

## Caracterización de la aleación 2014 reforzada con intermetálicos

L.E.G.CAMBRONERO, J.D. HERRANZ, J.M.RUIZ-ROMAN, J.M. RUIZ-PRieto  
Departamento de Ingeniería de Materiales. E.T.S.I. Minas, 28003 Madrid

El objeto del presente trabajo es la obtención de los materiales compuestos AA2014 +10 vol-% NbAl<sub>3</sub> o FeAl<sub>2</sub>. Para ello se realizó la mezcla inicial de los polvos metálicos que constituyen la aleación AA2014 y de los polvos de estos intermetálicos seguido de su aleación. Las mezclas obtenidas se compactaron en frío y los compactos en verde se extruyeron en caliente. Como resultado de la adición de los intermetálicos se mejoran las propiedades mecánicas de la aleación AA2014, alcanzándose resistencias a tracción de 516 MPa para el AA2014+NbAl<sub>3</sub> y de 465MPa para el AA2014+FeAl<sub>2</sub> con un alargamiento próximo al 2.0% en ambos materiales compuestos de matriz metálica.

*Palabras clave:* Aleación mecánica, Extrusión de polvos, MMC, AA2014, intermetálicos

### Characterization of 2014 alloy reinforced with intermetallics

On the present work the objective is to manufacture a AA2014+10 vol-% Intermetallic (NbAl<sub>3</sub> or FeAl<sub>2</sub>) metal matrix composites. Since Powder Metallurgy route was chosen, the powder mixtures of metallic powders which forms AA2014 alloy and intermetallic powders were obtained by mechanical alloying. Powder mixtures were cold die pressing and green samples were hot extruded. As result of this intermetallic addition, mechanical properties of AA2014 alloy are improved and a tensile strength of 516 MPa on AA2014+NbAl<sub>3</sub> and 465MPa on AA2014+FeAl<sub>2</sub> within an elongation close to 2% on both metal matrix composite materials are reached.

*Keywords:* Mechanical alloying, Powder extrusion, MMC's, AA2014, Intermetallics

## 1. INTRODUCCIÓN

Los materiales compuestos de matriz metálica reforzados con partículas (MMC's) son un grupo de materiales cuyas propiedades se diseñan a la medida requerida para cada aplicación. Entre las matrices que mayor atención están teniendo se encuentran las correspondientes a las aleaciones de aluminio (1-10), a la cual se incorporan partículas de cerámicas oxidicas, carburos (2,3,4), boruros (4,5), nitruros (4), o intermetálicos (6-10), todos ellos de elevada resistencia, dureza, modulo elástico y estabilidad térmica.

Para alcanzar una adecuada combinación de propiedades entre matriz y refuerzo, estudios anteriores con diversas matrices de aluminio (1-4) y aluminio con diversos intermetálicos de los sistemas Al-Nb y Al-Fe (7,10) aconsejaron seleccionar intermetálicos NbAl<sub>3</sub> y FeAl<sub>2</sub>, así como modificar su contenido y el tamaño del refuerzo, junto con el empleo de una aleación de aluminio como matriz como es la aleación AA2014, que se seleccionó tanto por su amplio uso (1-3, 6,9), como por disponerse de experiencia en su obtención mediante aleación mecánica (1-3,7,10). Además, esta técnica permite una disminución del tamaño del refuerzo, reduce el riesgo de segregación y de la formación de aglomerados que seriamente afectan entre otros factores a las propiedades del material compuesto. La caracterización de los materiales extruidos se realizó a través de la determinación de su microestructura, densidad, dureza, resistencia a tracción y alargamiento, estas ultimas sobre probetas mecanizadas.

## 2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

### 2.1 Materias primas.

Para alcanzar la composición nominal de la aleación 2014 (Al-4.4Cu-0.5Mg-0.7Si) se emplearon polvos de Aluminio (tamaño de partícula D< 50µm, 99,5 % Al), Cobre (D< 150µm, 99,5% Cu), Magnesio (D< 50µm, 97% Mg), Silicio (D< 53µm, 99,8% Si) y como refuerzo (7,10)

polvos de FeAl<sub>2</sub> (D< 100µm, 49,1% Al) y NbAl<sub>3</sub> (D< 100µm, 47% Al).

### 2.2 Fabricación de la mezcla de polvos mediante molienda de alta energía.

La fabricación del polvo de material compuesto se realiza en una sola etapa al presentar mejores propiedades finales (2) que partir de la aleación 2014 prealeada e incorporar el intermetálico mediante aleación mecánica. Se adiciono un 10% en volumen del intermetálico (NbAl<sub>3</sub> o FeAl<sub>2</sub>), a la mezcla de polvos elementales (Al, Mg, Cu, Si) de la aleación AA2014. A diferencia de trabajos anteriores (2,4) con carburos como refuerzo, se premezclaron mediante una molienda en molino planetario a una velocidad de 120 r.p.m. durante 10 minutos, con una adición de 1,5% de cera y con un ratio bolas / carga (en peso) de 6/1, con el fin de asegurar una mayor homogeneidad inicial de la mezcla que se adiciona al molino de alta energía.

La molienda de alta energía se lleva a cabo empleando una velocidad de 700rpm durante 2 horas, un ratio bolas/carga de 20/1 y atmósfera de Argón a una velocidad de flujo de 0.11/s. Mayores tiempos de molienda o velocidades (2,3) reducen el tamaño de partícula final, pero ello puede conducir a una elevada acritud en los polvos obtenidos, obligando a un recocido en atmósfera protectora (3), para consolidar los mismos. Entre las propiedades características de los polvos que pueden modificarse durante su molienda se encuentran su composición química, su morfología y su distribución granulométrica. Si bien en los métodos empleados de obtención de los polvos aleados mecánicamente se produce una contaminación por el desgaste del forro del molino y los cuerpos molidores (7,10), es la morfología de los polvos mediante microscopia electrónica de barrido la propiedad estudiada para evaluar la adecuación de las condiciones de molienda empleadas y su optimización.

### 2.3 Extrusión y caracterización.

Entre los posibles métodos de conformación y consolidación de los polvos obtenidos, se aplicó la extrusión directa en caliente de los compactos en verde (obtenidos en matriz a 200MPa), previa lubricación de los mismos con grafito. La extrusión en caliente se realizó a 500°C con una relación de extrusión de 5:2, obteniéndose 3 barras para cada material compuesto: AA2014+ NbAl<sub>3</sub> y AA2014+ FeAl<sub>2</sub>. Mediante mecanización de cada barra se obtuvieron las probetas de tracción de acuerdo con la Norma ISO 2740 y un acabado superficial mediante lijado con SiC de #1000 para reducir las rayas del mecanizado. El ensayo de tracción se realizó a una velocidad de 0.0008 s<sup>-1</sup>. Así mismo se obtuvieron de cada barra cuatro probetas de unos 10mm de largo para el estudio microestructural, la determinación de la densidad y la dureza HRE en diferentes secciones a lo largo de la barra extruida. El estudio microestructural mediante microscopía óptica y electrónica de barrido se complementó con la determinación de la microdureza empleando una carga de 25g durante 12s.

## 3 RESULTADOS

### 3.1 Caracterización de los polvos obtenidos por aleación mecánica.

La morfología laminar o en hojas de los polvos molidos característica de bajos grados de molienda (7,10) solo se presenta en una pequeña proporción de los polvos obtenidos. Así las condiciones de molienda (700rpm/2h) ha conducido a una etapa de formación de partículas equiaxiales (Figura 1) en ambos polvos de material compuesto (AA2014+ FeAl<sub>2</sub> y AA2014+NbAl<sub>3</sub>), donde predomina el mecanismo de soldadura sobre el de mecanismo de fractura. En estas partículas

de polvos aglomerados, los análisis por EDX mostraron la presencia de aluminio junto con los aleantes e intermetálicos incorporados en la molienda. No obstante la homogeneidad en el tamaño de estas partículas no se mantiene en el conjunto del polvo obtenido, y por ello se dispone de un intervalo amplio de tamaños en los polvos. Junto con esta disminución del tamaño de las partículas, el proceso provoca un endurecimiento por deformación del aluminio, que afecta a su conformabilidad en matriz.

Si bien la compresibilidad de los polvos obtenidos por aleación mecánica es similar entre ambos materiales: AA2014+NbAl<sub>3</sub> (2,18-2,20 g/cm<sup>3</sup>) y AA2014+FeAl<sub>2</sub> (2.18-2.24 g/cm<sup>3</sup>), estas compresibilidades son claramente inferiores a la que presentan los polvos de aluminio sin alear (2.56g/cm<sup>3</sup>) debido a la acritud que han adquirido durante la molienda o con un menor contenido de estos intermetálicos.

Los compactos mostraron una buena extrusionabilidad al obtenerse probetas extruidas sin defectos superficiales ni grietas, aunque con mayores presiones de extrusión que el en caso de matrices de aluminio. Tras extrusión las densidades de los materiales compuestos AA2014+NbAl<sub>3</sub> (2,78 g/cm<sup>3</sup>) y AA2014+FeAl<sub>2</sub> (2.86 g/cm<sup>3</sup>), son muy próximas a las alcanzadas por estos intermetálicos con contenidos del 5% en matrices de aluminio (7,10).

### 3.2 Microestructura y Microdureza de los materiales extruidos.

La buena distribución de los intermetálicos y aleantes en la matriz de aluminio conduce a una adecuada homogeneidad microestructural (Figura 2), sin porosidad apreciable, en los materiales extruidos. Como consecuencia de la diferente densidad, plasticidad y morfología de los polvos de los intermetálicos, estos podrían segregarse a lo largo de la barra extruida durante la compactación o la extrusión. Sin embargo las secciones analizadas a lo largo de la barra han mostrado una uniformi-

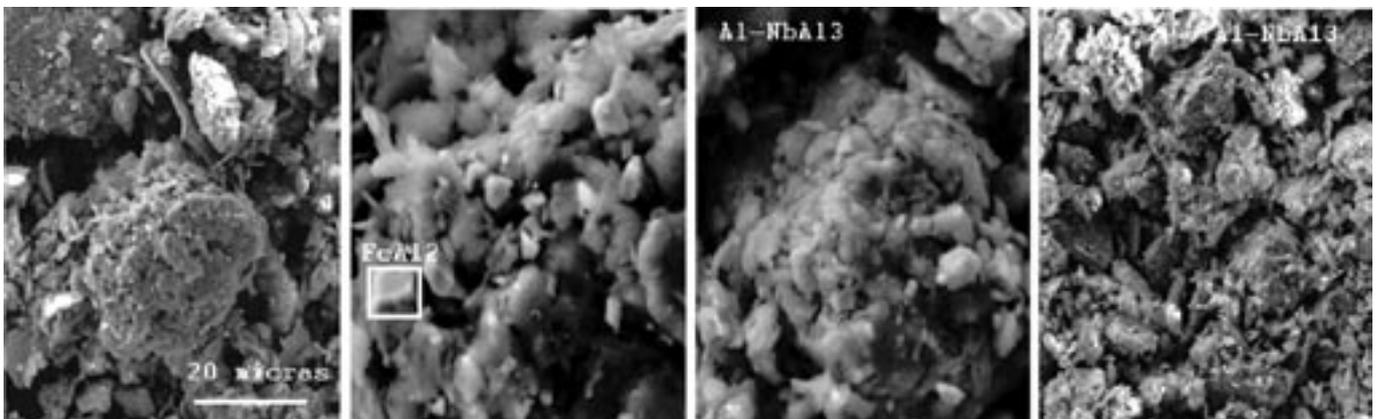


Figura 1 Morfología de los polvos del material compuesto AA2014 + FeAl<sub>2</sub> (izquierda) del material compuesto AA2014 + NbAl<sub>3</sub> (derecha).

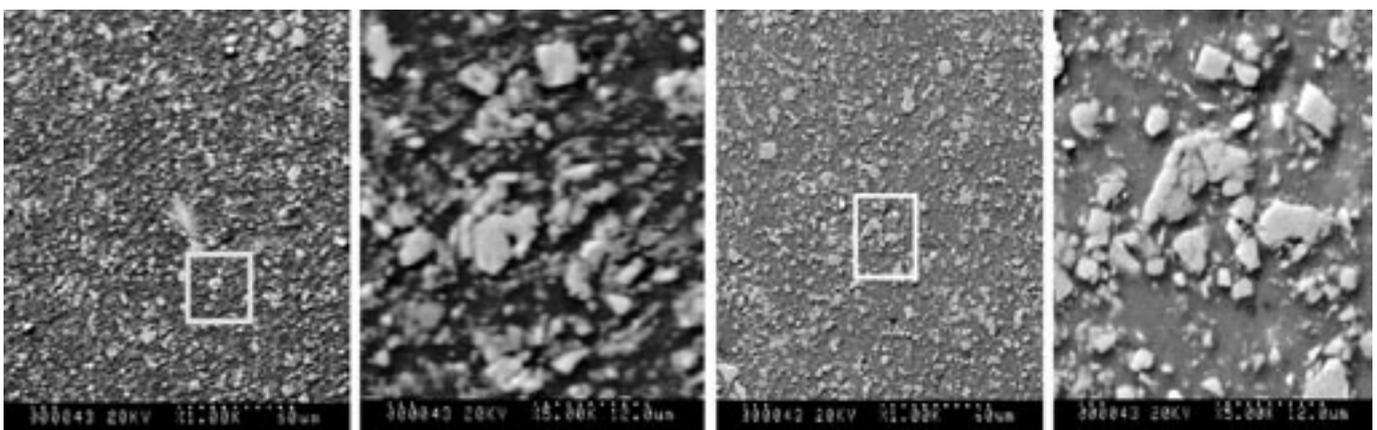


Figura 2 Microestructura mediante MEB del material AA2014+10% NbAl<sub>3</sub>(Izquierda) y del material AA2014 +10% FeAl<sub>2</sub> (derecha)

dad microestructural que se concreta en una variación del 8-12% del intermetálico en la matriz de aluminio, analizado mediante análisis de imagen de las microestructura de dichas secciones.

Como cabe esperar el tamaño de los intermetálicos es inferior al alcanzado con menores energías de molienda (7,10), pero con una distribución similar de tamaño de partícula, por lo que ambos intermetálicos tienen similar facilidad para ser triturados, a diferencia de otros tipos de refuerzos (3) sometidos a condiciones similares de molienda. Así mismo se observan la presencia de finos precipitados en la matriz de aluminio, característicos de la aleación AA2014 (1,2). Respecto a la microdureza en ambos materiales, AA2014+FeAl<sub>2</sub> y AA2014+NbAl<sub>3</sub>, se supera la del aluminio extruido (53-55HV0,25N), alcanzándose unas microdurezas de 95-102 HV0.25 en ambos materiales y sin una gran variación a lo largo de las diferentes secciones obtenidas en cada barra extruida. En relación con el grado de compatibilidad de la matriz con los intermetálicos empleados, no se observa ni zonas de reacción en torno a las partículas de refuerzo, ni la difusión de Nb o Fe en la matriz. No obstante su unión con la matriz ha permitido que las operaciones de pulido no arranquen las partículas de los intermetálicos adicionados.

### 3.3 Propiedades mecánicas de AA2014 + Intermetálicos (FeAl<sub>2</sub> o NbAl<sub>3</sub>).

La incorporación de los intermetálicos aumenta la dureza final de ambos materiales compuestos (73-78HRE), que es muy próxima a la alcanzada en materiales compuestos AA2014 reforzados con un 5% de diversos carburos (3) y superior a los 32-34HRE obtenida con matrices de aluminio y 5% de intermetálicos (7,10). Como resultado de la adición de los intermetálicos se mejora la resistencia a tracción de la aleación AA2014, alcanzándose resistencias a tracción (RT) de 516 MPa para el AA2014+NbAl<sub>3</sub> y de 465MPa para el AA2014+FeAl<sub>2</sub>, y módulos elásticos (E) de 92,3GPa y 82,8GPa, con un alargamiento de 1.71% y 2.28% respectivamente. El empleo de esta matriz de aluminio aleada permite mejorar los valores de resistencia a tracción obtenidos con matrices de aluminio (7,10) si bien son muy próximos a los alcanzados (3) con 5% de carburos en matriz de AA2014 sin tratamiento térmico (RT=550MPa, E=70-110GPa y 0.9-2% alargamiento).

La fractura observada en estos MMC's es de carácter dúctil de la matriz AA2014 (3,7,10) con una importante presencia de intermetálicos en la superficie de fractura (Figura 3), sin que se pueda determinar si la misma ha progresado entre la interfase matriz-refuerzo, arrancando la partícula, o a través de esta.

### 4 CONCLUSIONES

La obtención de materiales compuestos de matriz metálica con la aleación AA2014 y el empleo de intermetálicos NbAl<sub>3</sub> o FeAl<sub>2</sub> es posible empleando la técnica de la aleación mecánica de polvos y la extrusión en caliente. Si bien se alcanza un refuerzo de la matriz AA2014 con ambos intermetálicos, es la adición del intermetálico NbAl<sub>3</sub> la que mejora en mayor medida las propiedades a tracción del material extruido. Estas deben de mejorarse aun más tras el tratamiento de maduración característico de la aleación AA2014.

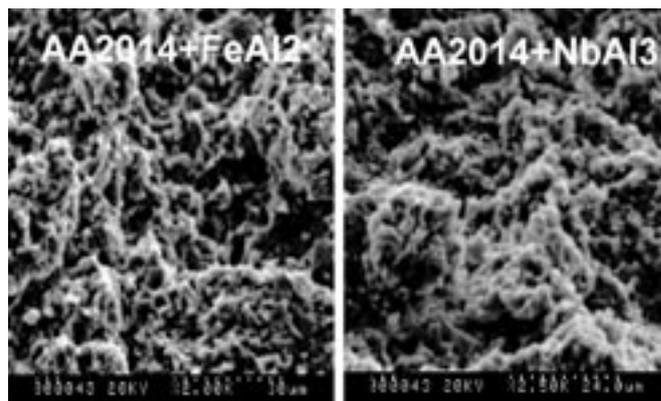


Figura 3. Superficie de fractura de los MMC's extruidos y ensayados a tracción

### 5 AGRADECIMIENTOS

Deseamos agradecer a la CICYT por su financiación a través del proyecto MAT 99-0579-C03-02

### 6 REFERENCIAS

1. C.E. Da Costa, J.M. Torralba, J.M. Ruiz-Prieto, J.M. Badia, V. Amigo, W.C. Zapata. PM 2014 aluminium alloy obtained by mechanical alloying. Adv. in PM and Particulate Mat. Princeton, NJ MPIF, vol 1, 223-230, (1996)
2. Elisa-Maria Ruiz Navas, C. Edil da Costa, J.M. Ruiz-Roman, L.E.G. Cambroner, J.M. Ruiz-Prieto. Influence of blending and particle distribution on Base Aluminium MMC's. PM'98: word congress on Powder Metallurgy, EPMA Shrewsbury, vol5, 146-151, (1998).
3. Elisa-M. Ruiz, Tesis Doctoral, Universidad Politecnica de Madrid, (1999).
4. LEG Cambroner, J.M. Ranninger, E Sánchez, JM Ruiz Roman, JM Ruiz-Prieto. Mechanical characterization of AA6061 reinforced with ceramic particles through Mechanical Alloying. EURO PM, Munich, October 18-20, 259-264, (2000)
5. M.D. Salvador, V. Amigo, N. Martinez, C. Ferrer. Development of Al-Si-Mg alloys reinforced with Titanium Diboride particles. AMPT'01 Leganes. Spain, Sep. 18-21, Vol3, 1491-1498, (2001)
6. C.E. Da Costa, JM Badia, JM Antoraz-Perez, WC Zapata, F. Velasco, and J.M. Torralba. Study of the interaction Matrix Reinforcement through DSC in a AA2014-Ni3Al particulate composite. PM'98: word congress on Powder Metallurgy, EPMA Shrewsbury, vol1, 645-648, (1998).
7. LEG Cambroner, J.D. Herranz, JM Ruiz-Roman, J.M. Ruiz-Prieto. Properties and microstructure of aluminium reinforced with Fe-Al intermetallics. AMPT'01 Leganes. Spain, Sep. 18-21, 1521-1526 (2001).
8. M.D. Salvador, V. Amigo, N. Martinez, D.J. Busquets. Microstructure and Mechanical Behaviour of Al-Si-Mg Alloys reinforced with Ti-Al Intermetallics. AMPT'01 Leganes. Spain, Sep. 18-21 vol 3, 1499-1508 (2001)
9. F. Velasco, C.E. da Costa, and J.M. Torralba. Mechanical properties and wear behaviour of PM aluminium composite reinforced with (Fe3Al) particles. Pow. Met., vol 45, 247-250, (2002)
10. LEG Cambroner, J.D. Herranz, E. Sánchez, JM Ruiz-Roman, J.M. Ruiz-Prieto. Influence of Nb3Al and NbAl intermetallics additions on properties of hot extruded aluminium powder. EPMA congress, Niza, Francia, 22-24 October vol 4, 51-55, (2002)

Recibido: 1.2.03

Aceptado: 30.11.03