

**FRACTURA DE MUESTRAS DE ALUMINIO SINTERIZADO ENDURECIDO POR
MOLIENDA REACTIVA****M.Naranjo, J.A.Rodríguez, E.J.Herrera****Universidad de Sevilla
Grupo de Metalurgia e Ingeniería de los Materiales
Escuela Superior de Ingenieros. c/ Camino de los Descubrimientos s/n, 41092 Sevilla**

Resumen. Se han obtenido polvos metálicos de aluminio aleado mecánicamente por molienda reactiva en aire y en amoníaco, respectivamente. Los polvos, así preparados, se han consolidado por un ciclo simple de prensado en frío y sinterización en vacío. Estudios de propiedades mecánicas y estructurales, llevadas a cabo, indican que el aluminio aleado mecánicamente en amoníaco tiene una resistencia a la tracción muy elevada, alrededor de 550MPa, si bien su alargamiento es muy pequeño. A este respecto, las probetas con mayor contaminación de Fe presentan una ductilidad relativa mayor. En estas últimas muestras, la presencia de agujas de un intermetálico Fe-Al juega un papel importante en el mecanismo de fractura. Se aconseja, para mejorar las propiedades mecánicas, la eliminación de las grietas superficiales de los compactos, tras el sinterizado.

Abstract. Mechanically alloyed aluminium powder has been obtained by milling in air and ammonia, respectively. Milled powders were consolidated by a single cycle of cold pressing and vacuum sintering. Studies of mechanical and structural properties have been carried out. Compacts prepared from ammonia-milled powders show a high ultimate tensile strength, around 550MPa, though their elongation is very small. Curiously, samples with higher iron contamination have a relative better ductility. In these samples, the presence of needles of an Fe-Al intermetallics plays an important role in the fracture mechanism. It is suggested to eliminate by mechanical means, after sintering, the surface cracks of compacts.

1.INTRODUCCIÓN

En los últimos años, el Grupo de investigación de los autores viene desarrollando estudios sobre la consolidación de polvo de aluminio aleado mecánicamente (AM). La consolidación se realiza normalmente por un procedimiento pulvimetalúrgico alternativo, consistente en un ciclo doble de prensado uniaxial en frío y sinterización en vacío, de los polvos AlAM, previamente desgasificados [1]. Este procedimiento difiere de los convencionalmente utilizados, que emplean, al menos, una etapa de deformación plástica en caliente, usualmente extrusión en caliente, durante la consolidación. El nuevo procesado es especialmente apto para la fabricación en serie de piezas numerosas y de pequeño tamaño, típicas, por ejemplo, en la industria del automóvil.

Con la finalidad de abaratar el procesado de consolidación, se está investigando la posibilidad de simplificar el proceso, en el sentido de reducir el número de pasos ó etapas a emplear. Así, de las 5 etapas originales (desgasificado + primer prensado + primera sinterización + segundo prensado + segunda sinterización) se ha pasado a sólo tres, ó incluso a dos, con el uso de un ciclo simple de prensado y sinterización en vacío, eventualmente precedido de un tratamiento de reblandecimiento de los polvos ó de la adición de ayudas de sinterización. Una nueva línea de trabajo es la utilización de molineras reactivas, con el empleo de gases, tales como el amoníaco, que, en virtud de reacciones sólido-gas, no sólo modifican la microestructura del polvo de aluminio, sino también sus características superficiales y, como consecuencia, su sinterabilidad.

En la presente investigación, se presentan los primeros resultados, en cuanto propiedades mecánicas y comportamiento a fractura, de polvos de aluminio obtenidos por molienda reactiva en presencia de amoníaco gaseoso. El aluminio aleado mecánicamente, de esta forma, se ha consolidado por un ciclo simple de prensado y sinterización en vacío.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1 Molienda y consolidación

El polvo de aluminio de partida fue un polvo comercial (>99.5%), de la firma Eckart-Werke, obtenido por atomización en aire, y con un tamaño medio de partícula de 50µm. La principal impureza es 0.15% Fe. Éste polvo de partida se denominará Al. La molienda se realizó en un molino vertical tipo attritor, durante 10 horas, con adición de un 3% de una cera (Hoechst Micropowder C, de fórmula $H_{35}C_{17}CONHC_2H_4NHCOC_{17}H_{35}$), que actúa como agente controlador del proceso (ACP). Excepto en lo referente al porcentaje de ACP ó, en su caso, a la atmósfera de molienda, las condiciones generales se han descrito en otro lugar [2]. La atmósfera de molienda usada fue, bien i) aire confinado , ó ii) amoníaco gaseoso, a presión de 1.3bar. Los polvos molidos en aire se designarán AlAM. Los polvos sometidos a molienda en atmósfera de amoníaco se llamarán: AlAM (N) ó AlAM (N,Fe), según el grado de contaminación de Fe sufrido durante la molienda. La contaminación por Fe depende, en cierta medida, del estado de las paredes de la vasija y de las bolas. La Tabla 1 indica el porcentaje de Fe contenido en los cuatro diferentes polvos objetos de estudio.

Tabla 1. Contenido en Fe del aluminio en estado de recepción y tras la molienda, determinado por ICP.

Material	%Fe
Al	0.15
Al AM	0.26
Al AM (N)	0.17
Al AM (N, Fe)	0.36

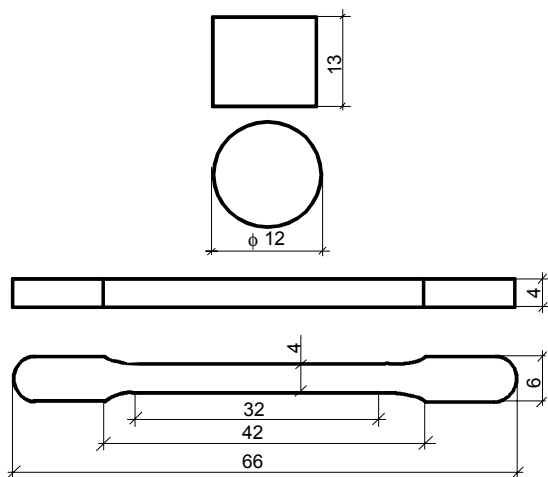


Fig.1. Probetas cilíndricas y en “hueso de perro” utilizadas en los ensayos

Excepto el polvo de Al simple, que se consolidó por un ciclo doble de prensado en frío y sinterización en vacío, los polvos molidos se consolidaron por un ciclo simple de compactación a 850 MPa, y sinterización en vacío (5Pa), a 650°C durante 30 minutos, seguido de enfriamiento dentro del horno. El prensado se realizó utilizando lubricación en paredes con una suspensión del mismo ACP. Las formas de las probetas obtenidas se esquematizan en la Fig.1

2.2 Ensayos

Las probetas cilíndricas fueron destinadas, exclusivamente, para la determinación de la densidad aparente de los compactos, así como de su dureza Brinell(HB). La densidad se calculó por pesada y medida de dimensiones de dichas probetas, complementando, eventualmente, con estudios de análisis de imagen. Los ensayos de tracción se realizaron en una máquina universal de ensayos Instron, a una velocidad de aplicación de carga de 98,1N/s. Los estudios estructurales y fractográficos se llevaron a cabo por examen mediante microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido. En este último caso se ha usado tanto el modo SE (electrones secundarios) como el modo BSE (electrones retrodispersados).

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Propiedades mecánicas y otras

Los valores de densidad relativa (D), dureza Brinell (HB), resistencia a la tracción (R) y alargamiento (A) de los compactos consolidados, pertenecientes a los cuatro materiales estudiados, se recogen en la Tabla 2. Puede observarse en esta tabla que el grado de densificación obtenido en todos los compactos es muy

Tabla 2. Propiedades de los compactos finales.

Material	D, %	HB,kp/mm ²	R, MPa	A, %
Al	98	30±1	97±3	13±3
Al AM	97.5	103±2	332±10	0.3±0.2
Al AM (N)	~100	180±4	573±12	0.3±0.2
AlAM(N,Fe)	~100	167±4	525±7	1.7±0.5

elevado, especialmente en los obtenidos a partir de polvos molidos en presencia de amoníaco. En estos últimos compactos sinterizados, la densificación ha sido casi total, pudiendo decirse que la porosidad residual es prácticamente nula. En lo relativo a la dureza, puede observarse que el aleado mecánico en aire multiplica el endurecimiento del aluminio simple por aproximadamente 3.5, mientras que el aleado mecánico en amoníaco eleva la dureza por un factor de hasta aproximadamente 6. Los incrementos de dureza,

conseguidos por aleado mecánico en aire ó amoniaco, se reflejan también en los valores de resistencia a la tracción (Tabla 2). Estos valores, en el caso del AlAM (N) y AlAM (N,Fe), son muy altos, 573 y 525MPa, respectivamente, sobre todo habida cuenta de que se trata de materiales de base aluminio no aleado. La ductilidad de los compactos aleados mecánicamente es muy reducida, 0.3 y 1.7%, respectivamente. Es de destacar que la muestra aleada mecánicamente con ductilidad más elevada (A=1.7%), corresponde a la muestra AlAM (N,Fe), que presenta el mayor grado de contaminación de Fe (0.36%) (Tabla 1). La Fig.2, correspondiente al ensayo de tracción de probetas de los materiales aleados mecánicamente, muestra de forma visual las diferencias de comportamiento, es decir, el aleado mecánico en presencia de amoniaco produce mayor resistencia a la tracción y, curiosamente, la impurificación por Fe, mejora la ductilidad. La mejora de ductilidad por esta causa se tratará de explicar más adelante, con ocasión del estudio fractográfico. En lo relativo a la resistencia a la tracción ó al endurecimiento, el polvo AlAM endurece grandemente en virtud de endurecimiento por dispersión, debido a la introducción, durante la molienda, de partículas submicroscópicas de Al_2O_3 y Al_4C_3 , unido a la formación de un tamaño de grano metalográfico también submicroscópico [2,3]. La principal dificultad a superar, en la consolidación de los polvos AlAM, es lograr una buena adhesión entre las partículas, ya que poseen películas superficiales de óxidos que se oponen a la misma. En el caso de los polvos molidos en presencia de amoniaco, se altera la naturaleza de la superficie de las partículas, como se ha comprobado en un estudio preliminar por espectroscopia de fotoelectrones (XPS). Se ha observado que los polvos AlAM (N) y AlAM (N,Fe) se comportan durante la sinterización de forma diferente a los de AlAM, en el

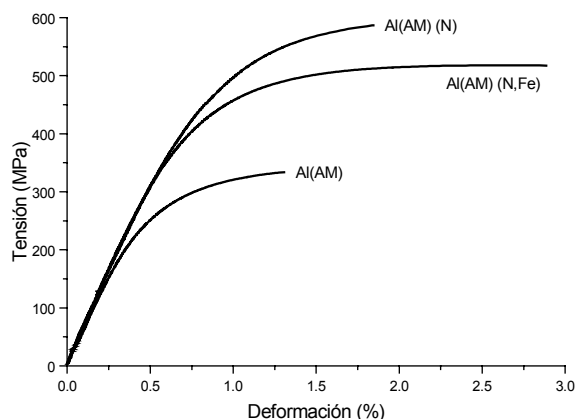


Fig.2. Curvas del ensayo de tracción.

3.2 Características fractográficas

Dada la baja ductilidad de los materiales aleados mecánicamente (Tabla 2), no cabe esperar un proceso de rotura con amplia deformación plástica de las muestras, sino más bien una rotura casi frágil por corrimiento de grietas. La observación por microscopía óptica de muestras atacadas, en las cercanías de la zona de rotura por tracción (Fig. 3) , indica la presencia de numerosos poros y algunas agujas de un intermetálico Fe-Al, en el material AlAM (Fig. 3a). La presencia de Fe en estas agujas se detectó por análisis EDX. Asimismo, el perfil de la superficie fracturada parece indicar que la rotura ha ocurrido, en gran medida, vía descohesión de las partículas metálicas. En la microestructura de AlAM (N) no se distinguen agujas del intermetálico Fe-Al, ni poros, los cuales han sido sustituidos por unas manchas blancas, posiblemente restos de una fase líquida formada durante la

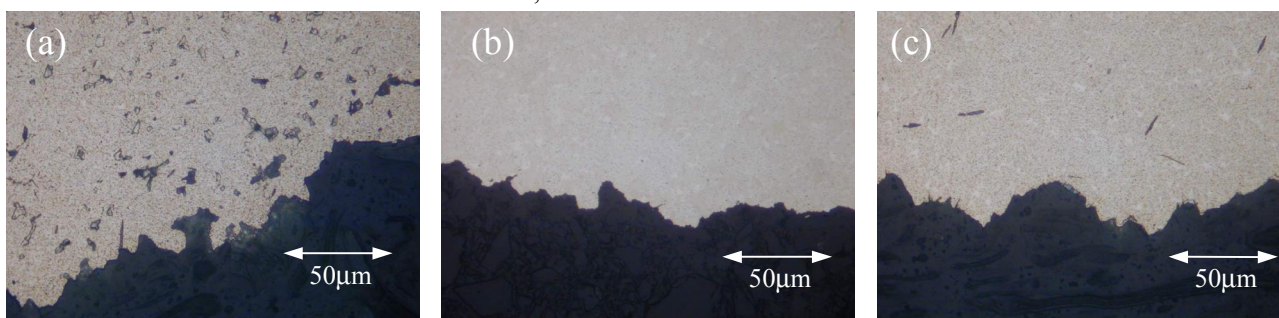


Fig.3. Micrografía de la región cercana al perfil de fractura, en las muestras (a)AlAM , (b) AlAM (N), y (c) Al(AM) (N,Fe). Ataque con el reactivo de Keller.

sentido de que su densificación es muy rápida y prácticamente total (Tabla 2). El comportamiento durante la sinterización apunta a que durante ésta tiene lugar la aparición de una fase líquida, presumiblemente un eutéctico de Al y AlN. [4]. Este hecho, junto al incremento de dispersoides durante la molienda, por formación de AlN, explicaría la mayor resistencia a la tracción de los materiales preparados por molienda en amoniaco, frente a los obtenidos en aire.

sinterización (Fig. 3b). El perfil de la zona fracturada sugiere que la rotura ha sido, al menos en parte, de tipo interpartículas. A este respecto, el material AlAM (N), al igual que el AlAM (N,Fe), tiene un menor tamaño de partícula (tamaño medio 12µm) que el AlAM (tamaño medio 18µm). Finalmente, la microestructura del material AlAM (N,Fe) no presenta poros, que se han reemplazado por zonas blancas, y tiene, al igual que el AlAM, agujas del intermetálico Fe-Al (Fig. 3c). Estos

dos materiales son, precisamente, los que contienen mayor cantidad de Fe (Tabla 1). En lo relativo al perfil de la zona fracturada (Fig.3c), se detectan grandes ensenadas que, en general, no coinciden por su tamaño con las partículas de polvo, observándose, asimismo, numerosas protuberancias de dimensiones claramente menores que las de las partículas.

Las microfractografías SEM de los tres materiales estudiados se muestran en la Fig. 4. En el caso de AlAM, la rotura ha tenido lugar por descohesión de partículas metálicas (Fig. 4a), ya que éstas no han logrado una unión íntima en la totalidad de su superficie, sino sólo en algunos puntos, los cuales se manifiestan como hoyuelos (dimples). En el material AlAM (N), donde se consiguió durante la sinterización una buena unión entre las partículas, probablemente por formación de una fase líquida, la rotura parece haberse producido a través de la zona fronteriza de las partículas unidas por sinterización (Fig. 4b). Finalmente, en el material AlAM (N,Fe), se observa que las agujas de intermetálico han jugado un papel importante en el mecanismo de fractura. Así, en la Fig. 4c, puede contemplarse la rotura frágil de una tal aguja, que está rodeada de material metálico, que ha roto de forma dúctil. La influencia de las agujas del intermetálico Fe-Al en el mecanismo de rotura del AlAM (N,Fe) se pone claramente de manifiesto al observar la abundante presencia de agujas en la superficie fracturada (Fig. 4f). Estas agujas son mayores, en tamaño y número, que las existentes en otras zonas de la probeta, como fácilmente

La interpretación del mecanismo de rotura, en el material AlAM (N,Fe), es problemática. Si los dos materiales preparados por molienda en amoníaco, AlAM (N) y AlAM (N,Fe), tuviesen, en principio, una matriz metálica con el mismo grado de fragilidad, el aumento relativo de alargamiento del segundo con respecto al primero (1.7% frente a 0.3%) podría, quizás, ser explicado por un mecanismo de “microcracking”[5]. Es decir, la aparición de un campo de microgrietas desconectadas, formadas en los lugares ocupados por las agujas de intermetálico, servirían para relajar la tensión en la punta de la macrogrieta en crecimiento. Sin embargo, la matriz metálica del AlAM (N,Fe) es más blanda (167HB) que la de AlAM (N) (180HB), como se recoge en la Tabla 2. Ello podría significar que el AlAM (N,Fe) es más dúctil que el AlAM (N). Ésto parece reflejarse de la contemplación de la Fig. 4c, donde, junto a la rotura frágil de la aguja de intermetálico, se observan numerosos hoyuelos, debidos a la rotura dúctil de la matriz. Por ello, el mayor alargamiento de este material, respecto al AlAM (N), podría deberse a esta causa, o sea, a la mayor ductilidad intrínseca de la matriz metálica; aunque, a priori, no habría que desechar la cooperación de un mecanismo de microcracking al incremento del alargamiento.

Por otra parte, las probetas consolidadas poseen grietas superficiales (Fig. 5), generalmente perpendiculares al eje de tracción, originadas por las tensiones elásticas desarrolladas en la expulsión de los compactos de la matriz tras el prensado, unido probablemente a

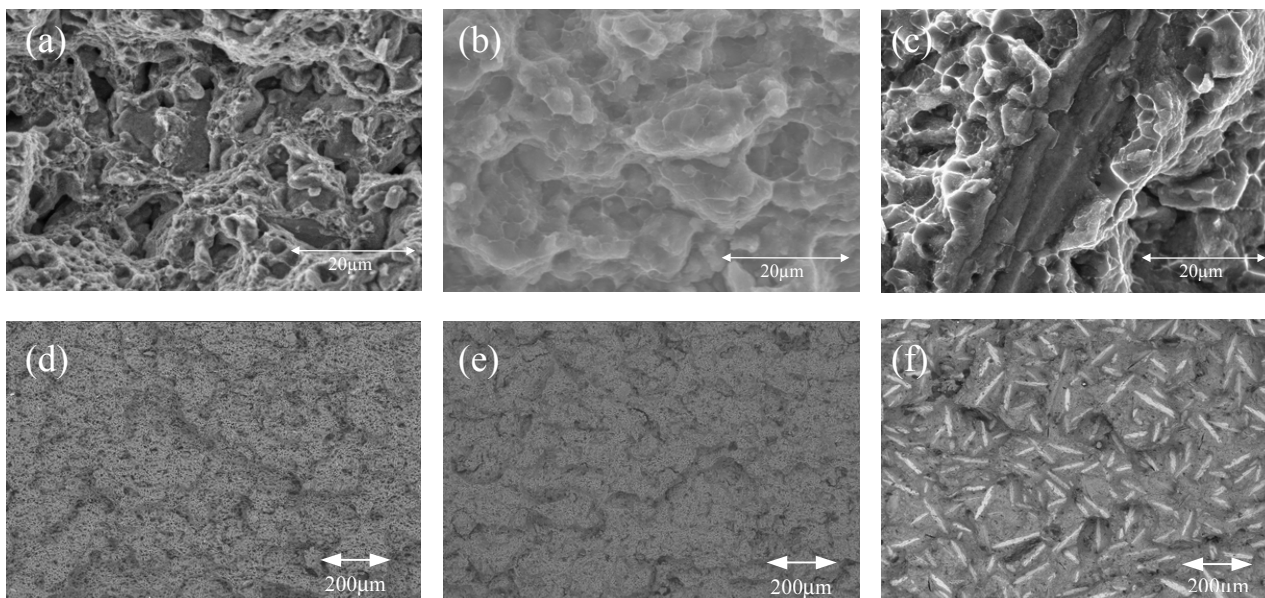


Fig.4. Microfractografías SEM, en modo SE, de las superficies fracturadas de (a) AlAM, (b) AlAM(N) y (c) AlAM(N,Fe) y, en modo BSE, de (d) AlAM, (e) AlAM(N) y (f) AlAM(N,Fe)

se comprueba de la contemplación de la Fig. 4f y la Fig. 3c. En las superficies fracturadas de AlAM (Fig. 4d) y AlAM (N) (Fig. 4e) no se detectan agujas de intermetálico. Dado que el material AlAM posee agujas de intermetálico, ésto parece confirmar que tales compuestos no intervienen en el mecanismo de rotura.

fenómenos de oxidación superficial interparticular durante la sinterización en un vacío no perfecto (5Pa), es decir, en presencia de una pequeña presión parcial de oxígeno (Fig. 5). Estas grietas pueden facilitar la rotura, en los tres materiales, con independencia de los mecanismos correspondientes de fractura. A este respecto, sería recomendable la eliminación de estas

grietas, por un proceso mecánico de pulido ó rectificado, tras la sinterización.

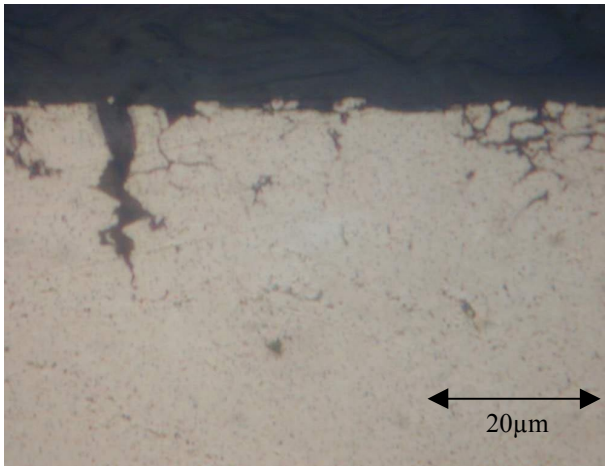


Fig. 5. Grietas en la superficie de las probetas de AlAM (N) ensayadas a tracción.

4. CONCLUSIONES

Se han consolidado, por un procedimiento simple de prensado en frío y sinterización en vacío, polvos de aluminio aleado mecánicamente, preparados por molienda reactiva en presencia de amoníaco gaseoso y, con fines comparativos, en aire. Medidas diversas propiedades de los compactos finales, se han alcanzado las siguientes conclusiones:

1.- Es posible obtener por esta vía (amoníaco) compactos prácticamente exentos de porosidad, y con una resistencia a la tracción aproximadamente 5.5 veces mayor que la correspondiente al aluminio simple, sin alea mecánicamente, y un 60 ó 70% superior a la del aluminio aleado mecánicamente en aire.

2.- La ductilidad, determinada como elongación, es muy baja (0.3%), pero, curiosamente, pasa a ser del 1.7% en el aluminio impurificado por 0.36%Fe.

3.- Las probetas AlAM rompen de forma frágil ($A=0.3\%$), por un mecanismo de descohesión entre las partículas, debido a su limitada adhesión por sinterización.

4.- En las probetas de Al(AM) (N), cuyo contenido en hierro es de 0.17%Fe, el mecanismo de rotura parece ser interparticular, probablemente por corrimiento a través de esas zonas, de grietas superficiales preexistentes.

5.- En las probetas de Al(AM) (N,Fe), cuyo contenido en hierro es de 0.36%Fe, y cuya microestructura presenta numerosas agujas de un intermetálico Fe-Al, se observa una fractura frágil en estas agujas, que están rodeadas por una matriz metálica dúctil. El incremento de alargamiento relativo de estas

probetas, respecto a las anteriores, podría atribuirse a esta mayor ductilidad de la matriz, con la probable colaboración de un mecanismo de "microcracking" en las agujas de intermetálico.

6.- Cabe esperar que la eliminación, por medios mecánicos, de las grietas superficiales preexistentes en las probetas, pueda mejorar sus propiedades mecánicas.

5. AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen la financiación recibida de la CICYT, a través del proyecto de investigación TRA99-0525.

6. REFERENCIAS

- [1] Rodríguez, J.A., Gallardo J.M. y Herrera E.J., "An alternative route to the consolidation of mechanically alloyed aluminium powder", *Mat. Trans., JIM*, 36 (2), 312-316 (1995)
- [2] Rodríguez J.A., Gallardo J.M. y Herrera E.J., "Structure and properties of attrition-milled aluminum powder" *J. Mat. Sci.*, 32, 3535-3539 (1997)
- [3] Herrero J.L., Rodríguez J.A. y Herrera E.J., "Crystallite size and microstrains in degassed mechanically alloyed aluminium powder", *Proceedings of the 1998 Powder Metallurgy World Congress & Exhibition*, Granada, Spain, Vol. 3, pp. 489-494, EPMA, Shrewsbury, UK.
- [4] Wriedt, H.A, *Bull. Alloy Phase Diagrams*, 7(4), June 1986.
- [5] Hertzberg W., "Deformation and fracture mechanics of engineering materials", 4th edition, pp. 407-409, J.Wiley, New York, 1996.