COMPORTAMIENTO MECÁNICO DE MATERIALES DE ALUMINIO AM SINTERIZADOS

J.J. Fuentes*, J.A. Rodríguez y E.J. Herrera****

*** Dirección actual: UNET, Dpto. Ing. Mecánica, Avda. Universidad s/n, Apdo. 436, San Cristóbal, Venezuela.**

**** Grupo de Metalurgia e Ing. de los Materiales, E.T.S. de Ingenieros, Universidad de Sevilla, Camino de los Descubrimientos s/n, 41092 Sevilla, España.**

Resumen. El polvo de aluminio aleado mecánicamente (Al AM) es duro y difícil de consolidar. En el presente trabajo, la consolidación se ha llevado a cabo por un procesado atípico de prensado en frío y sinterización. Para mejorar la sinterabilidad del polvo Al AM, se mezcló, previamente al prensado, con una pequeña cantidad de polvo de cobre. Eventualmente, el polvo Al AM, usado en la mezcla, se había ablandado, con anterioridad, por recocido. Se ha podido observar que, tanto la adición de cobre como el recocido, mejoran las propiedades mecánicas del Al AM sinterizado, en particular la ductilidad.

Abstract. Mechanically alloyed aluminium (Al AM) powder is hard and difficult to consolidate. In the present work, consolidation was carried out by an unusual processing of cold pressing and sintering. The Al AM powder, eventually in the annealed condition, was mixed, previously to pressing, with a small amount of copper powder as sintering additive. It has been observed that both the addition of copper powder and the annealing treatment improve the mechanical properties of consolidated Al AM, especially ductility.

1. INTRODUCCIÓN

Los materiales de aluminio aleado mecánicamente (Al AM) son, en realidad, materiales compuestos (composites) de matriz de aluminio reforzada con finas dispersiones de partículas cerámicas. La preparación de estos materiales compuestos conlleva un procesado primario, por molienda de polvo de aluminio, seguido de un procesado secundario de consolidación para obtener materiales "sólidos" compactos. El polvo de aluminio Al AM se obtiene mediante molienda mecánica de alta energía en presencia de una pequeña cantidad de un agente lubricante. Durante la molienda, las partículas de polvo sufren intensas deformaciones, fracturándose y soldándose de nuevo entre ellas, de forma repetitiva. Este proceso opuesto de fractura y soldadura de las partículas se controla por la presencia del lubricante o agente controlador del proceso (ACP). Las partículas de Al AM son muy duras (110 HV20) en comparación con las partículas de aluminio elemental (22 HV20). Esta gran dureza de las partículas molidas es consecuencia del endurecimiento por deformación, unido a una fina subestructura de granos metalográficos y a la presencia de dispersoides cerámicos submicroscópicos (Al_2O_3 y Al_4C_3) [1].

Por otra parte, las partículas metálicas tienen su superficie cubierta por capas de óxidos e hidróxidos. Ambos factores, dureza y películas de óxidos/hidróxidos, hacen difícil el procesado secundario de consolidación. Para conseguir una fuerte cohesión entre las partículas de Al AM, se precisa romper y desprender esas capas superficiales, a fin de lograr un contacto directo meta/metal. Por ello, el procesado convencional de consolidación de estos materiales es una tarea compleja, que incluye, usualmente, una etapa de extrusión en caliente, para alcanzar un alto grado de deformación plástica y cizallamiento de las partículas de Al AM [2].

Además, la mera presencia de películas de óxido sobre las partículas de aluminio hace que su sinterización sea muy difícil. A este respecto, el Al AM se ha considerado tradicionalmente un polvo prácticamente insinterizable. Sin embargo, en la Universidad de Sevilla se ha logrado consolidar el polvo de Al AM por un proceso de prensado en frío seguido de sinterización. Para ello, se ha utilizado el hecho de que se puede mejorar la sinterabilidad de estas partículas mediante la utilización de aditivos que, mezclados con el polvo Al AM, sean capaces de formar, durante la etapa de sinterización, fases líquidas que penetren por la intercara óxido-metal y mojen las partículas metálicas [3]. La utilización de un procedimiento de prensado en frío y sinterización para la consolidación de polvo Al AM es de gran interés para la producción industrial de grandes series de piezas pequeñas, ligeras y resistentes.

En el presente trabajo, se ha tratado de facilitar el procesado pulvimetalúrgico, por prensado en frío y sinterización, del polvo Al AM, mediante una doble estratagema, por una parte, la mezcla de un pequeño

porcentaje de polvo de cobre, como aditivo formador de fases líquidas, y, por otra, el reblandecimiento del polvo molido, mediante recocido, para facilitar un buen contacto metal-metal durante la etapa de prensado.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

El polvo de aluminio de partida fue un polvo comercial de la empresa Eckart-Werke, obtenido por atomización, con 45 μm de tamaño medio de partícula y pureza superior al 99.7%, siendo la principal impureza un 0.15% de Fe. Este polvo elemental de Al se sometió a molienda mecánica en un *attritor* vertical de bolas, en atmósfera de aire confinado, durante 10 horas. Se empleó un 1.5% de cera EBS (etilen-bis-estearamida), suministrada por Clariant, como agente controlador del proceso. Más detalles de las condiciones de molienda se describen en [1].

El polvo molido, Al AM, de tamaño medio de partícula 62 μm, se mezcló, durante 20 minutos, en un molino mezclador Turbula, con 1% de polvo de cobre electrolítico. Este último polvo, usado como aditivo de sinterización, fue suministrado por Eckart-Werke, siendo su tamaño de partícula inferior a 45 μm, y su principal impureza oxígeno, en contenido menor a 0.20%.

El polvo Al AM, y el resultante de la mezcla con 1% Cu, designado Al AMCu, fueron consolidados por prensado y sinterización. Se emplearon presiones de compactación comprendidas entre 500 y 1120 MPa. En algunas experiencias el polvo Al AM fue recocido en vacío (5 Pa) a 600ºC durante 2 h, previamente a la mezcla con polvo de Cu. La sinterización se llevó a cabo, en todos los casos, en vacío (5 Pa) a 650ºC durante 1 h, siendo seguida de enfriamiento al aire.

La medida de las propiedades tecnológicas y mecánicas de los compactos se hizo sobre dos tipos de muestras, a saber, cilíndrica y en forma de probeta de tracción. Detalles dimensionales y morfológicos se han dado en un trabajo previo [4]. La probeta de tracción es una modificación equivalente de la recomendada en la correspondiente norma MPIF [5]. Las muestras cilíndricas se emplearon para la determinación de la dureza Brinell y las densidades de los compactos. Las probetas de tracción sirvieron para medir las propiedades mecánicas a tracción, así como para estudios metalográficos y fractográficos. Para el examen metalográfico las muestras pulidas se atacaron con el reactivo de Keller. Los estudios microfractográficos se llevaron a cabo por microscopía electrónica de barrido (SEM), en el modo operativo de electrones secundarios (SE).

3. RESULTADOS Y DICUSIÓN

3.1. Propiedades a temperatura ambiente

Los valores de densidad relativa (D), dureza Brinell (HB), resistencia a la tracción (R) y alargamiento (A) de los diferentes materiales consolidados se muestran en la Tabla 1. En la designación de los distintos materiales se indica la presión de compactación utilizada, expresada en MPa, así como la adición, en su caso, de polvo de cobre (Cu) y, eventualmente, el tratamiento de recocido del polvo molido (R).

Tabla 1. Propiedades de los compactos consolidados.

Material	D %	HB kp/mm^2	R MPa	A %
Al AM/1120	96.3	77	228	2.6
Al AM/850	93.6	62	195	1.6
Al AMCu/850	96.3	95	308	5.4
Al AMCu/600	95.4	84	-	-
Al AMCu/500	94.5	79	-	-
Al AM(R)Cu/600	95.4	90	293	7.3
Al AM(R)Cu/500	93.7	76	271	5.2

Puede observarse en la Tabla 1 que el empleo de presiones más altas produce un mayor grado de densificación. Mayores presiones originan un mayor nivel de deformación plástica en las partículas de polvo, con el consiguiente mayor grado de soldadura en frío en aquellas áreas donde se ha producido contacto metal-metal por rotura de la película de óxido de las partículas. A su vez, la adición de cobre mejora sustancialmente la densidad, debido a la formación de fases líquidas durante la temperatura de sinterización (650ºC). El diagrama de equilibrio Al-Cu señala que la solubilidad máxima del Cu en el aluminio sólido es 5.65% a la temperatura eutéctica de 548ºC, disminuyendo progresivamente hasta alcanzar el punto de fusión, que es 660.45ºC. Los átomos de Cu se difunden en la matriz de aluminio mucho más fácilmente que al revés, por lo que las zonas de aluminio que rodean las partículas de cobre, una vez enriquecidas en Cu por difusión, se licuarán, al alcanzar la supersaturación, en el rango de temperaturas entre 548 y 650ºC (temperatura de sinterización). La fase líquida formada puede producir fenómenos [6] tales como (i) el reordenamiento de las partículas hacia un mayor grado de empaquetamiento, (ii) el llenado de poros y espacios entre partículas, (iii) la ruptura de las capas de óxido superficiales, y (iv) la unión entre las partículas al actuar el líquido como cementante, una vez solidificado. Así puede explicarse que el Al AM, prensado a 850 MPa, tenga una densidad relativa de 93.6%, mientras que el mismo material, adicionado de cobre, Al AMCu/850, alcance 96.3%. De igual manera, la resistencia a la tracción y el alargamiento de este material (R = 308 MPa, A = 8.4%) son claramente superiores a los del material anteriormente mencionado, Al AM/850 (R = 195 MPa, A = 1.6%).

Desde el punto de vista de su aplicación industrial, una presión en frío de 850 MPa puede considerarse como medianamente alta. Por ello, se ha tratado de rebajar

este nivel de presión mediante ablandamiento del polvo Al AM por recocido, para mejorar su compresibilidad. Así, por ejemplo, mientras la densidad en estado verde de compactos del polvo mezcla, sin recocido, prensado a 600 MPa (Al AMCu/600) es del 86.2%, compactos similares obtenidos con el recocido previo del polvo molido (Al AM(R)Cu/600) alcanzan una densidad en verde del 92.7%.

Puede observarse en la Tabla 1 que, utilizando polvo molido recocido con adición de cobre, y compactando a 600 MPa, se consigue un material consolidado final, Al AM(R)Cu/600, que tiene una resistencia a la tracción aproximadamente igual (293 MPa) a la del material, sin recocido, prensado a 850 MPa (Al AMCu/850), y que le supera ampliamente en ductilidad (A = 7.3% frente a 5.4%, respectivamente). En pocas palabras, tanto la adición de 1% de cobre (aditivo de sinterización), como el recocido del polvo molido, facilitan la consolidación por prensado en frío y sinterización del polvo Al AM, mejorando sus propiedades mecánicas.

3.2. Comportamiento mecánico a alta temperatura

Se ha estudiado la estabilidad térmica y el comportamiento a tracción en caliente del material Al AM(R)Cu/600, que mostró el mejor conjunto de propiedades a temperatura ambiente (Tabla 1).

La estabilidad térmica se evaluó midiendo la dureza de las muestras a 25ºC, antes y después de sometimiento a un tratamiento térmico a 400ºC durante 100 h. Los resultados del ensayo se representan en la Fig. 1. Dicha figura evidencia la estabilidad a temperatura de este material, ya que la pérdida de dureza, como consecuencia del calentamiento prolongado a 400ºC, es solamente de un 6%. Esta estabilidad térmica es bien diferente de la presentada por las aleaciones de aluminio convencionales, endurecidas por precipitación, las cuales sufren disminuciones drásticas de dureza tras un calentamiento de ese tipo.

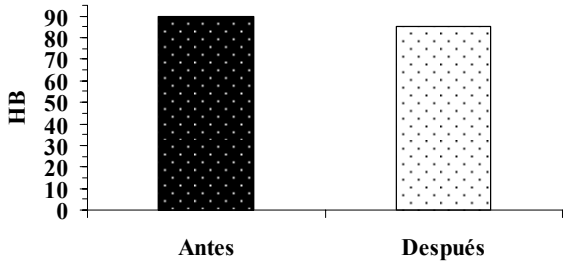

Fig. 1. Diagrama ilustrando el comportamiento de la dureza, a temperatura ambiente, del material Al AM(R)Cu/600, antes y después del tratamiento térmico a 400ºC durante 100 h.

La alta estabilidad térmica de las muestras de Al AM(R)Cu/600 debe atribuirse al historial térmico de este material, que ha sido previamente tratado a 600ºC durante dos horas (recocido) y, posteriormente a 650ºC durante 1 h (sinterización). A esto hay que añadir, y de forma muy especial, que la finísima dispersión de partículas submicroscópicas de Al_2O_3 y Al_4C_3 sirven de anclaje a los límites de grano, oponiéndose a su crecimiento, con lo que el nivel de dureza se retiene.

El ensayo de tracción del Al AM(R)Cu/600, a 250ºC (Fig. 2), se realizó a velocidad constante de carga de 98 N/s. La resistencia a la tracción a esa temperatura (158 MPa) se reduce casi a la mitad, con respecto a la de la temperatura ambiente (Tabla 1). Sin embargo, aún conserva un valor que es más del doble del que se obtiene con probetas de aluminio elemental pulvimetalúrgico ensayadas a 25ºC. Por su parte, la ductilidad a 250ºC mejora notablemente, ya que el alargamiento es del 21.2%, lo que supone prácticamente un valor tres veces superior al conseguido a temperatura ambiente (Tabla 1). Así pues, el material Al AMCu(R)/600 no presenta el fenómeno habitual en aleaciones avanzadas de aluminio del "mínimo de ductilidad a temperaturas intermedias" por el que el alargamiento no supera el 1% a temperaturas de servicio entre 100 y 250ºC [7]. La alta ductilidad del material aquí desarrollado cabe atribuirla, en gran medida, a la presencia en la estructura, como se describe en el apartado siguiente, de parches de fases líquidas solidificas, de baja dureza, que se forman durante la sinterización.

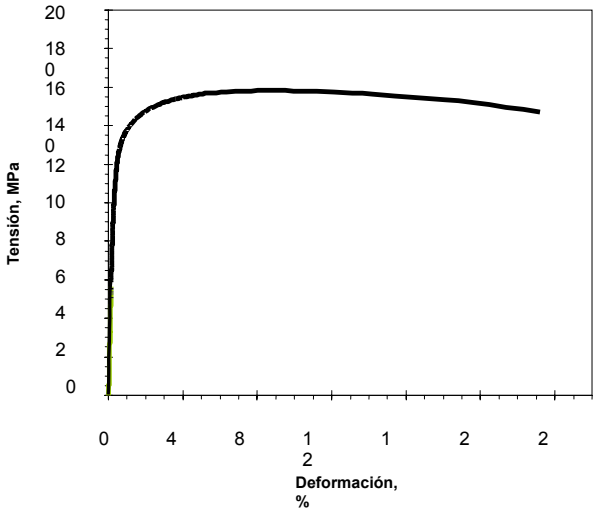

Fig. 2. Curva tensión vs. deformación del material Al AM(R)Cu/600 obtenida a 250ºC.

3.3 Aspectos microestructurales y fractográficos

La Fig. 3 muestra las microestructuras del material Al AM/850, (a) en estado verde, es decir, tras el prensado, y (b) tras la sinterización. Puede observarse en la Fig. 3a, además de los poros, partículas metálicas que conservan su identidad original ya que solamente en algunas zonas locales se ha producido la unión metálica, pero, en general, la adhesión entre las partículas debe haber sido débil. El material, una vez sinterizado, Fig. 3b, aún conserva muchos restos de fronteras entre partículas. Estas características indican que existe un bajo grado de cohesión entre las partículas

metálicas, debido a que la sinterización no ha sido muy efectiva.

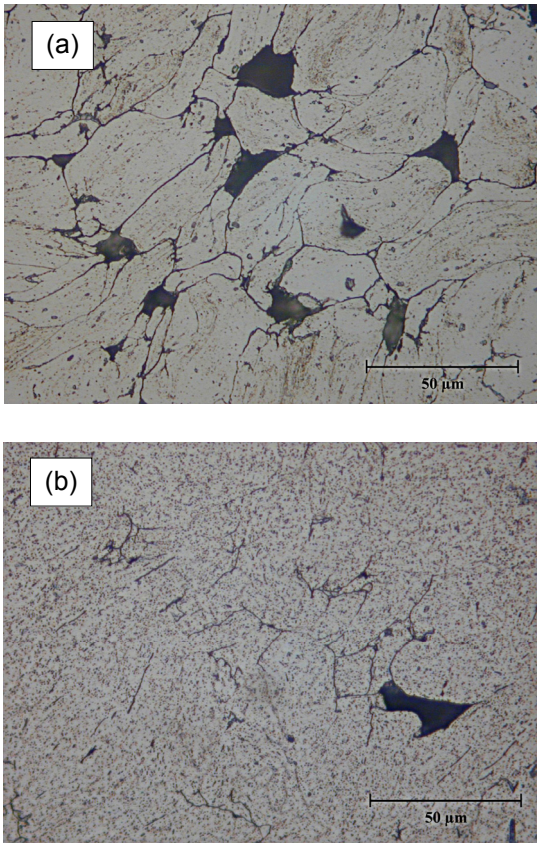

Fig. 3. (a) Al AM/850 en estado verde; (b) Al AM/850 en estado sinterizado.

El material Al AMCu/850 presenta una estructura en estado verde, Fig. 4a, muy similar a la del Al AM en el mismo estado, Fig. 3a, diferenciándose únicamente por la presencia de partículas rojizas de cobre. Las partículas metálicas conservan su individualidad tras la compactación en frío. Sin embargo, tras la sinterización, Fig. 4b, desparece el mero agrupamiento de partículas individuales, no observándose límites o fronteras entre ellas, y las partículas de cobre originales se han convertido en parches extendidos de color gris claro. Como puede predecirse de la contemplación del diagrama Al-Cu, se han formado, en la etapa de sinterización, fases líquidas que solidifican durante el enfriamiento. Este fenómeno da lugar a una mejor densificación y cohesión del material, lo que se traduce en una mejora de las propiedades mecánicas. La ductilidad, en particular, se ve además, favorecida por la estructura bimodal de partículas duras, esencialmente de Al AM, y de partículas blandas, fundamentalmente de Al simple solidificado.

El examen fractográfico de las probetas de Al AM/850 consolidadas, rotas a tracción, revela que la fractura tiene lugar por descohesión entre las partículas (Fig. 5a).

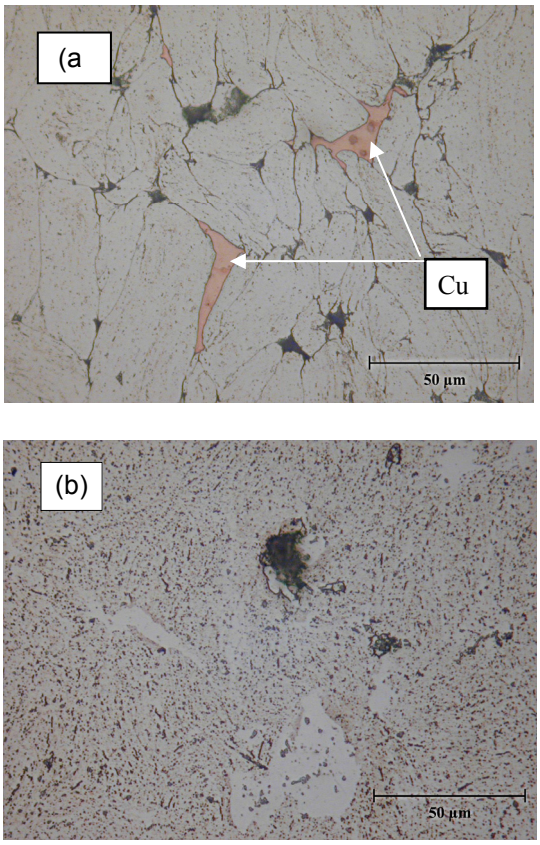

Fig. 4. (a) Al AMCu/850 en estado verde; (b) Al AMCu/850 en estado sinterizado.

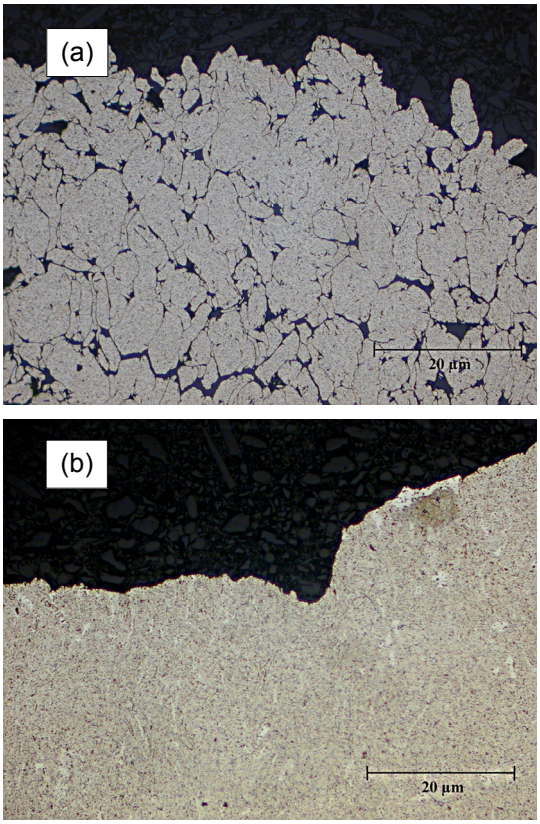

Fig. 5. Micrografía del plano que intercepta a la superficie de fractura: (a) Al AM/850; (b) Al AMCu/850.

Sucede lo que cabría esperar de la microestructura del material consolidado, mostrada en la Fig. 3b. El material Al AMCu/850, a su vez, roto a tracción, exhibe una fractura dúctil y "transparticular", Fig. 5b. Las partículas metálicas han perdido su individualidad, como consecuencia de la sinterización en presencia de fases líquidas. Las propiedades a tracción mejoran, respecto al material sin aditivo de Cu, y, así, por ejemplo, el alargamiento pasa de 1.6 a 5.4% (Tabla 1). La buena ductilidad se comprueba también microfractográficamente con la observación de numerosos y finos hoyuelos (*dimples*) por SEM, Fig. 6a.

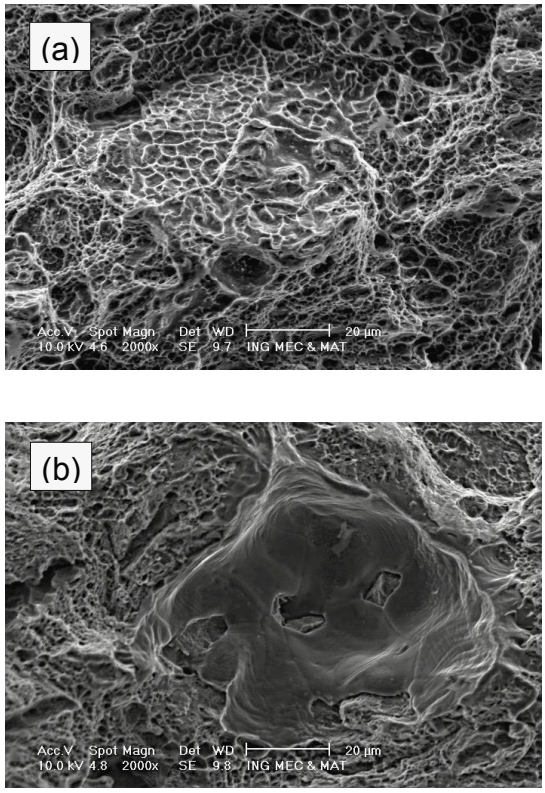

Fig. 6. Fotomicrografía SEM-SE del material Al AMCu/850 roto a tracción: (a) Superficie de fractura; (b) Detalle de un charco fundido cristalizado.

En la Fig. 6b se muestra un detalle de la Fig. 6a donde aparece el testimonio de un charco líquido solidificado.

CONCLUSIONES

La adición de 1% de polvo de cobre al polvo de Al AM, previamente a la consolidación, mejora su sinterabilidad, mediante la formación de fases líquidas durante la sinterización. Por otra parte, el ablandamiento del polvo Al AM, por recocido previo a la mezcla con el aditivo de cobre, facilita el procesado de consolidación, al permitir el uso de presiones de compactación más bajas.

El empleo del aditivo de cobre, en particular con el polvo Al AM recocido, se traduce en una notable mejora en las propiedades mecánicas de las piezas consolidadas, especialmente en la ductilidad. La fractura de las probetas de Al AM, sin adición de cobre, es de tipo interparticular, por descohesión de las partículas; sin embargo, con el empleo del aditivo de sinterización, dicha factura es típicamente dúctil y transgranular.

Por otra parte, estas muestras tienen una alta estabilidad térmica y no presentan reducción de ductilidad, como otras aleaciones avanzadas de aluminio, cuando se ensayan a tracción a 250ºC.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen la financiación recibida de FEDER/MCYT, Madrid, a través del proyecto de investigación DPI2002-00726.

REFERENCIAS

[1] Rodríguez, J.A., Gallardo J.M. and Herrera, E.J., "Structure and properties of attrition-milled aluminium powder", *J. Mater. Sci.*, 32, 3535-3539 (1997).

[2] Weber, J.H. and Schelleng R.D., "Mechanical alloying of dispersion strengthened aluminium: A retrospective review", *Dispersion Strengthened Aluminum Alloys*, Ed. by Y.-W. Kim and W.M. Griffith, The Minerals, Metals & Materials Society, pag. 467-482, Warrendale, PA, USA, 1988.

[3] Herrera, E.J., Rodríguez, J.A., Gallardo J.M., J.J. Fuentes, "Enhanced sintering of MA Al with silicon additives", *Euro PM 2004 (PM Lightweight and Porous Materials)*, *Vol. 4*, EPMA, pag. 71-76, Bellstone, Shrewsbury, UK, 2004.

[4] Fuentes, J.J., Rodríguez, J.A. y Herrera, E.J., "Rotura de probetas sinterizadas de Al AM con adición de silicio", *Anales de Mecánica de la Fractura*, 18, 137-144 (2001).

[5] "Tension test specimen for pressed and sintered metal powders", MPIF Standard 10, Metal Powder Industries Federation (1999).

[6] Kehl, W. and Fischmeister, H.F., "Liquid phase sintering of Al-Cu compacts", *Powder Metall.*, 3, 113-119 (1980).

[7] Lee, D.Y. and Zupon, D.E., "High temperature performance of dispersion strengthened P/M aluminium alloys", *Dispersion Strengthened Aluminum Alloys*, Ed. by Y.-W. Kim and W.M. Griffith, The Minerals, Metals & Materials Society, pag. 265-281, Warrendale, PA, USA, 1988.