

# Influencia de la temperatura de sinterización en las propiedades mecánicas del sistema Al + 20 % Fe/B\*

J. Abenojar\*\*, F. Velasco\*\*, M.A. Martínez\*\*

## Resumen

Este trabajo estudia las propiedades mecánicas de la mezcla formada por aluminio y 20% de Fe/B (50wt%), obtenido por pulvimetalurgia. Con este estudio se intenta unir a la ligereza del aluminio el efecto apantallante del boro. La formación de intermetálicos permite un amplio intervalo de temperaturas de sinterización (600 a 1100 °C), sin que con ello se produzca un cambio dimensional importante en los materiales obtenidos, ni tampoco una diferencia importante en sus propiedades mecánicas. La formación de los intermetálicos se discute mediante microscopía electrónica de barrido. En todos los materiales preparados se estudia la densidad y sus propiedades mecánicas (resistencia a flexión y dureza). También se ensayó la aptitud a la laminación en caliente de los sinterizados a 700 y a 1000 °C como método de conformado de piezas barrera para aplicaciones nucleares observándose comportamientos muy diferentes.

## Palabras clave

Materiales compuestos de matriz metálica. Boro. Propiedades mecánicas. Sinterización.

# Influence of the sintering temperature on mechanical properties of the Al + 20 % Fe/B system

## Abstract

This work studies the mechanical properties of the mix aluminium and 20% de Fe/B (50wt%), obtained through powder metallurgy. With this study, aluminium lightness and boron absorbing neutron capability are tried to join. Intermetallic formation allows a wide range of sintering temperatures (from 600 to 1100 °C), neither presenting important dimensional changes in the obtained materials, nor significant differences in mechanical properties. Intermetallic formation is discussed through scanning electron microscopy. In all manufactured materials, density and mechanical properties (bending strength and hardness) are studied. Moreover, hot rolling capability of materials sintered at 700 and 1000 °C was studied, as method to form components for barrier structures in nuclear applications, finding different behaviours.

## Keywords

Metal-matrix composites. Boron. Mechanical properties. Sintering.

## 1. INTRODUCCIÓN

Una de las aplicaciones de los aceros al boro son los contenedores de los residuos nucleares de alta actividad. Los aceros al carbono sin aleantes, fabricados por laminación en caliente, son los materiales

usados para las cápsulas destinadas a guardar el combustible gastado, debido, sobre todo, al fácil sellado del contenido por soldadura, y al buen conocimiento de su comportamiento mecánico y a corrosión<sup>[1]</sup>. De este mismo material, acero al carbono, también se piensa fabricar el sobreenvase, que es, esencialmente,

\* Trabajo recibido el día 27 de mayo de 2005 y aceptado en su forma final el día 13 de octubre de 2005.

\*\* Departamento de Ciencia e Ingeniería de Materiales. Universidad Carlos III de Madrid, Av. Universidad, 30. E-28911 Leganés (España) juana.abenojar@uc3m.es.

un contenedor destinado a suministrar a la cápsula una capacidad de blindaje adicional durante las operaciones de manejo, traslado y almacenamiento temporal, siendo necesario colocar un material de protección neutrónica en el interior de la pared. En ambos casos, la fabricación de estos envases con materiales de alto contenido en boro mejoraría notablemente la seguridad del sistema de almacenamiento. Estos materiales con alto contenido en boro no se pueden fabricar por técnicas convencionales de colada, por producirse segregaciones.

En estudios anteriores se ha visto que el introducir una gran cantidad de boro elemental (10 wt %) en un acero se fragiliza mucho el material, por la formación masiva de boruros<sup>[2]</sup>. Si estos boruros se adicionan, ya formados mediante aleación mecánica, las propiedades del material, aún siendo bajas, mejoran considerablemente<sup>[3]</sup>.

Además, para esta aplicación nuclear es muy importante, también, la ligereza del material. Por este motivo, en este trabajo se adicionan al aluminio los boruros que antes se añadían al acero<sup>[3]</sup>, buscando unir las buenas propiedades del aluminio a las propiedades como apantallante del boro<sup>[4]</sup>.

## 2. PROCESO EXPERIMENTAL

El siguiente estudio, empleando aluminio como material base ( $d_{50} = 25 \text{ mm}$ , 99,9 % de pureza), se realizó añadiendo al material un 20% en peso de la mezcla de Fe/B molido mecánicamente durante 36 h (tamaño de aglomerado, de  $5 \mu\text{m}$ )<sup>[3]</sup>, realizándose las mezclas en forma manual ya que se alcanza buena homogeneidad (el polvo no presenta segregaciones).

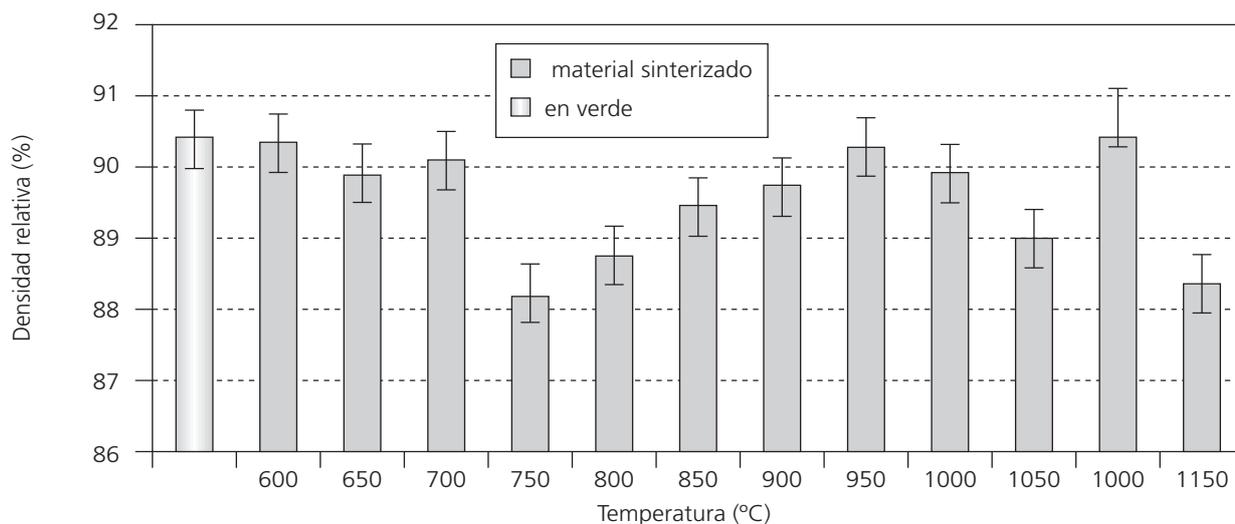
La mezcla de Al + 20 % Fe/B fue compactada uniaxialmente a 700 MPa, en forma de probetas rectangulares de flexión, evaluándose la densidad en verde. Esta aleación no puede ser extruida debido a la cantidad de refuerzo. Por lo tanto, los materiales fueron sinterizados en atmósfera de  $\text{N}_2/10\text{H}_2/0,1\text{CH}_4$  con punto de rocío de  $-50 \text{ }^\circ\text{C}$ , durante 30 min, a trece temperaturas diferentes, desde 600 hasta 1200  $^\circ\text{C}$ , con intervalos de 50  $^\circ\text{C}$ . El aumento de la temperatura se realiza al no observarse grandes variaciones en las propiedades, aunque se alcanzara la temperatura de fusión del aluminio. Las condiciones óptimas de sinterización de aleaciones base aluminio están, generalmente, entre una temperatura de 580 a 625  $^\circ\text{C}$ , en atmósfera de nitrógeno, con un bajo punto de rocío<sup>[5-7]</sup>. Se emplea esta atmósfera altamente reductora para reducir los óxidos superficiales de las partículas de aluminio y ayudar a la sinterización del material. También, esta atmósfera ayuda a eliminar el oxígeno de las partículas de Fe/B absorbido durante la aleación mecánica.

Los resultados de estos materiales no se pueden comparar con los obtenidos a partir de la mezcla elemental de Al/Fe/B en la misma proporción ya que estos materiales, al no estar aleado mecánicamente el Fe/B, no sinterizan a ninguna de las temperaturas. Con fines comparativos, se compactaron y sinterizaron (argón, 620  $^\circ\text{C}$ ) piezas de aluminio puro cuyos datos figuran en la tabla I.

Las propiedades evaluadas en los materiales sinterizados fueron la densidad después de sinterización, la resistencia a flexión en tres puntos (realizado sobre cinco piezas diferentes), la dureza (media de 20 medidas) y la aptitud a la laminación en caliente (evaluada en cuatro piezas por condición). Se incluye un estudio de la laminación en caliente al ser una técnica muy empleada en la industria para el conformado de este tipo de materiales aunque, en este trabajo, solo se evalúa su capacidad de laminación. Las temperaturas de laminación fueron 480, 600 y 640  $^\circ\text{C}$ , llegándose hasta la aparición de grietas en el material. La laminación se realizó en la dirección de la dimensión más larga de las piezas de flexión compactadas y sinterizadas. Los resultados se justificaron a la vista del análisis microestructural y fractográfico realizados por MEB.

## 3. RESULTADOS

El polvo Al + 20 % Fe/B tiene una densidad aparente del 40% y, aunque no fluye, se compacta bastante bien, pudiéndose compactar uniaxialmente probetas a 700 MPa. El material compactado mostró una densidad relativa en verde del 91 %. En la figura 1 se presenta la variación de la densidad con las temperaturas de sinterización. La densidad de los materiales sinterizados varía muy poco con la temperatura, estando su valor comprendido entre el 88 y el 91 %, por lo que no se produce densificación tras la sinterización. Los valores mínimos se encuentran para 750, 800 y 1.150  $^\circ\text{C}$ . En todos los materiales, se produce una pérdida de densidad al sinterizar, menos en el material sinterizado a 1.100  $^\circ\text{C}$ , que sí presenta densificación (Fig. 1). El motivo por el cual no se produce densificación, en un principio, es que la alta presión de compactación impide que los gases retenidos puedan escapar durante la sinterización. Esto, produce una variación volumétrica dimensional positiva (del orden del 1,5%), similar en todos los materiales, al sinterizar. Las pequeñas variaciones de densidad se deben, en primer lugar, a la fusión del aluminio (pasados los 700  $^\circ\text{C}$  la densidad disminuye) y, después, a las reacciones que se producen en el material, formándose nuevas fases que conllevan un ligero y paulatino aumento de la densidad.



**Figura 1.** Variación de la densidad relativa de sinterización con la temperatura.

Figure 1. Relative density as a function of the sintering temperature.

Mediante el análisis microestructural de estos materiales se puede interpretar la variación de las propiedades mecánicas. En la figura 2 se observa la formación de fases distintas a las de partida y cómo la temperatura afecta a la formación y crecimiento de estas fases. La formación de estas fases se debe a la difusión existente entre las partículas de Fe/B y el aluminio. Las fases blancas corresponden a un intermetálico Al-Fe (de composición aproximada 50 % en peso). Este intermetálico aparece a 600 °C (Fig. 2a), aunque es a partir de los 700 °C cuando estas partículas se extienden por todo el material (Fig. 2c). La fase gris clara son partículas de Fe/B (Figs. 2b y 2d) sin reaccionar, que se encuentran hasta los 800 °C (Fig. 2e). Cuando las temperaturas de sinterización son de 900 °C (Fig. 2f) y 950 °C (Fig. 2g), todavía quedan algunas partículas de Fe/B sin reaccionar, aunque su localización es más difícil y, a partir de los 1.000 °C (Fig. 2h), desaparecen totalmente. Alrededor de las partículas de Fe/B (Figs. 2e y 2g) se puede observar una aureola formada por el propio Fe/B y óxidos de aluminio. La formación de alúmina procede del oxígeno disuelto en las partículas de Fe/B iniciales (en un nivel del 5 %, aproximadamente).

Por otro lado, las partículas de intermetálico Al-Fe crecen con la temperatura, observándose esta evolución en todas las temperaturas pero, es a los 950 °C (Fig. 2g) y 1.000 °C (Fig. 2h), cuando este crecimiento es más importante. Para temperaturas superiores, el crecimiento se sigue produciendo. También se observan estructuras aciculares de pequeño tamaño, del mismo intermetálico, desde los 750 (Fig. 2d) hasta 1.200 °C.

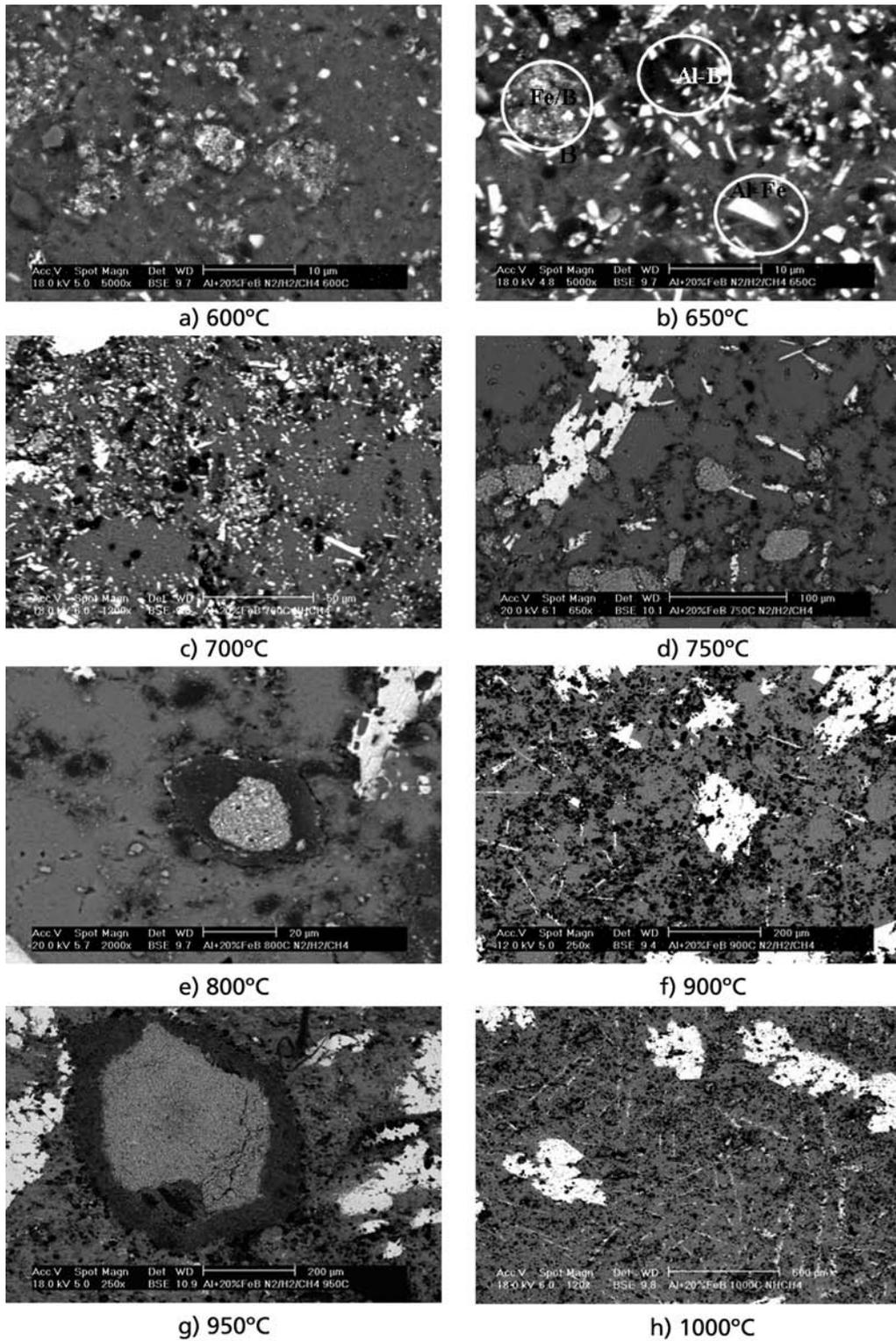
Además del Al-Fe, la descomposición del Fe/B da compuestos de Al-B, que se observan en la figura

2b (fases negras), creciendo en cantidad y tamaño con el aumento de temperatura.

En otros sistemas de aluminio, como es el de Al-Ti-B, se forman compuestos ternarios<sup>[8]</sup>, mientras que en nuestro material solo se forman compuestos binarios. Además, las adiciones de pequeñas cantidades de hierro (<1 %), muy inferiores a las de este trabajo, quedan en solución sólida<sup>[9]</sup> sin alterar la microestructura. Este aspecto tampoco se ha apreciado en esta investigación.

Como puede verse en la figura 3, la resistencia a flexión varía muy poco de una temperatura a otra, siguiendo una pauta muy similar a la encontrada en la densidad (Fig. 1). Estos valores se ven afectados por las fases presentes en el material (Fig. 2), así como por su tamaño. Los valores se mantienen estables hasta 700 °C, donde empieza a disminuir, justo cuando la cantidad de Fe/B empieza a reducirse y las partículas de Al-Fe no han crecido lo suficiente. A partir de los 850 °C la resistencia vuelve a aumentar hasta los 1.050 °C (donde se encuentra el máximo). En este intervalo, el efecto predominante es el crecimiento de las partículas de Al-Fe, que le están dando más dureza al material. Para las temperaturas más altas, al no quedar Fe/B que pueda reaccionar con el aluminio fundido, el efecto predominante es la oxidación (formación de alúmina) a partir del oxígeno presente en las partículas de Fe/B, y por tanto la resistencia es menor.

La resistencia del aluminio P/M es de 189 MPa (Tabla I), por lo que estos materiales se encuentran en valores del 75,% de resistencia mecánica, con respecto al aluminio. Estos resultados parecen razonables ya que la densidad es menor y el Fe/B añadido (20 % en peso) no parece endurecer. Si se comparan

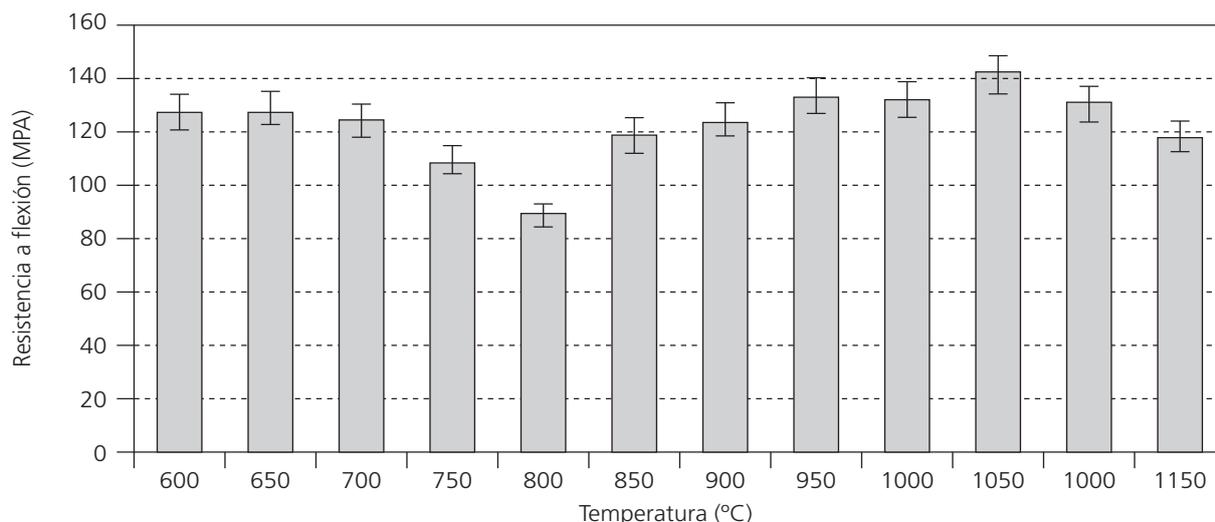


**Figura 2.** Microestructuras del Al + 20% Fe/B sinterizado a diferentes temperaturas en N<sub>2</sub>/10H<sub>2</sub>/0,1CH<sub>4</sub>.

*Figure 2. Microstructures of Al+20%Fe/B sintered at different temperatures.*

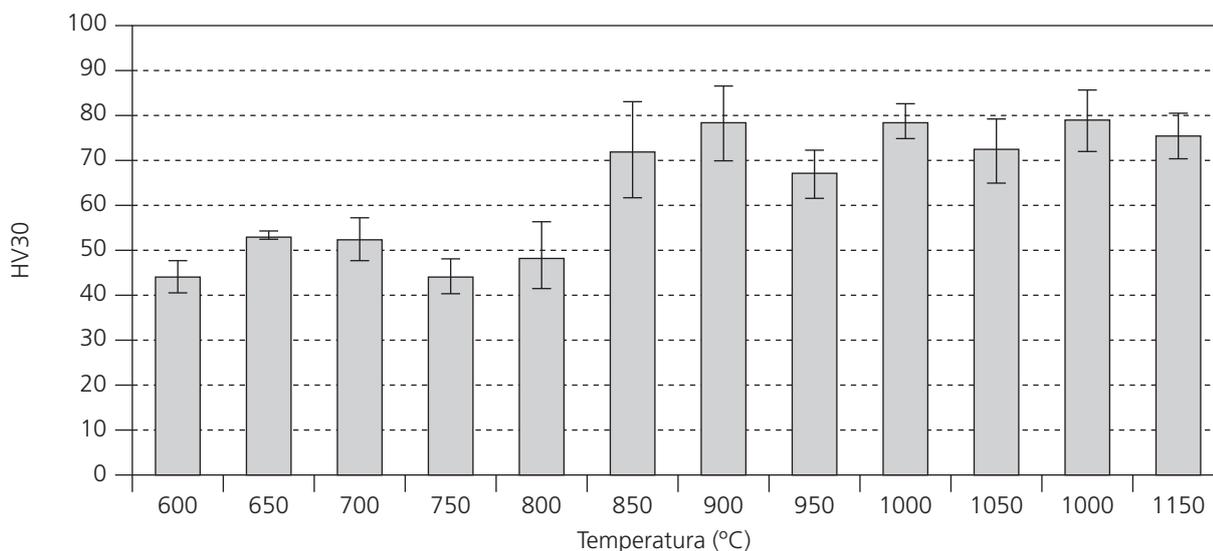
estos resultados con otros materiales base aluminio reforzado, se encuentra un comportamiento similar. Por ejemplo, para un 55 % en volumen de silicio, con un tamaño de partícula de 57  $\mu\text{m}$ , se obtiene

una resistencia a flexión de 160 MPa <sup>[10]</sup>, que supone un 84 % del aluminio sinterizado. Las propiedades mecánicas mejoran mucho cuando se trata de aleaciones obtenidas por moldeo, llegando a valores de



**Figura 3.** Variación de la resistencia a flexión con la temperatura de sinterización.

*Figure 3. Bending strength as a function of the sintering temperature.*



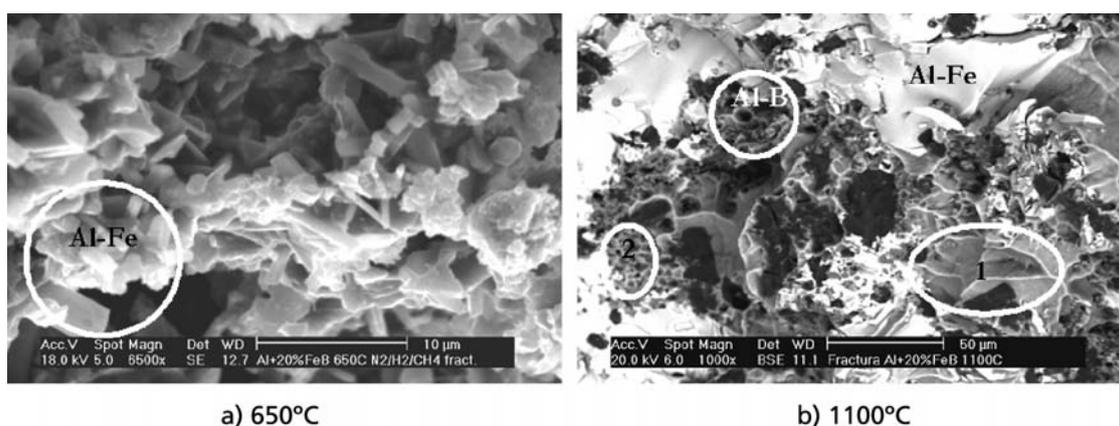
**Figura 4.** Variación de la dureza HV30 con la temperatura de sinterización.

*Figure 4. Hardness as a function of the sintering temperature.*

resistencia a flexión de 214 MPa para la aleación A357 + 15% SiC (en volumen); si esta aleación se compacta y sinteriza por HIP y, posteriormente, se le hace un tratamiento T6, se pueden alcanzar valores de 289 MPa [11].

En la figura 4 se presentan los valores de dureza obtenidos en los diferentes materiales. Se observa que los valores obtenidos varían poco a partir de los 850 °C, encontrando el valor más alto para el material sinterizado a 1.100 °C. En estos materiales no se encuentra un paralelismo entre la resistencia a flexión y la dureza; se pueden hacer dos grupos en cuanto a la dureza se refiere: uno, hasta 800 °C y, otro, de 850 a 1.150 °C.

En el primer grupo, las partículas de Al-Fe, que son las que dan la dureza al material, se están empezando a formar y su cantidad es limitada. Es, a partir de los 850 °C, cuando su cantidad es mayor, lo que explica que el material sea más duro. Los valores de dureza obtenidos para temperaturas bajas (hasta 850 °C) son normales en aleaciones de aluminio. La aleación Al + 4 % Cu + 10% TiN (en peso) presenta una densidad relativa del 98 % y una dureza de 50 HV cuando se sinteriza a 450 °C en atmósfera de nitrógeno, pero cuando es obtenida por prensado en caliente su dureza aumenta a 63 HV [12], valor inferior al que se obtiene en los materiales estudiados al sinterizar a temperaturas eleva-



**Figura 5.** Fractura del Al + 20% Fe/B sinterizado a diferentes temperaturas.

*Figure 5. Fracture of the Al + 20% Fe/B sintered at different temperatures.*

das. Las dispersiones observadas en las medidas de dureza y flexión se deben a la gran cantidad de fases presentes y la diferencia entre sus propiedades, obteniéndose valores intermedios entre los dos extremos.

En estos materiales también se realiza un estudio de la fractura sobre las piezas ensayadas a flexión. Como era de esperar por la presencia de los intermetálicos, la fractura a nivel macroscópico es frágil, observándose los planos de clivaje en la superficie de fractura.

A 650 °C, cuando las partículas de Al-Fe están empezando a formarse y aún son muy pequeñas, presentan el aspecto que se muestra en la figura 5a, donde se pueden ver perfectamente las partículas formadas, así como el armazón que impide la deformación del material.

Las diferentes fases formadas, tanto de Al-Fe como de Al-B, se pueden observar en la figura 5b, correspondiendo las zonas blancas al Al-Fe y las negras al Al-B. Además, también existen zonas grises oscuras que corresponden a la microfractura dúctil del aluminio, la zona 1, con mayor ductilidad, y otras zonas con hoyuelos (2) formados por coalescencia de microvacíos.

Finalmente, para el estudio de laminación se eligieron dos materiales: uno, sinterizado a baja temperatura (700 °C) y, otro, a alta (1.000 °C), ya que sus propiedades son bastante diferentes. En la tabla II se recogen los datos del estudio realizado.

El material sinterizado a 700 °C solo se laminó a 480 °C, ya que a esta temperatura se tiene una deformación del 60 %, siendo innecesario subir más la temperatura. Sin embargo el sinterizado a 1.000 °C solo alcanza grados de deformación del 30 % a la temperatura de laminación de 600 °C (a 640 °C, se empieza a producir fusión del aluminio que no había reaccionado al sinterizar).

La explicación de que un material lamine muy bien y el otro no, se encuentra en la microestructura. El material sinterizado a 700 °C (Fig. 2c) presenta granos pequeños del intermetálico Al-Fe en una matriz mayoritaria de aluminio. Por éste motivo, su laminación es posible hasta el 60%. El efecto de la laminación es la fractura de las partículas de intermetálico, como se puede observar en las figuras 6a y 6b. Incluso, a estos niveles de laminación, no se observa la aparición de grietas.

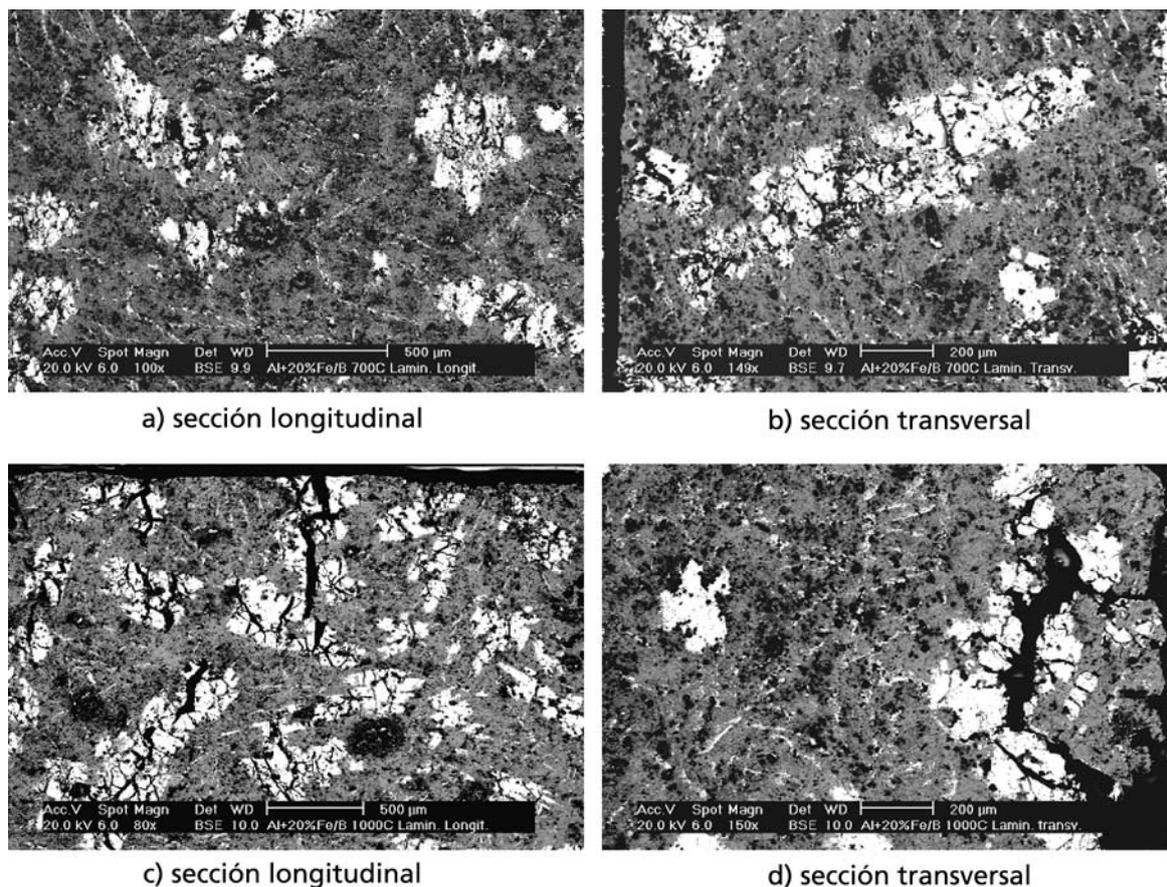
Cuando el material ha sido sinterizado a 1.000 °C (Fig. 2h), las partículas de Al-Fe son mucho más grandes y, al fracturarse por la laminación las grietas, progresan rápidamente por la matriz de aluminio (Figs. 6c y 6d). Como era de esperar, el mayor tamaño de los granos de Al-Fe endurece al material, fragilizándolo y, por tanto, dificultando su laminación. En ninguno de los dos casos se encuentra influencia de las partículas de Al-B, al ser estas de pequeño tamaño.

## CONCLUSIONES

La adición del Fe/B aleado mecánicamente hasta 36 h a una matriz de aluminio, permite la sinterización a temperaturas de hasta 1.150 °C (por encima de la temperatura de fusión del aluminio), a causa de la formación de un armazón de intermetálicos que impide la deformación del material.

En general el material no densifica cuando se sinteriza, manteniendo densidades relativas similares o inferiores a la densidad en verde.

Exceptuando las temperaturas intermedias de sinterización (desde 750 a 850 °C) y las más altas (1.150 y 1.200 °C), donde la resistencia a flexión es más baja, para el resto de temperaturas los valores son muy similares, alcanzando un máximo a 1.050 °C.



**Figura 6.** Microestructuras del Al + 20% Fe/B: a,b): sinterizado a 700°C y laminado a 480 °C, c,d) sinterizado a 1000°C, y laminado a 600°C

Figure 6. Microstructure of Al + 20% Fe/B: a,b) sintered at 700°C and rolled at 480°C, c,d) sintered at 1000°C and rolled at 600°C.

La dureza presenta dos comportamientos distintos, uno, para bajas temperaturas (hasta 800 °C) con un valor próximo a los 50 HV y, otro, a partir de los 850 °C con valores bastante más altos de dureza, en torno a los 75 HV.

Según el estudio microestructural realizado, las partículas de intermetálico crecen con la temperatura, siendo este crecimiento el factor más importante en las propiedades mecánicas de los materiales. Las partículas grandes de intermetálico impiden la laminación en caliente, facilitándose este proceso cuando las partículas son pequeñas.

## REFERENCIAS

- [1] *Comportamiento físico de las cápsulas de almacénamiento*. Publicación técnica 06/99. ENRESA, Madrid, 1999.
- [2] J. ABENOJAR, F. VELASCO y M.A. MARTÍNEZ, *J. Mater. Proc. Tech.* 143 (2003) 28-33.
- [3] J. ABENOJAR, F. VELASCO, J.M. MOTA y M.A. MARTÍNEZ, *J. Solid State Chem.* 177 (2004) 382-388.
- [4] H.C. COWEN, *Nucl. Eng.* 1 (1959) 11-17.
- [5] W. SCHATT y K.P. WIETERS, *Powder Metallurgy: Processing and Materials*. EPMA, Shrewsbury, UK, 1997.
- [6] K.M. LEE, I.H. MOON y D.J. LEE, *J. Korean Inst. Metals*, 27 (1989) 529-536.
- [7] I. AMATO, S. CORSO y E. SGAMBETTERA, *Powder Metall*, 19 (1976) 171-175.
- [8] O.M. SUÁREZ, *Rev. Metal. Madrid* 40 (2004) 173-181.
- [9] D.O. TOVÍO, A.C. GONZÁLEZ, G.W. MÚGICA y J.C. CUYÁS, *Rev. Metal. Madrid* 39 (2003) 252-259.
- [10] C.W. CHIEN, S.L. LEE, J.C. LIN y M.T. JAHN, *Mater. Lett.* 52 (2002) 334-341.
- [11] A. ZULFIA, H.V. ATKINSON, H. JONES y S. KING, *J. Mater. Sci.* 34, (1999) 4.305-4.310.
- [12] A.K. RAY, K. VENKATESWARLU, S.K. CHAUDHURY, S.K. DAS, B.R. KUMAR, y L.C. PATHAK, *Mater. Sci. Eng. A* 338 (2002) 160-165.