

CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL Y MECÁNICA DE UN NANOCOMPÓSITO AlZnSi FABRICADO POR ALEADO MECÁNICO

S. García-Villarreal^{a*}, A. Arizmendi-Morquecho^a, C. Leyva^b, A. Hurtado^b,
A. Chávez-Valdez^c

^a Centro de Investigación en Materiales Avanzados S.C. U. Monterrey, Alianza Nte. 202, 66600, Apodaca, N.L., México.

^b Centro de Investigación en Materiales Avanzados S.C. Miguel de Cervantes 120, 31109, Chihuahua, Chih., México.

^c University of Erlangen-Nuremberg, Department of Materials Science and Engineering, Cauerstr. 6, 91058 Erlangen, Germany.

RESUMEN

En este trabajo se investigó el efecto de la adición de nanopartículas de Si (Si NP) en matrices metálicas de Al-Zn (ZA55% e.p.), las cuales fueron preparadas por el proceso de aleado mecánico. La influencia de varios parámetros de proceso como el tiempo de molienda y el % e.p de Si adicionado tiene un efecto interesante en las propiedades mecánicas del nanocompósito sintetizado, sin embargo se encontró un punto de saturación en la matriz metálica con respecto al contenido de Si adicionado de tal forma que dichas propiedades mecánicas se ven afectadas. La caracterización de la microestructura de los nanocompósitos fue determinada por microscopía electrónica de transmisión (TEM) y las propiedades mecánicas fueron evaluadas con ensayos de nanoindentación.

Palabras clave: Aleaciones Al-Zn-Si, MMCs, nanoindentación, aleado mecánico.

1. INTRODUCCIÓN

Las aleaciones Al-43.5Zn-1.5Si (%e.p.) han sido usadas como recubrimientos sobre acero para aplicaciones donde alta resistencia a la corrosión es requerida, principalmente en aplicaciones estructurales. Este tipo de recubrimientos llega a tener resistencias a la corrosión superiores en 400% comprado con los recubrimientos de Zn puro [1,2]. En este tipo de aleaciones el propósito del Si es controlar el crecimiento de una capa intermetálica frágil la cual se forma por las reacciones entre el Al y Fe en la manufactura del recubrimiento. Ésta capa es dura y frágil y por lo tanto es importante que sea de espesor delgado [3,4], permitiendo al recubrimiento tener mejor adherencia. Con el propósito de expandir las

aplicaciones por ejemplo en componentes usados en la industria automotriz, donde se requieren procesos de conformado severo del acero recubierto, la respuesta de las propiedades mecánicas de esta aleación no es perfecta debido a la formación y morfología de partículas de Si en la microestructura las cuales son masivas y actúan como concentradores de esfuerzos, convirtiéndose en los puntos más susceptibles a la fractura. La morfología de éstas partículas es del tipo irregular y acicular, por lo general se encuentran sobre la capa intermetálica formada entre el recubrimiento y el sustrato, en ocasiones llegando a medir más de la mitad del espesor del recubrimiento, y también en las regiones interdendríticas, siendo en dichos sitios donde se inician las grietas al momento del doblado [5]. Por lo tanto el presente trabajo es dedicado a la manufactura de aleaciones Al–Zn–Si basada en la síntesis de nanocompósitos de matriz metálica (Al–Zn) y la incorporación de nanopartículas de Si por procesos de molienda mecánica con el objetivo de controlar el crecimiento y distribución de partículas de Si en la microestructura. Se pretende que ésta modificación microestructural contribuya posteriormente a reducir el problema asociado con la formación de compuestos intermetálicos masivos los cuales fuertemente afectan la ductilidad y formabilidad de la aleación.

2. METODOLOGIA EXPERIMENTAL

Para fabricar el nanocompósito se utilizó el proceso de aleado mecánico a través de un molino SPEX Modelo 8000M, el material de partida fue la aleación ZA55% previamente fundida, solidificada y posteriormente cortada en forma de rebaba de tamaños promedio de 1 mm. A continuación se incorporó el Si con tamaños de partículas de 50 nm (SkySpring Nanomaterials). Los componentes (10g) y las bolas de acero (40g) se cargaron a un vial de acero inoxidable dentro un recipiente con atmósfera de argón por lo tanto utilizando una relación 4:1, se agregó 1% en vol. de etanol como agente de control del proceso para evitar la soldadura en frío en la superficie interna del vial. Las variables principales en la molienda fueron el contenido de Si adicionado (1.2 y 1.5 % e.p.) y el tiempo de molienda (5 y 10h). El análisis microestructural del producto de la molienda fue caracterizado por TEM en modo de barrido (STEM), las imágenes se obtuvieron con un equipo HRTEM JEOL JEM-2200FS con corrector de aberración esférica y aceleración de 200 kV y con la técnica EDXS (Oxford Instruments modelo Inca Sight). Para evaluar la respuesta mecánica de los nanocompósitos se

utilizó un nanoindentador Agilent Nano Indenter G200 con el método de medición continuo de rigidez, aplicando una carga 2.1 mN, una profundidad límite de 250 nm y una velocidad de deformación de 0.05 ciclos/s. Los ensayos se llevaron a cabo sobre probetas sinterizadas del nanocompósito fabricado obtenidas por prensado en caliente, utilizando una prensa hidráulica Carver 4122 a una temperatura de 120°C, la carga utilizada en las muestras fueron 10.5 Ton por 10 minutos, posteriormente se llevó a cabo una preparación de pulido con acabado espejo a través de las técnicas convencionales de metalografía. Las huellas se realizaron con una separación entre cada una de 4 μm , las propiedades evaluadas con este ensayo fueron la dureza y el módulo de elasticidad de cada uno de los nanocompósitos.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Análisis Químico

La composición química promedio de la aleación Al–Zn y los nanocompósitos fabricados es mostrada en la Tabla I.

Elementos	Aleación Al–Zn y Nanocompósitos fabricados				
	Al–Zn	5AZSi1.5	5AZSi1.2	10AZSi1.5	10AZSi1.2
Al % e.p.	56.3	55.8	57.3	59.5	60.5
Si % e.p.	0.2	1.4	1.3	1.5	1.2
Zn % e.p.	43.5	42.8	41.4	39.0	38.3

Tabla I. Composición química de la aleación Al–Zn y nanocompósitos manufacturados.

3.2 Análisis Microestructural (TEM)

La Fig. 1 presenta mapeos obtenidos por EDXS mostrando las distribuciones de Si, Al y Zn en las microestructuras producidas por aleado mecánico de los nanocompósitos Al–Zn con adiciones de Si NP de 1.2% e.p. y 1.5% e.p. y con tiempos de molienda de 5 y 10h. A través de EDXS se pudieron identificar las partículas del Si observándose con tamaños de $\sim 100\text{nm}$ asociados a la matriz metálica Al–Zn después de 5h de molienda y de $\sim 50\text{ nm}$ con un de tiempo 10h. Como se puede apreciar en cada caso se revela la imagen del STEM de campo claro del nanocompósito, también se puede apreciar que con 5h de molienda, independientemente de la cantidad de Si adicionada, el Si se distribuye muy bien en la matriz metálica, sin embargo en algunas partes aparece aglomerado. Con 10h de molienda el Si se dispersa aún más en la matriz metálica y los agregados se presentan en menor cantidad. En todos los casos se puede apreciar que el Al y Zn forman una solución sólida homogénea.

3.3 Propiedades Mecánicas

En la Fig. 2(a) se muestran las curvas carga-profundidad obtenida a partir de los perfiles de nanoindentación realizados a los nanocompósitos con tiempos de molienda de 5 y 10h. De la posición de la huella realizada y de la pendiente de la curva se pueden estimar sus propiedades mecánicas como la dureza y el módulo de elasticidad [6]. De manera general, las aleaciones Al-Zn presentan mayor desplazamiento de la superficie en comparación con las mismas aleaciones con adición de Si. En las aleaciones sin adición de Si y para una misma carga la diferencia en desplazamiento superficial es mínima por lo que el tiempo de molienda no es demasiado influyente. También es notorio que la incorporación de Si resulta en un menor desplazamiento de la superficie y con tiempos de molienda de 10h la pendiente es más pronunciada. La muestra con tiempo de molienda de 10h y 1.2% e.p. de Si adicionado presenta una curva con baja penetración y alta pendiente lo que indica que poseen valores altos de dureza y módulo elástico. Por el contrario, la matriz de 55% AlZn y moliendas de 5 y 10h es más blanda presentando curvas de mayor penetración y menor pendiente. La Fig. 2(b) muestra los resultados del módulo elástico (E) de los diferentes nanocompósitos fabricados. Los valores medidos del (E) son más dispersos y pueden variar de forma importante con la composición química, en la figura podemos observar que para los nanocompósitos Al-Zn-Si con 1.2% e.p de Si presentan mejor comportamiento elástico, es significativo observar un aparente punto de saturación con la adición de Si NP con un 1.2% e.p donde los valores oscilan entre 78 y 79 GPa; mientras que para los nanocompósitos con 1.5% e.p de Si son menores (71 y 72 GPa), éste comportamiento puede relacionarse a la saturación del Si en la matriz metálica de tal forma que cantidades mayores de Si a 1.2% e.p. da lugar a la formación de partículas masivas lo cual disminuye las propiedades. Para las aleaciones Al-Zn sin modificar los valores oscilan entre 73 y 74 GPa lo cual es evidente del endurecimiento por el tiempo de molienda. Estos resultados se encuentran por arriba del módulo de Young del aluminio (70.3 GPa) encontrado en la literatura [7]. Los resultados de la dureza obtenidos por nanoindentación se presentan en la Fig. 2(c). La dureza promedio incrementa al aumentar el tiempo de molienda. Para 5h de molienda el nanocompósito con adición de 1.2% e.p. de Si presenta un incremento de la dureza en comparación con el nanocompósito con adición de 1.5% e.p. de Si. También se puede apreciar que la muestra que otorgó mejor dureza fue la aleación Al-Zn con 1.2% e.p. de Si con 10h de molienda.

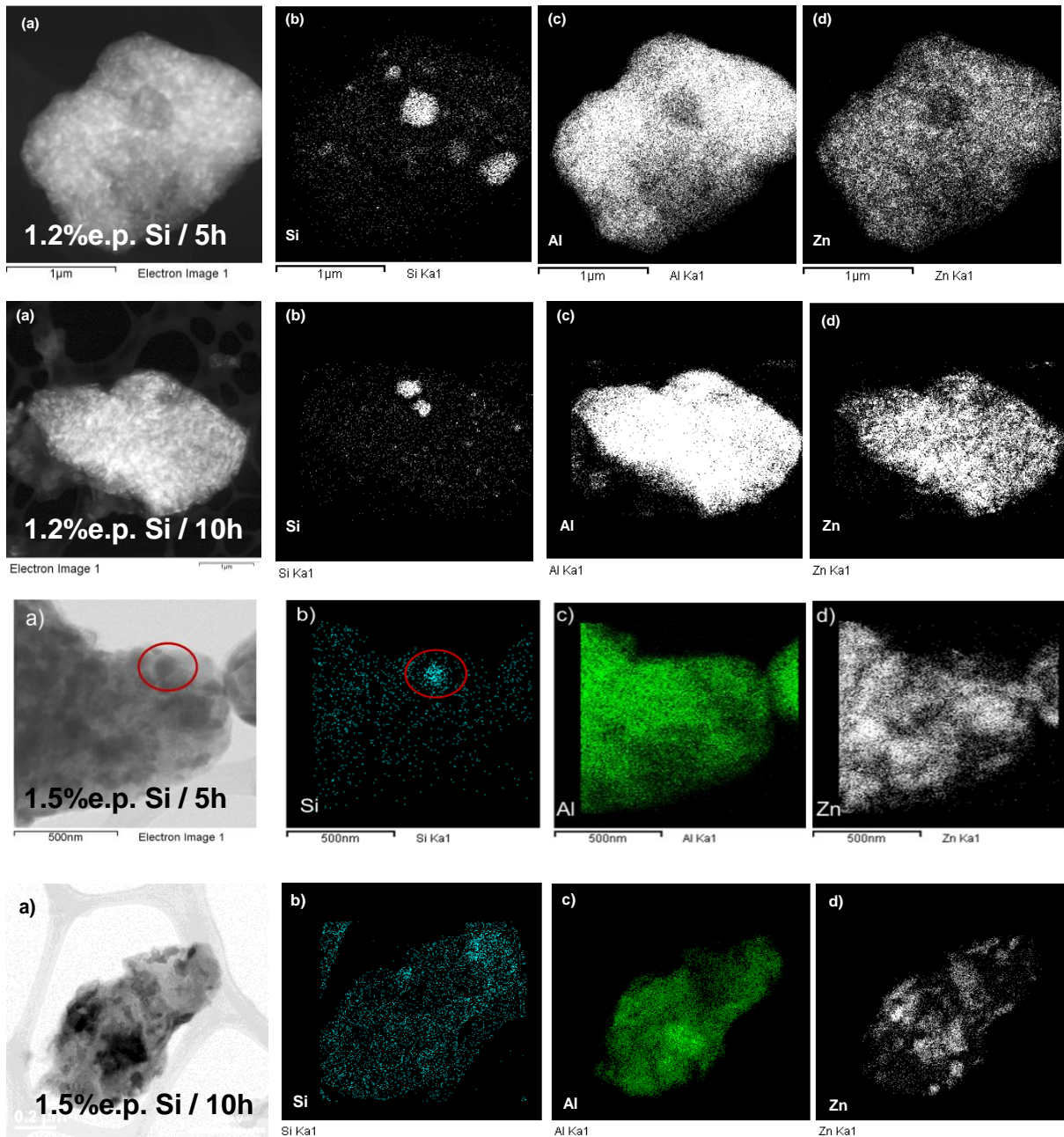


Fig. 1. Mapas de distribución elemental de nanocompuestos Al-Zn-Si producidos por molienda mecánica durante 5 y 10 horas.

Con este trabajo se logró la modificación microestructural de las aleaciones Al-Zn por la incorporación y dispersión de Si NP, los nanocompuestos investigados tienen aplicaciones potenciales para la fabricación de recubrimientos formables sobre láminas de acero, ésta parte de la investigación se está desarrollando actualmente.

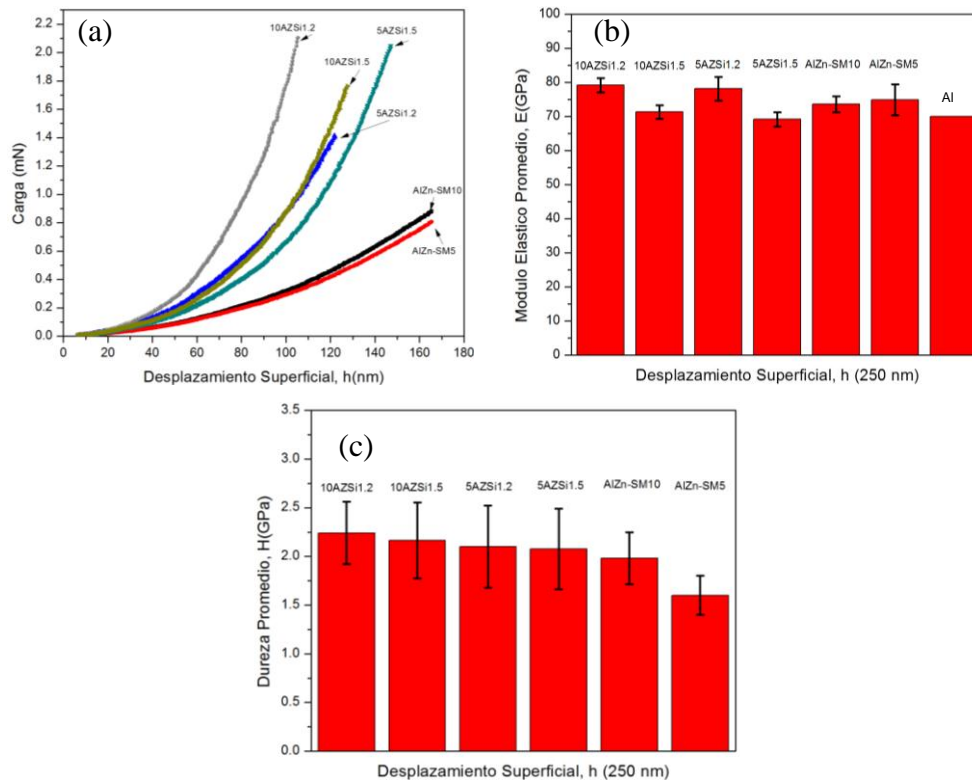


Fig. 2. Propiedades mecánicas de los nanocompuestos Al-Zn-Si fabricados (a) Curvas de nanoindentación carga-profundidad, (b) Variación del módulo elástico y (c) Dureza promedio.

4. CONCLUSIONES

Los nanocompuestos Al-Zn-Si han sido producidos por la incorporación y dispersión de nanopartículas de Si a la matriz metálica Al-Zn por aleado mecánico. El módulo de elasticidad se incrementa por la presencia de Si NP alcanzando mejores resultados con 1.2% e.p. Con concentraciones superiores a 1.2% e.p. se supera un límite de saturación del Si en la matriz metálica disminuyendo ligeramente las propiedades mecánicas. La dureza aumentó con el tiempo de molienda y la dispersión de las nanopartículas de Si presentando mejores propiedades que las aleaciones Al-Zn sin adición de nanopartículas. Sin embargo se requiere complementar el estudio con otros porcentajes de Si adicionado.

5. REFERENCIAS

- [1] Dong YANG, Jianshe CHEN, Qing HAN, Kuiren LIU. Effects of lanthanum addition on corrosion resistance of hot-dipped galvalume coating. *Journal of Rare Earths*, Volume 27, Issue 1, (2009) 114-118

- [2] E. Palma, J. M. Puente, M. Morcillo. The atmospheric corrosion mechanism of 55%Al–Zn coating on steel. *Corrosion Science*, Volume 40, Issue 1 (1998) 61–68
- [3] J.H. Selverian, A.R. Marder, and M.R. Notis: *Metall. Trans. A*, 19A (1998) 1193–1203
- [4] R.Y. Chen and D.J. Willis. The Behavior of Silicon in the Solidification of Zn55Al1.6Si, *Metallurgical and Materials Transactions* 36A (2005) 117–128
- [5] A. Arizmendi M., et. al.; *Materials Science Forum* Vol. 442 (2003) 43–48
- [6] 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 (1992) 1564–1583
- [7] M.A. Meyers, K.K. Chawla, *Mechanical Behavior of Materials*, 2nd ed., Cambridge University Press, Cambridge, UK, 2009.114



Facultad de Metalurgia U.A. de C.
Altos Hornos de México S. A. B. de C.V.

Otorgan el Presente:

Reconocimiento

*S. García-Villarreal, A. Arizmendi-Morquecho,
C. Leyva, A. Hurtado, A. Chaves-Valdez*

A:

Por su Conferencia " CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL Y MECÁNICA DE UN NANOCOMPÓSITO ALZnSi FABRICADO POR ALEADO MECÁNICO " presentada en:
V CONGRESO INTERNACIONAL DE METALURGIA Y MATERIALES

Monclova, Coahuila Mex. 28 de Septiembre de 2011.

M.C. Ma. Gloria Rosales Sosa
Directora de la Facultad de Metalurgia

