulo debido a la precipitación de δ' en la aleación es de un 3% en el material compuesto es de un 2%. Esto es debido a la presencia de refuerzo en el material compuesto,

que por la regla de mezclas confiere al material compuesto un módulo más elevado que la aleación sin reforzar antes de que se produzca la precipitación de la fase δ'

5. CONCLUSIONES

- Se ha observado en el material compuesto 8090/SiC el pico de fricción interna debido al mecanismo de relajación de tensiones térmicas alrededor de los refuerzos mediante deformación microplástica.
- Se ha relacionado la variación en la altura del pico con los precipitados presentes.
- El precipitado que más influye en la rigidez tanto en la aleación como en el material compuesto es δ' siendo la influencia de los demás precipitados casi nula.

Agradecimientos

Este trabajo ha sido desarrollado gracias al apoyo económico de la “Comisión Interministerial de Ciencia y Tecnología” (CICYT) dentro del marco del “Plan Nacional de Materiales” (Proyecto n° MAT 97-1059-C02-02). I. Gutiérrez desea agradecer al Dr. S. Gutiérrez el comentario de algunas ideas así como al “Ministerio de Educación y Ciencia” por concederle una beca doctoral.

REFERENCIAS

- [1] T.H. SANDERS Jr. y E.A. STARKE Jr., *Proc. 5th Int. Aluminium-Lithium Conf.* 1, 1989.
- [2] C.J. PEEL, R. MORETON, P.J. GREGSON y E.P. HUNT, *Proc. XIII Int. Conf. Soc. Adv. Mater. Proc. Eng.* (1991) 189.
- [3] P.J. WITHERS, W.M. STOBBS y O.B. PEDERSEN, *Acta Metall. Mater.* 37 (1989) 3061.
- [4] M. NAKANISHI, Y. NISHIDA, H. MATSUBARA, M. YAMADA e Y. TOZAWA, *J. Mater. Sci. Lett.* 9 (1989) 470.
- [5] P. MENET, Y. BRECHET y X. DUMANT, *12th RISO Int. Sym. Mater. Sci.* 523 (1991).
- [6] G. DAEHN, P. ANDERSSON y H. HONGYANG, *Scr. Metall.* 28 (1993) 763.
- [7] C. GIRARD, G. LORMAND, R. FOUGÈRES y A. VINCENT, *Scr. Metall. Mater.* 28 (1993) 1047.
- [8] A. VINCENT, G. LORMAND, S. DURIEUX, C. GIRARD, E. MAIRE y R. FOUGÈRES, *J. Phys.* IV 6 (1996) C8-719.
- [9] E. CARREÑO-MORELLI, S.E. URRETA, L. GABELLA y R. SCHALLER, *J. Phys.* IV 6 (1996) C8-735.
- [10] L. PARRINI y R. SCHALLER, *Acta Mater.* 44 (1996) 4881.

- [11] I. GUTIÉRREZ, J.J. AMIGÓ, M.L. NÓ y J. SAN JUAN, *Mater. Sci. For.* 331-337 (2000) 1181.
- [12] J.I. PÉREZ-LANDEZÁBAL, M.L. NÓ y J. SAN JUAN, *Scr. Met.* 32 (1995) 1307.
- [13] K. SATYA PRASAD, A.K. MUKHOPADHYAY, A.A. GOKHALE, D. BANERJEE y D.B. GOEL. *Scripta. Met.*, 30, (1994) 1299.
- [14] M.J. STARINK, P. WANG, I. SINCLAIR y P.J. GREGSON. *Acta Mater.* 47 (1999) 3841.
- [15] O. MERCIER, K.N. MELTON e Y. DE PREVILLY, *Acta Metall. Mater.* 27 (1979) 1467.
- [16] J.F. DELORME, R. SCHMID, M. ROBIN y P.F. GOBIN, *J. Phys.* 32 (1971) C2-101.
- [17] R.B. PÉREZ-SAEZ
- [18] I. GUTIÉRREZ. Tesina. Universidad del País Vasco. Bilbao. 2000.