

EFECTO DE LA TEMPERATURA DE SINTERIZACION EN EL COMPORTAMIENTO MECANICO DE UN COMPUESTO DE ALUMINIO-CUARZO-ALUMINA

S.R. Mintzer y M. Ipohorski

*Departamento Tecnología de Materiales, Gerencia Desarrollo,
Comisión Nacional de Energía Atómica, Av. Libertador 8250, 1429 Buenos Aires.*

Se presentan los resultados del estudio de la influencia de la temperatura de sinterización (823-913°K) sobre la evolución de la microestructura y cambio en las propiedades mecánicas de un compuesto de $Al_2O_3SiO_2$ conteniendo 5% (en volumen) de partículas de cerámico (tamaño promedio 20) y en probetas de Al sinterizadas en condiciones análogas con material de referencia. El compuesto se obtuvo por sinterización reactiva (reducción de las partículas de SiO_2 por el Al con formación de Al_2O_3 y Si). El estudio de la microestructura se efectuó por metalografía óptica, EMPA, SEM y mediciones de porosidad. En el intervalo 823-848 °K se produce en el compuesto sinterización en fase sólida y entre 859-913 °K sinterización en fase líquida presente. Las cinéticas de reacción y coeficientes de difusión son marcadamente dependientes de la temperatura y tipo de sinterización. El análisis del comportamiento mecánico y la correlación con la microestructura se efectuó considerando los principales modelos de endurecimiento en compuestos de matriz metálica.

INTRODUCCION

Los compuestos de Matriz Metálica (MMC) reforzados con diferentes fracciones en volumen de partículas, *whiskers* o fibras de cerámico están surgiendo en los últimos años como importantes materiales estructurales con posibilidades de uso en aplicaciones específicas. Por combinación de una matriz de una aleación liviana y un cerámico de alta resistencia y baja densidad, se pueden obtener materiales con mejores propiedades mecánicas y mayor resistencia al desgaste o con propiedades térmicas y/o eléctricas intermedias entre metal y cerámico. A su vez la resistencia mecánica de compuestos con reforzamiento discontinuo (*whiskers* y partículas) en general es inferior a compuestos con reforzamiento continuo (fibras alineadas) de la misma matriz metálica, sin embargo los primeros tienen la ventaja que su obtención es considerablemente menos costosa y que pueden ser trabajados en caliente como las aleaciones convencionales.

En el desarrollo y *performance* de los MMC es importante el método de producción y procesamiento. En el transcurso de los años se desarrollaron distintos métodos de fabricación basados en ⁽¹⁾: a) Procesamiento por Solidificación (*compocasting*, solidificación bajo presión, *gravity casting*, b) procesamiento en Fase Sólida (pulvimetalurgia combinada con prensado o extrusión en caliente), c) Procesos Osprey y Lanxide. El compuesto de Al- SiO_2 - Al_2O_3 utilizado en este

trabajo se obtuvo por un método alternativo, por medio de la sinterización reactiva del aluminio con el cuarzo. El procedimiento de obtención y estudios previos de la microestructura se describieron en trabajos anteriores^(2,3,4). A medida que los MMC se desplazan hacia la escala de producción y aplicaciones, es importante la determinación y el conocimiento de sus propiedades mecánicas con el fin de optimizar los procesos de fabricación y posibilidades de aplicación.

Con tal objeto, en un compuesto con matriz de Al conteniendo 5% Vol. de partículas de cerámico sinterizado a diferentes temperaturas y en probetas de Al sinterizadas en condiciones análogas (como material de referencia), se efectuaron ensayos mecánicos de compresión a temperatura ambiente. El análisis del comportamiento mecánico (tensiones de fluencia) y correlación con la microestructura se efectuó considerando los principales modelos de endurecimiento en MMC.

PARTE EXPERIMENTAL

El material de partida fue polvo de Al (99.8%) y SiO_2 (99%). La morfología de los polvos, obtención de los MMC y algunas características de la microestructura de compuestos conteniendo diferentes porcentajes en volumen de reforzamiento cerámico (partículas) fueron considerados previamente^(2,3,4). En este trabajo los compuestos del MMC y de Al (material de referencia) fueron sinterizados en vacío a distintas temperaturas entre

823 K y 913 K durante 4 horas. En las probetas del MMC el contenido en volumen de cerámico fue de 5% ($F= 0.05$) y el diámetro medio de las partículas fue de $d= 20\mu$. La microestructura fue estudiada por técnicas de Metalografía, Microsonda Electrónica (EMPA), Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) y Mediciones de Microporosidad abierta y cerrada. Los ensayos de compresión en probetas cilíndricas se efectuaron en una máquina Instron con una velocidad de deformación igual a $5 \times 10^{-4} \text{ seg}^{-1}$.

RESULTADOS

Las metalografías de las probetas sinterizadas durante 4 horas en el intervalo 823 K - 883 K, indican la existencia de partículas de cerámico, la matriz metálica y algunos microporos aislados, y no hay indicios de otra fase presente, como se puede apreciar en la Fig.1 ($T= 848 \text{ K}$). El análisis por EMPA indica Si (de SiO_2) en las partículas, y en el resto Al. Diferente es la microestructura correspondiente a probetas sinterizadas a temperaturas más elevadas; así, para $T= 913 \text{ K}$ aparece una nueva fase en las vecindades de las partículas, Fig. 2. La microsonda determinó la presencia de Si puro en dicha fase. Además del SiO_2 , indica la presencia de Al (de Al_2O_3) sobre las partículas y cantidades significativas de Si en la matriz (1% at de Si). Esta es una consecuencia^(2,3) de que en la sinterización reactiva se produce la reacción $4 \text{ Al} + 3 \text{ SiO}_2 \rightarrow 3 \text{ Si} + 2 \text{ Al}_2\text{O}_3$; la cinética de la reacción y coeficientes de difusión (Si) presentan una marcada temperatura con la temperatura y el diagrama de fases del sistema Al-Si presenta un eutéctico.

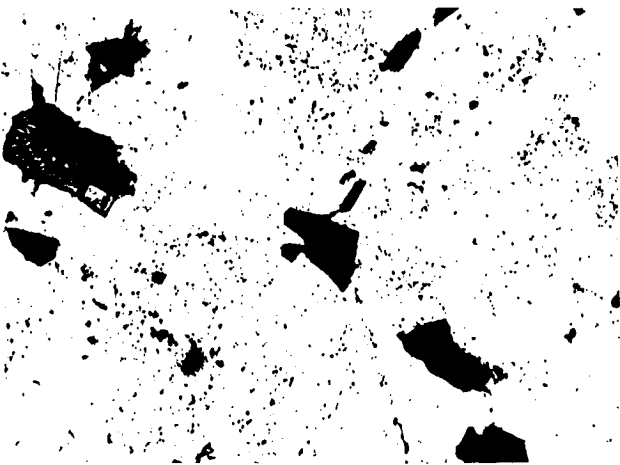


Figura 1: Micrografía del compuesto Al-5 % Vol. del partículas de cerámico, sinterizado 4 hs a 848 K ($\times 600$).



Figura 2: Micrografía del compuesto sinterizado 4 hs a 913 K ($\times 600$).

La curva de la Fig. 3 da la microporosidad total en el compuesto y en probetas de Al, vs. la temperatura de sinterización; en ambos casos la porosidad tiende a disminuir con la temperatura de sinterización. La curva de la Fig. 4 da la tensión de fluencia σ_0 (0.2 % deformación plástica) en el compuesto y en Al vs. la temperatura de sinterizado. El compuesto presenta el menor valor a 823 K y luego se mantiene aproximadamente constante entre 848 K - 883 K con un valor medio de 50 MPa y tiende a aumentar a temperaturas más elevadas (63 Mpa a 915 K) . En probetas de Al, σ_0 presenta tendencia a decrecer con la temperatura de sinterizado, con un valor medio de 36 Mpa en el intervalo considerado.

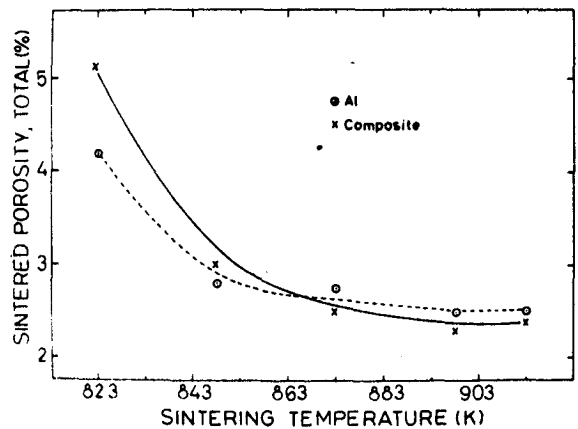


Figura 3: Variación de la porosidad total del compuesto y en probetas de Al, con la temperatura de sinterización.

$$\sigma_m = \sigma(\text{AL}) = 36 \text{ MPa} \quad F = 0.05$$

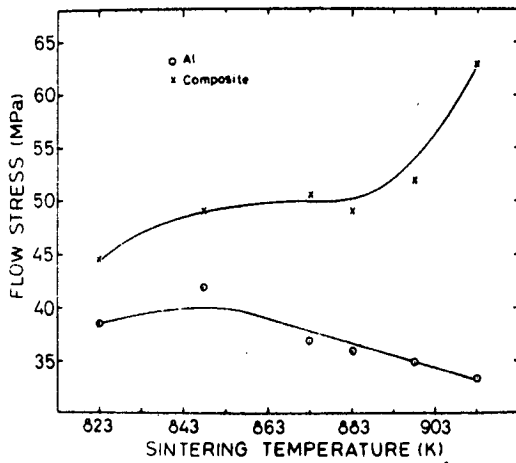


Figura 4: Variación de la tensión de fluencia (0.2% deformación plástica) con la temperatura de sinterización del compuesto y de Al.

DISCUSION Y CONCLUSIONES

Los modelos que consideran el endurecimiento en MMC pueden dividirse en dos grupos. En la aproximación macroscópica (Mecánica del Medio Continuo) se supone que el material se puede describir mediante parámetros globales. Si bien esta aproximación describe adecuadamente el comportamiento elástico, presenta fallas en la descripción del comportamiento plástico, resultando ser una sobresimplificación del problema real. Otra aproximación más realista es la microscópica, que utiliza la teoría de dislocaciones y considera de qué forma la introducción del reforzamiento cerámico modifica la microestructura del compuesto respecto de la matriz.

Para estimar la tensión de fluencia σ_0 (def. plástica 0.2%) en el compuesto considerado, se deben tener presente las siguientes contribuciones:

- Existencia de partículas de cerámico dentro de los granos o en bordes de grano y transferencia de carga de la matriz a las partículas vía esfuerzos de corte en la interfase matriz-partícula.

El modelo del "Shear-Lag Modificado" (Mecánica del Medio Semicontinuo) predice para el caso de partículas aproximadamente esféricas ⁽⁵⁾:

$$\sigma_c = \sigma_m (1 + 0.48 F) = 36.9 \text{ MPa}$$

Si bien la contribución adicional debido a dicho mecanismo es en este caso pequeña, diferente puede ser la situación en el caso de refuerzos con whiskers o plaquetas de cerámico.

- Contribución por aumento en la densidad de dislocaciones (ρ_d) relacionadas con la presencia de las partículas de cerámico y debido a:

a) Contracción térmica diferencial metal-cerámico por diferencias en los coeficientes de expansión térmica (α). En distintos trabajos ^(6,7) se ha comprobado, en muestras de MMC estudiadas por TEM (en especial aleaciones de Al con carburo de silicio), la existencia de una elevada densidad de dislocaciones en las vecindades de las partículas. El modelo de Arsenault et al. propone para la densidad de dislocaciones por este mecanismo ⁽⁶⁾:

$$\rho_A = \frac{12 F \epsilon}{b (1 - F) d} \quad \epsilon = [\alpha(\text{Al}) - \alpha(\text{SiO}_2)] \Delta T$$

b = vector de Burgers, $d = 20 \mu$: diámetro medio de partícula

$$\alpha(\text{Al}) \cdot 10^6 = 23.6 \text{ C}^{-1} \quad \text{a } 25 \text{ C}$$

$$= 31.1 \text{ C}^{-1} \quad \text{a } 500 \text{ C}$$

$$\alpha(\text{SiO}_2) 10^6 = 9 \text{ C}^{-1}$$

En el caso más conservativo resulta

$$\epsilon = 0.84 \cdot 10^{-2} \quad \rho_A = 0.95 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-2}$$

b) Existe otra contribución a ρ_d : la presencia de una fase dura, no deformable, en una matriz blanda y dúctil introduce un gradiente de deformación y para mantener la compatibilidad geométrica es necesaria la introducción de dislocaciones. El modelo de Ashby ⁽⁸⁾ da para la densidad de dislocaciones geométricas:

$$\rho_G = \frac{4 \gamma}{\lambda_G b} \approx 0.81 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-2} \quad \gamma \equiv \epsilon$$

$\lambda_G = d / 2 F$: geometric slip distance

Considerando ambas contribuciones, el aumento de tensión debido a la existencia de partículas de cerámico es:

$$\sigma_d = \beta G b \sqrt{\rho_A + \rho_G} = 12.1 \text{ MPa,}$$

$$\beta = 1.25 \quad G = 26 \text{ GPa}$$

- Subestructura de dislocaciones introducidas por templado, por tratamiento mecánico o por deformación (σ_t). En este caso, las probetas fueron recocidas por sinterizado a altas temperaturas (4 horas) y la velocidad de enfriamiento fue baja (≈ 3 C por seg). Es razonable suponer que $\sigma_t \approx 0$.

- Contribución adicional al endurecimiento por diferencia de tamaño de grano o subgrano (si se inhibe la recrystalización) entre matriz y compuesto (σ_b). En el caso considerado, la fracción en volumen de partículas es baja ($F= 0.05$) de modo que el tamaño de grano está controlado por la matriz y no por la presencia de partículas. En consecuencia, se puede considerar que matriz y compuesto tienen valores promedios no muy diferentes ($\sigma_b \approx 0$).

- Endurecimiento por solución sólida (σ_s). De acuerdo a la microsonda (Si como soluto) esta contribución es significativa a las temperaturas de sinterizado más elevadas ($T > 883$ K).

- Endurecimiento por dispersión o por precipitación (σ_p).

En este caso las probetas no fueron sometidas a tratamientos de envejecimiento. Cuando se aplica el mecanismo de Orowan a las partículas de cerámico, la contribución es pequeña ($\sigma_p \approx 0.2$ MPa). Sumando las contribuciones resulta para el cálculo de la tensión de fluencia:

$$\sigma_0 = \sigma_c + \sigma_d + \sigma_t + \sigma_b + \sigma_s + \sigma_p$$

En el intervalo 848 K - 883 K la estimación teórica da 49 Mpa. El valor experimental promedio del compuesto en dicho intervalo de temperaturas (Fig.4) es $\sigma_0 = 50$ MPa. La estimación es razonable si se tiene en cuenta que en realidad existe una distribución de tamaños de partículas y que se está considerando aproximación esférica.

Están en desarrollo estudios para determinar la validez de la estimación en situaciones más complejas: por ejemplo, variando el contenido y distribución de tamaño de partícula, caso de aleaciones reforzadas, efecto de tratamiento mecánico en caliente, etc.

Por otra parte, el aumento de la tensión de fluencia que se observa en probetas del compuesto sinterizadas a las temperaturas más elevadas (Fig. 4), se debe a la contribución adicional de endurecimiento por solución sólida (σ_s). Así a $T=913$ K se puede apreciar Si en las vecindades de las partículas y por EMPA se determinó un contenido de ~ 1 at % de Si en la matriz del compuesto.

AGRADECIMIENTOS

A la Srta. S. Bermúdez, Dr. G.L. Vigna, Sr. R. González, Ing. R. Morando, Sr. P. N. Nieto, al Grupo Materiales Estructurales, y la División Prototipos del Depto. Combustibles Nucleares.

REFERENCIAS

1. R. Mehrabian : Mat. Res. Soc. Symp. Proc., Vol. 120 (1988).
2. S. Mintzer, M. Ipohorski, S.L. Zalzman : Memorias de la Reunión de la Soc. Argentina de Metales (SAM), 1990 (Córdoba), 365.
3. S. Mintzer, M. Ipohorski, S. Bermúdez, M. Markiewicz, Memorias de las "Jornadas Metalúrgicas SAM 1991 y II Congreso ALAMET" 1991, Buenos Aires, p. 265
4. S. Mintzer, B. Molinas, A. Mazzone, O. Lambri, Memorias de las " Primeras Jornadas Argentinas en Ciencia de Materiales" 1991, Mar del Plata, p.220
5. V. Nardone, K. Prcwo : Scripta Met. 1986, Vol. 20, 43
6. R. Arsenault , N. Shi : Mat. Science and Eng. 81 (1986) 175.
7. R. Arsenault, M. Taya: Acta Met. 35 (1987) 651.
8. M.F.Ashby : Phil. Mag. 21 (1969) 359.