

R. Fernández^a, I. Sabirov^b, S. Señorís^a, A. Martín-Asensio^a,
J. Ibañez^a y G. González-Doncel^a

^a Dept. de Metalurgia Física, CENIM - CSIC, Av. Gregorio del Amo 8, 28040 Madrid, España

^b Instituto IMDEA Materiales, C. Eric Kandel, 2, 28906 Getafe, Madrid

Caracterización mecánica y microestructural de materiales compuestos de base aluminio y alto contenido de refuerzo deformados en condiciones extremas

RESUMEN

Historia del artículo:

Recibido 10 de Junio de 2019

En la versión revisada 20 de Junio de 2019

Aceptado 5 de Julio de 2019

Accesible online 15 de Abril de 2021

Palabras clave:

Al-MMC

Deformación plástica

Soldadura

Fricción-agitación

La motivación final de la investigación en la que se enmarca este trabajo es optimizar el proceso de soldadura por fricción-agitación, FSW, y su implementación en centros de mecanizado convencionales. El proceso de FSW ocurre en estado sólido a alta temperatura y mediante deformación plástica severa (alta deformación y alta velocidad) del material. En este trabajo se ha estudiado el comportamiento a alta temperatura y altas velocidades de deformación de materiales compuestos de matriz metálica 2124Al-25%SiC y 6061Al-40%SiC. La capacidad de deformación plástica en el régimen de alta temperatura se ha estudiado mediante ensayos de tracción, compresión y torsión a temperaturas en el intervalo 300-475°C y altas velocidades de deformación, a 1s⁻¹ y superiores. Se han obtenido grandes deformaciones plásticas sin la aparición de defectos severos a pesar de la alta carga de refuerzo. El buen comportamiento resultante en las condiciones estudiadas pronostica la buena soldabilidad mediante la técnica de fricción-agitación. Por otro lado, los datos obtenidos de la microestructura han permitido determinar algunas de las constantes que aparecen en la ecuación de fluencia. Finalmente, se ha conseguido explicar el comportamiento en fluencia mediante los modelos desarrollados expresamente para esta técnica a partir de los resultados experimentales.

Mechanical and microstructural characterization of high reinforcement content aluminum metal matrix composites in extreme conditions

ABSTRACT

Keywords:

Al-MMC

Plastic deformation

Welding

Friction-stir

The final motivation of the research in which is framed this work is to optimize the friction-stir welding, FSW, process and its implementation in conventional machining centers. The FSW process occurs in the solid state at high temperature and by severe plastic deformation (high deformation at high rate) of the material. In this work we have studied the behavior at high temperature and high deformation rates of metal matrix composite materials 2124Al-25%SiC and 6061Al-40%SiC. The plastic deformation capacity in the high temperature regime has been studied by tensile, compressive and torsion tests at temperatures in the interval 300-475°C and high strain rates, at 1s⁻¹ and above. Large plastic deformations have been obtained without the appearance of serious defects despite the high reinforcement content. The good behavior in the conditions studied presumes the good weldability by means of the FSW technique. On the other hand, the data of the microstructure have allowed determining some of the constants that appear in the creep equation. Finally, we have succeeded in explaining the creep behavior through models developed for this technique from the experimental results.

1 Introducción

La soldadura por fricción-agitación, FSW por sus siglas en inglés, es un procedimiento de unión relativamente novedoso que se desarrolló en el instituto de soldadura, TWI, a principios de los años noventa del siglo pasado [1]. El proceso se inicia cuando se introduce en el material a soldar el pin de la herramienta que gira a alta velocidad, w , mientras se mueve a una velocidad controlada, v , en la línea de contacto de las chapas que se soldarán en la configuración de unión a tope. Durante el avance de la herramienta, el punzón deforma y transporta el material de adelante hacia atrás. Las piezas se calientan, no solo por la deformación que se está produciendo, sino también, y lo más importante, por la fricción que generalmente se produce entre un "hombro" y las piezas a soldar. En este proceso, se produce deformación plástica severa a alta velocidad y temperatura. Además de estas condiciones tan extremas, se producen fuertes gradientes microestructurales en el material soldado como consecuencia de las variaciones en las condiciones de deformación del material desde, la zona más caliente, próxima a la herramienta, hasta las zonas frías, alejadas de la misma. Por ejemplo, es bastante intuitivo que las condiciones de deformación en la zona de contacto de las piezas, nugget, difieran de la termomecánicamente afectada, TMAZ. Ello da lugar a gradientes acusados en el estado de tensiones, así como en las tasas de deformación, que son fáciles de visualizar en las diferentes zonas microestructurales de las soldaduras [2].

Probablemente, la condición más importante relacionada con la deformación plástica que ocurre durante el proceso de FSW que debe satisfacerse para lograr uniones consistentes y sin defectos es la de conseguir que las tensiones bajo las cuales fluye el material deben estar "acopladas" a las tasas de deformación correspondientes. Por este motivo, es muy importante conocer el comportamiento mecánico del material. Ésto se estudia comúnmente mediante ensayos uniaxiales (tracción / compresión) en condiciones supuestamente similares a las del proceso FSW. El proceso es tan complejo y hay unos gradientes tan acusados, que resulta arriesgado dar valores concretos de la velocidad de deformación, la temperatura y los esfuerzos para unos parámetros de soldadura (v y w) dados. Sí existen estudios en los que se dan intervalos para dichos parámetros en aleaciones de aluminio. Así, se sugiere que la velocidad de deformación se encuentra en el intervalo $1 - 100 \text{ s}^{-1}$, la temperatura entre $300-550^\circ\text{C}$ [3]. En estas condiciones, la elevada ductilidad del aluminio hace que se puedan realizar soldaduras generalmente sin defectos. Sin embargo, debido a las severas constricciones impuestas en el proceso de FSW, aparecen defectos cuando se encuentran "condiciones no compatibles" entre las tensiones y la tasa de deformación impuesta. Los intentos de correlacionar los parámetros FSW en términos de pruebas mecánicas convencionales son muy escasos. En [4], se estudio la soldabilidad del material compuesto 2124Al/25%SiC encontrándose uniones consistentes cuando las velocidades de rotación y avance eran bajas ($w=400 \text{ rpm}$ y $v=15 \text{ mm/min}$) y el esfuerzo de forja, F_z , elevado ($>30 \text{ MPa}$). En el caso particular de estos materiales compuestos de matriz metálica, MMCs, su menor ductilidad y mayor resistencia mecánica, incluso a altas temperaturas en comparación con las correspondientes aleaciones de aluminio, hace que sean más

propensos a la aparición de defectos cuando se unen mediante FSW.

El propósito de la presente investigación está orientado hacia la comprensión de la tasa de tensión-deformación bajo la cual se realizan las uniones de materiales compuestos de matriz aluminio mediante el proceso FSW. Se ha hecho uso para ello de ensayos de tracción, compresión y torsión.

2 Procedimiento experimental

Los MMC utilizados para este estudio, 2124-25%SiC y 6061-40%SiC, fueron fabricados por AMC / Materion, Reino Unido, siguiendo una ruta pulvimetalúrgica, utilizando partículas de carburo de silicio ultrafinas ($2-3 \mu\text{m}$) como refuerzo [5]. La evaluación de las propiedades mecánicas se realizó combinando distintos tipos de ensayo y distintas condiciones experimentales.

Las muestras de tracción de geometría cilíndrica, tienen una longitud calibrada de $0,5 \text{ mm}$, para conseguir altas velocidades de deformación y un diámetro de 3 mm . Los ensayos de tracción se realizaron a velocidades de deformación de; $1, 10, \text{ y } 40 \text{ s}^{-1}$ utilizando una máquina universal MTS, y a temperaturas de; $300, 375 \text{ y } 475 \text{ }^\circ\text{C}$. Para los ensayos de compresión se utilizaron muestras cilíndricas con una longitud útil de 10 mm y diámetro 6 mm a velocidades de deformación de $1, 5, 20 \text{ y } 50 \text{ s}^{-1}$ y las mismas temperaturas. Se utilizó la máquina Gleeble disponible en IMDEA materiales. Finalmente, se realizaron ensayos de torsión a velocidades de deformación de $1 \text{ y } 5 \text{ s}^{-1}$ y temperaturas de $300, 375 \text{ y } 450^\circ\text{C}$ en la máquina de torsión del CEIT, en San Sebastian.

Para el estudio microestructural se prepararon muestras empleando técnicas convencionales de metalografía. Se realizó lijado y pulido con pasta de diamante de hasta $1 \mu\text{m}$ y un acabado con sílice coloidal de $0,5 \mu\text{m}$ y baja presión. El estudio microestructural se realizó mediante microscopía óptica (OM).

3 Resultados

3.1 Caracterización Mecánica

Los principales parámetros, límite elástico, resistencia máxima (UTS o tensión de fluencia) y alargamiento equivalente (%), que caracterizan el comportamiento mecánico de estos materiales se resumen en la tabla 1 en ensayos de tracción (Tr), compresión (To) y torsión (Tr).

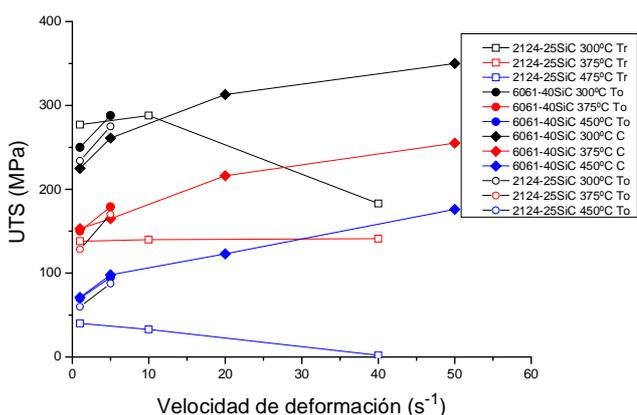
Material	$T^3/V.\text{def.}$ ($^\circ\text{C/s}^{-1}$)	Y_s (MPa)	UTS (MPa)	A (%)
2124/25%Tr	300/1	262	277	140
2124/25%Tr	300/10	288	288	100
2124/25%Tr	300/40	180	183	90
2124/25%Tr	375/1	132,9	138	100
2124/25%Tr	375/10	135,0	140	100
2124/25%Tr	375/40	123,4	141	170
2124/25%Tr	475/1	35,4	39,1	100
2124/25%Tr	475/10	32	34,5	120
2124/25%Tr	475/40	1,84	2,3	150
2124/25%To	300/1	217,2	234	50
2124/25%To	300/5	259,1	275	25
2124/25%To	375/1	118,5	128,3	110
2124/25%To	375/5	154,2	170	80



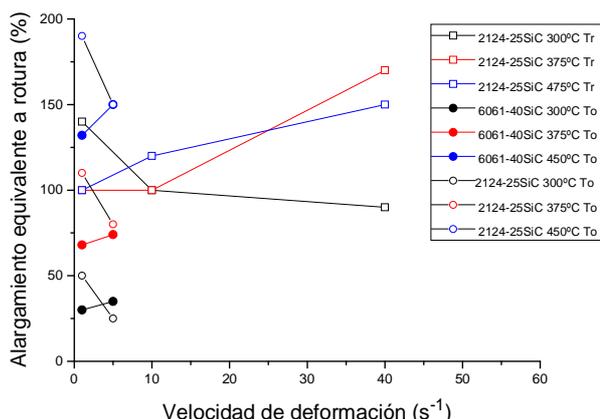
2124/25%To	450/1	50,4	60	190
2124/25%To	450/5	78,3	87,5	150
6061/40%To	300/1	246	250	30
6061/40%To	300/5	278	288	35
6061/40%To	375/1	149	150	68
6061/40%To	375/5	156	179	74
6061/40%To	450/1	62	70	132
6061/40%To	450/5	70	95	150
6061/40%C	300/1	207	225	-
6061/40%C	300/5	234	261	-
6061/40%C	300/20	270	313	-
6061/40%C	300/50	350	350	-
6061/40%C	375/1	127	153	-
6061/40%C	375/5	145	165	-
6061/40%C	375/20	167	216	-
6061/40%C	375/50	226	255	-
6061/40%C	450/1	46	71	-
6061/40%C	450/5	70	98	-
6061/40%C	450/20	79	123	-
6061/40%C	450/50	253	276	-

Tabla 1. Límite elástico (Ys), resistencia máxima o tensión de fluencia (UTS) y alargamiento uniaxial equivalente a rotura (A) para los materiales investigados. To = torsión, Tr = tracción y C = compresión.

Los diferentes modos de ensayo, tracción, compresión y torsión proporcionan una caracterización mecánica completa de los materiales que debe ayudar a comprender el complejo proceso que sufren los materiales durante la soldadura FSW. En el lado de avance de la soldadura el flujo de material se podría asimilar al que se produce en ensayos de compresión a velocidades de deformación altas y medias (flujo de tipo laminar). Sin embargo, en el lado de retroceso el flujo se podría describir mejor por una combinación de pruebas de compresión, torsión y quizá tracción, a altas tasas de deformación (dando cuenta de un flujo más turbulento). En la figura 1 se muestra la variación de la tensión de fluencia máxima y del alargamiento equivalente a rotura con la velocidad de deformación para las condiciones descritas en la tabla 1.



a)



b)

Figura 1. Comportamiento mecánico de los materiales investigados en función de la velocidad de deformación y a diferentes temperaturas. a) UTS y b) alargamiento equivalente a rotura.

La UTS del material 6061/40%SiC en compresión y torsión es muy similar a velocidades de deformación $<5s^{-1}$. Se manifiesta un efecto de la temperatura en la resistencia mecánica, como era de esperar. Los valores de tensión disminuyen aproximadamente 100MPa de 300°C a 375°C y de 375°C a 450°C. El material presenta un efecto de endurecimiento a medida que la tasa de deformación aumenta hasta $50 s^{-1}$. Además, la ductilidad del material compuesto aumenta con la temperatura y con la velocidad de deformación para los ensayos de torsión. El alargamiento varía entre 0.3 para $5 s^{-1}$ a 300 °C a 1.5 para $1 s^{-1}$ a 450 °C para las pruebas de torsión. Se han medido alargamientos equivalentes muy elevados para las condiciones experimentales estudiadas. Esto es compatible con la ausencia de formación de defectos en el proceso FSW de estos materiales si se alcanzan temperaturas de al menos 300°C.

El comportamiento del MMC para los ensayos de tracción es razonablemente similar a los de torsión y compresión a velocidades de deformación $<5s^{-1}$. Sin embargo, a velocidades superiores la UTS disminuye para una temperatura dada.

3.2 Caracterización Microestructural

La característica principal que describe la microestructura de los materiales compuestos estudiados es el grado de homogeneidad de la distribución de partículas. Como las partículas de refuerzo son de pequeño tamaño (del orden de 1-5 μm), no se aprecian rotura de partículas en ninguno de los casos investigados. Sí se observa una tendencia a la segregación de la matriz de aluminio en zonas de un tamaño aproximado de 10-20 μm en algunas condiciones de deformación. En particular, dicha segregación se observa preferentemente cerca de la fractura en los ensayos de tracción del material 2124/25%SiC a $40 s^{-1}$, figura 2.



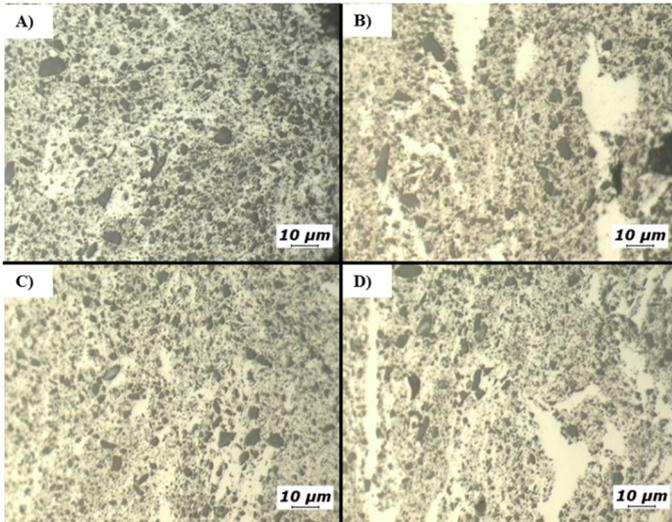


Figura 2. Microestructura cercana a la fractura del material 2124-25%SiC (la rotura se encuentra en el lateral derecho de cada imagen): A) 300°C 1 s⁻¹, B) 300°C 40 s⁻¹, C) 475°C 1 s⁻¹ y D) 475°C 40 s⁻¹.

El material 6061/40%SiC deformado en compresión muestra segregaciones similares, independientemente de las condiciones de ensayo, figura 3.

La formación de estas segregaciones con la deformación a alta temperatura se contempla como la principal causa de disminución de resistencia mecánica del material 2124/25%SiC deformado a altas velocidades de deformación y alta temperatura.

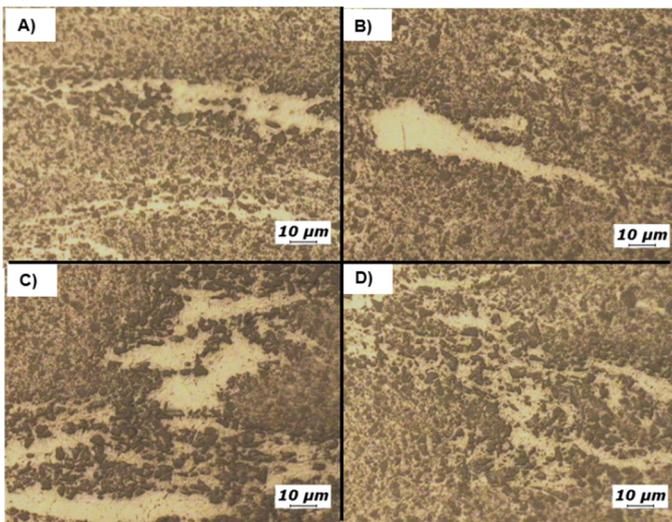


Figura 3. Microestructura en el centro de las muestras de compresión del material 6061-40%SiC A) 300°C 5 s⁻¹, B) 300°C 50 s⁻¹, C) 450°C 5 s⁻¹ and D) 450°C 50 s⁻¹.

4 Discusión

4.1 Caracterización Mecánica

El comportamiento a alta temperatura de las aleaciones 6061Al y 2124Al en condiciones de fluencia, a baja velocidad deformación y a temperaturas por encima de 350°C es muy similar [6]. El comportamiento de dichas aleaciones se ha descrito a partir del efecto de la solución sólida y los precipitados mediante la ecuación (1):

$$\dot{\epsilon}_{SS} = \frac{\pi\Omega kT}{(\alpha GM)^2} \sigma^3 \left(\frac{\rho_{mob}}{\rho_{tot}} \right) \left[\frac{D_{sol} D_L}{2\pi c_0 \ln(r_2/r_1) D_L + (bkT)^2 \ln(c^*/c_0^*) D_{sol}} \right] \quad (1)$$

donde Ω es el volumen atómico, k la constante de Boltzmann, T la temperatura (en K), G el módulo de cizalla, M el factor de Taylor, σ la tensión aplicada, ρ_{mob} y ρ_{tot} la densidad de dislocaciones móviles total, respectivamente, D_{sol} y D_L el coeficiente de difusión del soluto y de auto-difusión, respectivamente, c_0 es la concentración del soluto, r_2 y r_1 el radio de corte exterior e interior del soluto, respectivamente, b el vector de Burgers y c^* y c_0^* la concentración de vacantes alrededor de las dislocaciones y en equilibrio, respectivamente. En [6] se dan valores típicos de esos parámetros. El parámetro α es el factor geométrico de la ecuación de Taylor;

$$\sigma = \alpha M G b \sqrt{\rho} \quad (2)$$

En el caso de los MMCs, se produce el fenómeno de transferencia de carga incluso a alta temperatura [7] y la ecuación de fluencia se modifica para considerar la fracción de esfuerzo que soporta el refuerzo. Con esta consideración la ecuación para el caso de los MMCs quedaría de la siguiente manera:

$$\dot{\epsilon}_{SS} = \frac{\pi\Omega kT}{(\alpha GM)^2} (\sigma - \sigma_T)^3 (\sigma - \sigma_{Or}) \left[\frac{D_{sol} D_L}{2\pi c_0 \ln(r_2/r_1) D_L + (bkT)^2 \ln(c^*/c_0^*) D_{sol}} \right] \quad (3)$$

Donde σ_T es la tensión transferida al refuerzo y ρ_{or} la tensión de Orowan.

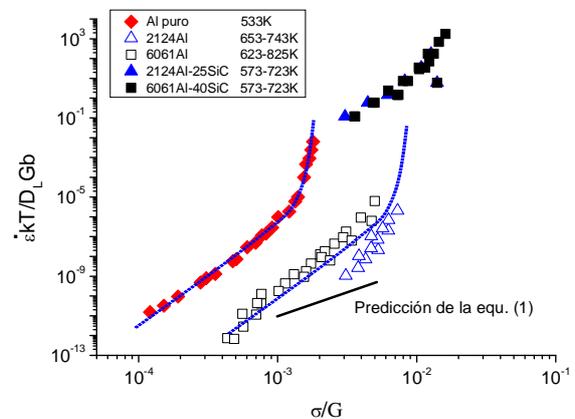


Figura 4. Velocidad de deformación normalizada vs. tensión normalizada para las aleaciones 2124Al y 6061Al y los materiales compuestos estudiados en este trabajo.



El comportamiento a altas velocidades y temperaturas de los materiales compuestos sigue el comportamiento típico en fluencia, figura 4. La velocidad de deformación para una carga dada es muy superior a la de sus respectivas aleaciones. Este resultado pone de manifiesto que en ese rango de temperatura no se produce transferencia de carga desde la matriz al refuerzo y que la alta densidad de dislocaciones geoméricamente necesarias para acomodar las partículas de refuerzo durante la deformación aumenta mucho la contribución de la difusión por dislocaciones (pipe diffusion). En esta gráfica no se incluyen los datos de los ensayos de tracción por la falta de consistencia con los de compresión y torsión. Esto pone de manifiesto la importancia de otros fenómenos durante la deformación en este modo de ensayo que debilitan el material (como la generación de cavidades), ausentes en compresión y torsión. Asimismo, este resultado sugiere que el estado de esfuerzos propio de un ensayo de tracción uniaxial no es relevante durante un proceso de FSW.

La predicción de la velocidad de deformación por fluencia normalizada dada por la eq. (1) para las aleaciones de aluminio se muestra en la figura 4. A pesar de la complejidad microestructural de las aleaciones, la predicción es bastante satisfactoria. Para el caso de los materiales compuestos estudiados, la mayor tasa de deformación observada respecto la predicción, 7 órdenes de magnitud aproximadamente, debe explicarse por la contribución de la difusión por medio de las dislocaciones, D_p , a una densidad de dislocaciones móviles muy elevada y a la ausencia de un fenómeno de transferencia de carga matriz-refuerzo. Se está realizando el análisis correspondiente para modificar la ecuación (1) teniendo en cuenta estas consideraciones. Por el momento se ha comprobado que la diferencia entre D_L y D_p en el rango de temperaturas estudiado [8] es del orden de 10^6 , que es muy próximo a la diferencia observada en la velocidad de deformación.

5 Conclusiones

- 1.- Los materiales compuestos estudiados tienen suficiente ductilidad en las condiciones extremas ensayadas a pesar del alto contenido de refuerzo. Esto justifica que su unión por FSW sea posible sin que se desarrollen defectos importantes.
- 2.- Los materiales tienen un comportamiento mecánico similar en los modos de ensayo de torsión y compresión a altas temperaturas y a velocidades de deformación $<5s^{-1}$.
- 3.- El comportamiento mecánico en tracción es, sin embargo, muy diferente debido a la generación de defectos, la rotura de las partículas y la segregación de las mismas lo que deja zonas del material desnudas de refuerzo.

4.- El efecto de resistencia mecánica de la matriz del compuesto 2124/25%SiC es muy grande a altas temperaturas y altas velocidades de deformación pues su comportamiento es similar al del compuesto 6061/40%SiC.

5.- A la vista de los resultados de los ensayos de tracción se sugiere que el estado de esfuerzos correspondiente no debe ser predominante durante el proceso de FSW.

Agradecimientos

Proyecto MAT2017- 83825-C4-1-R del MINECO, España. A Edurne Laurin, del CENIM, por la preparación metalográfica de las muestras.

Referencias

- [1] Thomas, W M et al: "Friction Stir Butt Welding" International patent application No•PCT/GB92/02203 and GB patent application No.9125978.8 (1991).
- [2] S.Señorís, R.Fernández, J.Ibáñez, G.González-Doncel, FSWP 17 Congress."Separation of heat / deformation contributions in FSW welds of materials based aluminum alloys", (2017).
- [3] Strains and strain rates during friction stir welding. A. Arora,a Z. Zhang,a A. Deb and T. DebRoy. Scripta Materialia **61** 863–866 (2009).
- [4] R. Fernández, J. Ibáñez, F. Cioffi, D. Verdera & G. González-Doncel Friction stir welding of 25%SiC/2124Al composite with optimal mechanical properties and minimal tool wear, Science and Technology of Welding and Joining, **22:6**, 526-535, (2017) DOI: 10.1080/13621718.2016.1268368.
- [5] <https://materion.com/Businesses/AerospaceMetalComposites.aspx>.
- [6] R. Fernández, G. Bokuchava, I. Toda-Caraballo, G. Bruno, V. Turchenko, J. Gorshkova, and G. González-Doncel. A comprehensive analysis of the effect of solute atoms and precipitates on creep of aluminum alloys. Scientific Reports (Under revision).
- [7] R. Fernández, Gaspar González-Doncel. Threshold stress and load partitioning during creep of metal matrix composites. Acta Materialia **56** 2549–2562 (2008).
- [8] A. Borrego, J. Ibañez, V. López, M. Lieblich and G. González-Doncel. ERRATUM: INFLUENCE OF EXTRUSION TEMPERATURE ON THE AGING BEHAVIOR OF 6061Al-15vol%SiC, COMPOSITES A. Scripta Materialia **35**, No. 1, 141 (1996).

