

M.A. Lagos^a, I. Agote^a, G. Atxaga^a, Xabier Hernández, C. Jiménez^a, L. Pambaguian^b

^a TECNALIA, División de Industria y transporte, Paseo Mikeletegi, 2 - Parque Tecnológico E-20009 San Sebastián, España
^b European Space Agency ESA-ESTEC, Materials Technology Section, Noordwijk, The Netherlands.

Desarrollo de materiales compuestos con matriz de titanio para aplicaciones aeroespaciales

RESUMEN

Historia del artículo:

Recibido 5 de Mayo 2017

En la versión revisada 5 de Mayo 2017

Aceptado 31 de Mayo 2017

Accesible online 21 de Junio 2017

Palabras clave:

Materiales compuestos de matriz metálica

TMCs

Aleaciones titanio

Propiedades mecánicas

Los materiales compuestos con matriz de titanio y refuerzos cerámicos son muy interesantes para aplicaciones aeroespaciales ya que presentan mayor módulo y resistencia que las aleaciones convencionales de titanio. El tipo de refuerzo puede ser continuo o discontinuo. Normalmente el refuerzo continuo está formado por fibras cerámicas largas y el refuerzo discontinuo por partículas. Las principales ventajas de los materiales con refuerzo discontinuo son que presentan propiedades mecánicas isotrópicas y menores costes de producción que los materiales con refuerzo continuo.

Este trabajo presenta el desarrollo de aleaciones de titanio (Ti-6Al-4V) reforzadas con partículas de TiC. El refuerzo se obtuvo por Síntesis por Combustión y el compuesto final mediante Spark Plasma Sintering. En definitiva, se trata de un procesamiento pulvimetalúrgico, cuya principal ventaja es el reducido tiempo de procesado.

En cuanto la caracterización termo-mecánica hay que indicar que la presencia del refuerzo aumenta la resistencia y la rigidez del producto obtenido con respecto a la aleación de base, así como la conductividad térmica.

También se presenta el escalado del proceso de SPS para la obtención de prototipos representativos de aplicaciones aeronáuticas. Para la fabricación de los prototipos fue necesario el escalado del proceso de SPS así como el estudio del mecanizado de este tipo de materiales. También se indican algunas consideraciones sobre la unión de este tipo de aleaciones mediante la técnica de soldadura fuerte.

Development of Titanium Matrix Composites for Aerospace applications

ABSTRACT

Keywords:

Metal matrix composite materials

TMCs

Titanium alloys

Mechanical properties

Titanium Matrix Composites are very interesting for aerospace applications. These materials typically present higher Young Modulus and resistance than conventional titanium alloys. The ceramic reinforcement can be continuous or discontinuous (fibers or particles). Main advantages of discontinuously reinforced TMCs are the isotropic mechanical properties and the lower production costs.

This work presents the development of discontinuously reinforced TMCs with TiC as reinforced particles. The reinforcement was obtained by Combustion Synthesis and the final consolidation by Spark Plasma Sintering. Main advantage of this PM process is the short processing time.

Regarding the thermos-mechanical characterization, the material presents higher stiffness and resistance with higher thermal conductivity than conventional Ti-6Al-4V.

This work also presents the scale-up of the SPS process to obtain aerospace demonstrators. Machining and joining issues are also considered.

1 Introducción

Las aleaciones de titanio presentan una combinación de propiedades muy interesante para aplicaciones avanzadas. La baja densidad, unida a la resistencia mecánica y a la corrosión hace que sean muy utilizadas en la industria aeroespacial. Sin embargo, una de las principales limitaciones es la baja rigidez que presentan. La adición de partículas o fibras cerámicas a aleaciones de titanio puede mejorar tanto la rigidez como la resistencia de estos materiales [1, 2]. Los refuerzos pueden ser continuos, en forma de fibras largas, o bien discontinuos, en forma de partículas o fibras pequeñas. Las principales ventajas del refuerzo discontinuo son el menor coste de procesamiento y las propiedades isotrópicas [1].

El refuerzo cerámico en un material compuesto debe permanecer estable a las temperaturas de trabajo y formar una buena intercara con la matriz. Como refuerzos para titanio, se han investigado diferentes familias de cerámicas incluyendo SiC, Al₂O₃, TiB₂, TiC, TiN, B₄C, etc [3-10]. En concreto, el carburo de titanio (TiC) es interesante debido a su alta dureza y estabilidad térmica [5].

En cuanto al procesamiento de los materiales compuestos de matriz titanio, el principal inconveniente es la alta reactividad del titanio tanto con el aire como con muchos refuerzos [1]. Por esta razón, el procesamiento en forma de polvo (pulvimetalurgia), en el que no se alcanza la temperatura de fusión, es muy interesante para el desarrollo de estos materiales.

En este trabajo se presenta el desarrollo de materiales compuestos de titanio, reforzados con TiC. Cómo ya se ha indicado, una de las claves para obtener buenas propiedades en este tipo de materiales es la interacción entre el refuerzo y la matriz. De este modo, en un trabajo anterior se desarrolló un refuerzo específico mediante Síntesis por Combustión [11]. Dicho refuerzo es una aleación maestra de titanio y TiC, lo que facilita la unión entre las partículas y la matriz. En este trabajo se presenta la caracterización termo-mecánica de estos materiales así como su posible aplicación aeronáutica.

El primer paso para demostrar la aplicabilidad de los materiales desarrollados es el escalado del proceso de sinterización. Típicamente, mediante el proceso de Spark Plasma Sintering (SPS) sólo se podían obtener piezas pequeñas, sin embargo hoy en día, con los últimos avances técnicos, ya es posible obtener piezas de hasta 300-400 mm de diámetro. En este caso se fabricaron piezas de 200 mm de diámetro con el fin de estudiar la homogeneidad de los materiales obtenidos. El siguiente paso en el desarrollo de aplicaciones fue el estudio de los procesos de mecanizado y de unión. Es conocido que los materiales compuestos de matriz metálica son muy difíciles de mecanizar debido a la alta dureza del refuerzo. En este caso se estudiaron tanto el proceso de electroerosión como el de taladrado. Tampoco es trivial el problema de la unión a otros materiales, ya que es muy importante no dañar el refuerzo durante los procesos de soldadura. En este caso el proceso de unión seleccionado fue la soldadura fuerte.

2 Experimental

El refuerzo se obtuvo mediante Síntesis por Combustión partiendo de polvos de titanio y carbono. Más información sobre la composición del refuerzo se puede encontrar en la siguiente referencia [11]. Dicho refuerzo se mezcló con polvo esférico de Ti-6Al-4V en seco durante 2 horas y la consolidación final se realizó mediante Spark Plasma Sintering (FAST/SPS model FCT HPD 250 C). La concentración de refuerzo fue del 5 %. La mezcla se introdujo en un molde de grafito utilizando una temperatura de sinterización de 1100 °C durante 5 minutos. La presión aplicada fue de 50 MPa. La figura 1 presenta la imagen de una pieza de 200 mm de diámetro obtenida con el procedimiento descrito anteriormente.



Figura 1. Pieza de 200 mm de diámetro obtenida mediante SPS

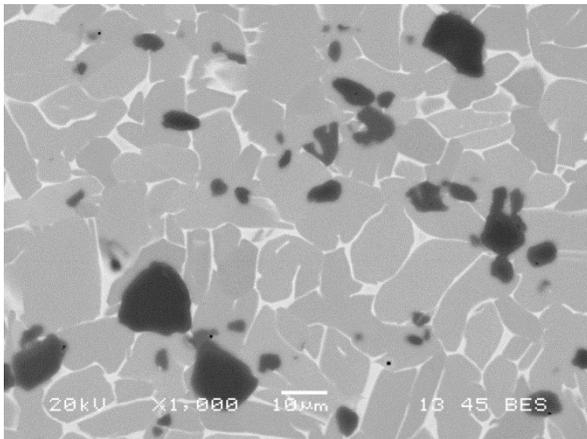
La densidad de los materiales se midió mediante el método de Arquímedes. La microestructura se caracterizó mediante microscopía electrónica de barrido MEB (microscopio Jeol JSM 5910 LV con EDS Oxford Inca 300). Los ensayos de tracción se realizaron con probetas standard usando la norma ISO 6892-1:2016. El módulo de Young se calculó a partir de la pendiente de los ensayos de tracción. El contenido de oxígeno se midió con un analizador LECO. El coeficiente de expansión térmica se midió por dilatometría y la conductividad térmica mediante Hot Disc (TPS2500 S). La resistencia a la corrosión bajo tensión se midió bajo la norma S-Q-ST-70-37 (ASTM G44-94). Las muestras estuvieron sumergidas en cloruro de sodio bajo tensión durante 30 días.

3 Resultados y discusión

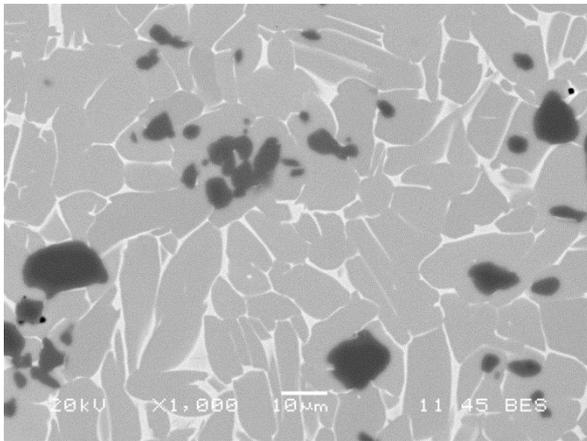
La homogeneidad en la microestructura es un aspecto importante en la tecnología de SPS. Algunos autores [12] han reportado importantes diferencias de temperatura entre el exterior y el interior de las pastillas obtenidas mediante SPS. Dicha diferencia de temperatura provoca cambios microestructurales importantes, que se traducen en un deterioro de las propiedades mecánicas. En este caso, se analizó la microestructura en el centro de una pieza de 200 mm de diámetro (ver Figura 1) y en el exterior, a 5 mm del borde (ver Figura 2). Se puede apreciar que en ambos casos la microestructura es muy similar, tanto en tamaño de grano



cómo en distribución de fases. La microestructura de los materiales desarrollados está formada por láminas de α y β titanio y partículas más oscuras de refuerzo.



A



B

Figura 2. Imágenes de microscopía electrónica (MEB), microestructura de los materiales compuestos de titanio reforzados con TiC: A) Interior de la pieza, B) Exterior de la pieza (5 mm del exterior)

Un resumen de las propiedades termomecánicas de los materiales obtenidos se presenta en la Tabla 1. Se puede observar que los materiales compuestos obtenidos presentan mayor resistencia a la tracción y mayor límite elástico que la aleación de base (Ti-6Al-4V). Esta mejora en las propiedades mecánicas se debe en gran medida al refinamiento de la microestructura que se produce al añadir el refuerzo cerámico. También se puede observar una rigidez (módulo de Young) más elevada. Este fenómeno es muy característico de los materiales compuestos de matriz metálica, debido a la alta rigidez de los refuerzos cerámicos, en este caso TiC [1,2].

Sin embargo, también se produce una reducción de la ductilidad. Este no es un fenómeno infrecuente en materiales compuestos de matriz metálica y depende en gran medida del tamaño del refuerzo y de la distribución del mismo [1]. Una posibilidad de incrementar la ductilidad sería trabajar con refuerzos más finos. En este caso se han utilizado partículas inferiores a 36 micras.

Tabla 1. Propiedades termo-mecánicas de los compuestos de titanio reforzados con TiC

Propiedad	Valor	Comentario
Resistencia a tracción (MPa)	1116	14% más alta que Ti-6Al4V
Límite elástico (MPa)	1060	
Módulo de Young (Gpa)	135	15% más alta que Ti-6Al-4V
Elongación (%)	3	
CTE ($10^{-6} \cdot K^{-1}$) (20-600 °C)	7,8-9,4	Ligeramente inferior al Ti-6Al-4V
Conductividad térmica (W/m-K)	18	Claramente superior al Ti-6Al-4V
Resistencia a la corrosión salina, SCC (Stress Corrosion Cracking),	Clase 1	Buena resistencia a la corrosión salina

En cuanto a las propiedades térmicas de los compuestos desarrollados, los materiales presentan mayor conductividad térmica que la aleación de base y un coeficiente de expansión térmica ligeramente inferior. En cuanto a la conductividad, el refuerzo es claramente más conductor que la matriz, por lo que este efecto podría explicar dicho aumento. La mayor rigidez del refuerzo con la temperatura, explica la mejor estabilidad dimensional térmica. Estas características son interesantes desde el punto de vista de aplicación de estos materiales, ya que el titanio se utiliza en sistemas de refrigeración para ciertos fluidos y también en sistemas con requerimientos de elevada rigidez con la temperatura, como por ejemplo, actuadores de precisión.

También se ha analizado la resistencia a la corrosión en ambiente salino (SCC). El ensayo consiste en tener las probetas inmersas en una solución salina y bajo tensión durante 30 días. Después de ese periodo, se realiza un ensayo de tracción convencional. Una vez realizados los ensayos no se observó ninguna diferencia significativa con los ensayos realizado sin tratamiento salino, por lo que se clasifica al material cómo apto para ambiente salino bajo tensión.

El mecanizado de los materiales compuestos de matriz metálica suele ser un aspecto complicado, debido a la elevada dureza de los refuerzos y a la relativa fragilidad de los materiales en comparación con las aleaciones convencionales de titanio. En este caso, se obtuvieron varios demostradores para mostrar la viabilidad en la fabricación de aplicaciones aeronáuticas. Cómo métodos de mecanizado se usaron electroerosión y taladrado con herramientas de metal duro. La Figura 3 muestra un conector de una estructura aeronáutica y un soporte de un sistema de protección térmica.





Figura 3. Demostradores aeroespaciales: a) Conexión para una estructura aeronáutica, B) Soporte de un Sistema de Protección Térmica

La unión de los materiales compuestos a otros materiales también es un aspecto a tener en cuenta. Ciertos procesos de soldadura pueden dañar los refuerzos cerámicos, produciendo el fallo en la unión. En este caso, se ha realizado la unión por braseado del material compuesto a una aleación de Ti-6Al-4V (ver Figura 4). Como material de aportación se empleó una lámina de TiCuNi con un espesor de 100 micras. La temperatura de braseado fue 950°C. Un sección metalográfica de la unión nos muestra una zona de unión homogénea sin la presencia de grietas. Todo parece indicar que el braseado sería una alternativa apropiada para la unión de este tipo de materiales compuestos a otras aleaciones metálicas de titanio.

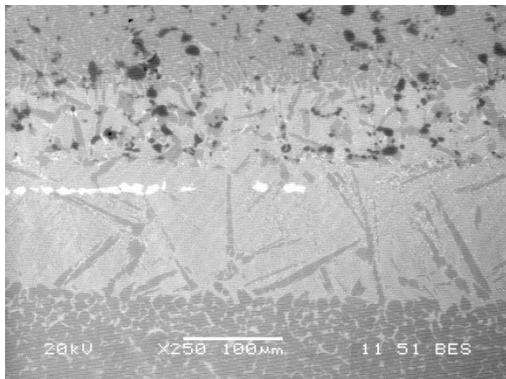


Figura 4. Zona de unión, braseado de una pieza de Ti-6Al-4V (abajo) y un compuesto de titanio (arriba). Imagen MEB con barra de escala de 100 micras.

4 Conclusiones

En este trabajo se ha presentado el desarrollo y caracterización de un material compuesto de matriz titanio, reforzado con partículas de carburo de titanio. El material presenta mayor resistencia y rigidez que la aleación de base, aunque una ductilidad más reducida. También se han presentado las propiedades térmicas y la resistencia a la corrosión salina. Estas características convierten a estos materiales en interesantes para aplicaciones aeronáuticas en las que se requiera mayor rigidez o mayor conductividad que

las aleaciones convencionales de titanio, incluyendo aplicaciones en ambiente salino.

También se ha presentado el desarrollo de demostradores aeronáuticos, incluyendo aspectos básicos del proceso de fabricación, como son el mecanizado y la soldadura.

Agradecimientos

Este trabajo se ha realizado en el marco de los proyectos: "Development and Characterization of Advanced Metal Matrix Composites (Hybrid-MMs)" y "Hybrid Titanium Matrix Composites (TMC) for aero engines applications (AIRTMC)" ambos financiados por ESA (European Space Agency).

Referencias

- [1] S. Ranganath, A Review on Particulate-reinforced Titanium Matrix Composites. *J Mater Sci*, 32, 1997, pp. 1-16.
- [2] P. S. Bains, S. S. Sidhu and H. S. Payal, Fabrication and Machining of Metal Matrix Composites: A Review, *Materials and Manufacturing Processes*, Vol. 31, Iss. 5, 2016.
- [3] D. Xu, W.J. Lu, Z. F. Yang, J.N. Qin and D. Zhang, In situ technique for synthesizing multiple ceramic particulate reinforced titanium matrix composites (TiB + TiC + Y₂O₃)/Ti, *J Alloys Compd* 400, 2005, pp.216-221.
- [4] M.P. Dariel, N. Frage, and L. Levin, A novel approach for the preparation of B₄C- based cermets. *Int J Refract Met Hard Mater*, 18, 2002, pp. 131-135
- [5] C. Poletti, M. Balog, T. Schubert, V. Liedtke, C. Edtmaier, Production of titanium matrix composites reinforced with SiC particles, *Compo Sci Technol*, 68, 2008, 2171–2177.
- [6] C.J. Zhang, F.T. Kong, S.L. Xiao, E.T. Zhao, L.J. Xu, Y.Y. Chen, Evolution of microstructure and tensile properties of in situ titanium matrix composites with volume fraction of (TiB + TiC) reinforcements, *Materials Science and Engineering A* 548 (2012) 152– 160.
- [7] SG Tabrizi, SA Sajjadi, A Babakhani, W Lu, Influence of spark plasma sintering and subsequent hot rolling on microstructure and flexural behavior of in-situ TiB and TiC reinforced Ti6Al4V composite *Mat Sci&Eng A624* (2015), 271–278.
- [8] M. Zadra, L. Girardini, High-performance, low-cost titanium metal matrix composites, *Mat Sci Eng A608* (2014), pp:155–163.
- [9] K.S. Chandran, K.B. Panda and S.S. Sahay, TiBw-reinforced Ti composites: processing, properties, application prospects, and research needs, *J Met*, May 2004, pp.42-48.
- [10] Huang et al, Effects of sintering parameters on the microstructure and tensile properties of in situ TiBw/Ti6Al4V composites with a novel network architecture, *Mater Des*, 32, 2011, pp: 3347–3353.
- [11] M.A Lagos, I. Agote, G. Atxaga, O. Adarraga, L. Pambaguian, Fabrication and characterisation of Titanium Matrix Composites obtained using a combination of Self propagating High temperature Synthesis and Spark Plasma Sintering, *Mat. Sci and Eng: A*, Vol 655, 2016, pp 44–49.
- [12] TB Holland, U. Anselmi-Tamburini, AK Mukherjee, Electric fields and the future of scalability in Spark Plasma Sintering, *Scripta Materialia* 2013.

