

Evolución morfológica de una aleación mecánica de aluminio y carburo de silicio

Gil*, Roberto; Tolosa, Ramón.; Briceño Richard y Bracho, María

Universidad de Los Andes, Facultad de Ingeniería Escuela de Ingeniería Mecánica, Mérida 5101, Venezuela

* robertog@ula.ve

Resumen

Se estudió el proceso de obtención de la aleación mecánica Al – 5% SiC mediante la técnica de molienda de elev energía, utilizando polvo de aluminio con forma de hojuelas y carburo de silicio con forma angular. Se empleó molino de bolas de acero con una relación de pesos de bolas a peso de polvo (BPR) entre 10 y 38, bajo atmósfera inerte de argón. En cada caso la molienda se efectuó durante 16 horas efectivas, con paradas cada hora y enfriamiento de 30 minutos para el retiro de muestras de estudio. Se utilizaron las técnicas de microscopía óptica electrónica de barrido, espectroscopía de rayos X de energía dispersiva y análisis digital de imágenes, para caracterizar el proceso de aleado mecánico, particularmente para la evaluación del tiempo requerido para lograr estado estable con BPR nominal entre 20 y 10, obteniéndose en el primer caso 13 horas mientras que en el segundo no se logró alcanzar dentro del lapso de las 16 horas preestablecidas. El tamaño de partícula del polvo aleado mecánicamente no se incrementa uniformemente con el tiempo de molienda, pudiendo existir intervalos de tan considerablemente amplios, incluso una vez alcanzado el estado estable.

Palabras claves: aleado mecánico, aluminio, carburo de silicio, pulvimetalurgia, compuesto.

Morphological evolution of a mechanically alloyed Al-SiC composite

Abstract

The process to obtain the mechanical alloy Al-5%SiC was studied by mean of the high-energy mill technique, using flakes shaped aluminum powder and angular-shaped silicon carbide. We used a mill with steel balls setting the ball to powder relation (BPR) between 10 and 38, in an inert atmosphere of argon gas. In each case, the effective mill time was 16 hours, with a stop each hour and cooling for 30 minutes to take samples. We used optical microscopy and scanning electron microscopy, dispersive energy X-ray spectroscopy and digital image analysis to characterize the mechanical alloying process, particularly for the evaluation of the time needed to achieve steady state with the nominal BPR between 20 and 10, getting 13 hours in the first case while the second case did not show the steady state inside the 16 hours period set. The size of the mechanically alloyed powder doesn't increase uniformly with the process time. Considerable big ranges of size could exist, whether it achieves the steady state or not.

Key words: mechanical alloying, aluminum, silicon carbide, powder metallurgy, composite

Recibido: 08-01-2007 Revisado: 28-02-2007

1. Introducción

El notorio avance en el desarrollo de nuevos materiales se evidencia en los denominados materiales compuestos matriz metálica (MMCs, por sus siglas en inglés). Entre estos, un grupo importante son los de matriz de aluminio (MMCs), usados en la industria aeroespacial, automotriz, deportes y transporte marítimo debido a su elevada resistencia específica (resistencia en relación a su peso), por lo que son considerados como materiales avanzados (Zhong et al., 2002), la presencia del aluminio en dicho material compuesto le confiere una gran resistencia a la corrosión, y el hecho de reforzar el aluminio con partículas cerámicas mejora su resistencia al desgaste (Somers et al., 2003).

Los Al MMCs son un ejemplo de materiales que podrían ser fabricados en Venezuela, como parte del desarrollo industrial aguas abajo del proceso de obtención de aluminio. Uno de los métodos para su fabricación es la metalurgia de polvos o pulvimetalurgia, a partir de la cual ha surgido la técnica del aleado mecánico mediante la cual partículas distintas son sometidas a elevada absorción de energía mecánica dentro de molinos especiales. La aleación mecánica implica mecanismos consecutivos y solapados de deformación, fractura y soldadura (Gilman y Benjamín, 1999). Cuando la energía de forja por impacto dentro del molino es suficientemente elevada, las partículas de polvo se deforman plásticamente, se fracturan y se sueldan en frío (Zhang., 2004), de esta manera se pueden obtener aleaciones que pueden estar o no en equilibrio termodinámico, debido a una combinación a escala atómica de elementos constitutivos de las partículas. El polvo aleado mecánicamente, puede entonces ser moldeado y tra-

térmicamente para producir piezas útiles, o bien, puede ser usado como recubrimiento, catalizador o conductor (Suryanarayana, 2001).

Cuando se logra un balance de los mecanismos antes citados, es decir, ninguno cambia significativamente con el tiempo de exposición a los impactos repetidos, se dice que se ha llegado al "estado estable" (Zebarjad, y Sajjadi 2005; Fogagnolo, et al, 2003). Este se puede determinar observando los cambios en los tamaños y distribución de las partículas, pues estos se detienen o casi se detienen al llegar a dicha condición, por ejemplo, existen investigaciones para el caso de una aleación de Al y Al_2O_3 donde se logró dicho estado estable a las 7,5 horas de proceso (Zebarjad y Sajjadi, 2005).

El tiempo de consecución del estado estable es un factor clave en la producción de este tipo de aleaciones, pues parte del costo está representado por la energía requerida para hacer funcionar el molino. Esta caracterización es importante porque cualquiera sea el método usado para producir polvo aleado mecánicamente, los procedimientos siguientes y el resultado final en el producto tratado térmicamente, es influenciado por las características físicas del polvo, que incluyen la distribución del tamaño de partículas, su forma, estructura y condiciones superficiales (Craigh 2001). El proceso de aleación mecánica es de naturaleza estadística (Fogagnolo, et al., 2003), encontrándose pocos artículos en la bibliografía especializada que traten el efecto de la molienda sobre la microestructura del compuesto, hay pocos datos confiables (Zebarjad, y Sajjadi, 2005; Gür, 2003).

En este trabajo se plantea el estudio microestructural y morfológico del aleado mecánico entre polvo de aluminio (matriz metálica) y carburo de silicio (refuerzo), con el fin de obtener un Al MMC y determinar el tiempo en el que logra alcanzar el denominado estado estable de la aleación.

2. Procedimiento experimental

Se utilizaron polvos de aluminio (Al) y carburo de silicio (SiC) con formas de hojuelas y angulares respectivamente. Dichas formas fueron determinadas mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) y usando descripciones cualitativas de la forma de las partículas (German, 1994). La Fig. 1 muestra el polvo de Al utilizado.

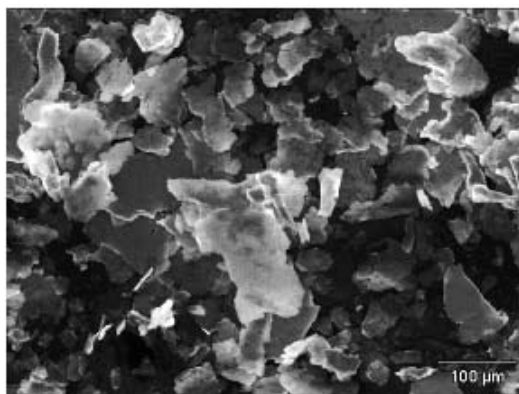


Fig 1. Partículas del polvo de aluminio en forma de hojuela de unos 5 micrones (μm) de espesor y entre 8 y 130 micrones de longitud.

La Fig. 2 muestra el polvo de SiC, determinándose que el tamaño de sus partículas se encuentra entre 10 y 35 μm . El aleado mecánico de los polvos de Al y SiC se realizó en un molino de bolas, marca Retsch, con movimiento oscilatorio simple de dos vasos de acero de 26 ml de capacidad, con sendas bolas también de acero de 32 g cada una.

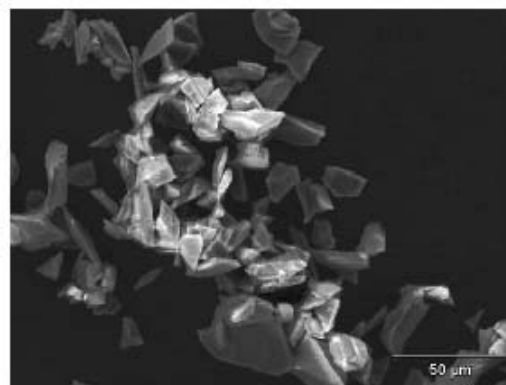


Fig 2. Partículas del polvo de carburo de silicio con formas angulares entre 10 y 35 micrones.

Los polvos fueron mezclados en proporciones tales que la aleación a obtener fuese Al con 5% en peso de SiC, combinación típica para estas aleaciones (Boey et al., 1998; Mishnaevsky et al., 2004 y Lu, et al., 1998).

Para lograr esto se midió la densidad aparente de todos los componentes y se calculó la cantidad en peso a agregar los vasos en cada experimento. La relación de peso de las bolas a peso del polvo (BPR) fue mantenida entre 10 para una de los vasos y entre 20 y 38 para el otro. Esta variación del BPR es producto de la extracción de muestras consecuencia inevitable aún cuando estas eran bastante pequeñas (0,05 g cada una). La mezcla también contiene 1% en peso de ácido esteárico ($C_8H_{16}O_2$) como agente de control de proceso (PCA) (Shoshin, et al., 2002) manera de controlar el balance entre soldadura en frío y fractura (Gilman, y. Benjamín, 1983; Shoenitz, y. Dre 2003). El volumen de PCA se asume nulo en el producto de aleación.

El llenado de los vasos fue realizado en atmósfera inerte con gas argón, para evitar en lo posible la oxidación de partículas de aluminio una vez iniciada la aleación mecánica. La frecuencia relativa de oscilación de los vasos en la máquina se fijó en 1300 ciclos por minuto medidos con una lámpara estroboscópica. Una vez comenzado el proceso de molienda el equipo se detuvo cada 60 minutos para tomar una muestra, no sin antes dejar enfriar los vasos 30 minutos en la atmósfera inerte, continuando así hasta alcanzar las dieciséis horas efectivas de molienda de polvos.

Las muestras retiradas durante el proceso de molienda se caracterizaron mediante varias técnicas: a) microscopía óptica, utilizando el microscopio metalográfico marca Zeiss, modelo Axiotech, usando el método de contraste diferencial de interferencias (DIC); b) análisis digital de imágenes, empleando el equipo marca Leco, modelo 3001; c) microscopía electrónica de barrido (SEM) con un microscopio electrónico marca Hitachi modelo S 2500; espectroscopía de rayos X de energía dispersiva (EDX/EDS) con el equipo marca Noran System Six. Estas técnicas permiten realizar el seguimiento del proceso de molienda para poder determinar la condición de estado estable.

3. Discusión de resultados

El estado estable puede identificarse en el momento en que las partículas del material compuesto mantienen su tamaño, luego de aumentar sensiblemente durante el proceso de molienda. Durante este proceso, las partículas de refuerzo se han redondeado, producto de las sucesivas fracturas de los bordes expuestos, y finalmente se encuentran embutidas en la matriz de manera homogénea. En la Fig. 3 se muestra una partícula de SiC incrustada en la matriz metálica y cuyos bordes forman ángulos menores de 90° .

La Fig. 4 muestra una partícula de refuerzo a las 13 horas de molienda, cuyos bordes forman ángulos mayores de 90° y es más pequeña que la de la Fig. 3 (que tenía sólo una hora de molienda), lo que es indicativo del fenómeno de fractura y redondeo de las partículas.

Es importante indicar que el uso de la atmósfera inerte mejora la calidad de la imagen obtenida en el microscopio electrónico, posiblemente por la menor cantidad de óxido superficial no conductor. Esto se deduce de la observación de muestras previamente expuestas al aire donde se notaba menos definición de imagen.

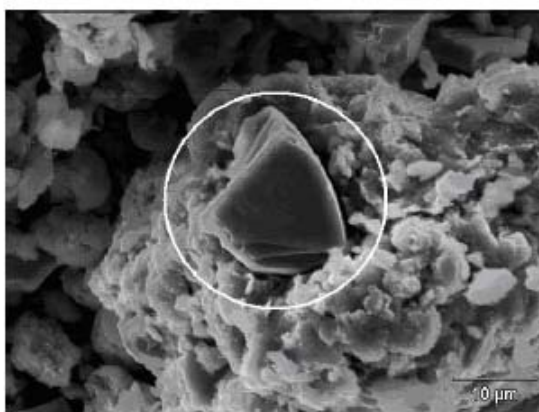
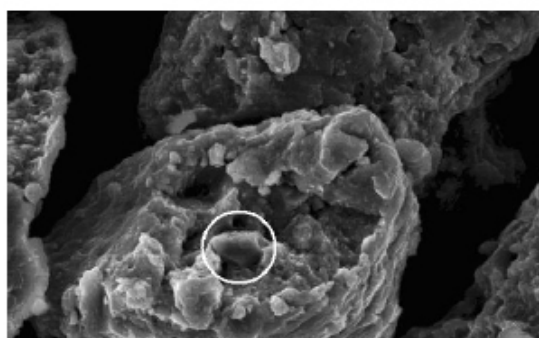


Fig 3. Fotomicrografía SEM, mostrando una partícula de SiC incrustada en la matriz metálica de la muestra con 1 hora de molienda, se observan sus bordes agudos.



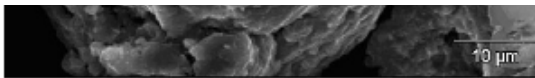


Fig 4. Fotomicrografía SEM, mostrando una partícula de SiC de menos de diez micrones incrustada en la matriz metálica de la muestra con 13h de proceso.

La Fig. 5 muestra los resultados de EDX/EDS evaluando la presencia de Si, indirectamente el SiC, para la secue de 1, 6, 10 y 16 horas de molienda y BPR 20, se observa la dispersión de carburos aproximadamente homogé con un tamaño menor al que tenían en las primeras etapas del proceso.

Se puede observar también la dispersión creciente del SiC con el tiempo de aleación, además de una progre disminución de su tamaño. Esto es debido a la imposibilidad de que dichas partículas absorban toda la ene cinética transmitida por las bolas y los vasos de acero, lo que las mueve de sus posiciones originales a nu posiciones aleatorias. La disminución del tamaño de partícula es debida a la transformación de energía cinétic bola y vaso en energía que se concentra en grietas que fracturan las partículas en una primera fase, en la qu existe recubrimiento suficiente de la matriz metálica sobre la partícula de refuerzo para absorber dicha energí impacto y evitar la propagación de grieta.

La Fig. 6 muestra que la cantidad de SiC está alrededor de la seleccionada y calculada inicialmente (5%), valor tiende a uniformizarse con el incremento del tiempo de molienda. Esto último puede inferirse por el hecho que la primera muestra (una hora de proceso) se obtuvo una lectura mucho mayor que para las otras muestras, debi que, probablemente el sector que se estudió tenía alta concentración de SiC, situación que no se repite con may tiempos del proceso debido a la distribución más uniforme de dichas partículas, como se observa en la Fig. 5. respecto a la composición en peso del 5%, la primera muestra arroja un error importante, sin embargo al consid todo el proceso de molienda se obtiene un error promedio menor al 10%, el cual pudiera disminuir si se increm el tiempo de proceso.

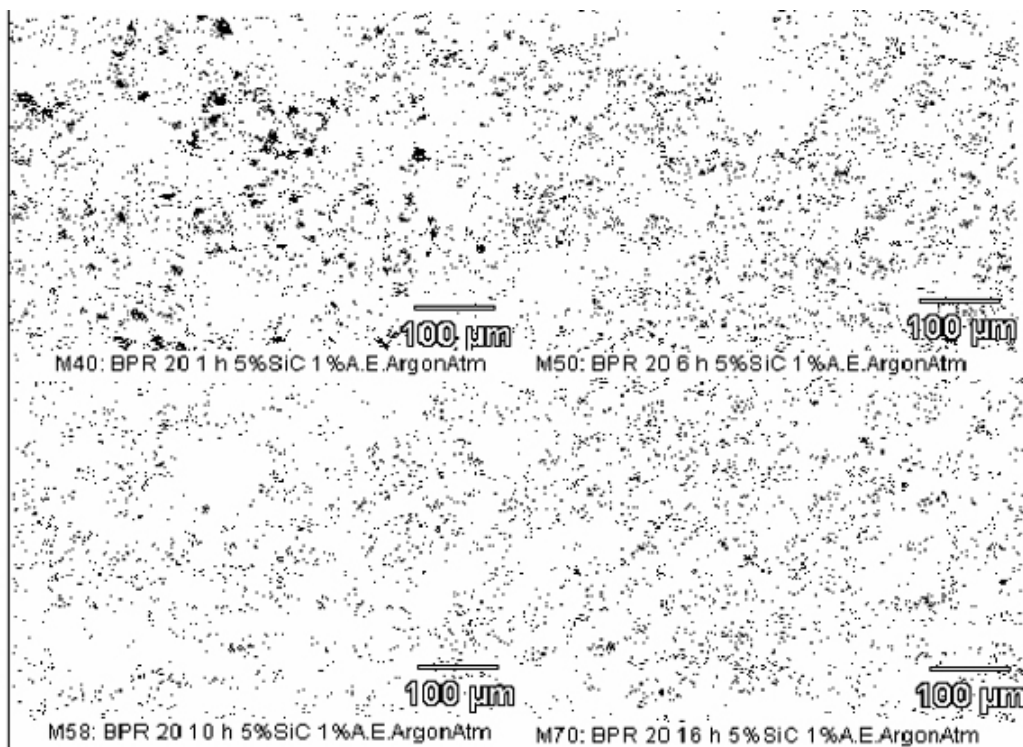


Fig 5. Distribución del %Si de algunas muestras correspondientes a RBP 20 a 1, 6, 10 y 20 horas de proceso.

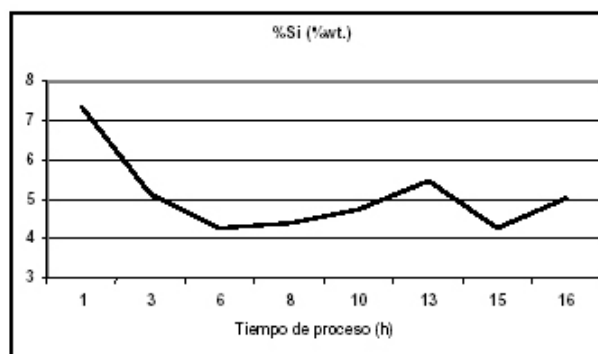


Fig 6. Cantidad de silicio en % en peso en dependencia del tiempo de

Fig 6. Cantidad de polvo en μm^2 en peso en dependencia del tiempo de molienda

Mediante microscopía óptica junto con el análisis digital de imágenes se evaluaron varios parámetros caracterís de las partículas, tales como: área, perímetro, relación de aspecto, diámetro equivalente, ancho, largo, rugosid redondez. Para cada BPR se evaluó una muestra de alrededor de 2000 partículas. Se utilizará el progreso del área partícula promedio y del diámetro equivalente promedio para caracterizar el proceso, tal como han hecho c autores (Mishnaevsky et al., 2004). El tiempo requerido para alcanzar un tamaño de partícula de material compu tal que no se reduce apreciablemente aún cuando aumente el tiempo de proceso estaría alrededor de las 13 h (ver máximo en las Figs. 7 y 8) para un BPR de 20.

Las Figs. 9 y 10 muestran el comportamiento de los parámetros Área promedio y Diámetro equivalente para un de 10. En este caso tanto el área promedio como el diámetro equivalente se ajustan a una función cúbica constata que no se logró obtener la condición de estado estable (no muestran un máximo dentro de las 16 ho sin embargo en la Fig. 9 se observa la tendencia a que esta condición aparentemente pudiera lograrse en tier mayores a las 16 horas preestablecidas en este estudio. Esto confirma que un mayor BPR disminuye el tie requerido para alcanzar el estado estable, tal como se reporta en la bibliografía.

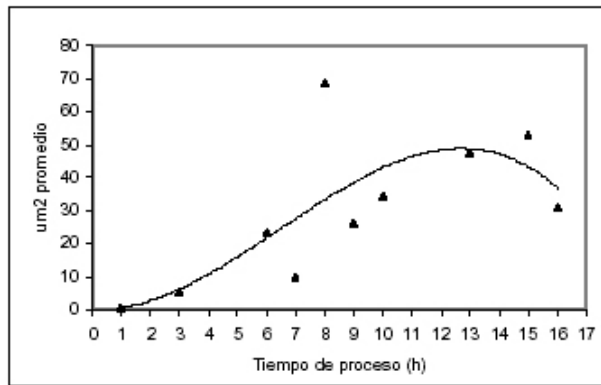


Fig 7. Área promedio de partícula (en micrones cuadrados) según el tiempo de proceso. BPR=20. Se ajusta a una cúbica con un máximo en unas 13 horas.

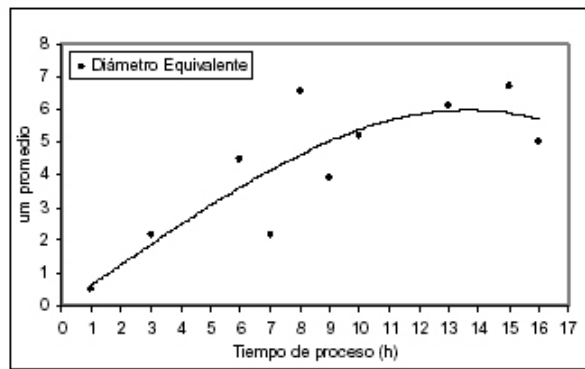


Fig 8. Diámetro equivalente promedio de partícula (en micrones) según el tiempo de proceso. BPR=20. Se ajusta a una cuadrática con un máximo en unas 13 horas.

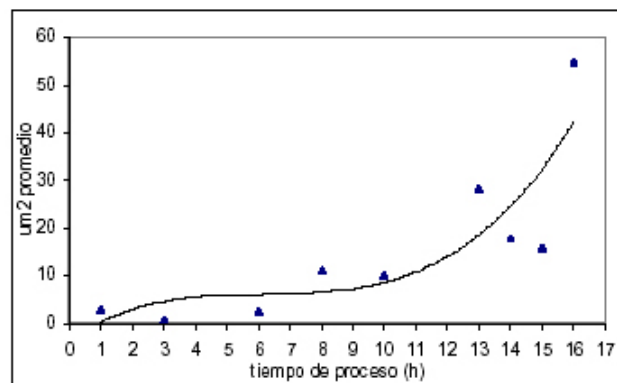


Fig 9. Área promedio de partícula (en micrones cuadrados) según el tiempo de proceso. BPR =10. Se ajusta a una cúbica que no muestra un máximo dentro de las primeras dieciséis horas.

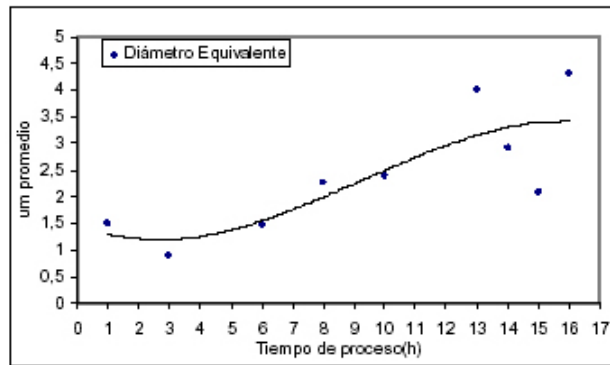


Fig. 10. Diámetro equivalente promedio de partícula (en micrones cuadrados) según el tiempo de proceso. BPR=10. Se ajusta a una cúbica que no muestra un máximo dentro de las primeras 16 horas.

Dada la dispersión de los tamaños de partícula para este sistema, no desaparecen en ningún tiempo de proceso partículas de menor tamaño, siempre están presentes partículas de unos pocos micrones hasta los tamaño partículas característicos de un tiempo de proceso en particular.

Conclusiones

Se fabricó un material compuesto de aluminio y 5% en peso de carburo de silicio (SiC) a través de la técnica aleación mecánica, usando un molino de bolas.

Los cálculos hechos para la determinación de la mezcla que produciría la aleación esperada con este proceso fu correctos con error promedio menor al 10%.

El tamaño de partícula no crece sostenidamente con el tiempo de proceso, sino que crece y decrece aún habi alcanzado el tiempo del llamado estado estable. En otras palabras, el estado estable no parece indicar el mom desde el cual las partículas mantendrán un tamaño "estable" sino más bien, un rango de tamaños que puede bastante amplio. Esto no había sido reportado antes en la bibliografía consultada.

La condición de estado estable se logró en 13 horas para un BPR de 20. Sin embargo, ésta condición no alcanzada aún después de 16 horas de proceso para un BPR de 10. En consecuencia, una mayor relación pes bola a peso de polvo (BPR) disminuiría el tiempo requerido para alcanzar el estado estable, tal y como se sugier la bibliografía.

Las partículas de refuerzo (SiC) se fracturan más, habrá mayor dispersión de éstas y sus extremos se hacen m agudos, cuanto mayor sea el tiempo de molienda, tal como se reporta en la bibliografía.

Agradecimientos

Al Consejo de Desarrollo Científico Humanístico y Tecnológico (CDCHT) de la Universidad de Los Andes, Mé Venezuela por el financiamiento otorgado N° I- 887-05-02-C.

Al Laboratorio de Metalografía y Tratamientos Térmicos (LMTT) de la Escuela de Ingeniería Mecánica d Universidad de Los Andes, por el apoyo recibido en la realización de esta investigación.

Al Laboratorio de Mezclado, Separación y Síntesis Industriales de la Escuela de Ingeniería Química de la Univers de Los Andes, por facilitar parte del equipo para fabricar la aleación.

Referencias

1. Boey FY y otros, 1998, Mechanical alloying for the effective dispersion of sub-micron SiCp reinforcements in . alloy composite, *Materials Science and Engineering A*, Vol., A252, pp. 276-287.
2. Crawley GM, 2001, Particle sizing online, *Powder Metallurgy*, Vol. 44, No. 4.
3. Fogagnolo JB y otros, 2003, Effect of mechanical alloying on the morphology, microstructure and propertie aluminum matrix composite powders, *Materials Science and Engineering A*, A342 pp. 131-143.
4. German R, 1994, *Powder metallurgy science*, 2da Ed., Metal Powder Industries Federation, Pricenton, New Jer Gilman PS y Benjamín JS, 1983, Mechanical alloying, *Annual Rev. Materials Science*, Vol. 13, pp. 279-300.

5. Gür CH, 2003, Investigation of microstructure-ultrasonic velocity relationship in SiCp -reinforced aluminum matrix composites, *Materials Science and Engineering A*, Vol., A361, No. 1- 2 pp. 227-233.
6. Lu L y otros, 1998, Enhanced mechanical properties of an Al based metal matrix composite prepared by mechanical alloying, *Materials Science and Engineering A*, Vol. A252, pp. 203-211.
7. Mishnaevsky L, y otros, 2004, Effect of microstructure of particle reinforced composites on the damage evolution: probabilistic and numerical analysis, *Composites Science and Technology*, Vol. 64, pp. 1805-1818.
8. Shoenitz M y Dreizin E, 2003, Structure and properties of Al-Mg mechanical alloys, *Journal of Materials Research*, Vol. 18, No. 8, pp. 1827-1836.
9. Shoshin Y y otros, 2002, Preparation and Characterization of energetic Al-Mg mechanical alloy powders, *Combustion and Flame*, Vol. 128 pp. 259-269.
10. Soma RK y otros, 2003, PM processing of Al-Al₂O₃ composites and their characterization, *Powder Metallurgy*, Vol. 46, pp. 219-223
11. Suryanarayana C, 2001, Mechanical alloying and milling, *Progress in Materials Science*, Vol. 46, pp. 1-184.
12. Zebarjad SM y Sajjadi SA, 2005, Microstructure evaluation of Al-Al₂O₃ composite produced by mechanical alloying method, *Materials & Design*, En prensa.
13. Zhang DL, 2004, Processing of advanced materials using high-energy mechanical milling, *Progress in Materials Science*, Vol.49, pp. 537-560.
14. Zhong Z, y Hung NP, 2002, Grinding of alumina/aluminum composites, *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 123, pp. 13-17