

Influencia del tratamiento isotérmico en la intercara de los intermetálicos Ni₃Al como refuerzo de un compuesto de matriz de aluminio obtenido por pulvimetalurgia

C. Ferrer^(*), V. Amigó^(*), M^a.D. Salvador^(*), D. Busquets^(*) y J.M. Torralba^(**)

Resumen La mejora de las propiedades mecánicas de los composites de aluminio reforzados con partículas de Ni₃Al se debe a la continuidad de la unión entre las partículas de refuerzo y la matriz, así como a la resistencia de las primeras. En este trabajo, se analiza la influencia que diferentes tratamientos térmicos tienen en la evolución de nuevas fases en la intercara matriz-partícula. Las muestras se prepararon por vía pulvimetalúrgica con una etapa de extrusión final. Se realizaron diferentes tratamientos térmicos abarcando un amplio espectro de temperaturas y tiempos, que dieron lugar al desarrollo de distintas fases alrededor de las partículas iniciales. Las muestras se analizaron mediante técnicas de microscopía óptica y electrónica de barrido con análisis de elementos por rayos X. Así mismo, se realizaron ensayos de microdureza en las distintas fases generadas.

Palabras clave: MMC. Pulvimetalurgia. Intermetálicos. Tratamientos térmicos. Difusión.

Isothermal heat treatment influence on the interface of a powder metallurgy aluminium metal matrix composite reinforced with Ni₃Al intermetallics

Abstract The improvement of the mechanical properties of aluminium MMCs reinforced with Ni₃Al particles is based on the continuity of the matrix-particle interface as well as on the strength of these particles. This work deals with the influence of different heat treatments on the evolution of new phases in that interface. Samples were prepared following a powder metallurgy route with a final stage of extrusion. Several heat treatments encompassing a broad group of temperatures and times were applied, producing different phases around the primary particles. Samples were analysed via optical and scanning electron microscopy with energy dispersive X ray analysis. Microhardness tests were also conducted on the different phases generated.

Keywords: MMC. Powder metallurgy. Intermetallics. Heat treatments. Diffusion.

1. INTRODUCCIÓN

En los últimos años, los materiales compuestos de matriz de aluminio (*aluminium matrix composites*, *AMCs*) han sido utilizados en aplicaciones donde buenas características mecánicas y ahorro de

peso son deseables. De este modo, la industria del transporte ha sido la primera en introducir este tipo de materiales en etapas de producción. Ejemplos los podemos encontrar tanto en la industria automovilística, caso del Lotus Elise (1), como en la ferroviaria (2). Es interesante resaltar la utilización de estos materiales en piezas sometidas tanto a sollicitaciones mecánicas como térmicas y que además requieren un buen comportamiento frente al desgaste.

Los refuerzos comúnmente investigados y utilizados se basan fundamentalmente en partículas,

(*) Dpto. de Ingeniería Mecánica y Materiales. E.T.S.I.I. Univ. Politécnica de Valencia. Camino de Vera s/n. 46022 Valencia (España).

(**) Dpto. de Ingeniería. Univ. Carlos III de Madrid. Butarque, 15. Leganés 28911-Madrid. (España).

fibras cortas o fibras continuas, tanto de alúmina (Al_2O_3) como de carburo de silicio (SiC) (3-7). Por otra parte, el desarrollo de nuevos materiales de altas características mecánicas, como son los intermetálicos, los convierte en candidatos idóneos para ser utilizados como refuerzo en estos tipos de compuestos.

Así, los intermetálicos del tipo Ni_3Al aparecen como una de las opciones más interesantes para su utilización como refuerzo en este tipo de materiales. Algunas investigaciones han versado sobre el estudio de las mejoras de las características mecánicas y de fricción de este tipo de compuestos con aleaciones de aluminio (8 y 9).

Por otra parte, las aleaciones de aluminio pertenecientes a los grupos endurecibles por precipitación pueden ser adecuadas para este tipo de aplicaciones. En el procesado de estas aleaciones, se lleva a cabo una etapa de solubilización que lleva asociada la utilización de temperaturas relativamente altas durante el tiempo necesario para que los aleantes se encuentren en solución sólida con la matriz. Sin embargo, cuando se consideran los materiales compuestos reforzados con intermetálicos, hay que tener en cuenta la influencia que estos tratamientos térmicos van a tener sobre el desarrollo de nuevas fases en la "interface" matriz-refuerzo. Puesto que la correlación de la mejora del comportamiento mecánico de estos materiales está basado en la continuidad de la matriz de aluminio con las partículas de Ni_3Al , así como en la dureza de éstas, se hace necesario el estudio de la evolución de la unión matriz-refuerzo para diferentes tratamientos térmicos.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

La aleación de aluminio utilizada en este trabajo fue obtenida por aleado mecánico de los polvos de los diferentes elementos constituyentes según su composición teórica: Cu 4,5 %, Si 0,7 %, Mg 0,5 % y aluminio, el resto. (10). El intermetálico utilizado, Ni_3Al obtenido por solidificación rápida, fue suministrado por el CENIM (11). La forma de estas partículas es esférica y su tamaño está comprendido entre 25 y 50 μm . Ambos polvos se mezclaron en una mezcladora de laboratorio, con un porcentaje de Ni_3Al del 5 % en masa. Posteriormente, se compactó con una forma cilíndrica, se calentó a 500 °C durante 30 min, y se procedió a su extrusión en una relación de 25 a 1, dando lugar a un barrita de 5 mm de diámetro. Este proceso fue desarrollado por da Costa *et al.* (8) para dar lugar a esta familia de materiales para aplicaciones estructurales.

Los tratamientos térmicos utilizados, elegidos para abarcar un amplio rango de posibilidades, se pueden dividir en tres grupos:

2.1. Extrusión y envejecimiento a diferentes temperaturas y tiempos

Temperatura, °C	Tiempo, h
160	2, 18, 48
177	2, 8, 24

Estos tratamientos fueron realizados para simular un proceso de envejecimiento, considerando el calentamiento anterior a la extrusión (500 °C, 30 min) como la etapa de solubilización; el temple se efectuó en aire en calma.

2.2. Extrusión y tratamientos de solubilización (30 min). A diferentes temperaturas:

Temperatura, °C	Tiempo, min
250, 350, 400, 450, 475, 500	30

Estos tratamientos se desarrollaron para observar la evolución de la "interface" matriz-refuerzo para un tiempo normal de solubilización en relación con diferentes temperaturas.

2.3. Extrusión y tratamiento de solubilización a 500°C con diferentes tiempos:

Temperatura, °C	Tiempo, h
500	2, 4, 6

Estos tratamientos se realizaron para enfatizar los procesos de difusión, con el fin de estudiar la evolución de la reacción matriz-refuerzo más allá de los procedimientos normales de solubilización para aleaciones de aluminio.

Para el desarrollo de esta investigación, se utilizaron diversas técnicas, que se enumeran a continuación, junto con los aparatos utilizados:

- Microscopía óptica (Nikon Microphot-FX)
- Microscopía electrónica de barrido (Jeol JSM 6300) y Microanálisis de rayos X (Oxford Isis Link)
- Microdureza Vickers (Matsuzawa MHT-2). Parámetros: Carga, 10 g. Tiempo, 15 s.

3. RESULTADOS

Después de realizar los distintos tratamientos térmicos, se encontró que, para los dos primeros grupos, no había un desarrollo de nuevas fases en la intercara, diferente del encontrado para el material tras la extrusión. Como se puede apreciar en la figura 1, *a* y *b*, la morfología de estas muestras es

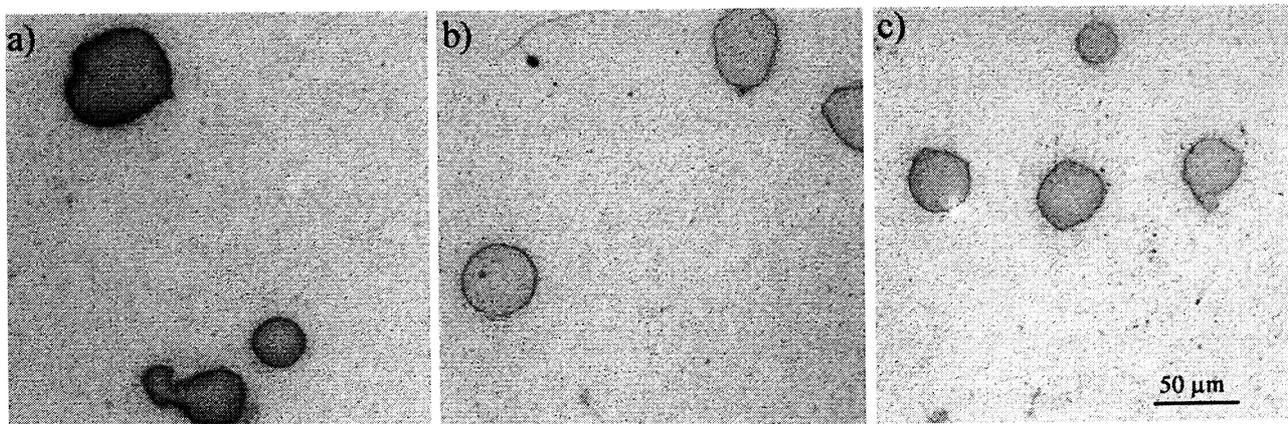


FIG. 1.— Micrografías de las muestras: a) Extruída, b) 177 °C, 24 h y c) 450 °C, 30 min.

FIG. 1.— Sample micrographs: a) Extruded, b) 177 °C, 24 h and c) 450 °C, 30 min.

similar. Así, las partículas de Ni_3Al aparecen repartidas homogéneamente en toda la matriz. A superiores aumentos, se pueden apreciar algunas fases en la intercara matriz-intermetálico, como fases formadas por difusión. Esto parece estar en consonancia con otras investigaciones sobre la estabilidad de estos compuestos a temperaturas por debajo de 300 °C (12). Incluso para aquellas muestras del segundo grupo con tratamientos térmicos por encima de esta temperatura, y debido al tiempo relativamente corto utilizado con relación a la posible difusión en estado sólido, se obtuvieron resultados análogos (Fig. 1 c).

Sin embargo, en el tercer grupo, donde los mecanismos de difusión fueron favorecidos mediante temperaturas elevadas y tiempos largos, se observó una evolución muy importante en la intercara matriz-refuerzo. Así, para 2 h de tratamiento a 500 °C, se ve cómo ha aparecido un mayor número de pequeñas partículas pegadas a los intermetálicos en comparación con las muestras extruídas y de los dos primeros grupos de tratamientos térmicos (Fig. 2 a).

Asimismo, para esa misma temperatura y 4 h de tratamiento, se puede apreciar el desarrollo de dos

nuevas fases además de la anterior. En este caso, las partículas de Ni_3Al aparecen rodeadas por dos capas continuas en forma de anillo y, además, en la frontera de éstas, se empieza a desarrollar una nueva fase que, observada al microscopio óptico, aparece con una tonalidad de color más claro que las anteriores (Fig. 2 b).

Finalmente, para 6 h de tratamiento, la reacción continúa, produciéndose un engrosamiento de todas las fases de reacción, siendo la más significativa la fase central, que ahora es continua y formando, a su vez, un anillo. También se puede apreciar, en esta última muestra, el desarrollo de unas fases de forma acicular muy acusada (Fig. 2 c).

Para analizar la evolución de los principales elementos involucrados en los procesos de difusión se realizaron diferentes análisis de rayos X, tanto cualitativa como cuantitativamente. En el primer caso, se realizaron análisis de línea y mapas de elementos.

En la figura 3 se puede confirmar de una forma cualitativa la diferente naturaleza de las fases presentes. La capa más externa (Fig. 3, 1-2) presenta un

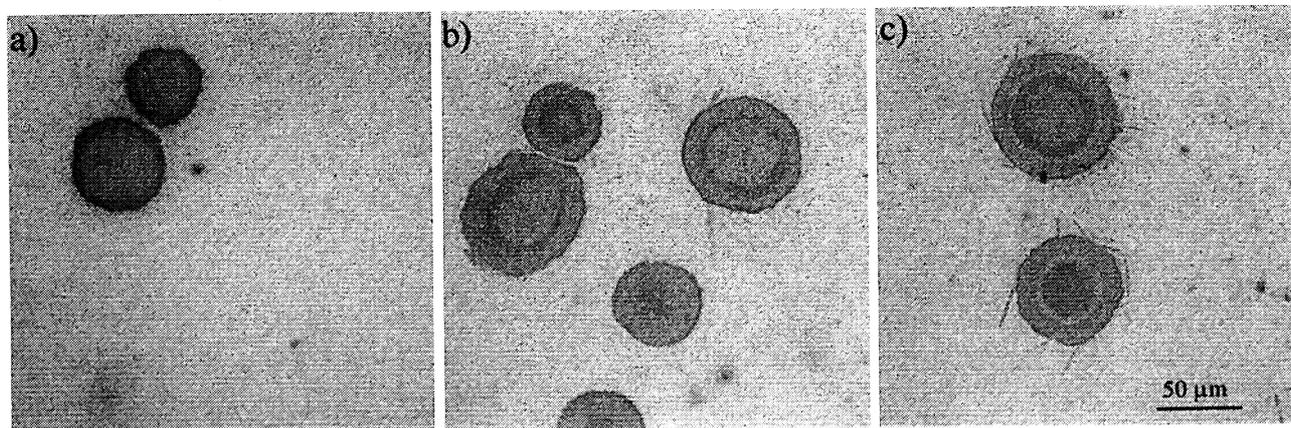


FIG. 2.— Micrografías que muestran la evolución de las capas: a) 500 °C, 2 h, b) 500 °C, 4 h, y c) 500 °C, 6 h.

FIG. 2.— Micrographs showing layer evolution: a) 500 °C, 2 h, b) 500 °C, 4 h y c) 500 °C, 6 h.

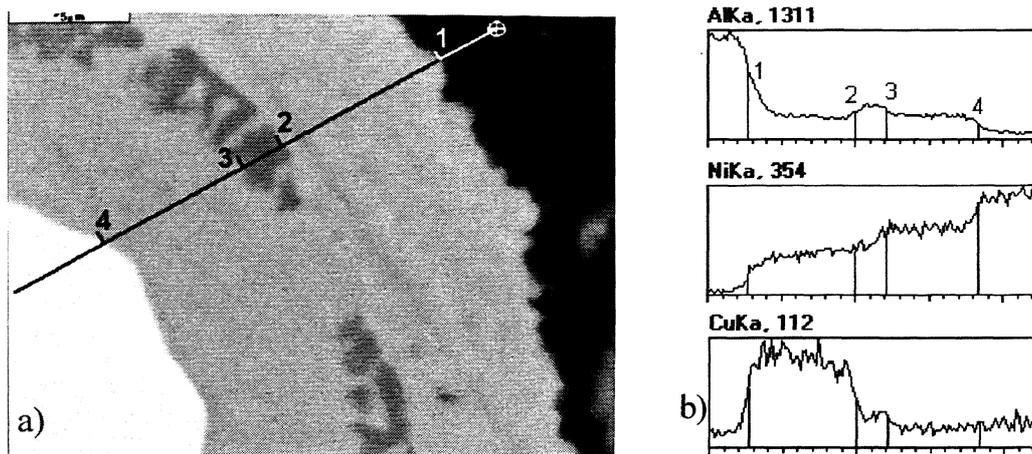


FIG. 3.— Análisis de línea de una partícula de intermetálico en la muestra tratada durante 6 h a 500 °C. a) Micrografía SEM que muestra la línea de análisis. b) Perfiles de los tres elementos más importantes.

FIG. 3.— EDS line analysis of intermetallic particle in sample heat treated 6 h at 500 °C. a) SEM micrograph showing line of analysis. b) Main elements spectra.

contenido de cobre relativamente alto en comparación con las más interiores e incluso con la matriz. Este dato es indicativo de que ha habido un enriquecimiento en este elemento en la formación de esta capa. Este resultado viene corroborado al observar un mapa de elementos de las capas (Fig. 4), donde aparecen éstas bien diferenciadas, apreciándose una mayor intensidad de detecciones en lo que corresponde con esta capa más externa. La evolución del contenido de níquel es decreciente de dentro hacia afuera de la partícula, como era de suponer atendiendo a la difusión de este elemento desde la partícula inicial de Ni_3Al hacia la matriz. Sin embargo, en el caso del aluminio, se observa cómo en la capa intermedia (Fig. 3, 2-3), que, además, es la última en formarse, existe una concentración superior de este elemento en relación a las capas adyacentes.

El microanálisis cuantitativo de las diferentes capas se realizó mediante análisis puntuales y alineados con una separación constante, en el microscopio electrónico de barrido. En la figura 5 se pueden observar tanto la localización de los puntos de análisis como la representación gráfica de los resultados obtenidos, para las muestras tratadas 2, 4 y 6 h a 500 °C.

Con la observación de estos resultados, se puede deducir la evolución de las capas de reacción a lo largo del tiempo para esa temperatura. La primera capa en formarse, la más externa, tiene una composición que se puede establecer como la del compuesto intermetálico $\text{Al}_3(\text{Ni}, \text{Cu})_2$, similar al Al_3Ni_2 en el que parte de los átomos de níquel han sido sustituidos por átomos de cobre. La segunda capa, la más interna, se desarrolla hacia el interior del intermetálico como se observa en la figura 5 a. En

ésta se aprecia un lóbulo que empieza a formarse a partir de la primera capa y hacia el intermetálico, con una composición similar a la que luego aparecerá como capa más interna, para tiempos de tratamientos mayores. El contenido de cobre de esta capa disminuye apreciablemente hasta valores muy pequeños en comparación con la anterior, siendo la composición del intermetálico resultante cercana a Al_3Ni_2 , obtenida en otros trabajos sobre pares de difusión Al-Ni (13-15). La última capa en formarse, la intermedia, resulta ser de una composición cercana al intermetálico Al_3Ni . En los estudios anteriormente citados, debido a la ausencia de cobre en la matriz de aluminio, la fase Al_3Ni era la más externa (es decir, en contacto con la matriz de aluminio). Los precipitados aciculares resultaron ser complejos de Al, Si, Cu, Ni y Fe.

Por último, para establecer la resistencia relativa de las diferentes fases desarrolladas, se llevaron a cabo diversos ensayos de microdureza Vickers en las diferentes capas. Los resultados obtenidos se muestran en la figura 6, en la que se aprecia cómo los intermetálicos desarrollados son mucho más duros que la matriz e incluso que la partícula de refuerzo inicial.

4. CONCLUSIONES

La realización de tratamientos térmicos en aleaciones de aluminio de alta resistencia reforzadas con intermetálicos debe estar sujeta a un diseño correcto y a un control muy preciso de los parámetros de temperaturas y tiempos debido a los fenómenos de difusión entre la matriz y el intermetálico.

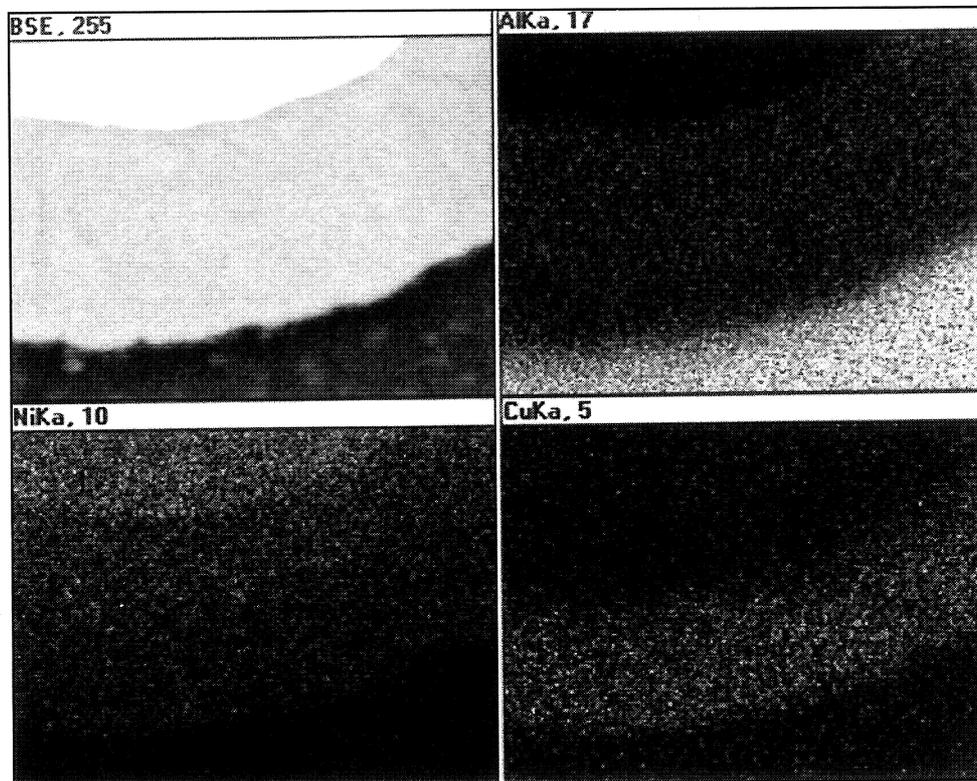


FIG. 4.— Mapa de elementos de la partícula de intermetálico y capas de difusión de la muestra tratada 4 h a 500 °C.

FIG. 4.— Map of elements of the diffusion layers and intermetallic particle for heat treatment of 4 h at 500 °C.

En el caso de aleaciones de la serie 2000 reforzadas con partículas de Ni_3Al , para tratamientos térmicos a altas temperaturas, se desarrollan nuevas fases en la intercara matriz-partícula, dando lugar a nuevas fases de un tamaño importante, dependiente del tiempo del tratamiento.

Las fases de reacción desarrolladas, desde la matriz hacia la partícula inicial, son las siguientes: $\text{Al}_3(\text{Ni}, \text{Cu})_2$, Al_3Ni , Al_3Ni_2 .

Agradecimiento

Este trabajo ha sido realizado con una subvención del proyecto del Plan Nacional de I+D de la CICYT con referencia MAT96-0722-C02-02.

Asimismo, los autores quieren mostrar su agradecimiento al Servicio de Microscopía de la Universidad Politécnica de Valencia, por su ayuda y dedicación en la realización de las experiencias de microscopía electrónica y microanálisis.

REFERENCIAS

- (1) HOLLINS, M.J. *Metal Matrix Composites VI*, Institute of Materials, 1997. (Pendiente de publicación).
- (2) RUPPERT, H. *Metal Matrix Composites VI*, Institute of Materials, 1997. (Pendiente de publicación).
- (3) SRIVATSAN, T.S., IBRAHIM, I.A., MOHAMED, F.A. y LAVERNA, E.J. *J. Mater. Sci.* 26, 1991: 5.965-5.978.
- (4) Aluminium and Aluminium Alloys, ASM International, 1993: 160-179.
- (5) LLOYD, D. J. *Int. Mater. Rev.*, 39, 1994: 1-23.
- (6) PAI, B.C., RAMANI, G., PILLAI, R.M. y SATYANARAYANA, K.G. *J. Mater. Sci.* 30, 1995: 1.903-1.911.
- (7) CHEN, A.S., BUSHBY, R.S., PHILLIPS, M.G. y SCOTT, V.D. *Proc. Royal. Soc. London.* A450, 1995: 537-552.
- (8) COSTA, C.E. da, ZAPATA, W., TORRALBA, J.M., RUIZ-PRIETO, J.M. y AMIGO, V. *Mater. Sci. Forums*, 217-222, 1996: 1.859-1.864.
- (9) DIAZ, C., GONZALEZ-CARRASCO, J.L., CARUANA, G. y LIEBLICH, M. *Metall. Mater. Trans. A*, 27A, 1996: 3.259-3.266.
- (10) COSTA, C.E. da. Tesis Doctoral, UPM, Madrid, 1998.
- (11) PÉREZ, P., GONZALEZ-CARRASCO, J.L., CARUANA, G., LIEBLICH, M. y ADEVA, P. *Mater. Charact.*, 33, 1994: 349-356.
- (12) GONZALEZ-CARRASCO, J.L., GARCIA-CANO, F., CARUANA, G. y LIEBLICH, M. *Mater. Sci. Eng.* A183, 1994: L5-L8.
- (13) HICKL, A.J. y HECKEL, R.W. *Metall. Trans. A*, 6A, 1975: 431-440.
- (14) JUNG, S.B., MINAMINO, Y., YAMANE, T. y SAJI, S. J. *Mater. Sci. Letters*, 12, 1993: 1.684-1.686.
- (15) DUNAND, D.C. *J. Mater. Sci.* 29, 1994: 4.056-4.060.

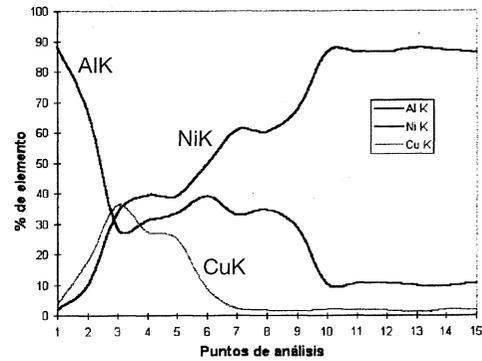
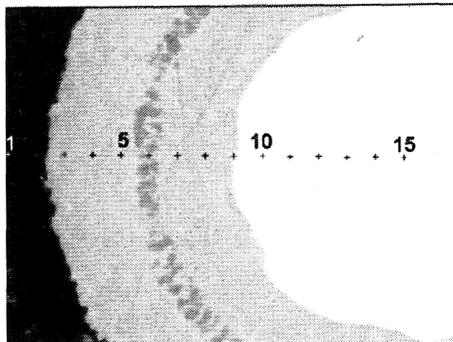
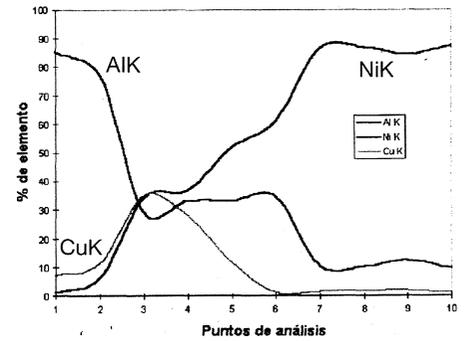
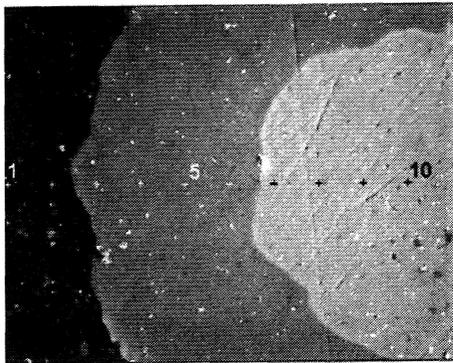
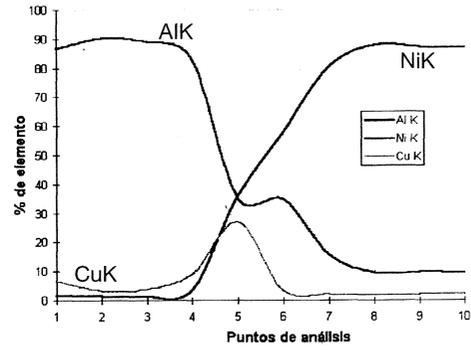
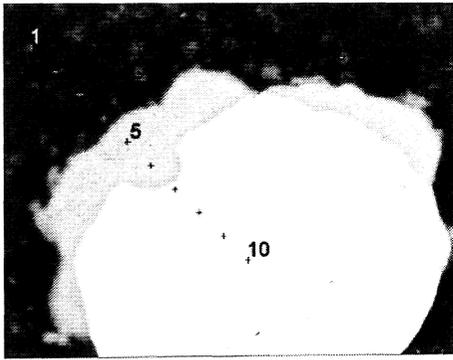


FIG. 5.— Microanálisis cuantitativo de las capas. Imagen SEM de la línea de análisis y representación gráfica del mismo. Tratamiento térmico a 500 °C: a) 2 h, b) 4 h y c) 6 h.

FIG. 5.— Quantitative analysis of layers. SEM image of line of analysis and representation. Heat treatment at 500 °C. a) 2 h, b) 4 h and c) 6 h.

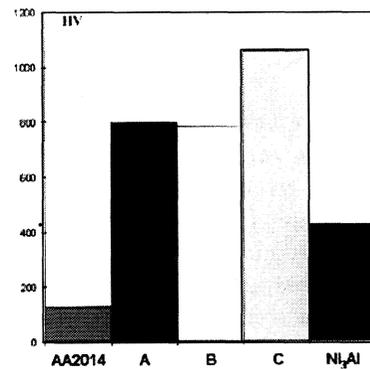
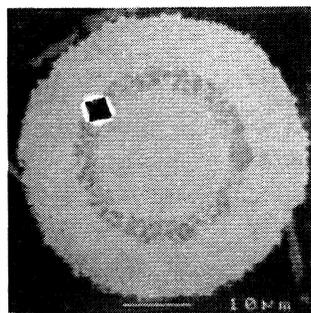
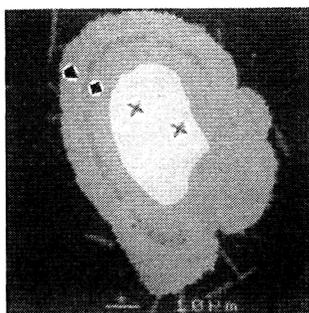


FIG. 6.— Micrográficas de SEM de algunas de las marcas del ensayo de microdureza y la representación gráfica de la dureza Vickers resultante.

FIG. 6.— SEM images of microhardness indentations and representation of Vickers hardness values.