### BOLETIN DE LA SOCIEDAD ESPAÑOLA DE Cerámica y Vidrio A R T I C U L O

# Reactividad entre whiskers de α-SiC y aluminio durante el procesado por vía líquida de materiales compuestos de matriz metálica

A.UREÑA<sup>1</sup>, J.M. GÓMEZ DE SALAZAR<sup>1</sup>, P. RODRIGO<sup>1</sup>, L. GIL<sup>1</sup>, E.E. MARTINEZ<sup>2</sup>, J.L. BALDONEDO<sup>3</sup>

1 Dpto. Ciencia de los Materiales. Facultad CC. Químicas. Universidad Complutense de Madrid

2 Instituto Nacional en Materiales. Universidad Autónoma de México.

3 Centro de Microscopía Electrónica Luis Bru. Universidad Complutense de Madrid

Se realiza un estudio de la reactividad entre whiskers de  $\alpha$ -SiC y una aleación de aluminio en estado líquido (Al-Cu-Mg), que forman parte de un material compuesto de matriz metálica. Empleando fundamentalmente técnicas de microscopía electrónica de barrido (MEB) y de transmisión (MET), junto con difracción de electrones (DE), se ha caracterizado la naturaleza y morfología de los productos de reacción que se generan en la intercara  $\alpha$ -SiC/aluminio, cuando éste funde en diferentes condiciones que simulan procesos de fabricación y soldadura del material compuesto. Se ha observado tanto la formación de agregados de Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub> con morfología tabular producidos por mecanismos de disolución-reacción de los whiskers, como de cristales aciculares del mismo tipo de carburo formados por disolución total de  $\alpha$ -SiC y precipitación en el aluminio fundido. Se ha determinado también que, en condiciones suficientemente energéticas, pueden llegar a formarse carburos ternarios de aluminio y silicio ( $\beta$ -Al<sub>4</sub>SiC<sub>4</sub>) que presentan mayor estabilidad química que el carburo de aluminio formado en condiciones menos energéticas.

Palabras clave: whisker, SiC, aluminio, materiales compuestos, reactividad, soldadura, MET.

#### Reactivity on a-Sic whiskers and aluminium in liquid processing of metalic matrix composite materials

The reactivity between  $\alpha$ -SiC whiskers and an aluminium alloy (Al-Cu-Mg), both present in a metal matrix composite, has been studied when such matrix is in molten state. Using mainly transmission electron microscopy (TEM) and electron microdiffraction (ED), the nature and morphology of the reaction products generated at the  $\alpha$ -SiC/aluminium interface, when this last melts under different condition which simulate casting and welding procedures for metal matrix composites, have been characterised. Both the formation of Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub> aggregates with platelet morphology generated by dissolution-reaction mechanisms, and aciculate crystals of the same carbide form by complete dissolution of the  $\alpha$ -SiC whiskers and later Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub> precipitation into the molten aluminium. Ternary Al-Si carbides with high chemical stability have been also identified by TEM-ED ( $\beta$ -Al<sub>4</sub>SiC<sub>4</sub>), being its formation related with higher energetic conditions than for the Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub>.

Key words: SiC whisker, aluminium, composites, reactivity, welding, TEM.

#### 1. INTRODUCCIÓN

Los materiales compuestos de matriz de aluminio reforzados con cerámicas presentan una importante mejora de ciertas propiedades mecánicas como son la resistencia al desgaste, la dureza, la resistencia mecánica a temperatura ambiente o la rigidez, cuando se comparan con las correspondientes aleaciones no reforzadas (1). Entre este tipo de materiales existe un especial interés en aquellos reforzados con whiskers (fibras cortas monocristalinas), ya que se trata de un refuerzo libre de defectos y de alta resistencia, que posee un diámetro mucho menor que el de las fibras (aproximadamente un micrómetro de diámetro comparado con los varios cientos en el caso de una fibra) y es de naturaleza discontinua; es decir posee una relación longitud/radio finita. Los whiskers más empleados como refuerzo de aleaciones de aluminio son los de carburo de silicio (SiC<sub>w</sub>) porque presentan una serie de ventajas sobre otros posibles candidatos (boro, grafito, alumina), entre las que se pueden destacar la excelente conductividad térmica y la elevada resistencia a la corrosión del SiC, el bajo coste de fabricación de este tipo de whiskers (pirólisis de la cascarilla de arroz, cascara de coco), junto con fácil mecanizado y conformado que caracteriza a los materiales compuestos de Al-Si $C_w$  (2).

El principal problema que presentan los materiales compuestos Al-SiC, en particular los reforzados con whiskers, es el de su procesado con técnicas que originen la fusión de la matriz (moldeo y soldadura). Según numerosos estudios tanto teóricos como experimentales, el SiC tiene una elevada tendencia a reaccionar en presencia de Al fundido generando productos de la reacción interfacial (3-5). En líneas generales, las reacciones interfaciales en los materiales compuestos de matriz metálica no sólo afectan a la resistencia de la intercara, sino que también pueden influir sobre aspectos relacionados con el comportamiento mecánico de la propia matriz (por ejemplo: modificar sus mecanismos de endurecimiento por envejecimiento) (6). En el caso concreto del sistema Al-SiC, la reacción interfacial suele producirse a través de un mecanismo de disolución del SiC en el aluminio fundido y un posterior proceso de precipitación de un carburo de aluminio (Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub>). Sin embargo, existen otros posibles mecanismos de formación del Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub> o incluso de otros carburos ternarios  $(Al_4SiC_{4'} Al_7SiC_8)$  que exigen condiciones más energéticas y cuyos fundamentos aunque estudiados desde el punto de vista termodinámico (7-8), no están del todo establecidos,

especialmente cuando se producen en condiciones de procesado de un material compuesto.

Asimismo, la presencia en la matriz de aluminio de ciertos elementos aleantes puede modificar las reacciones interfaciales entre SiC y Al, favoreciendo (Fe) o inhibiendo (Si) la formación de  $Al_4C_{3'}$  o generando nuevos productos de reacción con el refuerzo o con sus posibles capas de oxidación (Mg, Li, Cu). La formación de dichos productos no tiene por qué ser necesariamente perjudicial y, en muchas ocasiones, la segregación de elementos de aleación en las intercaras metal-cerámico reduce su energía interfacial, favoreciendo los fenómenos de mojado necesarios durante las operaciones de fabricación del material (6). No obstante, es necesario controlar dichos fenómenos de segregación, ya que pueden favorecer la formación de fases frágiles (intermetálicos) en la intercaras y reducir el contenido de aleante en la matriz próxima al refuerzo.

En el presente trabajo se estudian las reacciones interfaciales que tienen lugar entre una aleación de aluminio de la serie 2xxx (Al-Cu-Mg) y whiskers de SiC, cuando el componente metálico funde bajo diferentes condiciones energéticas que simulan procesos de moldeo y de soldadura convencionales para un material compuesto de matriz de aluminio. Aunque otros autores han caracterizado los fenómenos de reactividad entre refuerzos de SiC y aleaciones de aluminio (3-5,11), la mayoría de estos trabajos están realizados sobre refuerzos en forma de partícula y condiciones convencionales de colada; no habiéndose encontrado ninguna referencia a reactividad en whiskers y, en especial, durante procesos de soldadura por arco. Para realizar este estudio se han empleado, principalmente, técnicas de microscopía electrónica de transmisión (MET) junto con difracción de electrones (DE), que junto con otras técnicas analíticas, como microanálisis por espectroscopía dispersiva de rayos X (EDX), microsonda electrónica o difracción de rayos-X (DRX), han permitido identificar los productos de las reacciones interfaciales. Asimismo, se ha estudiado la alteración de estos productos en condiciones medioambientales, por acción de la humedad.

#### 2. PARTE EXPERIMENTAL.

El material utilizado en el presente trabajo es una aleación de aluminio 2009, cuya composición nominal se recoge en la Tabla I, que ha sido reforzada con un 15 % en volumen de whiskers de carburo de silicio ( $\alpha$ -SiC<sub>w</sub>). Este material ha sido fabricado por *Advanced Composites Materials Corporation* (ACMC) en forma de chapones extruidos de 20 mm de espesor, con un tratamiento de envejecimiento artificial T8. El material, en estas condiciones, se caracteriza por su alta resistencia y rigidez combinadas con una moderada tolerancia al daño, respecto a las aleaciones de aluminio convencionales. La Tabla II muestra las propiedades mecánicas características de este material, de denominación 2009/SiC/15w, comparada con las de otras aleaciones de aluminio de alta resistencia pero no reforzadas.

TABLA I:

COMPOSICIÓN NOMINAL DE LA ALEACIÓN MATRIZ AA2009 (% EN PESO)





Fig. 1: Composición 3-D de la microestructura del material compuesto AA2009/SiC/15w (barra 10  $\mu m$ ).

Para estudiar la reactividad entre los whiskers de SiC y la matriz de aleación de aluminio 2009, cuando ésta se encuentra en estado fundido, se programaron dos tipos de ensayos que simulaban condiciones de fusión diferentes: (i) Ensayos de fusión controlada en un horno de vacío  $(10^{-3} \text{ Pa})$  a temperaturas comprendidas entre 750 y 900 °C y tiempos entre 15 min. y 1 h; la fusión se realizaba en un crisol de alumina seguida de la solidificación en el mismo crisol, lo que simulaba un proceso de fabricación del material compuesto por vía líquida. (ii) Ensayos de descarga de un arco eléctrico realizados con un equipo de soldadura TIG (Tungsten Inert Gas) en diferentes condiciones de aporte térmico (Tabla III).

Tanto el material compuesto en estado de recepción como una vez sometido a los diferentes ensayos de fusión y soldadura fueron caracterizados con técnicas de microscopía electrónica (MEB y MET) y de microanálisis (microsonda electrónica y EDX). Previamente a estos estudios los materiales ensayados eran estudiados mediante DRX para identificar los productos generados por reacción interfacial durante los ensayos citados y su evolución en función de las condiciones de fusión y soldadura empleados.

Las técnicas de preparación de las muestras para su observación y análisis han sido, en la mayoría de los casos, las convencionales. No obstante, se debe indicar que todas las operaciones mecánicas de corte, desbaste y pulido se llevaron a cabo utilizando etilenglicol como lubricante para evitar la degradación de los productos de reacción con la humedad. En el caso de la preparación de muestras para su observación con MET, el adelgazamiento final de las láminas se realizó por pulido cóncavo (*dimple*) hasta valores mínimos de 15-20  $\mu$ m, seguido de perforación por bombardeo iónico con tiempos de 8-20 h, refrigerando con nitrógeno líquido. Las muestras así obtenidas se observaron en un microscopio electrónico de transmisión *Jeol 2000 EX* (200 kV), que alcanza una resolución estructural de 3,1 Å, equipado con un analizador EDX.



Fig. 2: Imagen MET del extremo de un whisker de SiC con una inclusión de  $Al_2O_3$  en la intercara matriz-refuerzo (barra 200 nm). Difracción de electrones del SiC según el eje de zona [1  $\overline{1}$  1].



Fig. 3: Precipitados de la fase S' (Al<sub>2</sub>CuMg) responsables del endurecimiento por envejecimiento de la matriz (barra 100 nm).

#### 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

## 3.2 Caracterización del material base y de las intercaras Al/SiC.

La figura 1 muestra una fotocomposición tridimensional (MEB) de la microestructura de partida del material compuesto 2009/SiC/15w, donde se aprecia la presencia de whiskers de SiC con longitudes comprendidas entre 5 y 20  $\mu$ m y diámetros próximos a 0.5  $\mu$ m. Los whiskers se encuentran distribuidos homogéneamente dentro de la matriz de aluminio, aunque se detectan ciertas irregularidades (bandeado, agrupamiento local), que son defectos típicos de la acción de los procesos de extrusión sobre este tipo de materiales compuestos. Asimismo, se aprecia que muchos de los whiskers se encuentran fracturados por acción de los esfuerzos del conformado.

El estudio con MET-DE del material base muestra como los whiskers de SiC presentan una estructura interior bandeada originada por la presencia de micromaclas sobre los planos {001} perpendiculares al eje de crecimiento del cristal (fig. 2). La difracción de electrones demuestra que se trata de  $\alpha$ -SiC (6H), cuyo sistema cristalino es el hexagonal (a=0,3073 nm y c=1,508 nm). La observación con detalle de la intercara SiC/matriz de aluminio no muestra la presencia de productos de reacción entre ambos, estando en la mayoría de los casos libre de cualquier tipo de compuesto, con la excepción de algunos restos de óxidos de aluminio y, en ocasiones, también de magnesio. En la figura 2 se observa un agregado de  $Al_2O_{32}$ cuyo origen hay que buscarlo en las capas originales de óxido que rodeaban las partículas de polvo de aleación empleadas para fabricar el material compuesto por técnicas pulvimetalúrgicas. Estos óxidos han sido también detectados, de forma minoritaria, intracristalinos a la matriz de aluminio, junto con los precipitados aciculares de fase S' (Al<sub>2</sub>CuMg) (fig. 3) responsables del endurecimiento por envejecimiento de la matriz de AA2009 en el estado T8 en el que se encuentra.

#### TABLA II:

PROPIEDADES MECÁNICAS DEL MATERIAL COMPUESTO 2009/SIC/15W COMPARADA CON OTRAS ALEACIONES DE ALUMINIO TRADICIONALES (ESTADO T6)

Material	Resistencia Tracción	Límite Elástico	Módulo Elástico	Alargamiento
	(MPa)	(MPa)	(GPa)	(%)
2009/SiC/15w	642	448.5	106.3	3
7075	573	504	72	11
2024	476	393	73,1	10

#### TABLA III:

Condiciones de los ensayos simulados de colada vacío y soldadura TIG

TIPO DE ENSAYO	CONDICIONES						
FUSIÓN A VACIO	T (ºC) t (min)	750 60	800 15 - 30	850 15 - 60	900 15		
SOLDADURA TIG (dimensiones: 76x40x9 mm)	I (A) V (V) cordones	111 16,6 2	131 17,1 2	150 17,1 2	170 17,9 1		

#### 3.2 Caracterización de los materiales ensayados a fusión.

Los estudios de DRX realizados sobre los materiales fundidos en diferentes condiciones muestran una variación de las alturas relativas de los picos de difracción correspondientes al SiC, que disminuyen progresivamente con el aumento de temperatura y/o de tiempo de fusión. A la vez que ocurre esto, comienza a observarse la aparición de los picos correspondientes a las fases  $Al_4C_3$ , Si e intermetálicos ricos en este elemento.

La fusión del material en condiciones de moldeo simulado, especialmente cuando la temperatura es inferior a 800°C, no origina grandes cambios en cuanto a la distribución original de refuerzo. Como hecho más significativo cabe indicar la aparición de cierto grado de porosidad (microrechupes) producida por la contracción durante la solidificación y favorecida por el mojado deficiente del Al fundido sobre los whiskers de SiC. No obstante, se detectan zonas de crecimiento de grano celular donde la solidificación de la matriz ha producido la expulsión del refuerzo cerámico por el frente sólido, acumulándose los whiskers en los límites de grano (fig. 4). Otro detalle a destacar es que, en algunas zonas, los whiskers se encuentran ahora rodeados de una fase mayoritariamente compuesta por Si, que contiene cantidades variables de Mg y Cu. La figura 5 muestra un agregado de morfología irregular de este compuesto junto a un cristal hexagonal de  $Al_4C_3$  que embebe en su interior restos, parcialmente disueltos, de SiC<sub>w</sub>.

El aumento del tiempo de permanencia en estado líquido y, en especial, de la temperatura de fusión hasta 900 °C, favorece los cambios microestructurales citados, incrementándose la proporción de intermetálico rico en Si y apareciendo asimismo, agregados tabulares. El microanálisis EDX de estos últimos muestra que se trata de cristales de carburo de aluminio que crecen con morfología hexagonal sobre la superficie de los whiskers (fig. 6). La gran reactividad del  $Al_4C_3$  frente a la humedad hace que este tipo de carburo se degrade progresivamente, encontrándose en muchas ocasiones completamente hidratado.

La completa caracterización de los productos de reacción interfacial ha sido posible gracias al empleo del MET. La figura 7 muestra parte de uno de los agregados de Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub>, identificado mediante DE, que crece directamente sobre la superficie de un whisker embebiendo en su interior restos de otro monocristal de SiC parcialmente disuelto. Las características de este tipo de agregados apuntan a un mecanismo de formación vía disolución-precipitación. Cuando los whiskers de SiC se encuentran en contacto con aluminio líquido a temperaturas comprendidas entre 750-1000 °C comienzan a disolverse, enriqueciéndose el aluminio líquido en carbono y silicio. Dado la baja solubilidad del C en Al fundido (0.15 ppm atómicas) (9), la precipitación de los cristales de Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub> sucede inmediatamente cuando se alcanzan las condiciones de sobresaturación. La misma intercara SiC<sub>w</sub>/Al fundido actúa como lugar para esta nucleación. El pequeño tamaño de los SiC, y su gran número, especialmente en las zonas de acumulación local (clusters), favorece la formación de grandes cristales de  $Al_4C_3$ que embeben en su interior varios whiskers en disolución.

Asimismo, el enriquecimiento progresivo en Si de la matriz del material compuesto por la reacción de formación de  $Al_4C_3$  $(4Al + 3SiC \rightarrow Al_4C_3 + 3Si)$  es el responsable de la formación tanto de las grandes agregados de Si formando lagunas que rodean a los whiskers parcialmente disueltos, como de las fases intermetálicas de Cu<sub>4</sub>Si y  $Al_{1,9}$ CuMg<sub>4.1</sub>Si<sub>3.3</sub> identificadas vía MET-DE. La presencia en la aleación de Mg disuelto en la matriz de aluminio favorecería, en los primeros instantes, la reacción de formación del  $Al_4C_3$  al reducir la actividad de Si libre en la matriz, por la formación de las fases intermetálicas ricas en Mg más estables detectadas.

Se ha comprobado también en el material compuesto tratado, la existencia de cristales ideomórficos cuyo microanálisis cuantitativo y su difracción de electrones confirma que se trata de la espinela  $MgAl_2O_4$  (fig. 8). La formación de esta espinela no necesariamente está relacionada con el proceso de fusión y podría haberse originado durante la fabricación del material por vía pulvimetalúrgica, a partir de los óxidos de aluminio y magnesio presentes en las partículas metálicas, según las siguientes reacciones:

$$\begin{array}{rcl} 3Mg+Al_2O_3 & \rightarrow & 3MgO+2Al & <1 > \\ MgO+Al_2O_3 & \rightarrow & MgAl_2O_4 & <2 > \\ 3MgO+4Al_2O_3 & \rightarrow & 3MgAl_2O_4+2Al & <3 > \end{array}$$



Fig. 4: Microestructura del material compuesto fundido a 800 °C durante 15 mim con formación de zonas libres de refuerzo y áreas cubiertas por intermetálicos ricos en Si (marcadas con flechas) (barra 5  $\mu$ m).



Fig. 5: Detalle de un agregado irregular del intermetálico rico en Si junto a un cristal hexagonal de  $Al_4C_3$  embebiendo un whisker parcialmente disuelto (W) (barra 500 nm).

Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio. Vol. 38 Núm. 3 Mayo-Junio 1999

#### 3.3 Caracterización de los materiales ensayados a soldadura.

Las temperaturas alcanzadas por acción del arco eléctrico durante un proceso de soldadura TIG son mucho más elevadas que las que caracterizan a un proceso de colada, pudiendo superar con creces los 2000 °C. En estas condiciones, tan energéticas, las reacciones interfaciales entre los whiskers de SiC y la matriz de aluminio se modifican, apreciándose importantes cambios microestructurales dentro del cordón de soldadura, en función de su distancia a la zona de descarga del arco. El estudio de difracción de rayos X realizado sobre muestras seccionadas en la dirección perpendicular al cordón de soldadura demuestra que la proporción relativa de SiC<sub>w</sub> disminuye hacia la parte superior, a la vez que comienzan a aparecer las señales correspondientes a los productos de reacción Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub> y, en la capa superior, (< 2mm) también de Al<sub>4</sub>SiC<sub>4</sub>.

Las observaciones realizadas confirman estos resultados, comprobándose, como hecho más significativo, que en la parte superior del cordón se produce una disolución total del refuerzo formándose varios productos de reacción entre los dos constituyentes del material compuesto. La figura 9a muestra una imagen MEB en electrones retrodispersados de una de estas áreas, donde se aprecia, fundamentalmente, la formación de dos tipos de agregados aciculares: uno, más oscuro (ligero), cuyo análisis EDX (fig. 9b) demuestra que está constituido por Al y C, presentando una elevada proporción de O, y prácticamente no contiene Si; y un segundo más pesado (claro), cuyo análisis (fig. 9c) muestra que está formado fundamentalmente por Al, Si y C, aunque también se detecta pequeñas cantidades de O. En la imagen también se aprecia agregados intermetálicos con morfologías eutécticas, en su mayoría de Al<sub>2</sub>Cu y Al<sub>1.9</sub>CuMg<sub>4.1</sub>Si<sub>3.3'</sub> nucleados sobre ambos tipos de agujas.

Para ayudar a la diferenciación de ambos tipos de agujas se realizaron medidas de microdureza Vickers (carga 50 g), comprobándose cómo en las zonas de gran acumulación de carburo ternario la microdureza medida era superior a 1200 HV,



Fig. 6: Detalle de cristales tabulares de  $Al_4C_3$  (C) creciendo sobre la superficie de un whisker de SiC sobre sus planos basales (barra 500 nm).



Fig. 7: Imagen TEM de un cristal de Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub> (C) creciendo en la intercara SiC/Al y embebiendo un whisker en disolución (W) (barra 200 nm). Difracción de electrones del  $Al_4C_3$  según el eje de zona [2  $\overline{2}$  1].





Fig. 8: a) Cristales ideomórficos de la espinela MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> (S) en la matriz de AA2009. Difracción de electrones de la espinela según el eje de zona [001] (barra 250 nm). b) Microanálisis EDX de la fase MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>.

mientras que la del otro tipo de carburo no superaba los 300 HV. La identificación de ambos productos de reacción se realizó mediante MET-DE. Las agujas más ligeras son de  $Al_4C_3$  (sistema hexagonal, a= 0,3339 nm, c= 2,499 nm), como demuestra su diagrama difracción de electrones (fig. 10), y se formaría directamente por precipitación en el aluminio líquido, el cual estaría sobresaturado en C por la disolución completa y reacción de los whiskers de SiC.

El segundo tipo de aguja ha sido identificada mediante MET-DE como el carburo ternario  $\beta$ -Al<sub>4</sub>SiC<sub>4</sub> (fig. 11), con estructura cristalina hexagonal (a=0,7147 nm, c=1,6898 nm). Su formación, según otros autores (7), sólo puede originarse calentando mezclas de SiC-Al a temperaturas superiores a 1650 K. La reacciones de formación de ambos carburos serían las siguientes:

$$\begin{array}{ll} 4\mathrm{Al}+3\mathrm{SiC}\rightarrow\mathrm{Al}_4\mathrm{C}_3+3\mathrm{Si} & <4 \\ 4\mathrm{Al}+4\mathrm{SiC}\rightarrow\mathrm{Al}_4\mathrm{SiC}_4+3\mathrm{Si} & <5 \\ \end{array}$$

y su formación conjunta a partir de la fase metálica fundida L' (Al-Si-C) saturada en Si y C por disolución de los SiC<sub>w'</sub> implicaría un equilibrio ternario del tipo:

$$L' \leftrightarrow Al_4SiC_4 + Al_4C_3$$
 <6>

Otra diferencia significativa entre el comportamiento de ambos productos de reacción está relacionada con su tendencia al ataque por acción de la humedad. En el caso del  $Al_4C_3$ , se ha podido comprobar que, a pesar de que todas las operaciones de preparación de las muestras se realizaron en ausencia de agua, se produce un ataque gradual que genera un hidróxido de aluminio amorfo, según se ha podido comprobar mediante MET-DE (fig. 12). La formación de este producto de degradación, también observada en los agregados tabulares del mismo carburo formado en muestras fundidas, es responsable de la pérdida total de propiedades mecánicas en el material y tiene lugar a través de la siguiente reacción (10):

$$Al_4C_3 + 18H_2O \rightarrow 4Al(OH)_3 + 3CO_2 + 12H_2 \quad <7>$$

Este comportamiento no ha sido observado, sin embargo, en las agujas de  $Al_4SiC_4$  que presenta mucha mayor resistencia en presencia de humedad ambiental, debido a su menor tendencia a la hidratación.

Hacia el interior del cordón de soldadura, donde la temperatura alcanzada ha sido menor, vuelven a observarse microestructuras similares a las discutidas en el apartado anterior, con formación de cristales hexagonales de  $Al_4C_3$  formados mediante mecanismos de disolución-precipitación, junto a  $SiC_w$  parcialmente disueltos.

#### 4. CONCLUSIONES

El procesado por vía líquida (moldeo y soldadura) de un material compuesto de AA2009/SiC/15w provoca fenómenos de interacción química entre la matriz de aluminio y los monocristales de SiC con formación, como principal producto, de  $AI_4C_3$ .

En las condiciones de moldeo simuladas (T<900 °C y t<60 min), no se ha observado disolución total del refuerzo de SiC en la matriz, aunque se generan agregados interfaciales de  $Al_4C_3$  con morfologías tabulares, por mecanismos de disolución-precipitación.



Fig. 9: Imagen de electrones retrodispersados de la zona de disolución completa del refuerzo de SiCw en la parte superior de un cordón de soldadura con formación de agregados aciculares de Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub> (oscuros) y Al<sub>4</sub>SiC<sub>4</sub> (claros) (barra 50 mm). b) y c) microanálisis EDX de Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub> y Al<sub>4</sub>SiC<sub>4</sub> respectivamente.



Fig. 10: Imagen TEM de un cristal de  $Al_4C_3$ (barra 200 nm). Diagrama de difracción de electrones según el eje de zona [100].



Fig 11: Imagen TEM de un cristal de  $\beta$ -Al<sub>4</sub>SiC4 (barra 200 nm). Difracción de electrones según el eje de zona [010].

El enriquecimiento progresivo en Si de la matriz, por efecto de la reacción interfacial, origina la formación de grandes agregados de este elemento que engloban en su interior a los whiskers en disolución. Se ha detectado también la formación de intermetálicos de Cu<sub>4</sub>Si y Al<sub>1.9</sub>CuMg<sub>4.1</sub>Si<sub>3.3</sub>, lo que favorecería la disolución del refuerzo al reducirse la actividad de Si libre en la fase fundida.

Las condiciones de fusión altamente energéticas que origina la descarga de un arco eléctrico durante un proceso de soldadura TIG favorecen la aparición de una zona de disolución total de los whiskers de SiC y la formación de dos tipos de carburos:  $Al_4C_3 ext{ y } \beta$ - $Al_4SiC_4$ . Este último se caracteriza por poseer mayor dureza y resistencia medioambiental que el primero.

#### 5. BIBLIOGRAFIA

- D.J. Lloyd. "Particle reinforced aluminium and magnesium matrix composites". Int. Mat. Rev. 39 (1) 1-22 (1994).
- S.V. Nair, J.K. Tien, R.C. Bates. "SiC-reinforced aluminium metal matrix composites". Int. Met. Rev. 30 (6) 275-289 (1985).
- D.S. Shin, J.C. Lee, E.P Yooh, H.I. Lee. "Effect of the processing methods on the formation of Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub> in SiCp/2024Al composites". Mat. Res. Bull. 32 (9) 1155-1163 (1997).
- K.B. Lee, H. Kwon. "Interfacial reactions in SiCp/Al composites fabricated by pressureless infiltration" Script. Mat. 36(8) 847-852 (1997).
- T.J. Lienert, E.D. Brandon, J.C. Lippold. "Laser and electron beam welding of SiCp reinforced aluminium A-356 metal matrix". Script. Met. & Mat. 28 (11) 1341-1346 (1993).
- R. Mitra, Y.R. Mahajan. "Interfaces in discontinuously reinforced metal matrix composites: An overview". Bull. Mater. Sci. 18 (4) 405-434 (1995).
- J.C. Viala, P. Fortier, J. Bouix. "Stable and metastable phase equilibria in the chemical interaction between aluminium and silicon carbide". J. Mater. Sci. 25, 1842-1850 (1990).
- J.C. Viala, F. Bosselet, V. Laurent, Y. Lepetitcorps. "Mechanisms and kinetics of the chemical interaction between liquid aluminium and silicon carbide single-crystals". J. Mater. Sci. 28, 5301-5312 (1993).
- C.J. Simensen. "Comments on the solubility of carbon in molten aluminium" Met. Trans. A. 20A (1) 191 (1989).
- J.K. Park, J.P. Lucas. "Moisture effect on SiCp/6061/Al MMC: dissolution of interfacial Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub>. Script. Mat. 37 (4) 511-516 (1997).
- D.S. Shin, J.C. Lee, E.P Yoon, H.I. Lee "Effect of the processing methods on the formation of Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub> in SiCp/2024 Al composites". Mat. Res. Bull. 32 (9) 1155-1163 (1997).

#### AGRADECIMIENTOS:

Los autores del presente trabajo desean agradecer a la CICYT (Proyecto MAT97/0719) el apoyo económico brindado para su posible realización.



Fig 12: Capas de oxidación formadas por ataque de la humedad sobre un cristal de  $Al_4C_3$  (barra 5 nm). Difracción de electrones correspondiente a una fase amorfa.

*Recibido:* 21-10-98 *Aceptado:* 14-4-99