INFLUENCIA DE LA ADICIÓN DE Mg EN LA ROTURA A TRACCIÓN DE SINTERIZADOS DE Al AM

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

Grupo de Metalurgia e Ingeniería de los Materiales, Escuela Superior de Ingenieros, Univ. de Sevilla, Camino de los Descubrimientos s/n, 41092 Sevilla

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

Resumen. Se ha obtenido por molienda mecánica de alta energía polvo de aluminio aleado mecánicamente, Al AM. Las partículas de este polvo son difíciles de consolidar. En este trabajo, se ha realizado la consolidación mediante prensado mecánico en frío seguido de sinterización en vacío. Para mejorar la sinterabilidad del Al AM, pequeñas cantidades de magnesio, 0.15% Mg, se han adicionado al polvo tras la molienda. Se han empleado presiones de compactación en el rango de 700 a 1120 MPa y la sinterización se realizó a 650 ºC, 1 h. Se han llevado a cabo, sobre los compactos finales, diversos estudios mecánicos, estructurales y fractográficos. Se ha observado que la adición de Mg mejora las propiedades mecánicas del Al AM sinterizado, en particular la ductilidad. Asimismo, la fractura de los compactos fabricados a la más alta presión (1120 MPa) es de tipo dúctil y transgranular. Esto es explicable por el mayor grado de cohesión entre las partículas y la estructura de porosidad.

Abstract. Mechanically alloyed aluminium powder, Al AM, has been obtained by high-energy milling. Milled powder is difficult to consolidate. In the present work, the consolidation was carried out by cold pressing and vacuum sintering. To improve the sinterability of Al AM, small quantities of Mg, e. g., 0.15% Mg, were added after milling. The mixed powder was consolidated employing pressures between 700 to 1120 MPa, and the sintering was performed at 650 ºC/1h. Different mechanical, structural and fractographic studies have been carried out. It has been observed that the addition of Mg improves the mechanical properties of compacts, especially, the ductility. The fracture of specimens pressed at 1120 MPa is ductile and transgranular. This can be explained by better particle cohesion and a more favourable pore structure.

1. INTRODUCCIÓN

Polvo de aluminio se ha sometido a molienda mecánica de alta energía. Durante la molienda, las partículas de Al son sujetas a fenómenos repetitivos de deformación plástica, soldadura en frío y fractura, debido a la acción de impactos aleatorios de bolas de acero. Un compuesto orgánico se ha adicionado para establecer un equilibrio dinámico entre la soldadura y fractura de las partículas. Tras la molienda, el polvo resultante, denominado aluminio aleado mecánicamente, Al AM, está constituido por partículas composites (ceramo-metálicas), de tamaño de grano cristalino nanométrico. Estas partículas contienen una fina y homogénea distribución de dispersoides cerámicos submicroscópicos, Al_2O_3 y Al_4C_3 [1]. Estas partículas poseen, así, una alta dureza, lo que, unido al hecho de que están recubiertas por películas de óxidos [2], determina que muestren una baja sinterabilidad [3]. La consolidación del Al AM es, por tanto, difícil. Generalmente, los productos pulvimetalúrgicos (P/M) de Al AM se fabrican mediante procedimientos de consolidación largos, complejos y costosos, que suelen incluir operaciones de alta deformación plástica en caliente, como, por ejemplo, extrusión, lo cual permite disgregar mecánicamente los óxidos [4]. Esto habilita mecánicamente la unión metálica entre las partículas, obteniéndose piezas muy densas y de buen rendimiento. En nuestro Grupo de investigación se ha puesto a punto un método de procesado alternativo, más sencillo, que elimina la necesidad de la conformación en caliente, consistente en un ciclo doble de prensado mecánico en frío y sinterización al vacío [5]. Siguiendo esta línea de investigación, los autores han modificado el esquema de consolidación anterior para usar otro más simple, de mayor interés industrial, consistente en un solo ciclo de prensado y sinterización al vacío.

El propósito de este trabajo es estudiar la influencia del magnesio, empleado como ayuda de sinterización, ya que este elemento es capaz de reducir las películas de óxido de aluminio y, además, puede dar lugar a la aparición de fases líquidas durante la sinterización. Polvo de Al AM, mezclado con pequeñas adiciones de Mg, se ha consolidado por el nuevo método simplificado. Los compactos finales se han ensayado a tracción, se han estudiado sus características microestructurales, así como su comportamiento a fractura.

2. MÉTODO EXPERIMENTAL

El material de partida es polvo de aluminio de alta pureza (99.7% mínimo), Al, fabricado por atomización

al aire, siendo el hierro su impureza principal en un 0.15% Fe. Este polvo presenta un tamaño medio de partícula de 44 μm, cuya microdureza es de 22 HV_{20}. El polvo Al fue sometido a molienda mecánica de alta energía en un attritor Szegvari durante 10 h en aire confinado. Un 1.5% de cera EBS (etilen-bis-estearamida) en polvo se añadió como lubricante o agente controlador del proceso. Las condiciones de molienda fueron establecidas en un trabajo anterior [1]. Durante la molienda las partículas de aluminio experimentan cambios en la morfología, granulometría, microestructura y microdureza [6]. Las partículas de Al AM presentan una forma más redondeada, casi equiaxial, respecto de la configuración irregular y alargada del Al. La granulometría es más basta, ya que el tamaño medio de partícula pasa desde 44 a 78 μm. Y, la microdureza del Al AM, igual a 101 HV_{20}, es 5 veces superior a la del Al (22 HV_{20}).

Polvo de magnesio, Mg, se empleó como aditivo de sinterización. Las partículas de Mg presentan una morfología tipo irregular, siendo el 99.9% de la masa de polvos menor a 45 μm. En experiencias preliminares, al Al AM le fueron adicionadas cantidades variables de polvo de magnesio en el rango de 0.1 a 1.2% Mg, con el fin de hallar una composición apropiada para este sistema, Al AM-Mg. Cada mezcla fue consolidada, independientemente, por prensado mecánico en frío a 1120 MPa y sinterización al vacío a 650 ºC/ 1 h. Se ha encontrado que una proporción tan pequeña como 0.15% Mg produce la mejor combinación de propiedades tecnológicas y mecánicas. A mayores concentraciones (>0.15% Mg) se produce una disminución de las propiedades, en general.

En las experiencias definitivas, el polvo resultante de la mezcla Al AM+0.15%Mg, designado Al AMMg, fue consolidado por el método de prensado y sinterización simplificado. Se emplearon presiones de compactación en el rango de 700 a 1120 MPa, mientras que la sinterización se llevó a cabo en vacío de 5 Pa a 650 ºC/ 1 h, siendo seguida de enfriamiento al aire. En la designación de las distintas muestras, Al AMMg/x, la terminación "x" da cuenta de la presión de compactación utilizada en MPa. Para fines comparativos se ensayaron probetas de Al AM, sin aditivo, prensadas a 1120 MPa y sinterizadas en las mismas condiciones.

Se fabricaron dos tipos de compactos o probetas, a saber, cilíndricos y de tracción plana. Detalles dimensionales de las probetas se indican en un trabajo anterior [7]. Las probetas cilíndricas se utilizaron para medir la dureza (HB), densidad aparente (d) y densidad relativa (D). Por su parte, las probetas de tracción plana sirvieron para determinar las propiedades mecánicas a tracción, principalmente, resistencia a la tracción (R) y porcentaje de alargamiento (A). El estudio microfractográfico, sobre probetas rotas a tracción, se llevó a cabo por microscopía electrónica de barrido en el modo de electrones secundarios, SEM-SE. La observación metalográfica se realizó sobre probetas cilíndricas seccionadas longitudinalmente. Para ello, las muestras fueron embutidas en resina de poliéster, desbastadas en papel de SiC, y pulidas con polvo de diamante de 1 μm, en suspensión con aceite lubricante, y pasta húmeda de óxido de magnesio muy fino. El revelado de la microestructura se ha hecho con el reactivo químico de Keller. Asimismo, sobre las muestras, preparadas metalográficamente, se ha medido la porosidad y características morfométricas de los poros a través del programa de análisis de imagen MIP-4 (Micron-España). Al efecto, se han establecido 36 medidas de campo a 100X sobre cada muestra.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Estructura metalográfica

En la Fig. 1 se muestra la microestructura del Al AM/1120, es decir, un material sin adición de Mg, la cual consta básicamente de la fase matriz, poros residuales y restos de frontera partícula-partícula. Estos últimos corresponden a superficies internas discretas que no han logrado unirse metálicamente. En la figura, también, se aprecia cierto grado de sinterabilidad de las partículas de Al AM, debido a la red de conexiones interparticulares. Esta red, o esqueleto sólido, se forma, en principio, durante la compactación de los polvos por deformación plástica de las partículas y se fortalece, posteriormente, por acción del calor, en la etapa de sinterización.

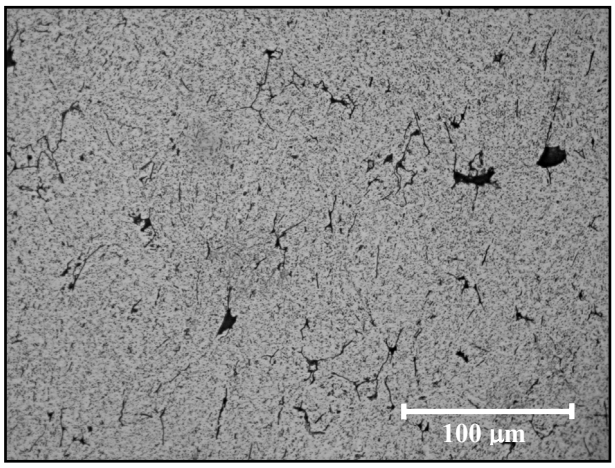


Fig. 1. Microestructura del Al AM/1120 sinterizado.

El material con adición de 0.15% Mg, Al AMMg/1120, Fig. 2, presenta una estructura metalográfica diferente. Así, es visible una fase de color gris clara (FL), aunque se halla en una proporción muy pequeña respecto de la fase matriz o gris oscura. La porosidad residual es menor, y los poros son más pequeños y redondeados. La microestructura del Al AMMg/1120 tiene la apariencia de haber alcanzado un mayor grado de integridad y/o sinterabilidad.

El magnesio tiene el potencial para actuar como un agente reductor sólido del óxido de aluminio durante la sinterización [8]. De este modo, el Mg puede reducir el sesquióxido de aluminio, Al_2O_3, y, consecuentemente, habilitar los fenómenos de interdifusión atómica en estado sólido de las partículas de Al AM. Adicionalmente, han podido formarse, en algunas regiones muy localizadas, fases líquidas (FL) como resultado de la interacción del Mg y el aluminio.

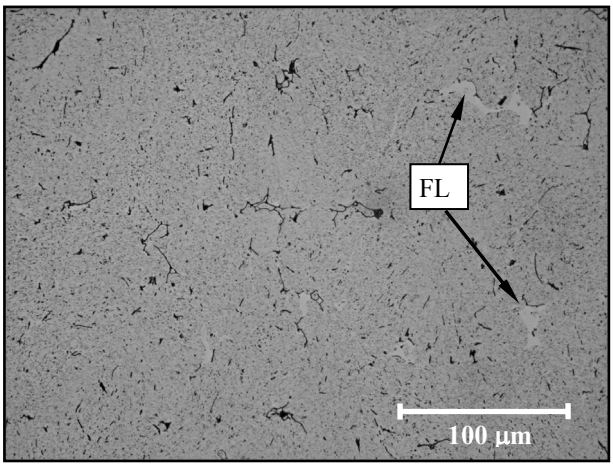


Fig. 2. Microestructura del Al AMMg/1120 sinterizado.

Por su parte, la Fig. 3, que corresponde al material Al AMMg que ha sido prensado a 700 MPa, revela nítidamente una mayor porosidad y poros de gran tamaño e irregulares. El grado de densificación y sinterabilidad es claramente inferior al del resto de los materiales.

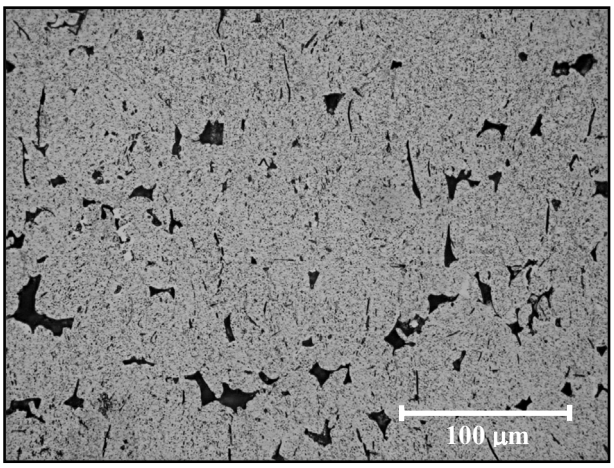


Fig. 3. Microestructura del Al AMMg/700 sinterizado.

La características metalográficas de la fase gris clara (FL), Fig. 2, hace suponer que procede del estado líquido. En efecto, el diagrama de equilibrio para el sistema binario Al-Mg, Fig. 4, señala que líquidos eutécticos pueden formarse a 437 o 450 ºC en regiones -muy localizadas- que han alcanzado la composición eutéctica. Durante el calentamiento, dentro de los compactos, tienen lugar fenómenos de interdifusión atómica aluminio-magnesio desde los puntos de contacto metálico establecidos en la operación de prensado, dando origen en la intercara Al AM/Mg a zonas de composición variable. A este respecto, el diagrama de equilibrio indica, asimismo, que, a la temperatura de sinterización (650ºC), pueden existir fases líquidas para ciertos márgenes de composiciones Al/Mg.

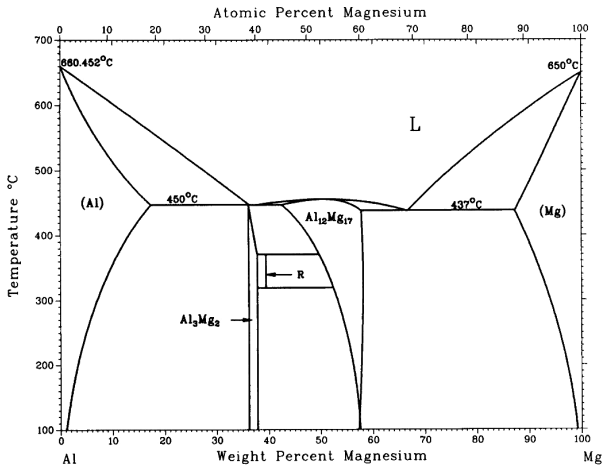


Fig. 4. Diagrama de fases binario Al-Mg.

3.2 Propiedades en estado sinterizado

En la Fig. 5 se representa la evolución de la densidad relativa (D, %) y dureza Brinel (HB, kg/mm^2) del material Al AMMg con la presión de compactación. Como referencia, se ha incluido en la gráfica los valores obtenidos por el Al AM, sin adición de Mg, prensado a 1120 MPa y sinterizado en las mismas condiciones.

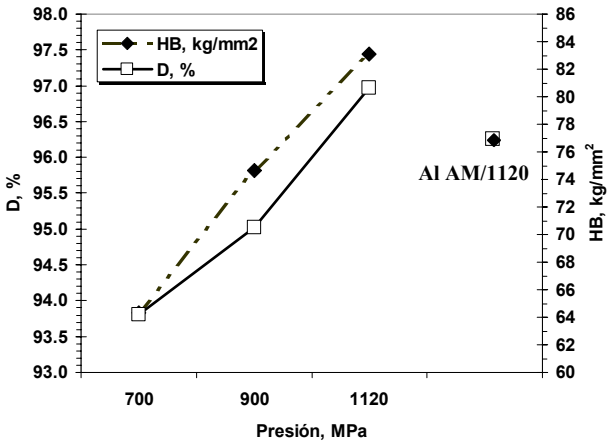


Fig. 5. Densidad relativa y dureza conforme a la presión de compactación.

Puede observarse, que el aumento de la presión de compactación promueve la densificación de los compactos (↑ D), lo cual, a su vez, se traduce en una

mejora de la dureza (↑ HB) y otras propiedades. Esto era de esperar, ya que el incremento de la presión de compactación conlleva una reducción de la porosidad en verde, y, debido a la mayor deformación plástica, a la formación de áreas de contacto más extensas entre las partículas. La acción conjunta de estos factores resulta en un fomento de la cinética de interdifusión atómica o sinterabilidad del material y con ella de las propiedades D y HB.

Adicionalmente, el efecto positivo del magnesio puede observarse entre los materiales Al AMMg y Al AM prensados a 1120 MPa. Es claro que la adición de 0.15%Mg produce un aumento de la densidad desde 96.3 a 97% y de la dureza desde 77 a 83 HB.

Las propiedades a tracción, es decir, resistencia a la tracción, R, y porcentaje de alargamiento, A, se indican en la gráfica tensión-deformación de la Fig. 6. Puede observarse que los compactos Al AMMg, prensados a 1120 MPa, curva 1, alcanzan la mayor resistencia a la tracción y ductilidad. Los valores más bajos de R y A se obtienen en los compactos prensados a 700 MPa, curva 4. Por su parte, los compactos Al AMMg/900, curva 2, presentan unas propiedades comparables con las del Al AM/1120, sin aditivo, curva 3, a pesar de ser, estos últimos, prensados a una mayor presión. En el apartado precedente, se ha indicado que el decremento de la presión de compactación conlleva un aumento de la porosidad residual. Esto explica, en gran medida, la caída en los valores de R y A que se indican en el recuadro de la gráfica Tensión vs. Deformación. Por consiguiente, la resistencia a la tracción, y, particularmente, la ductilidad son muy sensibles a la porosidad.

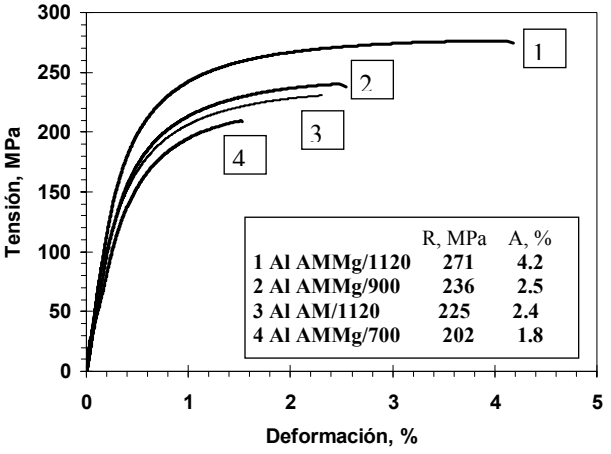


Fig. 6. Curvas tensión-deformación de los materiales investigados.

3.3 Características de la porosidad

Los materiales P/M contienen poros, los cuales forman parte de sus características estructurales. Los poros contribuyen a la determinación de las propiedades mecánicas y de fractura de los materiales. En lo relativo a la fractura, pueden contribuir de dos formas: i) como concentradores de esfuerzos locales y ii) como precursores de grietas [9]. En la Tabla 1 se presentan los valores promediados, obtenidos por análisis de imagen, del porcentaje de porosidad, ε, área máxima de poro, $A_{máx}$, y diámetro equivalente, ϕ_e. También, se incluyen los resultados del Al AM, sin adición de Mg, prensado a 1120 MPa, como referencia.

Tabla 1. Porosidad y tamaño de poros obtenidos por análisis de imagen en compactos sinterizados de Al AMMg conforme a la presión de compactación.

	ε, %	$A_{máx,}$ μm^2	$\phi_{e,}$ μm
Al AMMg/700	2.8	1062	5.5
Al AMMg/900	1.7	480	4.4
Al AMMg/1120	0.6	340	3.6
Al AM/1120	1.8	622	4.7

Como era de esperar, la mayor porosidad (ε = 2.8%) corresponde al Al AMMg/700, que fue compactado a menor presión y, en consecuencia, tiene menor densidad (Fig. 5), mientras que la menor porosidad (ε = 0.6%) la presenta el material Al AMMg/1120, compactado a mayor presión. Asimismo, la mayor intensidad de deformación plástica a que son sometidas las partículas con el incremento de la presión de compactación se traduce en poros -residuales- más pequeños. De este modo, el tamaño máximo de poro (1062 μm^2) y diámetro equivalente (5.5 μm) que alcanzan los compactos Al AMMg prensados a 700 MPa se reducen ($A_{máx}$ = 340 μm^2, ϕ_e = 3.6 μm) en los compactos prensados a 1120 MPa, Al AMMg/1120.

También, se observa en la Tabla 1 que el material Al AM/1120 presenta un porcentaje de porosidad (1.8%) y tamaño de poros (4.7 μm) mayores que los correspondientes al Al AMMg/900 (1.7% y 4.4 μm, respectivamente), a pesar de haberse compactado este último a una presión inferior (mayor porosidad residual, y de que puede haberse generado algo de porosidad secundaria por efecto Kirkendall, es decir, por la diferencia de difusividades de los elementos en interdifusión. La explicación más plausible es que en el Al AMMg/900 ha existido una mejor densificación durante la sinterización, debido a la aparición de fases líquidas.

Otros parámetros morfométricos de interés son el factor de elongación, f_e, y el factor de forma, f_f. El primero resulta del cociente entre la dimensión menor (a) a la mayor (b) de la sección transversal del poro:

$$f_e = a/b \qquad (1)$$

El segundo describe la desviación respecto de un círculo:

$$f_f = 4\pi A_i / P_i^2 \qquad (2)$$

donde, A_i y P_i son el área y el perímetro, respectivamente, de la sección transversal de un poro genérico. En ambos casos, un valor próximo a la unidad indica un alto grado de redondez del poro.

En la Fig. 7 se representa la evolución del factor de forma (barras) y del factor de elongación (línea) del material Al AMMg conforme a la presión de compactación. En la gráfica, se ha incluido, a título comparativo, los valores correspondientes al Al AM/1120.

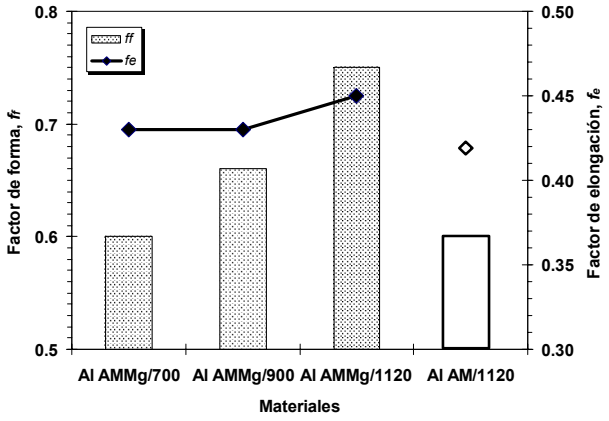


Fig. 7. Evolución de f_f y f_e con la presión de compactación.

Se observa que los compactos Al AMMg/700 presentan los valores más bajos del factor de forma (f_f = 0.6) y factor de elongación (f_e = 0.43). Estos factores mejoran con el incremento de la presión de compactación, alcanzando la mejor combinación en el material Al AMMg/1120, es decir, f_f = 0.75 y f_e = 0.45. De este modo, los poros, al ser menos angulosos junto con el bajo nivel de porosidad y menor tamaño de poro, Tabla 1, pueden en gran medida explicar las buenas propiedades a tracción que exhiben estos compactos (Fig. 6).

Al comparar los dos últimos materiales de la Fig. 7, resulta claro que la combinación f_f y f_e es peor en los compactos Al AM respecto de los compactos con adición de 0.15% Mg, consolidados en las mismas condiciones, es decir, 1120 MPa, 650 ºC/1h.

3.4 Microfractografía

La Fig. 8, que corresponde al material Al AMMg/700, indica que la superficie de fractura es típica de una rotura frágil. En la figura son evidentes partículas de Al AM discretas, y en algunas de ellas se advierte un estado intermedio de crecimiento de cuellos con sus vecinas, como se indica, a título de ejemplo, por los recuadros para la partícula central.

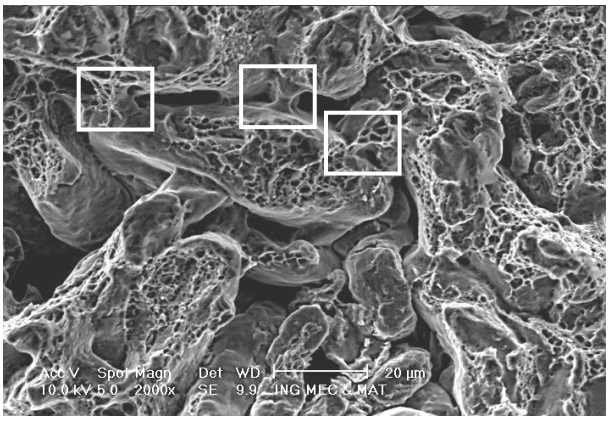


Fig. 8. Imagen SEM-SE de la superficie de fractura del Al AMMg/700.

La superficie de fractura de este material se caracteriza por una gran porosidad y un bajo grado de adhesión interparticular. Algunas partículas presentan áreas superficiales lisas. Esto hace suponer que dichas superficies permanecen inactivas durante el procesado termo-mecánico, lo cual es explicable por no haberse establecido un contacto íntimo entre las partículas vecinas durante el prensado y por la presencia perturbadora de las películas de óxidos. Asimismo, se observan algunos signos de ductilidad esporádicos en planos superficiales específicos de las partículas. Estos corresponden a regiones que establecieron contactos metal-metal durante la compactación y que, posteriormente, durante la sinterización, se reforzaron.

Por su parte, el material Al AMMg/1120, Fig. 9, presenta una rotura, básicamente, de tipo dúctil y transparticular (o transgranular), con abundancia de hoyuelos (dimples). El empleo de una alta presión, al promover un mejor contacto entre las partículas metálicas, incluidas las de Mg y Al AM, no sólo produce densificación, sino que, además, facilita la reducción del óxido de aluminio por el magnesio.

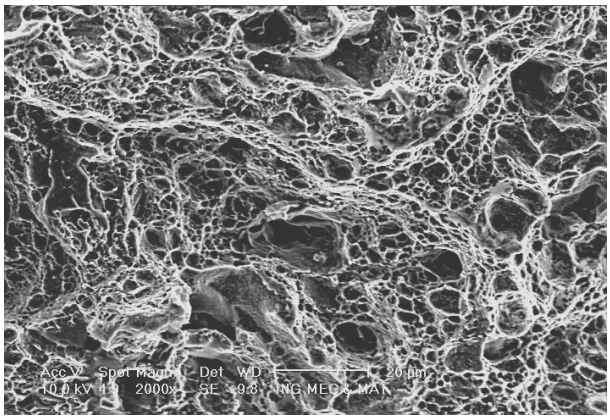


Fig. 9. Imagen SEM-SE de la superficie de fractura del Al AMMg/1120.

Para poner más de manifiesto la acción del magnesio como ayuda de sinterización del Al AM, se presenta en la Fig. 10 la rotura del material Al AM/1120.

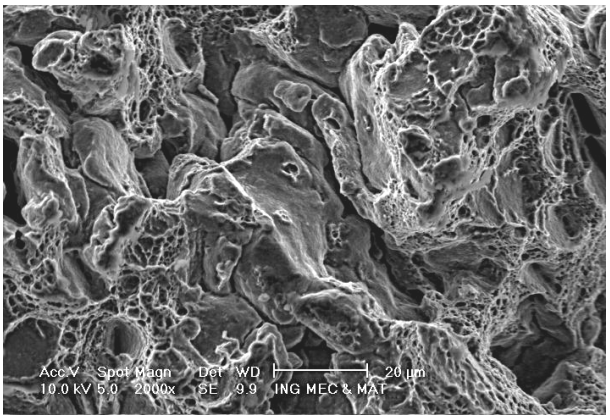


Fig. 10. Imagen SEM-SE de la superficie de fractura del Al AM/1120.

Al comparar los materiales Al AMMg/1120, Fig. 9, y Al AM/1120, Fig. 10, resulta evidente que el segundo, a diferencia del primero, exhibe una rotura cuya naturaleza es dominantemente de tipo intergranular producida por la descohesión de sus partículas. Así, el aditivo magnesio, al interactuar químicamente con los óxidos superficiales de aluminio, permite aumentar la sinterabilidad de las partículas de Al AM, a lo que se suma, también, la facilidad de sinterización promovida por la formación de fases líquidas.

4. CONCLUSIONES

La unión interparticular del polvo de aluminio aleado mecánicamente, Al AM, consolidado por prensado mecánico en frío y sinterización al vacío, se mejora por la adición de pequeñas cantidades de magnesio, por ejemplo, 0.15% Mg. Esto es explicable por la acción reductora del Mg metálico sobre las películas de óxidos que envuelven a las partículas de Al AM. La presencia del magnesio, además, origina la formación de fases líquidas durante el calentamiento, lo que, también, mejora la sinterabilidad. Todo ello se traduce en un incremento positivo de las propiedades tecnológicas y mecánicas de los compactos, en especial, de las propiedades a tracción. En el caso de probetas prensadas a 1120 MPa y sinterizadas a 650 ºC/1h, la sinterabilidad mejorada del Al AM, por adición de 0.15% Mg, da lugar a un incremento de la resistencia a la tracción y de la ductilidad del 20 y 75%, respectivamente.

Los compactos sinterizados, prensados a 1120 MPa, sin aditivo Mg, exhiben una rotura principalmente de tipo frágil e intergranular, mientras que, los compactos con adición de 0.15% Mg manifiestan una fractura de tipo dúctil y transgranular. Sin embargo, el comportamiento a tracción de estos últimos compactos, adicionados de Mg, a presiones menores, por ejemplo, 700 MPa, se torna frágil. Esto es atribuible al menor grado de contacto Mg-Al AM, y, la consecuente menor posibilidad de reducción de óxidos, la mayor porosidad, y al mayor tamaño e irregularidad morfológica de los poros, que conlleva la disminución de la presión de compactación.

AGRADECIMIENTOS

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

REFERENCIAS

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

[2] Nylund, A.and Olefjord, I., Mater. Sci. Eng., A134, 1225-1228 (1991).

[3] Higgins, P. K. and Munir, Z. A., "Application of the surface oxide model in the sintering of metallic particles", Powder Metall. Int., 14 (1), 26-29 (1982).

[4] Weber, J. H. and Schelleng, R. D., "Mechanical alloying of dispersion strengthened aluminum: A retrospective review", in Dispersion Strengthened Aluminum Alloys, edited by Y.-W. Kim and W. M. Griffith, The Minerals, Metals & Materials Society, 467-482 (1988).

[5] Rodríguez, J. A., Gallardo, J. M., and Herrera, E. J., "Consolidation of mechanically alloyed aluminium by double cold pressing and sintering", J. Mat. Proc. Tech., 56, 254-262 (1996).

[6] Fuentes, J. J., "Materiales sinterizados de aluminio aleado mecánicamente", Tesis Doctoral, Universidad de Sevilla, 2002.

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

[8] Shibli, A. and Davies, D. E., "Effect of oxidation on sintering characteristics of Al powder and effect of some minor metallic additions", Powder Metall., 30 (2), 97-101 (1987).

[9] Holmes, J., and Queeney, R. A., "Fatigue crack initiation in a porous steel", Powder Metall., 28 (4), 231-235 (1985).