

Propiedades mecánicas de la aleación Mg-14Ti-1Al-0,9Mn (% masa) sintetizada mediante deposición física desde fase vapor (PVD)

G. Garcés*, M.C. Cristina*, M. Torralba* y P. Adeva*

Resumen Las propiedades mecánicas de la aleación Mg-14 %Ti-1 % Al-0,9 % Mn obtenida mediante técnicas de PVD se han evaluado hasta una temperatura de 300 °C. La aleación presenta una microestructura monofásica con granos columnares típica de la zona 2 del modelo de zonas de Movchan-Demchishin. La microestructura es típica de la zona 2 del modelo de zonas de MD, donde el átomo sólo puede difundir superficialmente. La aleación ensayada en compresión a temperatura ambiente presenta un elevado valor del límite elástico, 360 MPa. Esta resistencia a la deformación plástica se debe básicamente a un fenómeno de endurecimiento por solución sólida y al pequeño tamaño de grano. El límite elástico disminuye a medida que aumenta la temperatura del ensayo. Por el contrario, la aleación presenta una baja resistencia a la fractura, especialmente a temperatura ambiente. La presencia de poros en frontera de grano facilita la nucleación de grietas, propagándose rápidamente a lo largo de la frontera de grano.

Palabras clave Aleaciones de magnesio. PVD. Propiedades mecánicas.

Mechanical properties of the Mg-14Ti-1Al-0.9Mn (%Wt) synthesized by physical vapour deposition (PVD)

Abstract The mechanical properties of the alloy Mg-14 %Ti-1 % Al-0.9 % Mn obtained by PVD techniques have been evaluated up to 300 °C. The alloy presents a columnar grain microstructure, typical of the zone 2 of the structure zone model of MD, where surface diffusion takes place. The alloy tested in compression at room temperature presented a high yield stress, 360 MPa. This resistance to the plastic deformation is principally due to a solid solution hardening and small grain size. The yield stress decrease with the compression temperature. However, the alloy showed low fracture resistance, especially at room temperature. The presence of pores at the grain boundaries, results in the crack formation, running fast along the grain boundary.

Keywords Magnesium alloys. PVD. Mechanical properties.

1. INTRODUCCION

Las aleaciones de magnesio presentan buenas expectativas para su utilización tanto en la industria aeroespacial como en la del automóvil. Esto se debe a su baja densidad ($1,74\text{gcm}^{-3}$) y su alta resistencia específica. Sin embargo, su uso está limitado por su baja resistencia a la corrosión. Aunque el empleo de métodos de solidificación rápida generalmente mejoran el comportamiento frente a la corrosión gracias al aumento de la solubilidad y un refinamiento de la microestructura^[1-3], la baja solubilidad en fase líquida en magnesio de los aleantes de

interés como el titanio, circonio, cromo, vanadio, etc. resulta en la formación de segunda fase que actúan como pares galvánicos.

Los métodos de Deposición Física desde Fase Vapor (PVD) se presentan como una alternativa prometedora para obtención de este tipo de aleaciones, ya que todos los elementos están físicamente separados y por tanto, no hay problemas de solubilidad. Las velocidades de enfriamiento que se obtienen (10^{8-10}Ks^{-1}) dan lugar a la solución sólida de los aleantes en la matriz de magnesio. Esta técnica se ha utilizado para el crecimiento de aleaciones binarias Mg-X (X=Ti, Zr, V)^[4-6] obteniéndose un

(*) Centro Nacional de Investigaciones Metalúrgicas. CENIM (CSIC). Avda. Gregorio del Amo, 8. 28040 Madrid (España).

refinamiento de la microestructura, un aumento espectacular de la solución sólida de todos los aleantes y una mejora de la resistencia a la corrosión. Evidencias experimentales sugieren que en caso de las aleaciones de Mg-X % Ti (X=0-40 % masa) una película de rutilo (TiO_2) proporciona protección al Mg-Ti frente al ataque de atmósferas corrosivas^[7 y 8].

Los primeros estudios sobre propiedades mecánicas de depósitos crecidos por PVD se llevaron a cabo en aleaciones de Al-Cr y Al-Fe. Se observó que la presencia de ambos elementos aleantes en solución sólida aumentaba el módulo de Young y el límite elástico^[9 y 10]. El presente estudio se ha centrado en evaluar las propiedades mecánicas de la aleación Mg-14Ti-1Al-0,9 Mn mediante ensayos de compresión.

2. PARTE EXPERIMENTAL

La aleación con una composición nominal Mg-14 % Ti-1 % Al-0,9 % Mn fue crecida mediante evaporación por DERA (Defense Evaluation and Research Agency) usando un colector de aluminio a una temperatura de 170 °C. El espesor del depósito es aproximadamente de 2 mm. Detalles acerca del procedimiento de síntesis de las aleaciones de magnesio mediante técnicas de PVD pueden consultarse extensamente en^[4].

La caracterización microestructural de la aleación se ha realizado mediante microscopía electrónica de barrido y transmisión, tanto en el estado de recepción como tras ser deformada en compresión.

Para hacer los ensayos se prepararon probetas prismáticas de $2 \times 2 \times 4$ mm. Las probetas se ensayaron en compresión en una máquina Servosis con una celda de carga de 1.000 Kg a distintas temperaturas y con una velocidad inicial de deformación $\dot{\epsilon}=10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Las probetas fueron ensayadas con la dirección de crecimiento de los granos perpendicular a la dirección del esfuerzo.

3. RESULTADOS

La microestructura de la aleación muestra la presencia granos columnares en la dirección de crecimiento del depósito como se puede observar en la figura 1. Además, se observan poros en la frontera de grano y la presencia de una elevada densidad de dislocaciones (Fig. 2). Ambos fenómenos se han asociado a la baja temperatura del colector.

Las probetas se ensayaron en compresión en la dirección perpendicular a la del crecimiento del de-

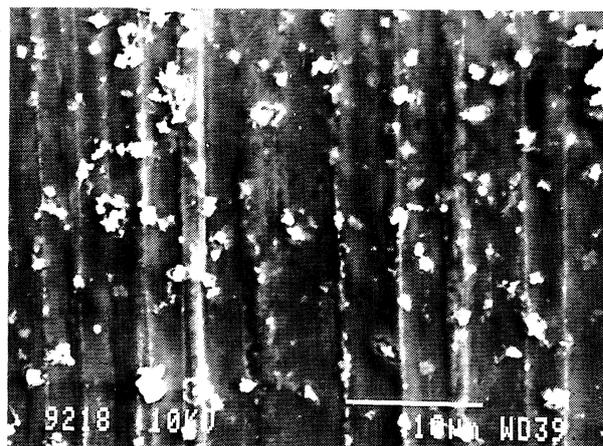


Figura 1. Microestructura de la aleación Mg-14 %Ti-1 %Al-0,9 % Mn en la dirección paralela a la dirección de crecimiento del depósito.

Figure 1. Microstructure of the Mg-14 %Ti-1 %Al-0.9 % Mn alloy in the parallel direction to the deposit growth direction.



Figura 2. Imagen de campo claro en la dirección paralela a la dirección de crecimiento del depósito. En fronteras de grano aparecen nanoporos (Flecha).

Figure 2. BF image in the parallel direction to the deposit growth direction. Nanopores are present at grain boundaries (Arrow).

pósito, a temperatura ambiente, 100, 200 y 300 °C. La figura 3 muestra las curvas tensión real-deformación real de las probetas ensayadas a la velocidad de deformación $\dot{\epsilon}=10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Se puede observar que para temperatura ambiente la muestra presenta un límite elástico del orden de los 360 MPa decreciendo con el aumento de la temperatura de ensayo. Sin embargo, la deformación plástica es muy pequeña, especialmente a temperatura ambiente, fracturándose el material nada más sobrepasar el límite elástico, como se muestra en la figura 4.

El examen de la superficie de fractura revela un modo de fractura frágil. La fractura se origina con

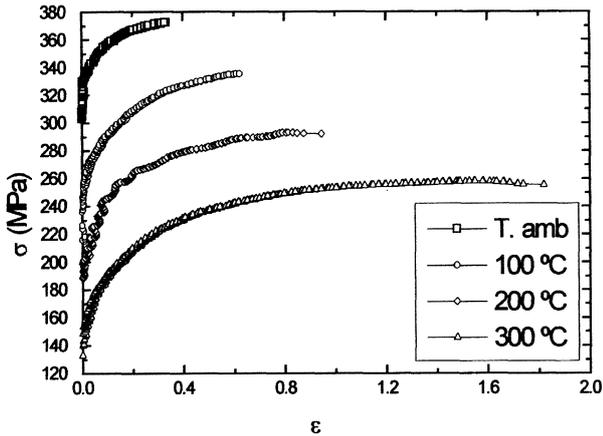


Figura 3. Curvas tensión real-deformación real de la aleación Mg-14 %Ti-1 % Al-0,9 % Mn ensayada en compresión a diferentes temperaturas.

Figure 3. True stress-true strain curve of the Mg-14 %Ti-1 % Al-0.9 % Mn alloy tested in compression at different temperatures.

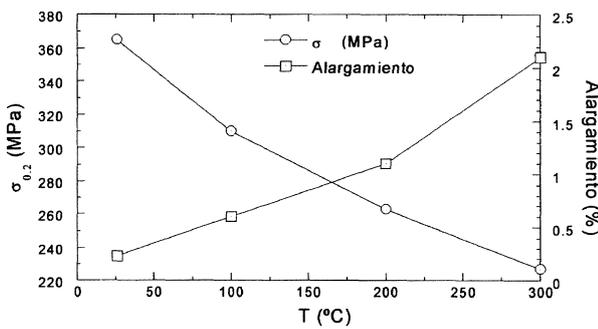


Figura 4. Limite elástico y alargamiento de la aleación Mg-14 %Ti-1 % Al-0,9 % Mn ensayada en compresión a diferentes temperaturas.

Figure 4. Yield stress and elongation of the Mg-14 %Ti-1 % Al-0.9 % Mn alloy tested in compression at different temperatures.

una grieta principal a 45 ° de las caras de la probeta (Fig.5). Asimismo, se puede observar la aparición grietas secundarias. La superficie de fractura a temperatura ambiente (Fig. 6a) revela una fractura intergranular observándose claramente la morfología de grano columnar. A medida que aumenta la temperatura del ensayo la fractura se hace mixta, apareciendo zonas caracterizadas por un deslizamiento local (Fig. 6b).

Con objeto de estudiar el modo de deformación de este material se analizó al TEM una muestra deformada a 300 °C. La micrografía de haz débil de la figura 7 muestra un apilamiento de dislocaciones en el interior del grano. Mediante el análisis de las dislocaciones, se ha obtenido que su vector

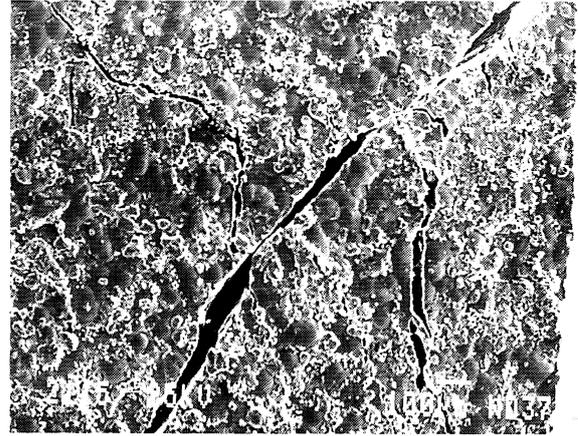


Figura 5. Imagen de MEB mostrando la grieta en la aleación Mg-14 %Ti-1 % Al-0,9 % Mn ensayada a 100 °C.

Figure 5. SEM images showing the cracks in the Mg-14 %Ti-1 % Al-0.9 % Mn alloy tested at 100 °C.

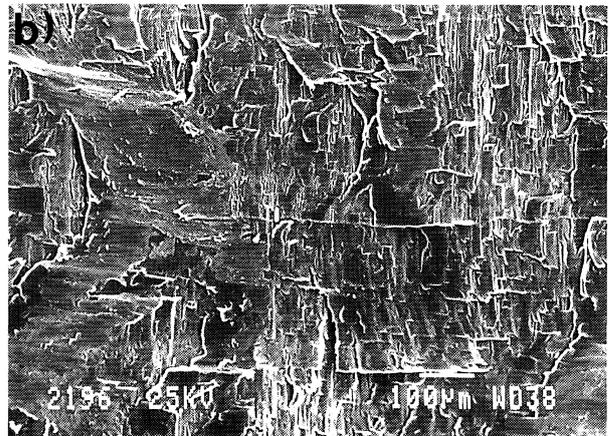
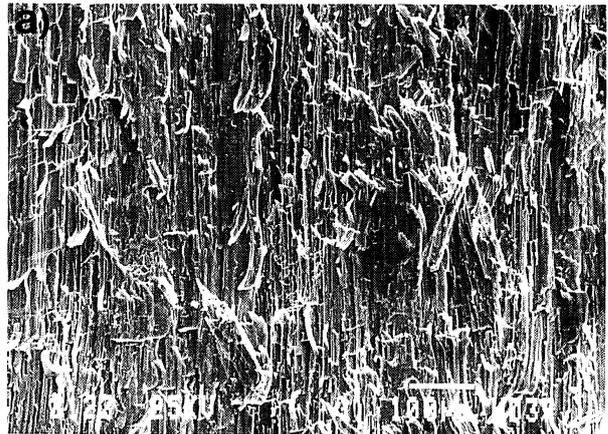


Figura 6. Superficie de fractura de la aleación Mg-14 % Ti-1 % Al-0,9 % Mn ensayada a a) temperatura ambiente y b) 300 °C.

Figure 6. Fracture surface of the Mg-14 %Ti-1 % Al-0.9 % Mn alloy tested at a) room temperature and b) 300 °C.

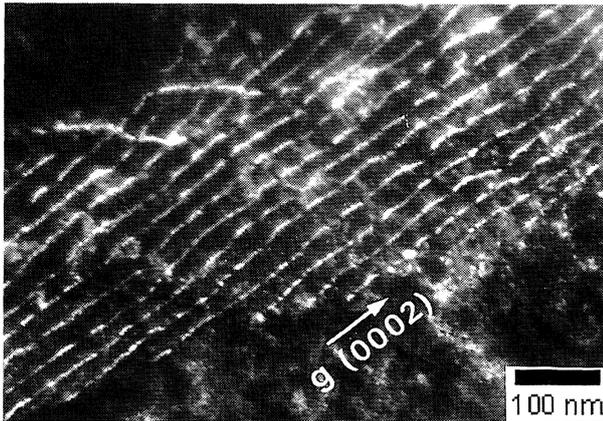


Figura 7. Micrografía de haz débil mostrando apilamiento de dislocaciones en la muestra deformada a 300 °C.

Figure 7. Weak beam image showing dislocation pile-up in the sample tested at 300 °C.

de Burgers es $b=[0001]$. Además se puede observar que las dislocaciones están contenidas en los planos prismáticos.

4. DISCUSION

La microestructura de granos columnares que muestra la aleación es típica de la zona 2 del modelo de estructura de zonas (SZM) propuesto por Movchan y Demchishin^[11 y 12]. En esta zona, definida por $0,3 < T_c/T_f < 0,5-0,6$ (donde T_c y T_f son la temperatura del colector y la temperatura de fusión, respectivamente) los átomos que llegan a la superficie tienen suficiente energía para difundir a lo largo de ella. Con lo cual, el proceso de crecimiento de grano columnar está activado térmicamente y la energía de activación es la de difusión superficial.

La aleación Mg-14 % Ti-1 % Al-0,9 % Mn presenta un alto límite elástico, muy superior a las aleaciones comerciales (serie AZ, 180 MPa). A ello contribuyen varios factores. El primero y más importante es el endurecimiento por solución sólida, conseguido al utilizar como método de síntesis procesos de PVD. Además, las elevadas velocidades de deposición dan lugar a la generación de una alta densidad de defectos durante el crecimiento. En concreto, la aleación presenta una gran densidad de dislocaciones, especialmente en la zona del colector, que también contribuye al endurecimiento de la matriz. El tamaño de grano, que en la dirección perpendicular al crecimiento es del orden 0,5-1 μm , contribuye a elevar el límite elástico de acuerdo con la ecuación de Hall-Petch. Finalmen-

te, el hecho que la aleación presente una textura muy marcada^[13] hace que sea fuertemente anisótropa.

La baja deformación plástica que muestra el material, especialmente a baja temperatura se ha relacionado con los elevados valores de límite elástico. Así, la deformación plástica tiende a producirse en lugares más blandos como son los poros, nucleándose aquí la grieta y propagándose a través de las fronteras de grano, resultando en una fractura frágil. Sin embargo a medida que la temperatura aumenta, se observan un aumento de la deformación plástica. A ello contribuye la disminución del límite elástico, activándose el deslizamiento de dislocaciones de vector de Burger $b=[0001]$ contenidas en los planos prismáticos.

5. CONCLUSIONES

La aleación Mg-14 % Ti-1 % Al-0,9 % Mn sintetizada por PVD presenta una microestructura de grano columnar típica de la zona 2 del SZM. El estudio de las propiedades mecánicas a temperatura ambiente, 100, 200 y 300 °C, permite concluir lo siguiente:

- La aleación Mg-14 % Ti-1 % Al-0,9 % Mn presenta, a temperatura ambiente, un límite elástico elevado (360 MPa), debido básicamente al endurecimiento producido por la presencia de gran cantidad de aleantes en solución sólida, así como el pequeño tamaño de grano y a la alta densidad de dislocaciones, todo ello conseguido gracias al proceso de PVD.
- Los elevados valores de límite elástico y la presencia de poros provocan la nucleación de grietas que se propagan a lo largo de la frontera de grano, y que son responsables de la baja resistencia a la fractura.
- El material deformado a 300 °C mostró la presencia de dislocaciones con $b=[0001]$ contenidas en los planos prismáticos.

Agradecimientos

Los autores quieren agradecer a Dr. S. B. Dodd, S. Morris y R. C. Piller de DERA (Defense Evaluation and Research Agency) Farnborough (GB), por proporcionar las aleaciones sintetizadas por PVD así como la información sobre las condiciones del proceso. Además, se agradece la financiación de la CAM, dentro del proyecto CAM 700-739.

REFERENCIAS

- [1] F. SOMMER, F. HEHMANN, H. JONES y R. EDYVEAN, *J. Mater. Sci.* 24 (1989) 2369.
- [2] S. KRISHNAMURTHY, K. KHOBAID, E. ROBERTSON y F.H. FROES, *Mater. Sci. Eng.* 99 (1988) 507.
- [3] F. SOMMER, F. HEHMANN y H. JONES, *J. Less-Common Met.* 159 (1990) 237.
- [4] S.B. DODD y R.W. GARDINER, *Proc. Third International Magnesium Conference*, pp. 271.
- [5] S.B. DODD, S. MORRIS y R.W. GARDINER, *Proc. Magnesium Alloys and their Applications*, 1998, pp. 375.
- [6] S. DIPLAS, P. TSAKIROPOULOS y R.M.D. BRYDSON, *Mater. Sci. Technol.* 14 (1998) 689.
- [7] K.R. BALDWIN, D.J. BRAY, G.D. HOWARD y R.W. GARDINER, *Mater. Sci. Tech* 12 (1996) 937.
- [8] C.B. BALIGA, P. TSAKIROPOULOS, S.B. DODD y R.W. GARDINER, *Proc. Third International Magnesium Conference*, 629.
- [9] M.C. MCCONNELL y P.G. PARTRIDGE, *Acta Metall.* 35 (1987) 1973.
- [10] P.G. PARTRIDGE y M.C. MCCONNELL, *Acta Metall.* 35 (1987) 1987.
- [11] B.A. MOVCHAN y A.V. DEMCHISHIN, *Phys. Met. Metallogr.* 28 (1969) 83.
- [12] J.A. THORNTON, *Rev. Mater. Sci.* 7 (1977) 239.
- [13] G. GARCÉS, M.C. CRISTINA, M. TORRALBA y P. ADEVA, en revisión.