

Estructura y propiedades del material compuesto de base cobre reforzado con partículas intermetálicas de TiB_2 .

M. López J.*, C. Camurri*, V. Vergara*, D. Corredor, J. Jiménez **

*Universidad de Concepción, Departamento Ingeniería Metalúrgica,

Ed. Larenas 270, Concepción, Chile.

Tel.: 56/41/204241, Fax: 56/41/243418

e-mail: marlope@udec.cl.

**Centro de Investigaciones Metalúrgicas (CENIM), CSIC,

Av. Gregorio del Amo 8-28040, Madrid, España.

(Ponencia presentada al evento “Materiales 2002”, ISPJAE, Ciudad de la Habana, Septiembre 2002).

Resumen.

Se estudió las propiedades mecánicas y eléctricas de la aleación compuesta de base cobre reforzada mediante la dispersión de cerámicas intermetálicas TiB_2 . La mezcla mecánica cobre-cerámica, se obtuvo aleando cobre en polvo de tamaño 140 μm con 1% y 2% de TiB_2 en volumen, además de dispersante en un molino planetario de inoxidable martensítico de alta energía, con moliendas de 12 y 36 horas en atmósfera de argón y razón de carga bolas/masa en polvo de 10:1. La consolidación del aleado en polvo se realizó en dos etapas. Primeramente, se compactó uniaxialmente a 650°C y 90MPa de presión en atmósfera de argón durante 2 horas. Finalmente el compacto se laminó en caliente a 800°C con un 20% de reducción de área.

El objetivo del estudio, es investigar la evolución de las propiedades mecánicas y eléctricas asociadas a los cambios microestructurales producidos por el proceso de compactación y laminación en caliente.

Se constató que el proceso de laminación en caliente actúa como un tratamiento de precipitación de fases frágiles, que disminuyen la dureza y la resistencia a la tracción sin aumentar la ductilidad de los compactos. Cuando la compactación uniaxial es uniforme, el laminado en caliente posterior puede obviarse, obteniendo aleaciones con mejores propiedades mecánicas en desmedro de las eléctricas. La caracterización microestructural realizada con TEM y Microsonda electrónica WDX, confirma que las cerámicas de TiB_2 dispersadas son estables y no se descomponen en otros compuestos intermetálicos con el cobre en el rango de los 800°C. Microanálisis con TEM muestran la precipitación de fases frágiles del tipo Sigma (σ) provenientes de la contaminación de los medios de molienda.

Palabras claves: Aleación de cobre, propiedades mecánicas, microestructura, laminado en caliente.

1. Introducción.

Muchas de las piezas y pequeños componentes empleados en la industria automotriz y en la industria eléctrica y electrónica, son fabricados en serie por la vía pulvimetalúrgica y no por las técnicas tradicionales como fundición, forja y por arranque de virutas [1, 2, 3].

Hoy en día, con el propósito de extender y buscar nuevas aplicaciones industriales para el metal cobre, es que el Departamento de Ingeniería Metalúrgica de la Universidad de Concepción, viene estudiando el desarrollo de nuevas aleaciones de base cobre endurecidas por dispersión de cerámicas mediante el proceso de aleado mecánico. Durante la molienda mecánica, las partículas de cobre en contacto con las

cerámicas se fracturan en una secuencia repetitiva con la formación de una mezcla mecánica de partículas de tamaño nanométrico. Las cerámicas empleadas en la obtención de aleaciones compuestas, son carburos de Cromo, Boro y Circonio, algunos boruros de Titanio, Circonio y Cromo, además de otros nitruros[4,5,6,7,8].

La consolidación de los polvos aleados previamente caracterizados, puede efectuarse mediante diversos procesos, tales como: compactación uniaxial o de acción múltiple y posterior sinterización, compactación isostática en frío y sinterización, extrusión en caliente, compactación isostática en caliente, laminación y otros. La limitación económica que impone el costo de un equipo HIP y de Extrusión, ha motivado desarrollar el proceso de consolidación por una vía alternativa fácil y

factible de realizar en forma experimental e industrial. El proceso de consolidación consiste en una compactación uniaxial en caliente a 650°C, seguido de un laminado en caliente a 800°C [9,10].

El objetivo de la investigación desarrollada, es el de estudiar la evolución de las propiedades mecánicas y eléctricas asociadas a los cambios microestructurales producidos por el proceso de compactación y laminación en caliente. Otros trabajos con el uso de carburos como cerámicas, han revelado que la temperatura del proceso de consolidación es relevante en la estabilidad de las fases dispersas presentes y por ende en las propiedades mecánicas de los compósitos de base cobre.

2. Procedimiento experimental.

Polvos de cobre de tamaño medio de 140µm, se alearon mecánicamente con boruro de Titanio (TiB₂) en 1 y 2% en volumen en un molino Planetario de alta energía. Se usaron contenedores de acero inoxidable martensíticos, con tiempos de molienda de 12 y 36 horas en atmósfera de argón y razón de carga bolas/masa polvo de 10:1, como dispersante se utilizó un 3% volumen de Ehtylen-Glycol. Los polvos aleados, se compactaron a 650°C en una matriz partida utilizando una máquina Instron con una presión de 90 MPa aplicada durante 2 horas bajo atmósfera de argón. Con la finalidad de reducir la fricción en las paredes de la matriz y algo entre las partículas, se utilizó 1% de estearato de Zinc. Se obtuvo compactos de 30 x 10mm y 10mm de altura, los que posteriormente fueron laminados en caliente a 800°C previo calentamiento a 850°C, con 20% de reducciones de área, empleando una velocidad de deformación promedio de 5 seg⁻¹. La caracterización mecánica de los compactos, antes y después de la laminación, se efectuó mediante ensayos de dureza y de tracción a temperatura ambiente, utilizando probetas planas de 10 mm² de sección transversal y 10mm de longitud de referencia, traccionadas con una velocidad de 10⁻³ seg⁻¹.

La caracterización microestructural de los compactos, se realizó con Microscopía Óptica y Electrónica de Transmisión (TEM), Barrido SEM y Microsonda Electrónica (WDX). Finalmente, se evaluó la conductividad eléctrica mediante medición de resistividad eléctrica con Puente Kelvin.

3. Resultados.

Los resultados de la caracterización mecánica y eléctrica de las dos aleaciones en polvo consolidadas mediante el proceso anterior descrito, se muestran en la tabla 1. En forma comparativa, se muestran los resultados para el cobre puro.

Se observa que un contenido mayor de cerámica en el aleado, provoca un aumento de la resistencia, pero reduce considerablemente la ductilidad y la conductividad eléctrica. De acuerdo con los resultados, la respuesta más satisfactoria como aleación, responde a aquella con 1% de Cerámica y en la condición con y sin laminar. Aparentemente, un tiempo mayor de molienda a 36 horas, con una reducción del tamaño de las partículas aleadas en polvo, produce una disminución de todas las propiedades, que se atribuye a una mayor contaminación por Fe y Cromo, provenientes de los medios de molienda utilizados.

El análisis cuantitativo realizado mediante microsonda electrónica, se muestra en las figuras 1, 2 y 3. La figura 1, corresponde a una imagen BEI con aumento de X1000 realizado a la aleación Cu-TiB₂ (1%). Se observa la presencia de dos fases: una fase oscura y otra clara. La fase clara corresponde al corazón de la partícula de cobre, donde la molienda mecánica no fue tan efectiva y por lo tanto está menos contaminada. Las figuras 2 y 3, corresponden a imágenes de R-X para los elementos Ti y Fe barridos sobre la imagen de la figura 1.

Tabla 1. Propiedades Mecánicas y Eléctricas.

Aleación	Proceso	M. M. Horas	S _{max} MPa	Dureza HRb	% Alarg.	Resist. mW cm	Conduc. %IACS
Cu-TiB ₂ (1%)	Sin laminar	12	445	81,7	1,26	4,92	35,1
Cu-TiB ₂ (1%)	20% Red.	12	559	90,2	4,74	4,15	41,5
Cu-TiB ₂ (1%)	20% Red.	36	318	100,8	--	4,96	34,8
Cu-TiB ₂ (2%)	20% Red.	12	384	78,7	1,05	5,92	31,4
Cu-TiB ₂ (2%)	Sin laminar	36	391	103,2	0,82	4,32	39,7
Cu Puro	Laminado	--	216	28,0	63,0	1,724	101

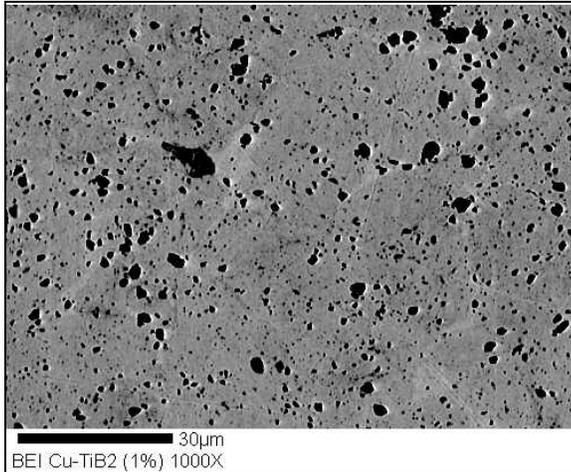


Figura 1. X1000 Fotomicrografía BEI del compuesto Cu-TiB₂ (1%) con 12 horas de molienda. Se observan cerámicas y partículas base Hierro. Fases claras son ricas en Cobre.

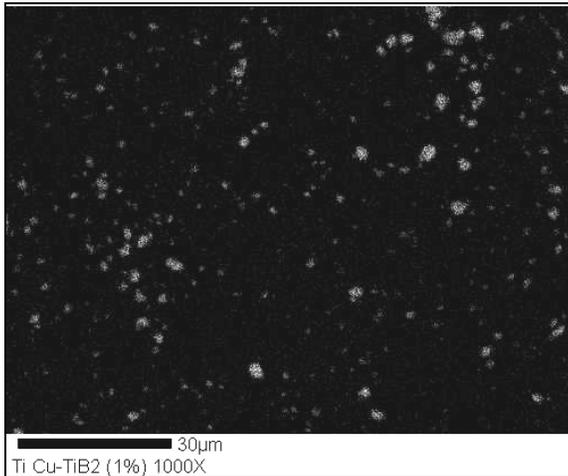


Figura 2 Imagen de barrido de R-X para Ti

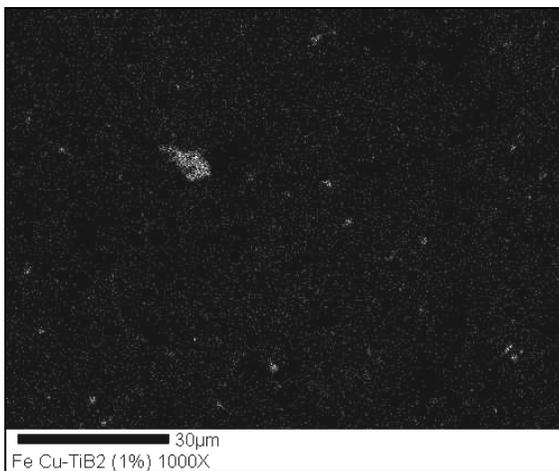


Figura 3. Imagen de Barrido de R-X para Fe.

Las partículas negras indicadas con flechas en figura 1, denotan que se produce una contaminación por Fe, como consecuencia del desgaste de los medios de molienda utilizados. Al superponer las dos imágenes de R-X, se observa que algunos cerámicos aparentan estar combinados con Hierro, lo que sugiere una cierta reactividad entre ambas partículas.

La tabla 2, muestra los % de impurezas y cobre total presentes en la fase clara y en la fase oscura.

Tabla 2. Impurezas (%) en Compacto Cu-TiB₂ (1%)

Elemento	Fase Oscura	Fase Blanca
Cobre	101,61	103,65
Hierro	1,7957	0,5059
Cromo	0,1854	0,0547

La caracterización microestructural TEM realizada a compósitos con diferentes % de TiB₂ y horas de molienda, se muestran en las imágenes TEM y los correspondientes espectros EDS realizados sobre partículas específicas observadas.

En la caracterización TEM de otros compósitos Cu-Cerámicas^[8], es usual observar pequeñas partículas redondas negras de tamaño del orden de 100nm, que corresponden a precipitados de fase Sigma 'σ'. Esta fase rica en Fe y Cr, es consecuencia de un proceso de descomposición, difusión y precipitación de las partículas de acero que provienen del desgaste de los medios de molienda.

La imagen TEM de la figura 4, corresponde a una imagen en campo oscuro tomada a la aleación Cu-TiB₂ (1%) con 36 horas de aleado y sin laminar. Las partículas blancas corresponden a partículas de base titanio, donde sus Imagen de Difracción de anillos tomada sobre las partículas, se muestra en la figura 5. Cuando se le compara con la imagen DIFF de la figura 6, tomada a la base que corresponde mayoritariamente a cobre, se puede establecer la diferencia de sus anillos. La figura 5, corresponde a una mezcla de solución sólida de cobre y con precipitados de base titanio combinado a Hierro y Boro. En las figuras 7 y 8, se muestran los espectros EDS realizados sobre las partículas de TiB₂ y algunos otros precipitados adyacentes. En el espectro EDS 1 de la figura 7, se observa la presencia de boro asociado al Hierro. En el espectro EDS 2 de la figura 8, se observa la presencia de Ti asociado a cromo y algo de hierro. Los dos espectros sugieren que la cerámica de TiB₂, no es estable cuando se le calienta en el rango de los 650°C y sufre una descomposición en presencia de partículas de Fe-Cr presentes, las cuales a 650°C, están en solución sólida y favorecerían el proceso de difusión.

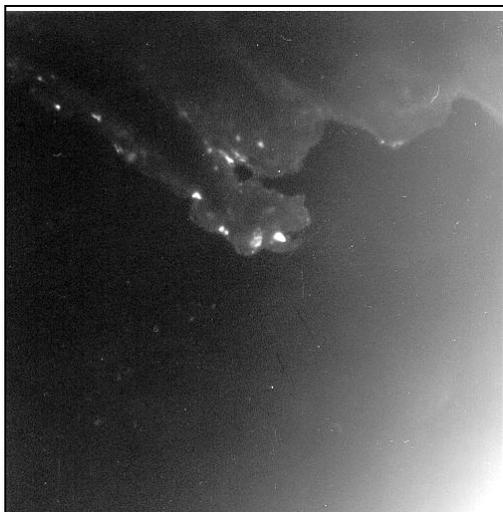


Figura 4. Imagen de campo obscuro para Cu-TiB₂ (1%) y 36 hrs. M. M. Puntos blancos corresponden a partículas base Ti

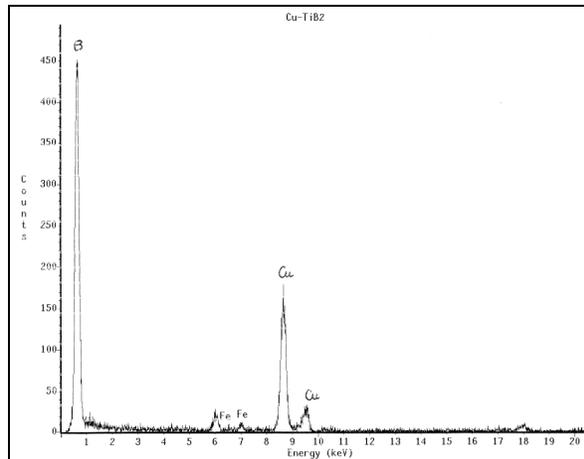


Figura 7. Imagen de espectro EDS sobre partículas de Titanio en figura 4.



Figura 5. Imagen de Difracción, sobre partículas de Titanio de figura 4.

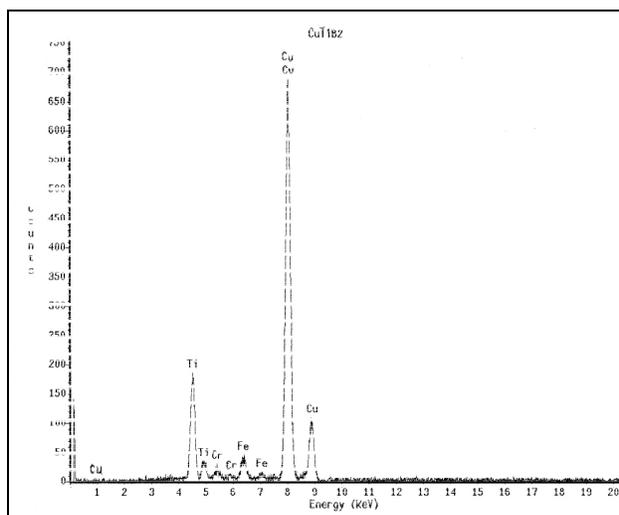


Figura 8. Imagen de espectro EDS sobre partículas de Ti en figura 4.

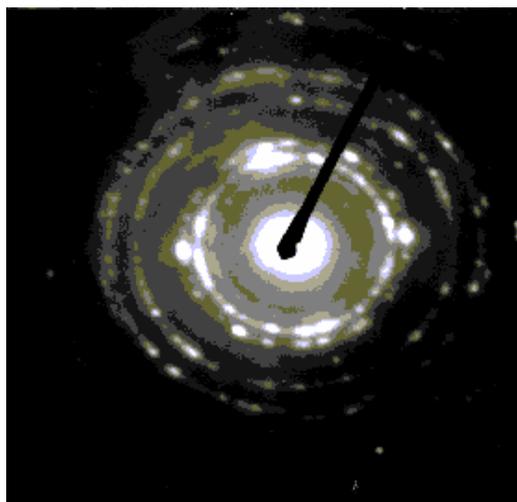


Figura 6. Imagen de Difracción sobre base Cobre en figura 4.

4. Conclusiones.

Las propiedades mecánicas y eléctricas obtenidas, son suficientes para estudiar la factibilidad de desarrollar la aleación Cu-TiB₂ (1%) en forma masiva, como un material base para algunos contactores eléctricos.

La fragilidad que presenta la aleación, debe ser minimizada y por lo tanto se sugiere continuar el estudio de la aleación con otras temperaturas y tiempos de compactación, además de tratamientos térmicos de disolución y enfriamientos rápidos, que permitan reducir la reacción entre cerámicas y partículas contaminantes.

5. Agradecimientos.

Los autores agradecen a la Comisión Nacional de Investigación en Ciencia y Tecnología de Chile (CONICYT) por proporcionar el aporte financiero para la realización del trabajo, bajo el Proyecto Fondecyt N° 1000476. Asimismo, a los Laboratorios del CENIM por la realización de compactaciones mediante HIP.

6. Bibliografía.

1. J. Hirschhorn. Introduction to powder metallurgy. American Powder Institute, 1969.
2. R. German. Powder metallurgy science. Pennsylvania State University, 1997.
3. V. Dovydenkov and E. Shalunow. Experience of production and use of precipitation strengthened copper base materials made by mechanical alloying. P. Metallurgy World Congress 1998, Vol. 1 EPMA, pp. 372-377.
4. V. Vergara, M. López, R. Benavente, C. Camurri. Dispersion strengthened copper made by mechanical alloying with ceramic powders. PM 98 Powder Metallurgy World Congress and Exhibition, Granada, España, Vol. 1, 341-348, 1998.
5. M. López, V. Vergara, R. Benavente, B. Cartes. Structure and properties of copper mechanically alloyed with ceramic powders. Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials, 1, 1-141, 1999.
6. V. Vergara, M. López, C. Camurri, B. Cartes. Attainment and characterization of copper alloys by mechanical milling using chromium compounds. Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials, 1, 1-151, 1999.
7. V. Vergara, M. López, C. Camurri, B. Cartes, J. Jiménez. Application of mechanical alloying processing to the formation of copper-carbide alloys. Copper'99 Phoenix, USA, 303-310, 1999.
8. M. López, V. Vergara, C. Camurri, J. Jiménez. Preliminary evaluation of dispersion strengthened Copper-B₄C alloy. Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials, 2001.
9. C. Camurri, M. López, V. Vergara, J. Inostroza, J. Jiménez. Copper Cu-B₄C composites prepared by mechanical alloying and hot pressing and rolling or hot isostatic pressing. PM 2001 European Congress and Exhibition on Powder Metallurgy, Niza, Francia, 2001.
10. C. Camurri, M. López, J. Inostroza, M. Guzmán, J.A. Jiménez. Efecto de un laminado en caliente en la evolución de las propiedades mecánicas de aleaciones base cobre endurecidas por dispersión y compactadas en caliente. VII Congreso Nacional de Propiedades Mecánicas de Sólidos, Granada 2002, España, pp. 71-75.

Structure and properties of copper base reinforced with intermetallic particles of TiB₂ material.

Abstract

In this paper an analysis of mechanical and electric properties of copper base reinforced alloy by means of dispersion of TiB₂ intermetallic ceramic is carried out. The copper-ceramic mechanical mixture was obtained alloying powdered copper of 140 mm size with 1% and 2% of TiB₂ in volume, disperse in a planetary mill of martensitic stainless of high energy, with 12 and 36 hours milling in argon atmosphere using reason of bolts/mass load in 10:1 powder. The powdered alloy consolidation was carried out in two stages.

The objective of the study, is to investigate the evolution of mechanical and electric properties associated to microstructure changes taken place by compactacion process and hot lamination.

Key words. Copper alloy, mechanical properties, microstructure, hot rolling.