

UNIVERSIDAD DE CHILE FACULTAD DE CIENCIAS FÍSICAS Y MATEMÁTICAS DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA MECÁNICA

CREEP DE COMPUESTOS DE A16061/NANO A12O3 FABRICADOS POR PROCESO DE STIR CASTING

MEMORIA PARA OPTAR AL TÍTULO DE INGENIERO CIVIL MECÁNICO

ELISEO ANTONIO CANEO CARTAGENA

PROFESOR GUÍA: ALI AKBARI FAKHRABADI

MIEMBROS DE LA COMISIÓN: RODRIGO PALMA HILLERNS RODRIGO ESPINOZA GONZÁLEZ

> SANTIAGO DE CHILE 2017

RESUMEN DE LA MEMORIA PARA OPTAR AL TÍTULO DE: Ingeniero Civil Mecánico POR: Eliseo Antonio Caneo Cartagena FECHA: 04/05/2017 PROFESOR GUÍA: Ali Akbari Fakhrabadi

CREEP DE COMPUESTOS DE Al6061/NANO Al2O3 FABRICADOS POR PROCESO DE STIR CASTING

El aluminio y sus aleaciones son materiales con una elevada demanda en los campos industrial, aeroespacial y automotriz, debido a su amplia variedad de propiedades mecánicas y sobre todo por su elevada proporción de resistencia-peso, y gran resistencia a la corrosión. Para mejorar aún más las propiedades de estos materiales, se han creado los materiales compuestos de matriz metálica, los cuales tienen excelentes propiedades mecánicas y por lo tanto motiva su investigación.

El objetivo general de este trabajo es estudiar el efecto de la cantidad de refuerzo de Al_2O_3 sobre el creep y módulo elástico, en una matriz de aluminio 6061. También, se busca medir los términos del exponente del esfuerzo (n) y la energía de activación (Q) de la ecuación fundamental del creep.

Para llevar esto acabo, se tienen muestras del compuesto con distintos porcentajes de Al_2O_3 como refuerzo. Luego, se implementa la técnica de creep por impresión con el fin de aprovechar las ventajas de este en comparación al creep por compresión. Las ventajas radican principalmente en la optimización del uso del material y en la disminución de error en los resultados.

Se realizan análisis de vibraciones mediante excitación por impulso. A continuación, se realizan tratamientos térmicos de endurecimiento por solución y envejecimiento, y en paralelo se hacen mediciones de dureza Vickers después de cada uno de estos tratamientos.

Se realizan ensayos de creep a temperaturas entre los 220°C y 280°C a diferentes esfuerzos constantes, para obtener varias curvas características de estas y mejorar el análisis de las mismas.

Los resultados muestran que el refuerzo de alúmina aumenta el módulo de elasticidad de estas, obteniéndose valores cercanos a los 63 [GPa]. No se comprueba una relación lineal directa entre la cantidad de refuerzo con la deformación en creep y módulo elástico. Se incorpora el término de umbral de tensión que ayuda a explicar los mecanismos de creep existentes en los MMC de forma análoga a las aleaciones sólidas.

Finalmente en los ensayos de creep, las muestras se comportan como si fuesen aleaciones de solución sólida. No se encuentra un valor certero para n ni Q debido a errores en mediciones, pero se logra ver una leve tendencia del mecanismo de creep por deslizamiento viscoso de dislocaciones.

Dedicatoria

A todos los que me tuvieron fe, ya sea harta o poca y en especial a mi familia, a mi polola y a su familia.

Agradecimientos

Gracias a mis profesores guías que me ayudaron lo suficiente como para llevar a cabo este trabajo y gracias también a Hugo que me ayudó siempre con las máquinas en Molina.

Agradecimientos especiales a todos los que alguna vez trabajaron, estudiaron o simplemente compartieron conmigo durante la carrera, en especial a la gente del DIMEC.

Tabla de Contenido

1	In	trodu	icción	1
	1.1	Obj	etivos	1
	1.	1.1	Objetivo General	1
	1.	1.2	Objetivos Específicos	1
	1.2	Alc	ances	2
2	Μ	letod	ología	3
	2.1	Para	ámetros	3
	2.	1.1	Parámetros de tratamientos térmicos	3
	2.	1.2	Parámetros de creep	4
	2.	1.3	Parámetros de dureza	5
	2.2	Res	puestas	5
	2.3	Car	acterización	5
	2.	3.1	Microdureza	5
	2.4	Equ	ipos	5
3	A	ntece	edentes	6
	3.1	Pro	ceso de Stir Casting	6
	3.2	Mó	dulo de elasticidad	6
	3.3	Mee	canismos de endurecimiento	8
	3.	3.1	Endurecimiento por dispersión	8
	3.4	Terr	mofluencia (creep)	9
	3.	4.1	Creep por dislocaciones1	1
	3.	4.2	Creep por difusión1	2
	3.5	Cree	ep por impresión1	2
	3.6	Trat	tamientos térmicos1	3
	3.	6.1	Endurecimiento por solución1	3
	3.	6.2	Endurecimiento por envejecimiento1	4
	3.7	Dur	eza y microdureza1	6
4	R	esulta	ados1	8
	4.1	Pro	cedimiento experimental1	8
	4.	1.1	Materiales utilizados1	8
	4.	1.2	Análisis de vibraciones1	8

4.1.3	Tratamientos térmicos y mediciones de microdureza18
4.1.4	Ensayos de creep19
4.2 Re	sultados del análisis de vibraciones19
4.3 Re	sultados de microdurezas20
4.4 En	sayos de creep20
4.4.1	Creep Al6061/ Nano Al203 0%21
4.4.2	Creep Al6061/ Nano Al203 0,3%23
4.4.3	Creep Al6061/ Nano Al203 0,5%25
4.4.4	Creep Al6061/ Nano Al2O3 0,7%27
4.4.5	Creep Al6061/ Nano Al2O3 0,9%
5 Discu	sión
5.1 M	ódulo de elasticidad32
5.2 En	sayos de creep
5.2.1	Análisis Al6061/ Nano Al2O3 0,3%
5.2.2	Análisis Al6061/ Nano Al2O3 0,5%
5.2.3	Análisis Al6061/ Nano <i>Al2O</i> 3 0,7%
6 Conc	lusiones41
7 Biblio	ografía42
8 Anex	os44
Anexo A:	Curvas obtenidas por extrapolación lineal para estimación de σ 044

Índice de Tablas

Tabla 2.1: Parámetros de creep para muestras con 0% de Al2O3	4
Tabla 2.2: Parámetros de creep para muestras con 0,3% de Al2O3	4
Tabla 2.3: Parámetros de creep para muestras con 0,5% de Al2O3	4
Tabla 2.4: Parámetros de creep para muestras con 0,7% de Al2O3	4
Tabla 2.5: Parámetros de creep para muestras con 0,9% de Al2O3	4
Tabla 4.1: Valores de módulos de elasticidad para muestras con 0% de alúmina	19
Tabla 4.2: Valores de módulos de elasticidad para muestras con 0,3% de alúmina	19
Tabla 4.3: Valores de módulos de elasticidad para muestras con 0,5% de alúmina	19
Tabla 4.4: Valores de módulos de elasticidad para muestras con 0,7% de alúmina	19
Tabla 4.5: Valores de módulos de elasticidad para muestras con 0,9% de alúmina	20
Tabla 4.6: Módulo de elasticidad promedio para cada tipo de muestra	20
Tabla 4.7: Valores de dureza Vickers tras los tratamientos térmicos	20
Tabla 4.8: Valores de dureza Vickers tras el tratamiento de sobre-envejecimiento	21
Tabla 4.9: Datos de los ensayos de creep para Al6061/ Nano Al2O3 0%	23
Tabla 4.10: Datos de los ensayos de creep para Al6061/ Nano Al2O3 0,3%	25
Tabla 4.11: Datos de los ensayos de creep para Al6061/ Nano Al2O3 0,5%	27
Tabla 4.12: Datos de los ensayos de creep para Al6061/ Nano Al2O3 0,7%.	29
Tabla 4.13: Datos de los ensayos de creep para Al6061/ Nano Al2O3 0,9%.	31
Tabla 5.1: Resumen de valores calculados de σ 0 para muestras con 0,3% de alúmina	35
Tabla 5.2: Resumen de valores calculados de σ 0 para muestras con 0,5% de alúmina	37
Tabla 5.3: Resumen de valores calculados de σ 0 para muestras con 0,7% de alúmina	39

Índice de Figuras

Figura 2.1: Diagrama de flujo de la metodología3
Figura 3.1: Esquema del proceso de stir casting [2]6
Figura 3.2: Esquema del método de excitación por impulso8
Figura 3.3: Curva representativa del creep9
Figura 3.4: Curva de deformación v/s esfuerzo10
Figura 3.5: Curva de deformación v/s recíproco de la temperatura11
Figura 3.6: Mecanismo de creep por dislocaciones [7]12
Figura 3.7: Esquema de creep por difusión [7]12
Figura 3.8: Esquema del mecanismo para ensayo de creep por impresión [9]13
Figura 3.9: Diagrama de fases para una aleación Al-Cu y las microestructuras que pueden desarrollarse durante un enfriamiento de aleación Al-4% Cu [10]14
Figura 3.10: (a) Un precipitado no coherente que no tiene relación con la estructura cristalina circundante de la matriz. (b) Precipitado coherente que muestra compatibilidad entre la estructura del precipitado y la estructura cristalina de la matriz [10]
Figura 3.11: Los tres pasos en el tratamiento térmico de endurecimiento por envejecimiento y las microestructuras que se producen [10]16
Figura 3.12: Efecto de la temperatura y tiempo de envejecimiento sobre el límite elástico de una aleación Al-4% Cu [10]16
Figura 4.1: Ensayos de creep para diferentes tipos de muestra donde se muestra la inestabilidad de estas
Figura 4.2: Creep de Al6061/ Nano Al2O3 0% a 220°C para distintos esfuerzos constantes22
Figura 4.3: Creep de Al6061/ Nano Al2O3 0% a 250°C para distintos esfuerzos constantes22
Figura 4.4: Creep de Al6061/ Nano Al2O3 0% a 280°C para distintos esfuerzos constantes23
Figura 4.5: Creep de Al6061/ Nano Al2O3 0,3% a 220°C para distintos esfuerzos constantes24
Figura 4.6: Creep de Al6061/ Nano Al2O3 0,3% a 250°C para distintos esfuerzos constantes24
Figura 4.7: Creep de Al6061/ Nano Al2O3 0,3% a 280°C para distintos esfuerzos constantes25
Figura 4.8: Creep de Al6061/ Nano Al2O3 0,5% a 220°C para distintos esfuerzos constantes26
Figura 4.9: Creep de Al6061/ Nano Al2O3 0,5% a 250°C para distintos esfuerzos constantes26
Figura 4.10: Creep de Al6061/ Nano Al2O3 0,5% a 280°C para distintos esfuerzos constantes27
Figura 4.11: Creep de Al6061/ Nano Al2O3 0,7% a 220°C para distintos esfuerzos constantes28
Figura 4.12: Creep de Al6061/ Nano Al2O3 0,7% a 250°C para distintos esfuerzos constantes28
Figura 4.13: Creep de Al6061/ Nano Al2O3 0,7% a 280°C para distintos esfuerzos constantes29

Figura 4.14: Creep de Al6061/ Nano Al2O3 0,9% a 220°C para distintos esfuerzos constantes30
Figura 4.15: Creep de Al6061/ Nano Al2O3 0,9% a 250°C para distintos esfuerzos constantes30
Figura 4.16: Creep de Al6061/ Nano Al2O3 0,9% a 280°C para distintos esfuerzos constantes31
Figura 5.1: Comparación de curvas de creep para distintas muestras a 405 [MPa] a 220°C33
Figura 5.2: Comparación de curvas de creep para distintas muestras a 315 MPa] y 250°C33
Figura 5.3: Velocidad de deformación versus esfuerzo aplicado en muestras con 0,3% de alúmina a diferentes temperaturas
Figura 5.4: Gráfico log-log de la velocidad de deformación versus el esfuerzo aplicado en muestras de 0,3% de alúmina
Figura 5.5: Gráfico log-log de la velocidad de deformación versus el esfuerzo efectivo aplicado en muestras de 0,3% de alúmina
Figura 5.6: Gráfico log-log de la velocidad de deformación versus el esfuerzo aplicado en muestras de 0,5% de alúmina
Figura 5.7: Gráfico de energía de activación Q para muestras de 0,5% de alúmina37
Figura 5.8: Gráfico log-log de la velocidad de deformación versus el esfuerzo efectivo aplicado en muestras con 0,5% de alúmina
Figura 5.9: Gráfico log-log de la velocidad de deformación versus el esfuerzo aplicado en muestras con 0,7% de alúmina
Figura 5.10: Gráfico de energía de activación Q para muestras de 0,7% de alúmina39
Figura 5.11: Gráfico log-log de la velocidad de deformación versus el esfuerzo efectivo aplicado en muestras con 0,7% de alúmina40

1 Introducción

Las aleaciones de aluminio son materiales de suma importancia para el sector industrial, aeroespacial y automotriz debido a su amplia variedad de propiedades mecánicas y sobre todo por su elevada proporción de resistencia-peso, además de tener una gran resistencia a la corrosión. Estas aleaciones se obtienen a partir de la aleación de aluminio con otros elementos como el zinc, magnesio, cobre o silicio, con el fin de mejorar la resistencia y dureza del aluminio. La aleación de aluminio 6061 tiene principalmente aluminio, magnesio y zinc, buenas propiedades mecánicas, y su uso es principalmente estructural.

Existen también los llamados materiales compuestos de matriz metálica (MMC), los cuales están constituidos por dos materiales disímiles; un metal o matriz y un reforzante que puede estar presente en fibras o partículas cerámicas o metálicas [1]. Los MMC presentan alta resistencia, rigidez y buena resistencia al desgaste, lo cual motiva a investigar cada vez más estos compuestos. Generalmente, las partículas de refuerzo que se utilizan mejoran la resistencia y dureza, a costa de disminuir la ductilidad. En los MMC, en aleaciones relativamente blandas como el aluminio, se pueden hacer altamente resistentes mediante la adición de partículas predominantemente duras, pero frágiles tales como, Al_2O_3 , SiC y B_4C .

En este trabajo las partículas de Al_2O_3 son el refuerzo presente en la matriz de aluminio 6061. La Al_2O_3 es el óxido cerámico más popular que se puede utilizar como refuerzo debido a su alta estabilidad a temperaturas elevadas que impiden su reacción con la matriz de Al6061.

Dado lo anterior, se busca investigar el efecto de la cantidad de refuerzo de Al_2O_3 sobre el creep y módulo elástico, en una matriz de aluminio 6061 fabricadas por el proceso de stir casting.

1.1 Objetivos

1.1.1 Objetivo General

El objetivo general es estudiar el efecto de la cantidad de refuerzo de Al_2O_3 sobre el creep y módulo elástico, en una matriz de aluminio 6061.

1.1.2 Objetivos Específicos

Los objetivos específicos son:

- Estudiar el efecto de la cantidad de refuerzo de nano-alúmina en la aleación de aluminio 6061 sobre el módulo de elasticidad, obtenido mediante excitación por impulso.
- Estudiar el efecto de la cantidad de refuerzo de nano-alúmina en la aleación de aluminio 6061 sobre su comportamiento en creep por impresión.
- Medir e interpretar el exponente del esfuerzo (n) y la energía de activación (Q).

1.2 Alcances

El presente estudio lleva acabo ensayos de creep a temperaturas desde 0,5 veces la temperatura de fusión del aluminio, para muestras de Al6061 con refuerzo de Al_2O_3 entre 0 a 0,9% del volumen total.

También se mide el módulo de elasticidad de estas muestras solo por el método de excitación por impulso.

2 Metodología

Se procede a realizar los ensayos de vibraciones mediante excitación por impulso, las muestras se apoyan sobre algodón para poder simular una configuración del sistema sin empotramiento alguno. Luego, se golpea la muestra para emitir vibraciones sonoras que son captadas por un micrófono cercano, el cual está conectado a un computador que adquiere y procesa los datos.

Se realizan tratamientos térmicos a todas las muestras. Se comienza con el tratamiento térmico de endurecimiento por solución, el cual requiere de un horno a 520°C, seguidamente se realizan mediciones de dureza Vickers. Luego, se hacen los tratamientos térmicos de endurecimiento por envejecimiento, los cuales requieren de un horno a 220°C. Nuevamente se mide la dureza Vickers.

Finalmente, se llevan a cabo los ensayos de creep, los cuales varían en esfuerzo y temperatura para así obtener distintas curvas de creep.



En la Figura 2.1 se muestra un diagrama de la metodología descrita anteriormente.

Figura 2.1: Diagrama de flujo de la metodología.

2.1 Parámetros

2.1.1 Parámetros de tratamientos térmicos

• Temperatura del horno para endurecimiento por solución: 520°C/90 min.

• Temperatura del horno para endurecimiento por envejecimiento: 220°C/45 min.

2.1.2 Parámetros de creep

En la Tabla 2.1 a la Tabla 2.5 se muestran los parámetros para los ensayos de creep de todas las muestras.

Temperaturas	220[°C]	250 [°C]	280 [°C]
Esfuerzo 1 [MPa]	288	288	243
Esfuerzo 2 [MPa]	297	297	252
Esfuerzo 3 [MPa]	315	315	270
Esfuerzo 4 [MPa]	405	-	288

Tabla 2.1: Parámetros de creep para muestras con 0% de Al_2O_3 .

Tabla 2.2: Parámetros de creep para muestras con 0,3% de Al_2O_3 .

Temperaturas	220[°C]	250 [°C]	280 [°C]	
Esfuerzo 1 [MPa]	405	270	225	
Esfuerzo 2 [MPa]	432	297	315	
Esfuerzo 3 [MPa]	468	315	342	

Tabla 2.3: Parámetros de creep para muestras con 0,5% de Al_2O_3 .

Temperaturas	220[°C]	250 [°C]	280 [°C]	
Esfuerzo 1 [MPa]	306	306	243	
Esfuerzo 2 [MPa]	315	315	270	
Esfuerzo 3 [MPa]	405	333	306	
Esfuerzo 4 [MPa]	432	-	315	

Tabla 2.4: Parámetros de creep para muestras con 0,7% de Al_2O_3 .

Temperaturas	220[°C]	250 [°C]	280 [°C]	
Esfuerzo 1 [MPa]	288	288	225	
Esfuerzo 2 [MPa]	315	297	288	
Esfuerzo 3 [MPa]	405	315	315	
Esfuerzo 4 [MPa]	432	-	-	

Tabla 2.5: Parámetros de creep para muestras con 0,9% de Al_2O_3 .

Temperaturas	220[°C]	250 [°C]	280 [°C]
Esfuerzo 1 [MPa]	288	288	243
Esfuerzo 2 [MPa]	297	297	252
Esfuerzo 3 [MPa]	315	315	270
Esfuerzo 4 [MPa]	405	-	288

2.1.3 Parámetros de dureza

Los ensayos de dureza Vickers se realizan con una dureza de 40 [HV], a una carga de 0,9 [N] y duración de 10 segundos (40 HV0.1/10).

2.2 Respuestas

Durante este trabajo se controlan las siguientes variables:

- Frecuencia natural de muestras sometidas a test de impacto.
- Microdureza de muestras sometidas a tratamientos térmicos.

2.3 Caracterización

2.3.1 Microdureza

Se realizan mediciones de dureza a las muestras después de cada tratamiento térmico.

2.4 Equipos

Los principales equipos para llevar acabo las experiencias son:

- Micrófono (Laboratorio de Vibraciones del Departamento de Ciencias de los Materiales)
- Horno Naberthem (Laboratorio de Tratamientos Termomecánicos del Departamento de Ciencias de los Materiales)
- Horno BTC-7100 (Laboratorio de Tratamientos Termomecánicos del Departamento de Ciencias de los Materiales)
- Equipo para ensayos de dureza Struers modelo Duramin (Laboratorio de Metalografía y Microdureza del Departamento de Ciencias de los Materiales)
- Máquina universal Instron para ensayos de creep (Taller del Departamento de Ingeniería Mecánica).

3 Antecedentes

3.1 Proceso de stir casting

El proceso de stir casting (agitación mecánica) es la técnica más sencilla para la producción de metales semi-sólidos y composites. Aunque no ha llegado a ser una técnica popular para la fabricación de lingotes, es empleada como una aproximación económica para la producción en masa de partes en las industrias automotriz y electrónica.

El stir casting se fundamenta en la agitación de la aleación mediante agitadores de paletas, hélices o rotores cilíndricos. En ella el material es fundido y llevado hasta una temperatura superior a la temperatura de *líquidus* para introducir un agitador. Posteriormente, durante la solidificación incompleta hasta el intervalo de semi-sólido, seguida de un sostenimiento isotérmico, el material es agitado vigorosamente hasta conseguir la deseada transformación de microestructura.

En particular sobre el stir casting es posible resaltar las siguientes ventajas; reducción de rutas de proceso, uso a nivel experimental y extensión a la fabricación de metales reforzados [2].

En la Figura 3.1 se muestra un esquema del proceso por stir casting.



Figura 3.1: Esquema del proceso de stir casting [2].

3.2 Módulo de elasticidad

El módulo de Young o módulo de elasticidad (E) es un parámetro que caracteriza el comportamiento de un material elástico según la dirección en la que se aplica una fuerza. Este módulo mide la resistencia de un material a la deformación elástica; materiales con bajo módulo tienden a ser más flexibles cuando están bajo alguna carga, a veces esto es deseable dependiendo de la estructura a diseñar y función de esta, por ejemplo, muelles y amortiguadores, sin embargo, en la mayoría de las ocasiones, se requiere que este módulo sea alto, sobre todo en aplicaciones mecánicas [3].

Para un material elástico, lineal e isótropo, el módulo de Young tiene el mismo valor para una tracción que para una compresión, siendo una constante independiente del esfuerzo siempre que no exceda de un valor máximo denominado límite elástico, el cual es siempre mayor que cero.

El módulo también se refleja con la frecuencia natural de vibración de una estructura. Si se tiene una viga con un bajo módulo, entonces este tendrá una menor frecuencia natural en comparación con otra de mayor módulo.

Existen varias formas para medir el módulo de elasticidad, una de estas (y de las mejores formas) es el método de excitación por impulso. Este método consiste en golpear ligeramente una barra para producir vibraciones que son detectadas por un transductor (Figura 3.2), las cuales se convierten en señales eléctricas para que estas frecuencias de resonancia se puedan leer.

El siguiente modelo se conoce como la barra de Euler-Bernoulli, el cual se consideran los siguientes supuestos [4]:

- Largo uniforme.
- Material lineal, isotrópico y elástico sin cargas axiales.
- Las secciones planas se mantienen planas.
- El plano de simetría de la barra es también el plano de vibración, de manera que la rotación y la traslación están desacopladas.
- La inercia rotacional y la deformación por corte se pueden despreciar.

Dado lo anterior, mediante la ecuación (3.1) se puede calcular el módulo de elasticidad para una barra de sección rectangular [4]:

$$E = \frac{4\pi^2 L^4 \omega^2 \rho A}{\beta^4 I} \tag{3.1}$$

Donde:

- *L*: Es el largo de la barra [m].
- ω : Frecuencia natural [Hz]
- ρ : Densidad [kg/m^3].
- A: Área de la sección transversal $[m^2]$.

 β : Parámetro adimensional dependiente de la configuración del sistema¹.

¹ Para el primer y segundo modo de vibración, con una configuración del sistema sin empotramiento, se tiene que el valor de β es 4,7300 y 7,8532 respectivamente.

I: Momento de inercia de la barra $[m^4]$.



Figura 3.2: Esquema del método de excitación por impulso².

3.3 Mecanismos de endurecimiento

La deformación plástica en metales cristalinos se produce principalmente por el movimiento de dislocaciones, en otras palabras, *la capacidad de un metal para deformarse plásticamente depende de la capacidad de las dislocaciones para moverse* [5]. La resistencia mecánica del metal se puede aumentar si se impide el movimiento de estas dislocaciones, esto es, un reforzamiento del metal.

Los principales métodos de endurecimiento son los siguientes [5]:

- Refinamiento del tamaño de grano
- Disolución sólida
- Dispersión
- Precipitación
- Deformación plástica

En este trabajo se profundiza el endurecimiento por dispersión el cual se detalla a continuación.

3.3.1 Endurecimiento por dispersión

El endurecimiento por dispersión consiste en introducir pequeñas partículas indisolubles de alta dureza en el material matriz para obstaculizar el movimiento de las dislocaciones, anclar los bordes de grano e inhibir el proceso de cristalización.

² Fuente: IMCE, https://www.imce.net/theory

Es importante destacar que este tipo de endurecimiento es el más efectivo para lograr buenas propiedades mecánicas a altas temperatura, ya que en los demás tipos en la mayoría de los materiales se pierde el endurecimiento a altas temperaturas.

Para materiales endurecidos por dispersión, las partículas no tienen ninguna relación de tipo químico con la matriz, por lo que, si se aumenta la temperatura, la partícula no se disolverá en la matriz.

Otro efecto importante es el de multiplicar las dislocaciones, esto se manifiesta en que, al pasar una dislocación por una partícula, este deja un anillo alrededor de esta, eso genera una necesidad de esfuerzo adicional, el cual se denomina, esfuerzo de Orowan [6].

3.4 Termofluencia (creep)

El fenómeno de creep o termofluencia es la deformación plástica de un material en el tiempo, sometido a un esfuerzo constante menor al límite de fluencia y a altas temperaturas, mayores a 0,4 veces la temperatura de fusión. Por lo tanto, la deformación deja de ser dependiente solo del esfuerzo y pasa a ser una función dependiente del esfuerzo, tiempo y temperatura [7]. La curva de creep cuenta con tres zonas de evolución.

- Zona primaria: zona poco relevante donde la deformación puede suponerse elástica.
- Zona secundaria: zona de mayor importancia debido a que se mantiene por largo tiempo.
- Zona terciaria: zona donde se producen cavidades en los bordes de grano, que terminan causando fractura.

Las zonas mencionadas se pueden apreciar en la Figura 3.3.



³ Fuente: Universidad de Santiago de Chile, http://metalurgia.usach.cl

La zona secundaria de la curva de creep es la más interesante de estudiar. Durante el estado estacionario esta curva puede describirse con la ecuación (3.2), la cual representa una función dependiente de las siguientes variables.

$$\dot{\varepsilon} = f(\sigma, t, T) \tag{3.2}$$

Donde $\dot{\varepsilon}$ es la tasa de deformación, σ es el esfuerzo, t es el tiempo y T es la temperatura.

De la curva de la zona secundaria (estado estacionario) se puede graficar en escala logarítmica la deformación versus el esfuerzo (Figura 3.4) y obtener la ecuación (3.3) para representar dicha curva:

$$\dot{\varepsilon} = B\sigma^n \tag{3.3}$$

(3.4)

Donde B es una constante y n es el exponente del esfuerzo.

Al graficar el logaritmo natural de la deformación versus el recíproco de T (Figura 3.5) se puede deducir la ecuación de la ley de Arrhenius, la cual describe la naturaleza difusional de esta zona y es representada por la ecuación (3.4).

 $\dot{\varepsilon} = C e^{\left(-\frac{Q}{RT}\right)}$



Figura 3.4: Curva de deformación v/s esfuerzo⁴.

⁴ Fuente: Universidad de Santiago de Chile, http://metalurgia.usach.cl



Figura 3.5: Curva de deformación v/s recíproco de la temperatura⁵.

Juntando las ecuaciones anteriores se obtiene la ecuación (3.5), la cual es la ecuación fundamental del creep que describe la zona secundaria.

$$\dot{\varepsilon} = A\sigma^n e^{\left(-\frac{Q}{RT}\right)} \tag{3.5}$$

Donde *A* es una constante.

A continuación, se detallan los principales mecanismos de creep; por dislocaciones y por difusión.

3.4.1 Creep por dislocaciones

El creep por dislocaciones ocurre por la difusión de átomos de los planos superiores (o inferiores) al plano de deslizamiento, que al moverse permiten el ascenso de la dislocación. Cuando el átomo difunde, la dislocación puede ascender debido al esfuerzo de reacción que le ejerce al precipitado. Si una dislocación es bloqueada por un precipitado es muy poco probable que la dislocación lo impacte en la mitad (lo que balancearía la fuerza de corte con la reacción del precipitado), por lo que existe una componente de la reacción que empuja la dislocación fuera del plano de deslizamiento. Al aumentar la temperatura aumenta la cantidad de vacancias, que permiten que los átomos difundan, y se generan los espacios necesarios para el ascenso de dislocaciones. La dependencia con el esfuerzo se explica por su relación con la componente de la reacción del precipitado que fuerza el ascenso de la dislocación. Es decir, si la fuerza es grande, aumenta la velocidad de las dislocaciones para sobrepasar los precipitados.

En la Figura 3.6 se muestra un esquema de la interacción de la dislocación con el precipitado y las fuerzas que se generan.

⁵ Fuente: Universidad de Santiago de Chile, http://metalurgia.usach.cl



Figura 3.6: Mecanismo de creep por dislocaciones [7].

3.4.2 Creep por difusión

Al reducirse el esfuerzo, el creep por dislocaciones decrece rápidamente (disminuye el valor de n) y un nuevo mecanismo comienza a operar, el creep por difusión. Cuando el grano se deforma por un esfuerzo aplicado, se produce una difusión atómica dentro del cristal hacia las caras traccionadas [8]. En la Figura 3.7 se muestra un esquema del creep por difusión.



Figura 3.7: Esquema de creep por difusión [7].

3.5 Creep por impresión

El creep por impresión se puede definir como la penetración dependiente del tiempo de un punzón cilíndrico con el extremo plano en un material bajo carga y temperatura constante. Durante el ensayo, la variación en la profundidad de penetración del penetrador se va registrando en el tiempo continuamente y, por lo tanto, se puede obtener la tasa de penetración o la velocidad de impresión [9]. En la Figura 3.8 se muestra un esquema del ensayo de creep por impresión.



Figura 3.8: Esquema del mecanismo para ensayo de creep por impresión [9].

Los identadores por compresión tienen una geometría tal que producen esfuerzos localizados, lo cual es un problema debido que deforma el material de una forma que no se desea. También está el problema de que la carga se va reduciendo en el tiempo. Estos problemas no los tiene el método de creep por impresión, debido a la geometría ya mencionada que deforma el material de manera uniforme y controlada.

3.6 Tratamientos térmicos

En aleaciones metálicas se pueden llevar a cabo diversos tratamientos térmicos con el fin de aumentar la dureza y resistencia de estas, en este trabajo se presentan dos; el endurecimiento por solución y el endurecimiento por envejecimiento.

3.6.1 Endurecimiento por solución

Se pueden endurecer aleaciones excediendo el límite de solubilidad. Un ejemplo de esta situación es que sobre los 500°C la aleación de Al-4% Cu es 100% de fase α como se muestra en la Figura 3.9. La fase α , es hasta 5,65% en peso, una solución sólida de aluminio que contiene cobre. Si se enfría la solución por debajo de la temperatura de *solvus*, se precipita una segunda fase θ . La fase θ es un compuesto intermetálico duro y frágil que aporta en el endurecimiento por dispersión, por lo tanto, para tener un buen endurecimiento es importante poder controlar esta segunda fase θ .



Figura 3.9: Diagrama de fases para una aleación Al-Cu y las microestructuras que pueden desarrollarse durante un enfriamiento de aleación Al-4% Cu [10].

Es importante aclarar que la Figura 3.9 es aplicable también para la aleación en estudio de este trabajo.

Si se produce una distribución uniforme de precipitados discontinuos, este no necesariamente puede que desordene de manera importante la estructura de la matriz circundante. En consecuencia, el precipitado solo bloquea el deslizamiento si está directamente en la trayectoria de la dislocación como se muestra en la Figura 3.10 (a).

Lo anterior se denomina precipitado coherente, en el cual los planos de los átomos en la red del precipitado están relacionados, e incluso tienen continuidad con los planos en la red de la matriz [Figura 3.10 (b)]. Al tener un precipitado coherente, se crea una interrupción extensa de la red de la matriz, obstaculizándose el movimiento de dislocación, incluso si esta sólo pasa cerca del precipitado coherente. Para producir un precipitado coherente, se puede aplicar un tratamiento térmico denominado endurecimiento por envejecimiento [10].

3.6.2 Endurecimiento por envejecimiento

El endurecimiento por envejecimiento, o por precipitación se produce por una secuencia de transformaciones de fase que conducen a una dispersión uniforme de precipitados coherentes de tamaño fino en una matriz más blanda y dúctil. Este tratamiento consta de tres pasos (Figura 3.11):

1) **Tratamiento por solución**: Se calienta la aleación a una temperatura por encima de la temperatura de *solvus* y ahí se mantiene hasta producir una solución sólida α homogénea. Este paso disuelve el precipitado θ , reduciendo cualquier segregación presente en la aleación original.



Figura 3.10: (a) Un precipitado no coherente que no tiene relación con la estructura cristalina circundante de la matriz. (b) Precipitado coherente que muestra compatibilidad entre la estructura del precipitado y la estructura cristalina de la matriz [10].

- 2) **Templado**: Después del tratamiento por solución, la aleación se debe enfriar con rapidez (templar). Los átomos no tienen tiempo de difundirse a sitios potenciales de nucleación y, por tanto, no se forma el θ . Después del templado, la estructura es una solución sólida sobresaturada α_{ss} .
- 3) **Envejecimiento**: La solución α_{ss} se calienta a una temperatura menor a la de *solvus*. A esta temperatura de envejecimiento, los átomos solo pueden difundirse distancias cortas. Dado que α_{ss} no es estable, los átomos adicionales del elemento reforzante se difunden a numerosos sitios de nucleación y crecen los precipitados. Finalmente, si se mantiene la aleación durante un tiempo suficiente a una temperatura de envejecimiento, se produce el equilibro en la estructura $\alpha + \theta$.

3.6.2.1 Efecto del tiempo y temperatura en el envejecimiento

El endurecimiento por envejecimiento depende tanto de la temperatura, como del tiempo. En la figura 3.12 se puede ver que, a 260°C, el proceso de difusión para la aleación de Al-4% Cu es rápido, formándose rápidamente los precipitados. También, se puede ver que si se expone por más de 0.1 hora, ocurre sobre-envejecimiento.

A 190°C se requiere de mayor tiempo para producir la resistencia óptima. Sin embargo, utilizar una temperatura inferior tiene varias ventajas:

- Al reducirse la temperatura de envejecimiento se incrementa la resistencia máxima.
- La aleación conserva su resistencia máxima durante un periodo mayor.
- Las propiedades son más uniformes.



Figura 3.11: Los tres pasos en el tratamiento térmico de endurecimiento por envejecimiento y las microestructuras que se producen [10].



Figura 3.12: Efecto de la temperatura y tiempo de envejecimiento sobre el límite elástico de una aleación Al-4% Cu [10].

3.7 Dureza y microdureza

La dureza de un material es la resistencia a la deformación plástica localizada. Existen distintas formas de medir la dureza, los métodos se distinguen básicamente por la forma de la herramienta empleada (identador), las condiciones de aplicación de la carga y la manera de calcularla o definirla. La elección del método para determinar la dureza depende del tipo, dimensiones y espesor de la muestra. En este trabajo interesa los ensayos de dureza Vickers.

En el ensayo de microdureza Vickers se emplea como identador una pirámide de diamante de base cuadrada. Las caras opuestas de la pirámide forman un ángulo de 136°, que corresponde a la relación optima de diámetro de huella del ensayo de dureza Brinell. La microdureza Vickers se define como la relación entre la carga y el área de la superficie de la huella. En la práctica el área se calcula a partir de medidas microscópicas de la longitud de las diagonales de la huella.

4 Resultados

4.1 Procedimiento experimental

4.1.1 Materiales utilizados

Las muestras que se utilizan en este trabajo consisten en un material compuesto de matriz metálica, cuya matriz es Al6061 y su refuerzo es Al_2O_3 . Las partículas reforzantes tienen un diámetro de 20 [nm].Se dispone de tres muestras con diferentes porcentajes de volumen de refuerzo del total del compuesto, estos porcentajes son: 0, 0.3, 0.5, 0.7 y 0,9 %. Las muestran se fabricaron por el proceso de stir casting [11].

Dado que las muestran se presentan en forma de barras, las dimensiones promedio (varían levemente en milésimas de centímetro) de estas son:

- Largo: 5 [cm]
- Ancho: 0,49 [cm]
- Espesor: 0,25 [cm]
- Densidad: 2700 [kg/m³]

4.1.2 Análisis de vibraciones

Para realizar los análisis de vibraciones, se requiere de una superficie que simule una configuración sin empotramiento, para esto las muestras se colocan encima de un puñado de algodón. Después, se golpea la muestra con algún objeto metálico para producir las ondas sonoras que son captadas por un micrófono que está cerca de la muestra. El micrófono está conectado a un computador que adquiere los datos con un software de adquisición de datos y seguidamente se procesan estos mediante el software Matlab, en base al código que se fundamenta con en el análisis espectral de la transformada rápida de Fourier⁶.

4.1.3 Tratamientos térmicos y mediciones de microdureza

Para llevar acabo los tratamientos térmicos, se comienza con el tratamiento de solución. En un horno a 520°C se introducen las muestras de un mismo tipo durante un tiempo de 90 minutos, terminado este tiempo, se retiran las muestras del horno y se introducen inmediatamente en agua a temperatura ambiente (templado). Después, a una de estas muestras se le hacen ensayos de dureza Vickers con parámetros 40 HV 0.1/10, para así volver a introducir todas las muestras juntas a un horno a 220°C durante 45 minutos (envejecimiento). Terminado el tiempo, se templan las muestras. Finalizados los tratamientos térmicos, se toma una muestra para hacer ensayos de dureza Vickers.

⁶ Fuente: MathWorks, https://www.mathworks.com/help/matlab/ref/fft.html

4.1.4 Ensayos de creep

Los ensayos de creep se realizan a diferentes temperaturas y esfuerzos definidos. Por un tema de simplicidad, se comienza los ensayos con la temperatura y esfuerzo más bajo, siendo la primera fija mientras se va aumentando el esfuerzo para cada medición, repitiéndose dicha acción para cada temperatura establecida. Dado lo anterior, se logra obtener varias curvas de creep para cada temperatura de ensayo.

Cada ensayo tiene una duración máxima de 1 hora, pero si se logra una deformación (plástica) máxima o igual a 0,2 el ensayo se finaliza.

4.2 Resultados del análisis de vibraciones

Se realizan los análisis de vibraciones para todas las muestras con el fin de calcular el módulo de elasticidad de estas. En la Tabla 4.2 a la*Tabla 4.5: Valores de módulos de elasticidad para muestras con 0,9% de alúmina.* Tabla 4.5 se muestran los resultados de esta experiencia.

El valor de \overline{E} es el promedio entre E_1 y E_2 , estos dos últimos son el módulo de elasticidad para el primer y segundo modo de vibración respectivamente.

Tabla 4.1: Valores de módulos de elasticidad para mud	estras con 0% de alúmina.
---	---------------------------

Muestra	$\omega_1[Hz]$	$E_1 [GPa]$	$\omega_2[Hz]$	E_2 [GPa]	\overline{E} [GPa]
1	6627	72,21	17750	68,18	70,20
2	5578	47,64	15410	47,86	47,75
3	6071	57,07	16090	52,76	54,92

Muestra	$\omega_1[Hz]$	$E_1 [GPa]$	$\omega_2[Hz]$	$E_2 [GPa]$	\overline{E} [GPa]
1	5236	65,62	14140	63,98	64,30
2	5236	61,32	14140	58,85	60,19
3	4713	65,05	12740	62,55	63,80

Tabla 4.2: Valores de módulos de elasticidad para muestras con 0,3% de alúmina.

Tabla 4.3: Valores de módulos de elasticidad p	para muestras con 0,5% de alúmina.
--	------------------------------------

Muestra	$\omega_1[Hz]$	$E_1 [GPa]$	$\omega_2[Hz]$	E_2 [GPa]	\overline{E} [GPa]
1	4887	64,77	13440	64,47	64,62
2	5062	68,18	13440	63,25	65,71
3	4713	60,30	12740	57,99	59,15
4	5062	66,82	13610	63,6	65,20

Tabla 4.4: Valores de módulos de elasticidad para muestras con 0,7% de alúmina.

Muestra	$\omega_1[Hz]$	$E_1 [GPa]$	$\omega_2[Hz]$	E_2 [GPa]	\overline{E} [GPa]
1	5236	66,20	14140	63,54	64,87
2	5236	66,12	14140	63,46	64,79
3	5062	60,83	13960	60,88	60,85

4	4887	57,56	13610	58,76	58,16

En la Tabla 4.6 se muestran los valores promedios del módulo de elasticidad por tipo de muestra.

Muestra	$\omega_1[Hz]$	$E_1[GPa]$	$\omega_2[Hz]$	$E_2 [GPa]$	\overline{E} [GPa]
1	6148	59,77	16740	58,32	59,04
2	6364	64,67	17150	61,72	63,14
3	6368	61,81	17080	58,52	60,16
4	6569	71,13	17690	67,89	69,51

Tabla 4.5: Valores de módulos de elasticidad para muestras con 0,9% de alúmina.

Tabla 4.6: Módulo de elasticidad promedio para cada tipo de muestra.

Muestra	Ē [GPa]
Alúmina al 0%	57,62
Alúmina al 0,3%	62,73
Alúmina al 0,5%	63,67
Alúmina al 0,7%	62,17
Alúmina al 0,9%	62,96

4.3 Resultados de microdurezas

Después de cada tratamiento térmico, se realizan mediciones de dureza Vickers por cada tipo de muestra. Los resultados de esta experiencia se muestran en la Tabla 4.7.

Management	Dureza Vickers [HV]		
Muestra	Solución	Envejecimiento	
Alúmina al 0%	54,2	67,5	
Alúmina al 0,3%	56,7	79,0	
Alúmina al 0,5%	53,7	78,7	
Alúmina al 0,7%	63,3	109,0	
Alúmina al 0,9%	62,1	73,4	

Tabla 4.7: Valores de dureza Vickers tras los tratamientos térmicos.

4.4 Ensayos de creep

Al comienzo de estos ensayos las muestras se comportan de forma inestable a los 250°C para el fenómeno de creep, es decir, la velocidad de deformación donde es constante lo es por poco tiempo comportándose de forma exponencial como se muestra en la Figura 4.1.

De lo anterior, se procede a realizar un siguiente tratamiento térmico, el sobre-envejecimiento. Para llevar a cabo el sobre-envejecimiento las muestran se dejan en un horno a 290°C durante 30 minutos para así poder lograr la estabilidad necesaria de las muestras ante el creep. De este tratamiento se obtienen otros valores de dureza Vickers (Tabla 4.8).



Figura 4.1: Ensayos de creep para diferentes tipos de muestra donde se muestra la inestabilidad de estas.

Tabla 4.8: Valores de dureza Vickers tras el tratamiento de sobre-envejecimiento.

Muestra	Dureza Vickers [HV]
Alúmina al 0%	62,1
Alúmina al 0,3%	61,8
Alúmina al 0,5%	64,6
Alúmina al 0,7%	64,0
Alúmina al 0,9%	64,4

Después del tratamiento de sobre-envejecimiento, se realizan nuevamente todos los ensayos con los mismos parámetros establecidos desde el comienzo.

4.4.1 Creep Al6061/ Nano Al_2O_3 0%

En la Figura 4.2 a la Figura 4.4 se muestran los ensayos de creep para los compuestos con refuerzo de alúmina de 0%. En la Tabla 4.9 se muestran los datos más importantes de estos ensayos. Se destaca de las figuras Figura 4.3 y Figura 4.4 la aparición de inestabilidades con el menor esfuerzo por lo tanto, dado estas inestabilidades a pesar de haber tenido el tratamiento de sobreenvejecimiento, se descartan para el cálculo de exponente de esfuerzo y energía de activación, ya que provocan errores de cálculo.



Figura 4.2: Creep de Al6061/ Nano Al_2O_3 0% a 220°C para distintos esfuerzos constantes.



Figura 4.3: Creep de Al6061/ Nano Al_2O_3 0% a 250°C para distintos esfuerzos constantes.



Figura 4.4: Creep de Al6061/ Nano Al_2O_3 0% a 280°C para distintos esfuerzos constantes.

		Velocidad de
Temperatura [°C]	Esfuerzo [MPa]	deformación
_		$[mm/s^{-1}]$
	288	$5,0 \times 10^{-6}$
220	297	$1,2 \times 10^{-5}$
220	315	6,8 × 10 ⁻⁵
	405	$3,8 imes 10^{-4}$
	288	$7,8 \times 10^{-5}$
250	297	9,1 × 10 ⁻⁵
	315	$2,2 \times 10^{-4}$
	243	$1,2 \times 10^{-4}$
280	252	$3,3 \times 10^{-4}$
200	270	$3,54 \times 10^{-4}$
	288	$4,4 \times 10^{-4}$

Tabla 4.9: Datos de los ensayos de creep para Al6061/ Nano Al_2O_3 0%.

4.4.2 Creep Al6061/ Nano Al_2O_3 0,3%

En la Figura 4.5 a la Figura 4.7 se muestran los ensayos de creep para los compuestos con refuerzo de alúmina de 0,3%. Se puede destacar de las Figura 4.5 y Figura 4.7 que las curvas azules y verdes no son buenas para el cálculo del exponente de esfuerzo (*n*) debido a la poca diferenciación en la transición de deformación elástica a plástica. En la Tabla 4.10 se muestra un resumen de los datos de los ensayos.



Figura 4.5: Creep de Al6061/ Nano Al_2O_3 0,3% a 220°C para distintos esfuerzos constantes.



Figura 4.6: Creep de Al6061/ Nano Al_2O_3 0,3% a 250°C para distintos esfuerzos constantes.



Figura 4.7: Creep de Al6061/ Nano Al_2O_3 0,3% a 280°C para distintos esfuerzos constantes.

		Velocidad de
Temperatura [°C]	Esfuerzo [MPa]	deformación
		$[mm/s^{-1}]$
	405	$1,9 \times 10^{-5}$
220	432	$1,1 \times 10^{-4}$
	468	$1,8 \times 10^{-4}$
	270	5,0 × 10 ⁻⁶
250	297	$1,3 \times 10^{-5}$
	315	$2,3 \times 10^{-5}$
	225	$1,5 \times 10^{-5}$
280	315	$1,8 \times 10^{-4}$
	342	$2,6 \times 10^{-4}$

Tabla 4.10: Datos de los ensayos de creep para Al6061/ Nano Al_2O_3 0,3%.

4.4.3 Creep Al6061/ Nano Al_2O_3 0,5%

En la Figura 4.8 a la Figura 4.10 se muestran los ensayos de creep para los compuestos con refuerzo de alúmina de 0,5%. De la Figura 4.10 se puede ver que la curva negra presenta también una dificultad para diferenciar entre deformación elástica y plástica. En la

Tabla 4.11 se muestra un resumen de los datos de los ensayos.



Figura 4.8: Creep de Al6061/ Nano Al_2O_3 0,5% a 220°C para distintos esfuerzos constantes.



Figura 4.9: Creep de Al6061/ Nano Al_2O_3 0,5% a 250°C para distintos esfuerzos constantes.



Figura 4.10: Creep de Al6061/ Nano Al_2O_3 0,5% a 280°C para distintos esfuerzos constantes.

		Velocidad de
Temperatura [°C]	Esfuerzo [MPa]	deformación
		$[mm/s^{-1}]$
	306	6,8 × 10 ⁻⁶
220	315	$7,4 \times 10^{-6}$
220	405	$1,6 \times 10^{-5}$
	432	$3,9 \times 10^{-5}$
	306	$1,5 \times 10^{-5}$
250	315	$1,8 \times 10^{-5}$
	333	$4,4 \times 10^{-5}$
	243	$2,4 \times 10^{-5}$
200	270	$4,4 \times 10^{-5}$
280	306	$7,0 imes 10^{-5}$
	315	$3,1 \times 10^{-4}$

Tabla 4.11: Datos de los ensayos de creep para Al6061/ Nano Al_2O_3 0,5%.

4.4.4 Creep Al6061/ Nano Al_2O_3 0,7%

En la Figura 4.11 a la Figura 4.13 se muestran los ensayos de creep para los compuestos con refuerzo de alúmina de 0,7%. En la Figura 4.13 la curva azul muestra el mismo problema que los mencionados anteriormente y la curva roja presenta una pendiente muy poco pronunciada que también puede afectar en los cálculos. En la Tabla 4.12 se muestran los datos más importantes de estos ensayos.



Figura 4.11: Creep de Al6061/ Nano Al_2O_3 0,7% a 220°C para distintos esfuerzos constantes.



Figura 4.12: Creep de Al6061/ Nano Al_2O_3 0,7% a 250°C para distintos esfuerzos constantes.



Figura 4.13: Creep de Al6061/ Nano Al_2O_3 0,7% a 280°C para distintos esfuerzos constantes.

Towns town [0C]		Velocidad de	
Temperatura [°C]	Esiuerzo [MPa]	deformation	
		$[mm/s^{-1}]$	
220	288	$4,4 \times 10^{-6}$	
	315	$6,2 \times 10^{-6}$	
	405	1,6 × 10 ⁻⁵	
	432	6,8 × 10 ⁻⁵	
250	288	$1,1 \times 10^{-5}$	
	297	$1,4 \times 10^{-5}$	
	315	$2,4 \times 10^{-5}$	
280	225	$3,2 \times 10^{-6}$	
	288	$4,4 \times 10^{-5}$	
	315	$1,9 \times 10^{-4}$	

Tabla 4.12: Datos de los ensayos de creep para Al6061/ Nano Al_2O_3 0,7%.

4.4.5 Creep Al6061/ Nano Al_2O_3 0,9%

En la Figura 4.14 a la Figura 4.16 se muestran los ensayos de creep para los compuestos con refuerzo de alúmina de 0,9%. Se puede apreciar de las figuras mencionadas que existe una gran tendencia en la inestabilidad al creep. En la Tabla 4.13 se muestran los datos más importantes de estos ensayos. De igual forma que se da con las muestras con 0% de refuerzo, tampoco se calcula el exponente de esfuerzo y la energía de activación para estas muestras.



Figura 4.14: Creep de Al6061/ Nano Al_2O_3 0,9% a 220°C para distintos esfuerzos constantes.



Figura 4.15: Creep de Al6061/ Nano Al_2O_3 0,9% a 250°C para distintos esfuerzos constantes.



Figura 4.16: Creep de Al6061/ Nano Al_2O_3 0,9% a 280°C para distintos esfuerzos constantes.

		Velocidad de	
Temperatura [°C]	Esfuerzo [MPa]	deformación	
1		$[mm/s^{-1}]$	
	288	3×10^{-4}	
220	297	1×10^{-5}	
	315	1×10^{-5}	
	405	26×10^{-5}	
250	288	3×10^{-4}	
	297	5×10^{-5}	
	315	8×10^{-5}	
280	243	3×10^{-5}	
	252	8×10^{-5}	
	270	12×10^{-5}	
	288	26×10^{-5}	

Tabla 4.13: Datos de los ensayos de creep para Al6061/ Nano Al_2O_3 0,9%.

5 Discusión

5.1 Módulo de elasticidad

Los resultados muestran que la matriz sin refuerzo tiene un módulo de elasticidad igual a 57,62 [GPa], lo cual es menor a lo que se esperaba, ya que se sabe que este tiene un módulo de elasticidad igual a 69,5 [GPa]⁷ independientemente de su tratamiento térmico. De igual forma, para las muestras que tienen refuerzo se encuentran que sus módulos de elasticidad van entre los 62 y 63 [GPa]. Se sabe que el método utilizado en la medición puede tener un error cercano al 10% y/o debido a la inyección de gas en la fabricación del material se crean porosidades que pueden afectar la densidad del material y por ende el módulo de elasticidad.

Si se comparan los módulos de elasticidad de las muestran con refuerzo con aquellas sin refuerzo, es evidente que la adición de nano-partículas de alúmina aumentan el módulo de elasticidad. Esto último ocurre debido a que las nano-partículas si están bien distribuidas en la interface, reciben parte de la carga que recibiría la matriz si no tuviera refuerzo. Además, las nano-partículas ayudan en la disminución del movimiento de las dislocaciones del compuesto, lo que se traduce en un aumento de la rigidez. El proceso de extrusión en caliente en la fabricación de las muestras mejora la distribución de las nano-partículas, disminuye la porosidad y produce un refinamiento de grano, lo cual también influye en el aumento de rigidez.

De la comparación entre muestras con refuerzos se puede ver que el módulo de elasticidad no aumenta de forma lineal con la fracción de volumen de refuerzo (Tabla 4.8). Lo anterior puede deberse a que el incremento del módulo de elasticidad está condicionado por cómo están distribuidas las nano partículas en la matriz, lo cual en este caso debe ser de forma homogénea por lo que esta situación más bien debe ser por el error inherente a este tipo de ensayos. Para refuerzos del tipo whisker y/o fibras continuas se ha observado que los incrementos son lineales dependiendo del grado de alineamiento y la orientación de las fibras del ensayo [12].

5.2 Ensayos de creep

Dado los errores asociados a la inestabilidad de los ensayos de creep para las muestras con 0 y 0,9% de alúmina, estas se descartan del análisis.

Comenzando con un análisis general de todas las muestras, se puede ver de la Figura 4.5 a la Figura 4.13 que las curvas muestran las primeras dos etapas características del creep, ya que los ensayos no llegaban a la parte de la ruptura del material, además se debe recalcar que no se ve diferencia con respecto a creep en aleaciones de solución sólida o metales puros.

En otros trabajos se tiene que las partículas de alúmina deben funcionar como una barrera que impide el movimiento de las dislocaciones y que al aumentar la fracción de volumen de esta, se aumenta la rigidez del material y/o la resistencia al creep [13]. En la figura se muestra una comparación entre las distintas muestras a iguales temperatura y esfuerzo, donde se puede ver que la teoría mencionada no es comprobable y además no existe alguna relación entre proporción de refuerzo y deformación. Lo anterior puede ser debido a la sensibilidad de la máquina de compresión

⁷ Fuente: DelMetal, http://www.delmetal.com.ar/productos/aluminio/6061.pdf

y a la dificultad de hacer el primer contacto en la compresión dado que no se puede observar dentro del horno. Se esperaba que a mayor refuerzo de alúmina mayor fuera la resistencia al creep [13]. También puede ser que las cantidades de refuerzo de alúmina sean muy pequeñas como para poder hacer una buena comparación entre estas.



Figura 5.1: Comparación de curvas de creep para distintas muestras a 405 [MPa] a 220°C.



Figura 5.2: Comparación de curvas de creep para distintas muestras a 315 MPa] y 250°C.

Si se grafica la velocidad de deformación versus el esfuerzo aplicado, se puede ver como se muestra en la Figura 5.3 la existencia de un umbral de tensión (σ_0) específicamente a los 220 y 280°C en las muestras de 0,3% de alúmina. Aunque cuando se tienen menos de 5 datos por curva es más difícil notarlo [14]. El valor σ_0 representa el esfuerzo mínimo que se debe aplicar para comenzar a notar una deformación plástica, con este la ecuación de creep se modifica a la ecuación (5.6):



$$\dot{\varepsilon} = A(\sigma - \sigma_0)^n e^{\left(-\frac{Q}{RT}\right)} \tag{5.6}$$

Figura 5.3: Velocidad de deformación versus esfuerzo aplicado en muestras con 0,3% de alúmina a diferentes temperaturas.

Dada la presencia de σ_0 , esta se puede calcular graficando $\dot{\varepsilon}^{1/n}$ versus σ , donde el exponente de esfuerzo n puede adoptar el valor de n = 3 (deslizamiento de dislocaciones), n = 5 (subida de dislocaciones) o n = 8 (modelo de subestructura constante). Luego, las pendientes obtenidas se extrapolan hasta tener $\dot{\varepsilon} = 0$ [15]. La pendiente con mejor coeficiente de regresión (R^2) es la que mejor puede representar el valor de σ_0 . Dado que son tres tipos de muestras diferentes, el análisis de esto debe ser por separado.

5.2.1 Análisis Al6061/ Nano Al₂O₃ 0,3%

Al graficar el logaritmo de $\dot{\varepsilon}$ versus el logaritmo del esfuerzo (Figura 5.4), se puede ver que los valores de *n* son algo elevado (n > 7) y además para los 220 y 280°C el exponente de esfuerzo disminuye a medida que aumenta el esfuerzo aplicado, lo cual está relacionado con la existencia de σ_0 . Esto sugiere recalcular ajustando el componente de esfuerzo mediante la adición de σ_0 . En la Tabla 5.1 se muestra los valores obtenidos para σ_0 , del cual se elige n = 3, $\sigma_0 = 202,35$ [*MPa*] debido a las rectas se ajustan mejor (Anexo A). De estos valores se desprende que a mayor temperatura menor es σ_0 .

Con σ_0 se grafica nuevamente el logaritmo de $\dot{\varepsilon}$ versus el logaritmo del esfuerzo con el ajuste de σ_0 (Figura 5.5) obteniéndose valores más bajos de *n*, los cuales a mayor temperatura tiende a *n* =

3 y a temperatura más baja a n = 8, esto quiere decir que el cambio de temperatura promueve el cambio de mecanismo de creep. Estos valores se deben corroboran con la energía de activación Q.

No se puede calcular la energía de activación Q para estas muestras debido a la falta de datos, ya que se necesitan mínimo 3 ensayos con el mismo esfuerzo y distinta temperatura para obtener una pendiente correcta.



Figura 5.4: Gráfico log-log de la velocidad de deformación versus el esfuerzo aplicado en muestras de 0,3% de alúmina.

Exponente de	Tommonotumo [°C]	Umbral de tensión σ_0	Coeficiente de
esfuerzo (n)	Temperatura [*C]	[MPa]	regresión (R^2)
<i>n</i> = 3	220	340,52	0,8917
	250	202,35	0,9977
	280	143,78	0,9164
<i>n</i> = 5	220	282,64	0,8726
	250	144,11	0,9996
	280	65,95	0,9012
n = 8	220	197,09	0,8618
	250	57,93	1
	280	-	0,8928

Tabla 5.1: Resumen de valores calculados de σ_0 para muestras con 0,3% de alúmina.

5.2.2 Análisis Al6061/ Nano Al₂O₃ 0,5%

Para estas muestras también notamos dos valores de n elevados, por lo que se hace el mismo procedimiento que para las muestras con 0,3% de alúmina. En la Figura 5.6 se muestra el gráfico del logaritmo de \dot{e} versus el logaritmo del esfuerzo para las muestras de 0,5%.



Figura 5.5: Gráfico log-log de la velocidad de deformación versus el esfuerzo efectivo aplicado en muestras de 0,3% de alúmina.



Figura 5.6: Gráfico log-log de la velocidad de deformación versus el esfuerzo aplicado en muestras de 0,5% de alúmina.

Además, se muestran las energías de activación para estas muestras en la Figura 5.7, donde se puede ver que a mayor esfuerzo mayor es la energía de activación. En la Tabla 5.2 se muestran los resultados obtenidos para σ_0 en muestras de 0,5% de alúmina.



Figura 5.7: Gráfico de energía de activación Q para muestras de 0,5% de alúmina.

Exponente de	Temperatura [°C]	Umbral de tensión σ_0	Coeficiente de
esfuerzo (n)		[MPa]	regresión (R ²)
<i>n</i> = 3	220	125,85	0,8689
	250	249,21	0,9641
	280	93,63	0,6903
<i>n</i> = 5	220	-	0,8881
	250	200,92	0,9677
	280	-	0,7277
n = 8	220	-	0,8984
	250	130,31	0,9698
	280	-	0,7490

Tabla 5.2: Resumen de valores calculados de σ_0 para muestras con 0,5% de alúmina.

El valor escogido para σ_0 es 125,85 [MPa] con n = 3, con esto se obtiene la nueva gráfica (Figura 5.8), la cual también tiene una tendencia a n = 3, pero es algo contradictorio que a los 220°C se presente un mecanismo y luego a los 250°C cambie a otro, para así nuevamente a los 280°C volver al mecanismo anterior. Lo que puede apoyar que el mecanismo sea por deslizamiento viscoso de dislocaciones es la energía de activación encontrada Q = 139,916 [kJ/mol], ya que este valor se acerca a lo que se conoce como interdifusión de Mg en la red lo cual se da cercano a los 130,5 kJ con n = 3. La diferencia de valores puede deberse a los tratamientos térmicos que tuvo la muestra lo cual puede hacer que cambie la dispersión de las partículas en la microestructura.



Figura 5.8: Gráfico log-log de la velocidad de deformación versus el esfuerzo efectivo aplicado en muestras con 0,5% de alúmina.

5.2.3 Análisis Al6061/ Nano Al₂O₃ 0,7%

Al igual que en los casos anteriores debería haber una tendencia al umbral de tensión (Figura 5.9) pero en este caso no es tan notorio, de todas formas los valores de n son elevados por lo que obtener el valor de σ_0 es necesario. En la Figura 5.10 se muestra la energía de activación para las muestras, donde también ocurre que a mayor esfuerzo menor es la energía de activación. En la Tabla 5.3 se muestra los valores de σ_0 obtenidos.



Figura 5.9: Gráfico log-log de la velocidad de deformación versus el esfuerzo aplicado en muestras con 0,7% de alúmina.

Exponente de	Tomporature [°C]	Umbral de tensión σ_0	Coeficiente de
esfuerzo (n)	Temperatura [*C]	[MPa]	regresión (R ²)
<i>n</i> = 3	220	71,94	1
	250	199,57	0,9948
	280	196,40	0,9386
<i>n</i> = 5	220	-	0,9998
	250	130,56	0,9963
	280	153,92	0,9693
n = 8	220	-	0,9994
	250	26,79	0,9971
	280	87,79	0,9821

Tabla 5.3: Resumen de valores calculados de σ_0 para muestras con 0,7% de alúmina.



Figura 5.10: Gráfico de energía de activación Q para muestras de 0,7% de alúmina.



Figura 5.11: Gráfico log-log de la velocidad de deformación versus el esfuerzo efectivo aplicado en muestras con 0,7% de alúmina.

Nuevamente la tendencia va hacia $n = 3 \text{ con } \sigma_0 = 71,94 [MPa]$, con esto se grafica el logaritmo de $\dot{\varepsilon}$ versus el logaritmo esfuerzo modificado obteniéndose que los mecanismos van cambiando a medida que aumenta la temperatura pasando de n = 3 a n = 8, aquí es evidente el error, ya que es muy difícil que en estos intervalos de temperatura ocurran estos gran cambios de mecanismos de creep. Puede que la energía de activación de indicios de que el mecanismo sea por deslizamiento viscoso de dislocaciones.

6 Conclusiones

Se mide el módulo de elasticidad de diferentes muestras de Al6061/Nano Al_2O_3 y se hacen ensayos de creep de las mismas donde se puede concluir lo siguiente:

- El módulo de elasticidad de las muestras con refuerzo son mayores que las que no lo tienen, esto es debido a la interacción de las partículas con el movimiento de las dislocaciones.
- El refuerzo de alúmina no mejoró la estabilidad de las muestras en el creep, por lo que es necesario el tratamiento de sobre-envejecimiento de estas.
- Las curvas de creep de las muestras con refuerzo tienen la misma forma que aquellas sin refuerzo.
- El comportamiento de las muestras en creep presentan un umbral de tensión que está asociado a la interacción de las partículas con las dislocaciones y la dispersión de las partículas en la matriz.
- No se logra ver una relación lineal entre el aumento de refuerzo junto a un aumento del módulo de elasticidad ni resistencia al creep.
- No se obtiene un valor certero para $n \neq Q$ de las muestras debido a los errores de medición.
- Existe una leve tendencia al mecanismo de creep por deslizamiento viscoso.

7 Bibliografía

- [1] J. Shackelford, Introducción a la ciencia de materiales para ingenieros, Sexta ed., PEARSON EDUCACIÓN, 2005, p. 433.
- [2] H. Martinez, «Metalurgia semisólida de aleaciones y composites procesados por agitación mecánica,» *Revista latinoamericana de metalurgia y materiales*, nº 27, pp. 13-28, 2007.
- [3] M. Ashby y D. Jones, Engineering Materials 1: An Introduction to the Properties and Aplications, Segunda ed., BH, 1996, pp. 27-35.
- [4] V. Meruane, Vibraciones Mecánicas: Apuntes para el curso ME4701, Primera ed., Santiago, pp. 115-123.
- [5] W. Callister, Introducción a la ciencia e ingeniería de los materiales, Reverté S.A, 1995, pp. 158-175.
- [6] J. L. González Velázquez, Metalurgia Mecánica, Noriega, Ed., Limusa, 2003, p. 129.
- [7] M. Ashby y D. Jones, op. cit., pp. 169-196.
- [8] C. Suryanarayana, «Mechanical Alloying and Milling,» *Progress in Materials Science*, vol. 46, pp. 1-184, 2001.
- [9] R. Mahmudi, R. Geranmayeh y A. Rezaee-Bazzaz, «Impression creep behavior of cast Pb-Sb alloys,» *Journal of Alloys and Compounds,* pp. 124-129, 2007.
- [10] D. Askeland, The Science and engineering of materials, Sexta ed., CENGAGE Learning, 2010, pp. 451-464.
- [11] A. Seifoddini, M. Hasannasab, V. Abasian y R. Hesan, «Influence of aging treatment on mechanical properties and microstructure of Al6061-nano Al2O3 Composites,» de *Iran International Aluminum Conference (ACII2016)*.
- [12] C. E. d. Costa, F. López y J. Torralba, «Materiales compuestos de matriz metálica. I parte. Tipos, propiedades, aplicaciones.,» *Revista Metalurgia*, vol. I, nº 36, pp. 179-190, 2000.
- [13] Y. Ismail, «On compression creep of metal matrix composite (Al 6061) at elevated temperatures,» Minia.
- [14] Z. Ma y S. Tjong, «Creep deformation characteristics of discontinuously reinforced aluminium-matrix composites,» *Composites Science and Technology*, nº 61, pp. 771-786, 2001.

[15] A. H. Monazzah, S. A y S. S. Reihani, «Creep behaviour of hot extruded AI-Al2O3 nanocomposite powder,» *Materials Science and Engineering A*, nº 527, pp. 2567-2571, 2010.

8 Anexos



Anexo A: Curvas obtenidas por extrapolación lineal para estimación de σ_0 .

Figura A: Pendientes de $\dot{\varepsilon}^{1/3}$ versus esfuerzo aplicado para muestras con 0,3% de alúmina.



Figura B: Pendientes de $\dot{\varepsilon}^{1/5}$ versus esfuerzo aplicado para muestras con 0,3% de alúmina.



Figura C: Pendientes de $\dot{\varepsilon}^{1/8}$ versus esfuerzo aplicado para muestras con 0,3% de alúmina.



Figura D: Pendientes de $\dot{\varepsilon}^{1/3}$ versus esfuerzo aplicado para muestras con 0,5% de alúmina.



Figura E: Pendientes de $\dot{\varepsilon}^{1/5}$ versus esfuerzo aplicado para muestras con 0,5% de alúmina.



Figura F: Pendientes de $\dot{\varepsilon}^{1/8}$ versus esfuerzo aplicado para muestras con 0,5% de alúmina.



Figura G: Pendientes de $\dot{\varepsilon}^{1/3}$ versus esfuerzo aplicado para muestras con 0,7% de alúmina.



Figura H: Pendientes de $\dot{\varepsilon}^{1/5}$ versus esfuerzo aplicado para muestras con 0,7% de alúmina.



Figura I: Pendientes de $\dot{\varepsilon}^{1/8}$ versus esfuerzo aplicado para muestras con 0,7% de alúmina.