

Determinación mediante nanoindentación de las propiedades mecánicas de la interfaz en materiales compuestos de aluminio reforzados con partículas de SiC recubiertas de sílice

M. CAMPO, J. RAMS, Y A. UREÑA

Departamento de Ciencia e Ingeniería de Materiales. ESCET. Universidad Rey Juan Carlos. C/ Tulipán s/n, Móstoles 28933, Madrid.

En el presente trabajo se ha evaluado de forma comparativa el comportamiento mecánico de las intercaras matriz/refuerzo de materiales compuestos de matriz de aluminio reforzados con partículas de SiC. Se emplearon partículas de SiC, tanto en estado de recepción como recubiertas con sílice mediante procesos sol-gel. Las funciones del recubrimiento eran limitar la reactividad entre el SiC y el aluminio fundido y mejorar el mojado de las partículas. Se ha estudiado el efecto de los diferentes procesos sol – gel empleados para recubrir las partículas con sílice en las propiedades mecánicas de la interfaz, así como el efecto de las distintas condiciones de fabricación del material compuesto y del tratamiento térmico que posteriormente se aplica al material. Las propiedades mecánicas de la interfaz se determinaron mediante la técnica de nanoindentación utilizando principalmente dos tipos de ensayos: 1) líneas de nanoindentaciones de muy baja carga (0,5 mN) que cruzaban la partícula de refuerzo, para evaluar los gradientes de dureza y módulo elástico a lo largo de la intercara partícula/matriz; 2) indentaciones de mayor carga (150 mN) en las proximidades de la partícula para evaluar las propiedades mecánicas de la intercara y observar los mecanismos de rotura de las intercaras.

Palabras clave: nanoindentación, materiales compuestos, matriz de aluminio, recubrimientos sol-gel, intercaras

Determination by nanoindentation of the interfacial mechanical properties in aluminum matrix composites reinforced with silica coated sic particles

In the present paper the mechanical behaviour of the interface of the aluminum matrix composites reinforced with SiC particles has been comparatively evaluated. Both, as received and sol – gel silica coated particles were used as reinforcements. The functions of sol – gel were to limit the interface reactivity and to improve the wettability of the SiC by molten aluminium. The influence of the sol-gel coating used in the interface mechanical properties, and of the different conditions of composite manufacture and of the heat treatment applied to the composite, has been studied. The interfacial mechanical properties have been determined by means of the nanoindentation technique using two types of tests: 1) determining the nanoindentations profiles across the reinforcement particles with very low load (0.5 mN) to evaluate the gradients of hardness and elastic modulus throughout the particle/matrix interface; 2) applying greater load indentations (150 mN) at the particle proximities of the to evaluate the mechanical properties of the interface and to observe the interfacial fracture mechanisms.

Keywords: nanoindentation, composites, aluminium matrix, sol-gel coatings, interfaces

1. INTRODUCCIÓN

Los materiales compuestos de matriz del aluminio reforzados con partículas de SiC poseen un gran interés práctico ya que combinan buenas propiedades mecánicas, adecuada resistencia a la corrosión y elevadas conductividades eléctrica y térmica.(1,2,3) Sin embargo, su desarrollo sigue estando condicionado a la optimización de los procesos de fabricación que involucren una etapa en fase líquida, tales como la colada o la soldadura. Uno de los aspectos a tener en cuenta respecto a la selección de las condiciones de procesado es la influencia que éstas pueden tener sobre la estructura y propiedades finales de las intercaras matriz – refuerzo que, en gran medida, son responsables de las propiedades mecánicas y químicas finales del material compuesto.(4) Los problemas de fabricación que presentan estos materiales compuestos son fundamentalmente dos: la baja mojabilidad de las partículas de SiC a bajas temperaturas y la alta reactividad interfacial a temperaturas por encima de los 700 °C. En estas condiciones, la reacción que tiene lugar entre el aluminio fundido y el SiC

ataca la superficie y desde ésta, a través de planos preferentes de disolución, el interior de las partículas, produciendo carburo de aluminio (Al_4C_3) que es un compuesto frágil e higroscópico que degrada química y mecánicamente al material compuesto.(5)

Habitualmente se han utilizado varias alternativas para evitar esta degradación química: la adición de entre un 6% y un 8% de silicio en la matriz para limitar la reacción,(6) el control de la temperatura durante el proceso de fabricación,(7) y la aplicación de un recubrimiento protector sobre las partículas.(8) Los dos primeros métodos limitan la composición y microestructura del material compuesto, mientras que el tercer método se ha demostrado que reduce la reactividad en la intercara y, además, mejora la mojabilidad del refuerzo.(9) En la bibliografía se pueden encontrar diferentes recubrimientos metálicos y cerámicos, así como múltiples métodos de síntesis (oxidación, electroless, sol-gel);(10) entre ellos, el de óxido de silicio (SiO_2) obtenido por oxidación directa a alta temperatura

de las partículas de SiC(11,12) o por el método sol-gel,(13,14,15) se ha revelado como uno de los recubrimientos protectores más eficaces. La oxidación directa en aire a temperaturas entre 1100 – 1200 °C produce capas cristalinas continuas con buena adherencia que aumentan la mojabilidad de las partículas por la reactividad entre el aluminio y la SiO₂, pero su principal problema es que la capa es muy fina y se agota en exposiciones no muy prolongadas con el aluminio fundido. El método sol – gel permite obtener capas más gruesas de sílice amorfa que soportan la exposición prolongada al aluminio fundido; además, la estructura y la porosidad de la capa pueden ser fácilmente modificadas para controlar su interacción con el aluminio.(13) En estudios anteriores, se ha comprobado que el recubrimiento de sílice obtenido por sol – gel con tratamiento térmico a 725 °C presenta los mejores resultados frente a la degradación de la superficie del SiC, mejora la mojabilidad, evita la formación del carburo de aluminio y, al ser el recubrimiento menos poroso, disminuye la reactividad con el aluminio respecto a los recubrimientos de sílice que han recibido otros tratamientos térmicos.(14,15)

El comportamiento mecánico de los materiales compuestos está influenciado fuertemente por las propiedades mecánicas de la intercara matriz/refuerzo y las posibles interfases que puedan formarse en ella. Una de las alternativas para controlar la propiedades de la intercara es el empleo de un recubrimiento sobre el refuerzo que incremente la resistencia y tenacidad de la interfaz, disminuyendo su degradación química.(16)

En la mayoría de los estudios experimentales sobre materiales compuestos se suele emplear el ensayo convencional de tracción para analizar de forma indirecta el comportamiento mecánico interfacial, observando los mecanismos de propagación de las grietas y las superficies de fractura.(17) Sin embargo, es necesario desarrollar técnicas que permitan determinar las propiedades interfaciales, en regiones muy reducidas y con alta heterogeneidad, ya que el espesor de las interfases de reacción que pueden formarse son inferiores a 1 μm.

En los últimos años, el desarrollo de la técnica de nanoindentación ha permitido realizar un estudio más preciso. Esta técnica permite determinar los valores de dureza y modulo elástico de forma local a partir del análisis de las curvas carga-desplazamiento, obteniéndose las propiedades mecánicas interfaciales a escala nanométrica.(18,19) Liu y col (19) han determinado que en materiales compuestos 6061AA/SiC_p la dureza disminuye con la distancia a la partícula y que a distancias menores de 5 μm la dureza es mayor de 2,32 GPa, mientras que a distancias grandes el valor es de 1,43 GPa, obteniendo módulos de elasticidad de 96,3 GPa. Por otro lado, en los estudios de nanoindentación realizados en materiales compuestos AA6061/Al₂O₃, la dureza en la matriz de aluminio alcanzaba valores de aproximadamente 1 GPa.(18) Los valores típicos de las aleaciones de aluminio son entre 30 y 150 HB para la dureza y de 68 y 73 GPa para el módulo de elasticidad, valores que aumentan hasta un 40% cuando se refuerzan con partículas de SiC.(2) En el presente trabajo se estudia el comportamiento mecánico interfacial por la técnica de nanoindentación de materiales compuestos de matriz de aluminio reforzados con partículas de SiC sin recubrir y con diferentes recubrimientos protectores sol-gel depositados sobre las partículas. También, los resultados obtenidos se han comparado con los ensayos de nanoindentación sobre los mismos materiales compuestos sometidos a un tratamiento térmico de envejecimiento artificial (T6).

2. PARTE EXPERIMENTAL

2.1. Materiales

Para la fabricación de los materiales compuestos se han empleado polvos de la aleación AA6061 (95,5% Al; 1,47% O; 1,23% Mg; 0,94% Si; 0,432% Cu; 0,378% Cr; 0,0623% Fe) suministrados por Aluminium Powder Company (Reino Unido). Los refuerzos utilizados fueron partículas de SiC fabricadas por Navarro S.A. con la denominación F-360 y un tamaño medio de 26 μm.

2.2. Recubrimiento de las partículas por sol-gel

Los recubrimientos de SiO₂ sobre las partículas de SiC se obtuvieron por el método sol-gel utilizando tetraetoxisilano (TEOS) como precursor, etanol como disolvente y agua destilada. La hidrólisis se ha llevado a cabo con pH – ácido y la concentración del sol fue de 204 g/L. Una vez recubiertas las partículas de SiC se secaron a 120 °C y se sometieron a un tratamiento térmico final de 1 hora a 500 y 725 °C. Se obtuvieron recubrimientos de sílice con distintas composiciones y características químicas y microestructurales.

2.3. Fabricación de los materiales compuestos

Los materiales compuestos se prepararon mediante fusión de pastillas de 13 mm de diámetro y 3 mm de espesor obtenidas por compactación en frío con una presión de 520 MPa de una mezcla homogénea de los polvos de la aleación de aluminio AA6061 con un 20% en volumen de refuerzo, en unos casos de partículas de SiC no recubiertas y en otros con partículas recubiertas con sílice por sol – gel con tratamiento térmico a 500 °C y 725 °C. Sobre las pastillas resultantes se realizaron ensayos de fusión controlados a vacío (4 · 10⁻⁵ mbar) en diferentes condiciones de procesado (temperatura y tiempo de calentamiento), habiéndose realizado ensayos a 800 °C durante 30 minutos, y 900 °C durante 60 minutos.

2.4. Tratamiento térmico

El tratamiento térmico consistió en aplicar a los materiales compuestos un tratamiento de solubilización a 530 °C durante 2 horas, enfriamiento en agua y posterior envejecimiento artificial a 175 °C durante 8 horas. Este tratamiento térmico se denomina T6.

2.5. Ensayos de nanoindentación

Las propiedades mecánicas de las intercara se han analizado a partir de las curvas carga-profundidad de penetración del indentador, obtenidas con un equipo Nano Indenter XP de MTS que emplea una punta piramidal de diamante tipo Berkovich. Todos los ensayos se realizaron sobre los diferentes materiales compuestos fabricados con partículas de SiC sin recubrir y con los recubrimientos de sílice con tratamiento térmico a 500 °C y 725 °C, evaluando así mismo el efecto del tratamiento de envejecimiento artificial aplicado, T6. Se realizaron fundamentalmente dos tipos de ensayos:

El primertipo consiste en la realización de nanoindentaciones a lo largo de una línea que atraviesa la partícula de SiC con una carga de 0,5 mN y una separación entre huellas de 3 μm, para evaluar cómo varía la dureza y el modulo de elástico

en la matriz próxima a las intercaras. Las curvas carga – profundidad de penetración han sido analizadas según el método propuesto por Oliver y Pharr,(20) que determina la dureza en función de la superficie de contacto entre la muestra y el indentador, y calcula el módulo de elasticidad en función de la pendiente de descarga de la indentación y del área de contacto entre el indentador y la muestra. No se han realizado estudios complementarios para analizar el efecto de los fenómenos de apilamiento o de hundimiento, pero al tratarse de una punta Berkovich el efecto es independiente de la carga y la incertidumbre asociada a los cálculos de dureza y módulo de elasticidad es de un 20 % superior a la medida en ensayos macroscópicos.(21)

El segundo tipo de ensayo consiste en la realización de indentaciones empleando una carga de 150 mN sobre la matriz de aluminio en las proximidades de las partículas de SiC. Las huellas obtenidas y la posible propagación interfacial de grietas formadas después de los diferentes ensayos de nanoindentación se caracterizaron mediante microscopía óptica y electrónica de barrido (SEM).

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Perfiles de nanoindentación

En la figura 1 se muestran las curvas típicas carga-profundidad de penetración obtenidas a partir de los perfiles de nanoindentación realizados a través de las partículas de SiC sin recubrir y recubiertas con sílice sol-gel. De la posición de la huella realizada podemos determinar a qué material corresponde cada curva y del análisis de la curva obtenemos sus propiedades.(20) Así, podemos apreciar para las diferentes intercaras estudiadas, las variaciones existentes en la pendiente de la curva de descarga (módulo elástico) y en la profundidad de penetración (dureza). De esta forma, las partículas de SiC presentan curvas con muy baja penetración y alta pendiente lo que indica que poseen un alto valor de dureza y módulo elástico. Por el contrario, la matriz de aluminio que es más blanda presenta las curvas de mayor penetración y menor pendiente. Las zonas próximas a la intercara matriz/

refuerzo presentan curvas con una penetración y pendiente intermedia entre ambas y, en ocasiones, han sido realizadas sobre precipitados formados en esta zona de la matriz como puede observarse en la figura 1b.

La variación del módulo elástico y dureza obtenidos de estas curvas para los materiales compuestos fabricados a 800 °C durante 30 min con partículas de SiC en las diferentes condiciones ensayadas se muestran en la figura 2, junto con las imágenes de SEM de las líneas de nanoindentación, donde se marcan las posiciones de cada huella. Puede observarse un importante aumento en la dureza y rigidez de las intercaras partícula/matriz que es superior en el caso de los refuerzos recubiertos. A estos efectos, se considera que la intercara es la zona de material que se encuentra a una distancia menor de 3 μm de la superficie de la partícula. La dureza se incrementa desde valores de $2,3 \pm 0,5$ GPa en la intercara del material con partículas sin recubrir (figura 2a y 3a), hasta $5,1 \pm 0,7$ GPa con refuerzos de partículas recubiertas de sol-gel tratado a 500 °C (figura 2b y 3b) y hasta $11,9 \pm 1,0$ GPa cuando los tratamientos se realizan a 725 °C (figura 2c y 3c).

En el caso de las partículas sin recubrir, el endurecimiento en la intercara se debe a la formación de Al_4C_3 y de silicio por la degradación de las partículas del SiC por el aluminio fundido. Se observa como la dureza decrece con la distancia, lo que se justifica por la limitada difusividad de estos productos de reacción. Sin embargo, en los materiales compuestos reforzados con partículas recubiertas de sílice sol-gel, se observa un mayor endurecimiento en la intercara y un ligero endurecimiento de la matriz en las proximidades de las partículas. Este incremento de dureza está asociado a la interacción entre el recubrimiento de sílice y el aluminio fundido, que también produce silicio, además de alúmina y de aluminosilicatos alrededor de las partículas.(11,12,25)

Los valores medidos para el módulo elástico son más dispersos, aunque podemos observar que para las partículas sin recubrir en la intercara, los valores oscilan entre 100 y 150 GPa mientras que para las partículas con el recubrimiento sol-gel tratado a 500 °C los valores son ligeramente mayores (entre 130-160 GPa). Este aumento es más acusado para el recubrimiento tratado a 725 °C donde se llegan a alcanzar valores de hasta 200 GPa.

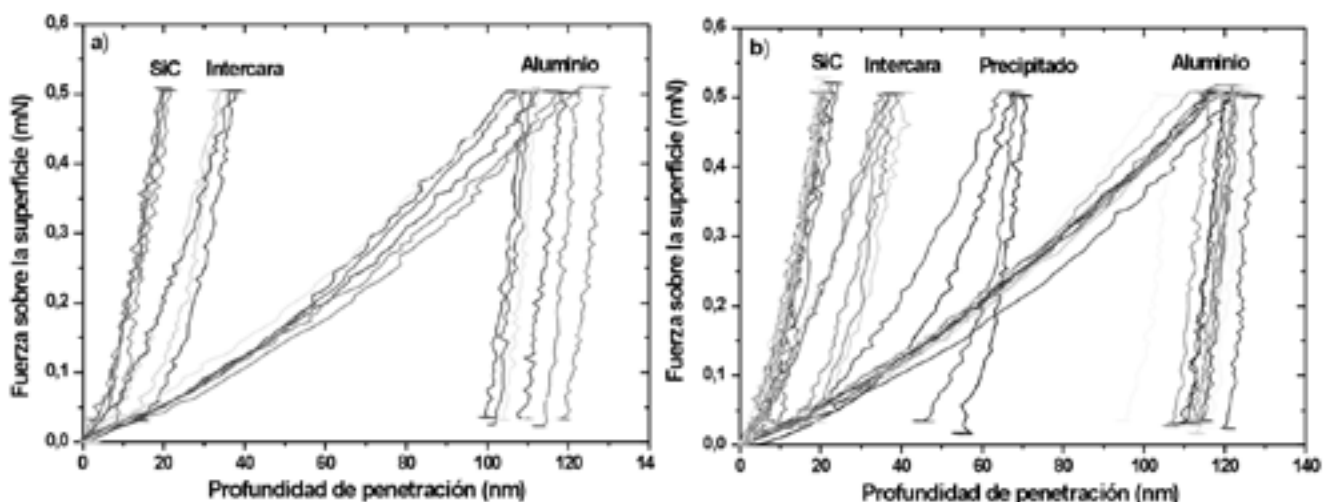


Fig. 1- Curvas carga-profundidad de penetración de los perfiles de nanoindentación en los materiales compuestos a 900 °C y 60 min: con partículas sin recubrir (a) y con partículas recubiertas con sílice sol-gel con tratamiento térmico a 500 °C (b).

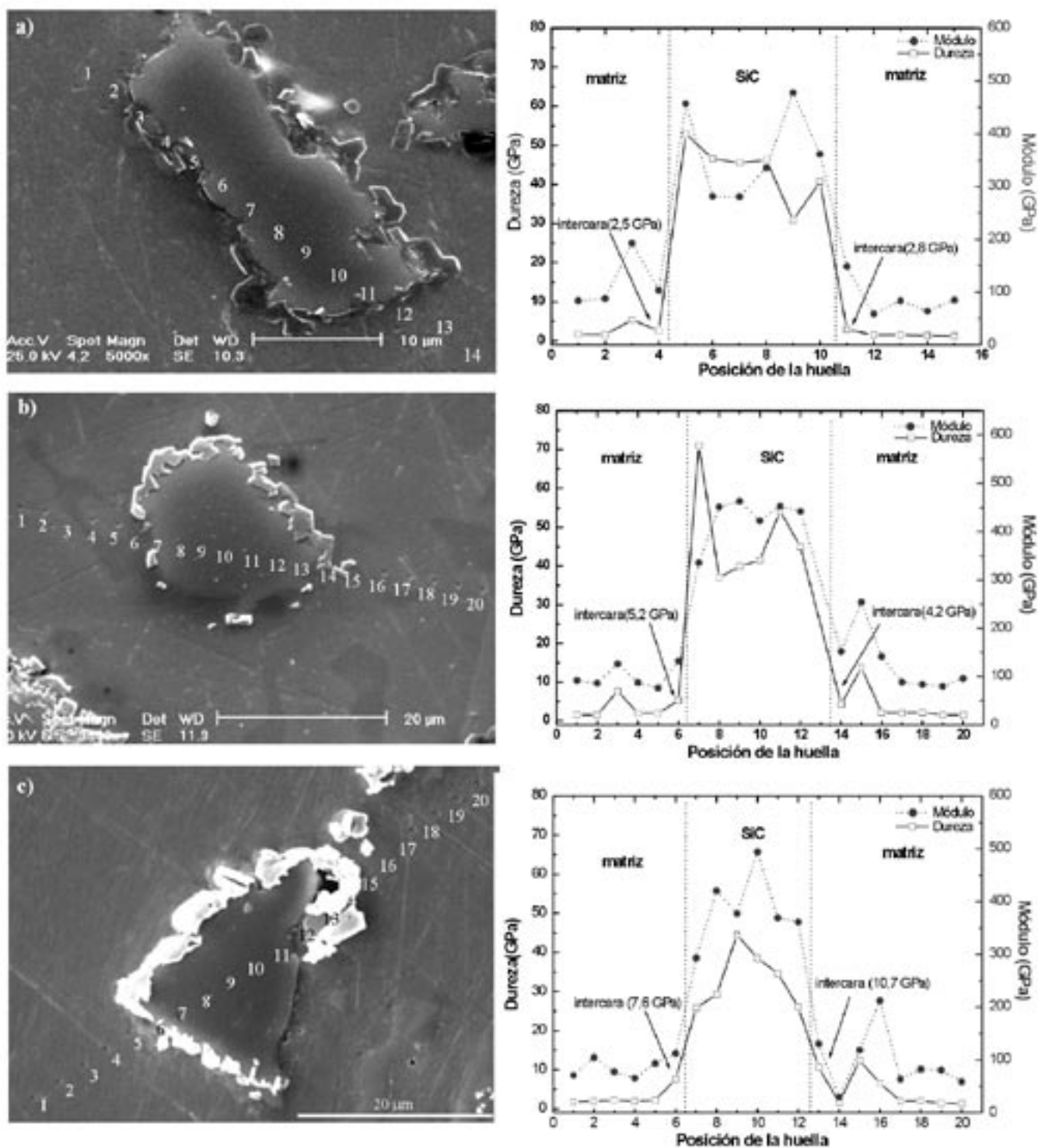


Fig. 2- Variación del módulo elástico y de la dureza a través de las líneas de nanoindentaciones que atraviesan las partículas en los materiales compuestos fabricados a 800 °C y 30 min con SiC sin recubrir (a), y con el recubrimiento de sílice con tratamiento térmico a 500 °C (b) y 725 °C (c).

Para analizar la capacidad de endurecimiento de la aleación de aluminio alrededor de las partículas, condicionada fundamentalmente por las distribuciones de silicio y magnesio, los materiales compuestos se sometieron a un tratamiento térmico de envejecimiento artificial (T6). En la figura 3 se representan los valores de dureza de los perfiles de nanoindentación realizados a través de 5 partículas en

función de la distancia a la intercara partícula/aluminio para diferentes materiales compuestos con partículas sin recubrir y con el recubrimiento sol-gel tratado a 500 °C, fabricados a 800 °C y 30 min en condiciones de colada y con el tratamiento térmico T6.

Para los materiales compuestos con partículas sin recubrir (figura 3a y 3b), en el material fabricado por colada se aprecia

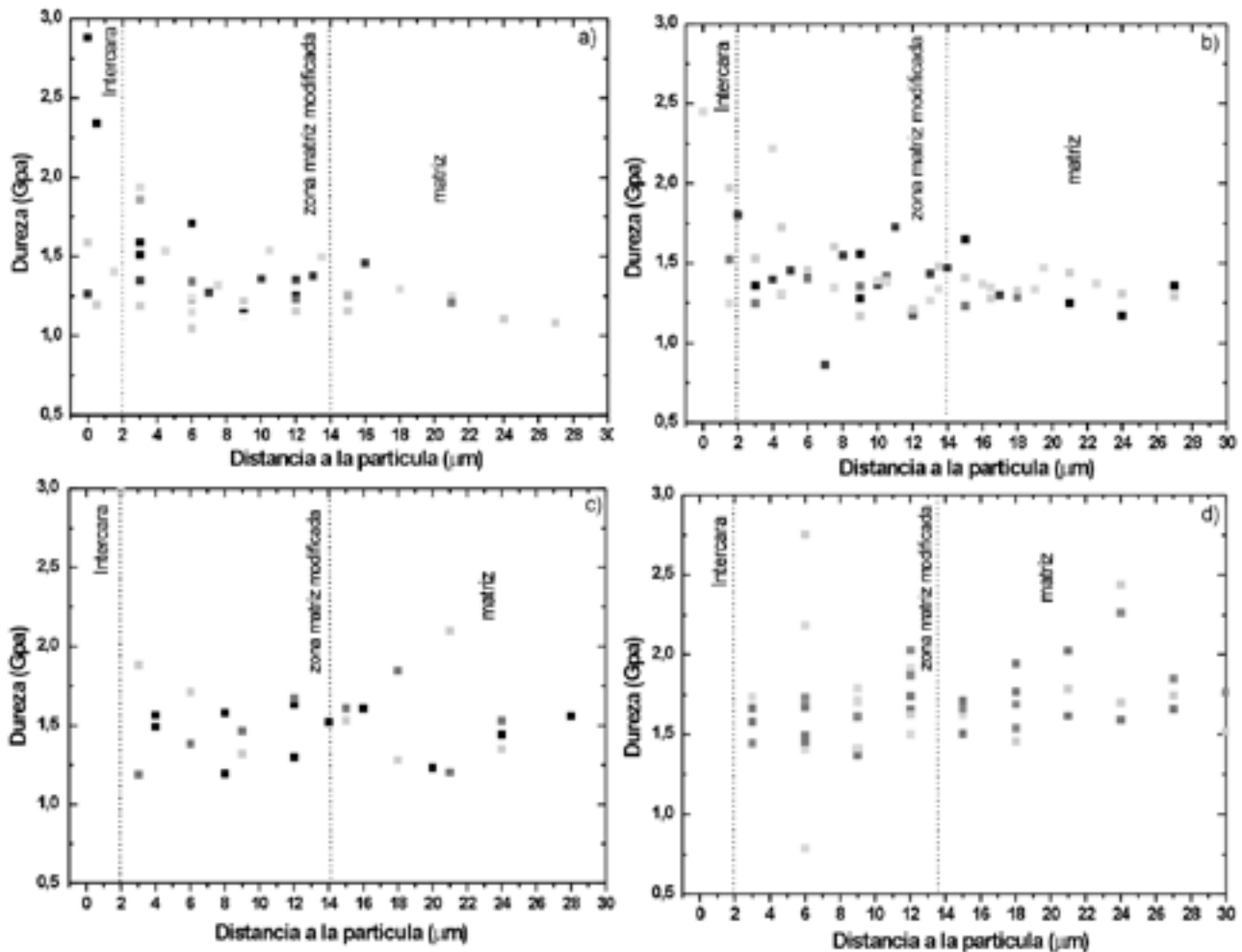


Fig. 3- Dureza frente a la distancia a las partículas de SiC en materiales compuestos fabricados a 800 °C y 30 min en condiciones de colada (a y c) y envejecidos artificialmente (b y d) con refuerzo de partículas de SiC: sin recubrir (a y b) y recubierto con sílice sol-gel tratada a 500 °C (c y d).

un endurecimiento en la intercara y en sus proximidades por la formación de silicio y Al_4C_3 . Al someterlo al tratamiento térmico T6, la formación de $SiMg_2$ favorece un endurecimiento de la intercara y de las zonas de la matriz más próximas.

En el material con las partículas recubiertas de sílice por sol-gel a 500 °C (figura 3c), debido a la alta reactividad de la sílice con el aluminio y el magnesio de la aleación, se forman diferentes productos, como alúmina, aluminosilicatos y compuestos oxidados ricos en Mg. También se forma silicio que se distribuye homogéneamente por la matriz alrededor de las partículas. Debido a esto, la dureza es muy similar en la intercara y en las zonas próximas a las partículas. Al someterlo al tratamiento térmico T6 (figura 3d) se produce un menor endurecimiento en la intercara debido a la disminución del contenido local de Mg. (22,23,24)

Para identificar con mayor precisión los fenómenos de endurecimiento, limitando el efecto de la dispersión de los datos, se ha realizado un ajuste de los datos a curvas de tipo exponencial para la dureza en función de la distancia a las partículas. Para el ajuste tras el primer proceso de fabricación se ha utilizado la siguiente ecuación:

$$H_{colada} = H_0 + A \exp(-x/x_0).$$

Posteriormente, se han fijado los valores de este ajuste como valores de dureza de partida y se ha añadido una segunda función exponencial a ajustar que define los valores de endurecimiento asociados al tratamiento T6, quedando la

función de la siguiente manera:

$$H_{T6} = H_{colada} + \Delta H_{T6} + A_{T6} \exp(-x/x_{T6})$$

Los resultados obtenidos se muestran en la tabla I, apreciándose que tras el primer proceso de fabricación el endurecimiento es mayor en el caso del material fabricado con SiC recubierto, observándose además una disminución más suave de la dureza con la distancia. Tras el tratamiento térmico T6, la dureza en ambos casos aumenta, pero este incremento es un 50% mayor en el caso del recubrimiento de sílice frente al observado con partículas sin recubrir. Merece destacarse que la dependencia con la distancia en este caso es la contraria a la medida antes del tratamiento térmico. Las zonas más próximas a la partícula endurecen menos que las más alejadas, lo que se justifica porque el magnesio se ha consumido en la intercara.

TABLA I. PARÁMETROS DE AJUSTE DE LOS DATOS DE LA FIGURA 3 A UNA EXPONENCIAL (COLADA) Y A DOS EXPONENCIALES (T6), EN ESTE CASO LOS PARÁMETROS DE UNA DE LAS EXPONENCIALES NO SE AJUSTAN.

	Parámetro	Sin recubrimiento	Con recubrimiento
Colada	H_0	1,25	1,50
	A	1,94	0,43
	x_0	1,66	1,26
T ₆	ΔH_{T6}	0,12	0,19
	A_{T6}	-0,35	-0,014
	x_{T6}	2,2	7,14

3.2. Ensayos de indentación en las proximidades de las intercaras matriz-refuerzo.

Para observar los posibles fenómenos de rotura interfacial y fenómenos de propagación de grietas interfaciales se realizaron huellas de nanoindentación de 150 mN en las proximidades de la intercara, aproximadamente a 10 μm de las partículas.

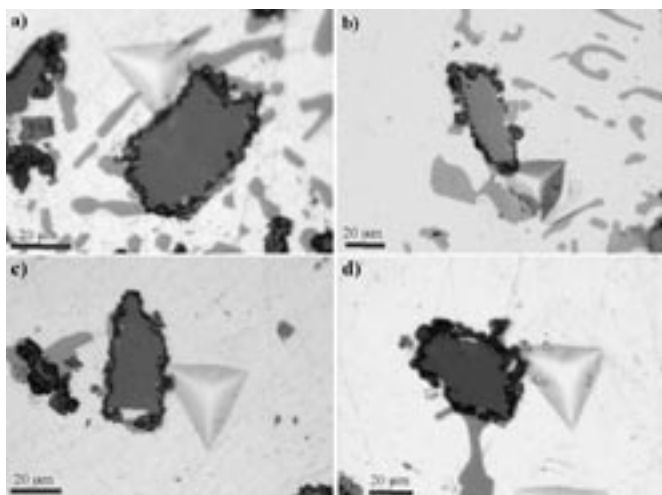


Fig. 4- Micrografías ópticas de huellas de nanoindentación en la intercara del material compuesto fabricado a 900 °C y 60 min en condiciones de colada (a y b) y envejecidas térmicamente (c y d) con SiC: sin recubrir (a), con recubrimiento de sílice sol-gel tratado a 500 °C (b y c) y con el recubrimiento sol-gel tratado a 725 °C (d)

En la figura 4 se muestran micrografías ópticas de huellas realizadas en los diferentes materiales compuestos estudiados. En ninguno de estos materiales se observa una tendencia a la rotura interfacial, lo que significa que incluso en los materiales compuestos con partículas sin recubrir existe una aceptable resistencia interfacial entre las partículas y la matriz, produciéndose antes la rotura de la partícula que la rotura de la intercara.

Las curvas carga-profundidad de penetración obtenidas durante la realización de estos ensayos para los diferentes materiales compuestos estudiados se muestran en la figura 5. Para los materiales a 800 °C y 30 min (figura 5a), el reforzado con partículas con el recubrimiento de sílice sol-gel con tratamiento térmico a 500 °C presenta una resistencia a la penetración que es un 22,4 % superior, en promedio a todo lo largo de la indentación, a la del material sin recubrir. Por otra parte, en las partículas con el recubrimiento tratado a 725 °C sólo hay un ligero aumento del 3,6 % en promedio respecto a las partículas sin recubrir. Esto se debe a la diferencia de reactividad de la capa de sílice sol-gel a 500 °C y la de 725 °C. El recubrimiento de sílice a 500 °C, como se ha demostrado en otros estudios, (9,10) es altamente poroso y reactivo, reacciona con el aluminio fundido y produce un gran aporte de silicio fino que se distribuye homogéneamente en la matriz de aluminio alrededor de las partículas. Mientras que el recubrimiento a 725 °C, al ser menos poroso y reactivo, incorpora una menor cantidad de silicio a la matriz que se localiza en la intercara alrededor de las partículas.

Para los materiales fabricados a 900 °C y 60 min (figura 5b) no se observan casi diferencias entre las curvas, debido a que en el material compuesto con partículas sin recubrir existe también un endurecimiento importante de la matriz de aluminio que rodea el refuerzo por la incorporación de silicio debida a la alta degradación de las partículas de SiC por el aluminio fundido. Para las partículas con el recubrimiento sol-gel tratado a 725 °C, la curva es muy similar a la de 800 °C y 30 min indicando de nuevo la poca reactividad, e incorporación de silicio, entre la capa de sílice a 725 °C y el aluminio fundido. El cambio de pendiente que se aprecia en el material tratado a 500 °C para cargas muy elevadas, al igual que los demás cambios de pendiente a cargas elevadas, se debe a la rotura de la partícula y no a la rotura de la intercara.

Para las muestras con el tratamiento térmico T6, a 800 °C y 30 min (figura 5c), existe un endurecimiento en todos los materiales compuestos, ya que la pendiente de las curvas de carga es mayor. Comparando estas curvas con las de los materiales procesados en las mismas condiciones (tiempo y temperatura) por colada, el endurecimiento alcanzado es mayor en el caso del material compuesto con partículas sin recubrir que en aquellos con partículas recubiertas, en los que apenas se modifica. Mientras que para las muestras a 900 °C y 60 min (figura 5d), el endurecimiento es similar para todos los materiales debido a que en estas condiciones tan drásticas la capa de sílice que protege las partículas se agota. En estas condiciones se produce carburo de aluminio en la intercara y una gran cantidad del magnesio de la matriz se encuentra también en la intercara en forma de compuestos.(22,25)

4. CONCLUSIONES

- 1) Los recubrimientos de sílice obtenidos por sol-gel sobre las partículas de SiC endurecen la intercara partícula/aluminio y la matriz de aluminio en las proximidades de las partículas respecto a las partículas sin recubrir.
- 2) En los materiales compuestos con SiC sin recubrir, la degradación de las partículas por el aluminio fundido produce un pequeño endurecimiento en la intercara debido a la formación de Al_4C_3 y en la matriz debido a la incorporación de silicio. En condiciones de procesamiento severas (900 °C y 60 min) este endurecimiento de la matriz por degradación de las partículas es mayor que para los materiales compuestos con partículas recubiertas.
- 3) En los dos recubrimientos de sílice sol-gel con diferente tratamiento térmico estudiados (500 °C y 725 °C) existe un endurecimiento en la intercara y en la matriz de aluminio próxima a las partículas debido a la interacción entre la capa de sílice que las protege y el aluminio fundido.
- 4) En los materiales con el recubrimiento sol-gel a 500 °C, al ser más reactivo y poroso, existe un mayor endurecimiento en las proximidades de las partículas por la gran incorporación homogénea de silicio homogénea en forma de agregados eutécticos finos que se produce alrededor de las partículas.
- 5) Los materiales compuestos con SiC recubierto de sílice sol-gel a 725 °C experimentan un mayor endurecimiento localizado en la intercara, aunque la incorporación de silicio es menor, este se acumula alrededor de las partículas formando en ocasiones cristales primarios y formando aluminosilicatos y compuestos de magnesio.
- 6) Al someter el material compuesto a un tratamiento térmico de envejecimiento artificial (T6), en los materiales con partículas de SiC sin recubrir existe un endurecimiento

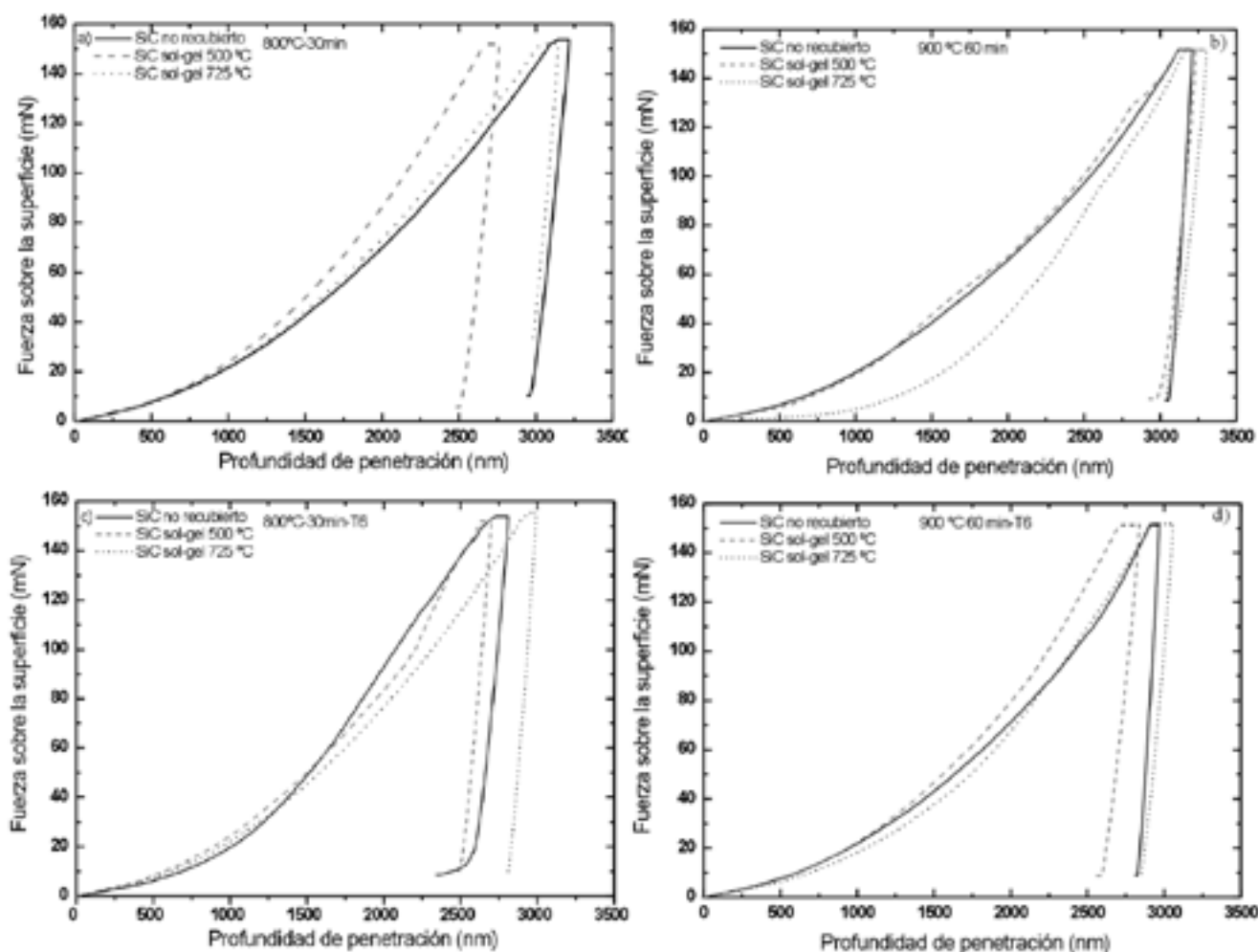


Fig. 5- Curvas carga-profundidad de penetración de las huellas a 150 mN en la intercara de los materiales compuestos con partículas sin recubrir y con el recubrimiento sol-gel tratado a 500 °C y 725 °C, fabricados a 800 °C y 30 min (a y c) y a 900 °C y 60 min (b y d); en condiciones de colada (a y b) y envejecidos artificialmente (c y d).

en la intercara por la presencia de magnesio. Mientras que en los materiales con partículas recubiertas con sílice por sol-gel existe un menor endurecimiento en la intercara debido a que el magnesio se ha consumido al reaccionar con la sílice del recubrimiento.

AGRADECIMIENTOS

Los autores quieren agradecer a la CICYT el apoyo económico prestado a través del proyecto (MAT2003 – 04931 – C02 – 02) y a la universidad Rey Juan Carlos (PRGRAL 2001/13).

BIBLIOGRAFÍA

1. S.V. Nair, J.K. Tein, y R.C.Bates. "SiC-reinforced aluminium metal matrix composites". *Int. Mater. Rev.* 30 (6) 275-290 (1985).
2. D. J. Lloyd. "Particle reinforced aluminium and magnesium composites". *Int. Mater. Rev.* 39 (1) 1-23 (1994).
3. W. A. Logsdon y P. K. Liaw. "Tensile, fracture toughness and fatigue crack growth rate properties of silicon carbide whisker and particulate reinforced aluminium metal matrix composites". *Eng. Fracture Mechanics.* 24 (5) 737-751 (1986).
4. T. Iseki, T. Kameda, y T. Maruyana. "Interfacial reactions between SiC and aluminium during joining". *J. Mater. Sci.* 19 1692-1698 (1984).
5. J.C. Viala, P. Fortier y J. Bouix. "Stable and metastable phase equilibria in the chemical interaction between aluminium and silicon carbide". *J. Mater. Sci.* 25 1842-1850 (1990).

6. J.C. Lee, J.Y. Byun, S.B. Park y H.I. Lee. "Prediction of Si contents to suppress the formation of Al_4C_3 in the SiC_p/Al composite". *Acta Mater.* 46 (5) 1771-1780 (1998).
7. H. Ribes, M. Suéry, G. L'Espérance y J.G. Legoux. "Microscopic examination of the interface region in 6061-Al/SiC composites reinforced with as-received and oxidized SiC particles". *Metall. Trans. A21* 2489-2496(1990).
8. T.P.D Rajan, R.M. Pillai, y B.C. Pai. "Reinforcement coatings and interfaces in aluminium metal matrix composites". *J. Mater. Sci.* 33 (14) 3491-3503 (1998).
9. M. Suéry, G. L'Espérance, B.D. Hong, T.L. Nguyen, y F. Bordeaux. "Development of particulate Treatments and coatings to reduce SiC degradation by liquid aluminium". *J. Mat. Eng. & Perf.* 2 (3) 365-374 (1993).
10. B. Kindl, Y.H. Teng y Y.L. Liu. "Protective coatings for commercial particulates". *Comp.* 25 (7) 671-675 (1994).
11. A. Ureña, M. D. Escalera, P. Rodrigo, J. L. Baldonado y L.Gil. "Active coatings for SiC particles to reduce the degradation by liquid aluminium during processing of aluminium matrix composites: study of interfacial reactions". *J. Microscopy.* 201 (2)122-136 (2001).
12. A. Ureña, M. D. Escalera, y L. Gil, "Oxidation barriers on SiC particles for use in aluminium matrix composites manufactured by casting route: Mechanisms of interfacial protection". *J.Mater.Sci.*37 4633-4643 (2002).
13. J. Rams, M. Campo y A. Ureña. "Sol-gel coatings as active barriers to protect ceramic reinforcements in aluminium matrix composites". *Adv. Eng. Mat.* 6. (1-2) 57 – 61 (2004).
14. J. Rams, M. Campo y A. Ureña, "Sol Gel coatings to improve processing of aluminium matrix SiC reinforced composite materials". *J. Mat. Res.*19 (7) 2109 – 2116 (2004).
15. A. Ureña, J. Rams, M. D. Escalera y M. Campo "Estudio de la protección del refuerzo de partículas de SiC mediante barreras activas por sol-gel en materiales compuestos de matriz de aluminio" *Bol. Soc. Esp. Ceram.* V. 43 (2) 135-138 (2004).

16. J.K. Kim y Y.W. Mai "Interfaces in composites", pp. 229-289 en *Materials science and technology: structure and properties of composites*. T.W. Chou, Weinheim (Alemania) 1993.
17. A. Ureña, P. Rodrigo, L. Gil, M.D. Escalera. "Estudio del comportamiento mecánico de un material compuesto reforzado con whiskers (AA2009/SiC/15w)". *MATCOMP'99* (1999), 117-125.
18. K.M. Mussert, W. P. Vellinga, A. Bakker, S. Van Der Zwaag. "A nano-indentation study on the mechanical behaviour of the matrix material in an AA6061 - Al₂O₃ MMC". *J. Mater. Sci.* 37 (4) 789-794 (2002).
19. C. Liu, S. Qin, G. Zhang, M. Naka. "Micromechanical properties of high fracture performance SiCp-6061Al/6061Al composite". *Mater. Sci. and Eng. A.* 332 (1-2) 203-209 (2002).
20. W. C. Oliver, G. M. Pharr. "An improved technique for determining hardness and elastic-modulus using load and displacement sensing indentation experiments". *J. Mater. Res.* 7 1564 - 1583 (1992).
21. M. A. Garrido-Maneiro, A. J. López-Galistero, J. Rodríguez. "Mechanical properties determined by nanoindentation tests". *Rev. Metal. Madrid.* 40, 380 - 383 (2004).
22. Z. Shi, J.M. Yang, J.C. Lee Di Zhang, H. I. Lee y R.Wu. "The interfacial characterization of oxidized SiC_(sp)/2014 Al composites". *Mat. Sci. and Eng. A* 303 46-53 (2001).
23. J.C. Lee, J. P. Ahn, J. H. Shim, Z. Shi y H.I. Lee. "Control of the interface in SiC/Al composites". *Scripta Metall.* 41 (8) 895-900 (1999).
24. H. Ribes y M. Suéry, "Effect of particle oxidation on age hardening of Al-Si-Mg/SiC composites". *Scripta Metall.* 23 705-709 (1989).
25. A. Ureña, J.M. Gómez de Salazar, L. Gil, P. Rodrigo, E.E. Martínez, J. L. Baldonado E. Criado. "Estudio de la reactividad entre aleaciones de aluminio y partículas de SiC". *Bol. Soc. Esp. Ceram.* V. 39 (2) 243-250 (2000).

Recibido: 09.01.05

Aceptado: 28.04.05

