

Sinterización de las aleaciones Alumix 321 y 6061^(*)

P. Romano^{*,**}, J.B. Fogagnolo^{*,***}, A. García^{*} y E.M. Ruiz-Navas^{*}

Resumen En el presente trabajo se pretende estudiar el comportamiento en sinterización de dos aleaciones de aluminio, la Alumix 321 y la 6061. Ambas, poseen una composición muy similar en magnesio, cobre y silicio, pero han sido fabricadas por diferentes métodos. La Alumix 321 se ha obtenido a partir de polvos elementales, premezclados y la 6061 por atomización en agua de polvos prealeados. El trabajo llevado a cabo comprende el estudio de las propiedades en verde de los compactos fabricados, es decir, determinación de la curva de compresibilidad y de tensión así como un estudio microestructural del polvo. Para caracterizar el proceso se han llevado a cabo análisis térmicos, Análisis Térmico Diferencial (del inglés, DTA) y dilatometría. Por último, se han propuesto diferentes temperaturas de sinterización y se han estudiado las propiedades mecánicas de los materiales sinterizados, concluyéndose que la aleación 6061 presentó, en general, mejores propiedades que la Alumix 321, sinterizadas ambas a 600 °C.

Palabras clave Sinterización de aluminio. Polvo premezclado. Polvo prealeado. Propiedades mecánicas.

Sintering behaviour of Alumix 321 and 6061 aluminium alloys

Abstract The sintering behaviour of two aluminium alloys, Alumix 321 and 6061, was studied in this paper. Both have a similar Mg, Cu and Si contents, but have been obtained by different methods. The Alumix 321 alloy is produced by mixing the initial elements as powders and the 6061 is obtained by water atomization. The work carried out includes the study of the green properties, the determination of the compressibility and green strength curves as well as the microstructural characterization of the powders. Thermal analyses (DTAs and Dilatometries) were performed in order to study the behaviour of both alloys with temperature. Furthermore, different sintering temperatures were studied by characterizing the mechanical properties of the sintered materials. It can be concluded that the 6061 alloy has better properties than the Alumix 321, when both were sintered at 600 °C.

Keywords Aluminium sintering. Premixed powder. Prealloyed powder. Mechanical properties.

1. INTRODUCCIÓN

La pulvimetalurgia convencional, vía compactación y sinterización, es un proceso que permite fabricar materiales con el diseño adecuado, sin necesidad de un posterior mecanizado y, por tanto, de bajo coste. En la sinterización del aluminio es importante tener en cuenta la capa de óxido que recubre las partículas del polvo elemental. El espesor de dicha capa depende de la temperatura a la que fue formada, así como de la atmósfera bajo la cual

se almacenó el polvo, especialmente de la humedad. El óxido en el aluminio es amorfo e hidratado con una capa de agua absorbida en su superficie. En general, la capa de óxido de aluminio, debido a su estabilidad, no permite llevar a cabo la sinterización en estado sólido. La utilización de fases líquidas es un requisito fundamental en la sinterización del aluminio. Es esencial la existencia de una fase líquida que moje para garantizar la efectividad de dicho tipo de sinterización^[1].

(*) Trabajo recibido el día xxx de xxx de 2003 y aceptado en su forma final el día xxx de xxx de 2005.

(*) Departamento de Ciencia de los Materiales. Universidad Carlos III de Madrid. Av. de la Universidad, 30. E-28911. Leganés. España.

(**) Actualmente en el Instituto Max Planck para el estudio del Acero (Max Planck Institut für Eisenforschung). Max Planck Straße, 1. D-40237. Düsseldorf (Alemania).

(***) Departamento de Engenharia de Materiais. Universidade Federal de São Carlos. Rod. Washington Luis, km 235. CEP: 13565-905. São Carlos. Brasil.

Sin embargo, pueden surgir complicaciones durante la sinterización en fase líquida, especialmente cuando la fase líquida tiene carácter transitorio, es decir, que no persiste durante todo el proceso. La cantidad de líquido formado y su duración dependen de una serie de variables que incluyen velocidad de calentamiento, temperatura final de sinterización, presión de compactación, atmósfera de sinterización, nivel de impurezas y características del polvo de partida. Si todas esas características no están optimizadas, el resultado de la sinterización en presencia de una fase líquida transitoria no será efectivo^[2 y 3].

Otra de las alternativas para mejorar la sinterización es la de adicionar elementos que sean más reactivos que el propio aluminio. El magnesio es un ejemplo de ello y la energía libre de formación de su óxido es más negativa que la de los óxidos de aluminio teniendo, por tanto, el potencial para actuar como agente reductor sólido en el sistema^[4]. La reacción entre ambos metales puede ser facilitada durante la sinterización, por medio de la difusión del magnesio a través de la matriz de aluminio, y será acompañada por un cambio en volumen, el cual crea una tensión en la capa de óxido que lleva a su ruptura. Esto propiciará la difusión, el mojado y por tanto, la sinterización^[1].

Una forma de aumentar la resistencia de las aleaciones de aluminio consiste en emplear polvos prealeados. Existen técnicas de conformado libre para fabricar componentes, donde los polvos no sufren compactación. Así, se puede mejorar la pobre respuesta de los polvos prealeados a la compactación^[5 y 6]. En algunos trabajos recientes, el polvo prealeado 6061 se ha compactado y sinterizado empleando desgasificado en vacío y recocido de los polvos para mejorar la compresibilidad. Los polvos se compactaron a altas presiones, obteniéndose densidades en verde del 90 al 99 %. Durante la posterior sinterización se observó un hinchamiento de las probetas en casi todas las condiciones estudiadas. Esto, indica que al emplear sólo fase líquida para sinterizar esta aleación, no se consigue la efectividad deseada^[7 y 8].

En el presente trabajo se ha llevado a cabo una comparación de la respuesta de dos polvos de composición muy similar, incluyendo un 1 % de magnesio, considerado el nivel óptimo de formador de fase líquida^[5], pero fabricados por diferentes métodos, en un caso, premezclado y, en el otro, prealeado. En ambos casos, se estudió el comportamiento de ambos polvos, durante las diferentes fases del procesado, compactación y sinterización.

2. MATERIALES EMPLEADOS

Las aleaciones utilizadas fueron la Alumix 321 (Echart Werke) y la 6061 (Alpoco). Su composición, dada por el fabricante, viene detallada en la tabla I.

El polvo de la aleación 6061, tal y como se observa en la figura 1, presenta una morfología predominantemente equiaxial, típica de los polvos obtenidos por atomización en agua. Posee una amplia distribución de tamaños de partícula y en bastantes zonas se observan aglomerados.

La aleación Alumix 321, está constituida por partículas elementales de aluminio, silicio, cobre y magnesio. La figura 2 muestra en detalle la morfología encontrada para cada tipo de partícula.

3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Las imágenes del polvo prealeado y de las partículas elementales que componen el polvo premezclado, así como las de las probetas sinterizadas se tomaron empleando un microscopio electrónico de barrido, Philips XL 30.

La caracterización del polvo se llevó a cabo empleando las normas ISO 4490 para la velocidad de flujo e ISO 3923/1 para el cálculo de la densidad aparente.

Tabla I. Composición de las aleaciones Alumix 321 y 6061

Table I. Composition of the Alumix 321 and 6061 alloys

Aleación	% Cu	% Si	% Mg	% Fe	% Cr	% otros
Alumix 321	0,2	0,5	1,0			1,5
6061	0,19	0,69	0,96	0,02-0,06	0,24	<0,3

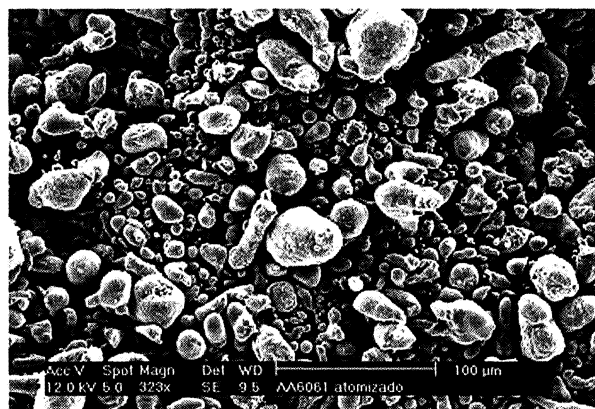


Figura 1. Morfología del polvo 6061.

Figure 1. 6061 powder morphology.

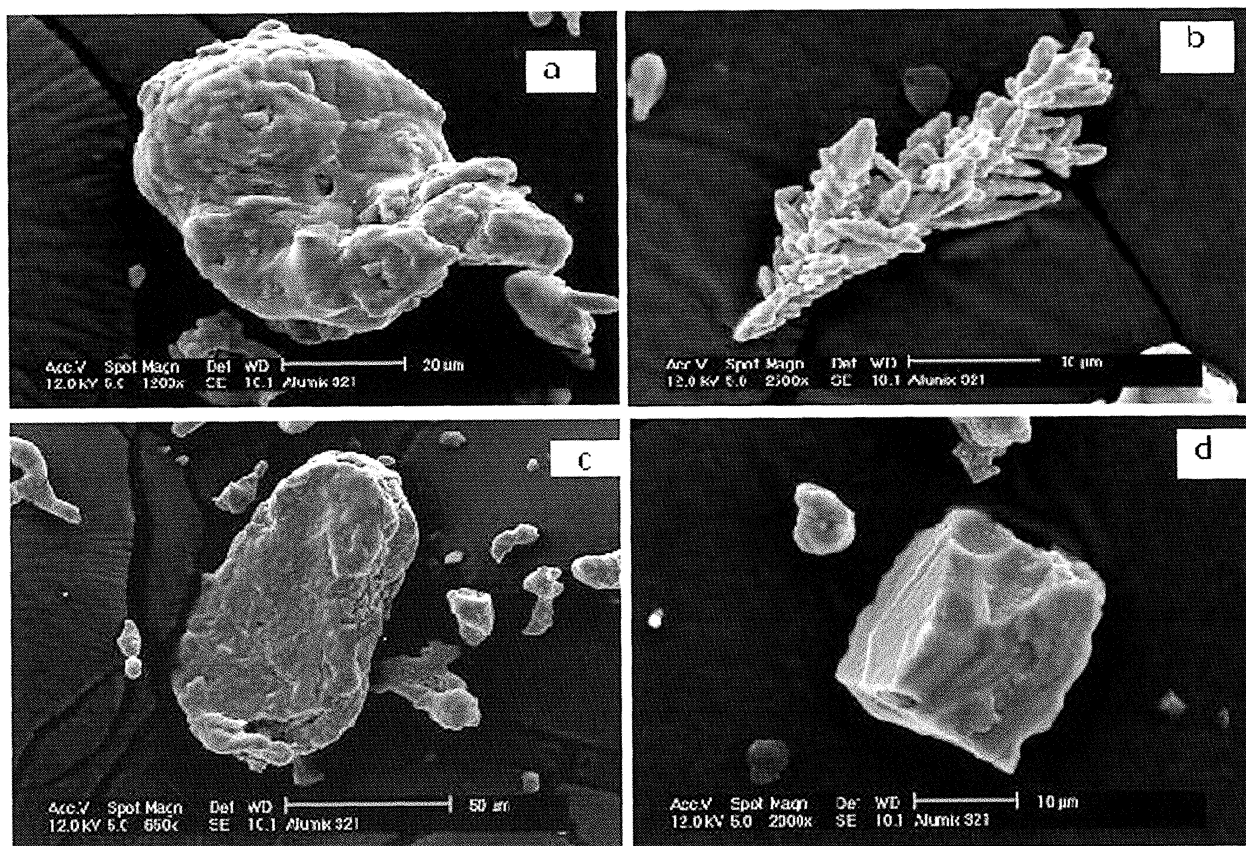


Figura 2. Morfología de las partículas de aluminio (a), cobre (b), magnesio (c) y silicio (d) para el polvo Alumix 321.

Figure 2. Alumix 321 particles morphology: aluminium (a), copper (b), magnesium (c) and silicon (d).

Se compactaron probetas de flexión de las dos aleaciones, en una prensa uniaxial de matriz flotante y lubricada con estearato de zinc a 200, 300, 400, 500 y 600 MPa. Se calculó, después, la resistencia a flexión en tres puntos y la densidad en verde y se trazaron las curvas de compresibilidad y de resistencia para determinar la presión de compactación óptima, en este caso, 600 MPa para ambas aleaciones.

Las dilatometrías y los DTAs fueron llevados a cabo con ayuda de un equipo de análisis térmico, incluyendo horno de dilatometría y termobalanza, STA 409 Netzsch Thermische Analyse. El calentamiento se llevó a cabo hasta 650 °C para la dilatometría, empleando 20 °C/min, y hasta 750 °C para el DTA, empleando, también, 20 °C/min.

La sinterización se realizó utilizando un ciclo de calentamiento hasta la temperatura elegida, a 5 °C/min y empleando 30 min como tiempo de sinterización. El horno utilizado fue un horno tubular de tubo cerámico Carbolite y la atmósfera empleada fue N₂-5H₂. Se evaluaron la densidad, mediante el principio de Arquímedes, y la resistencia a

flexión, utilizando la norma ISO 3995 al igual que para el cálculo de la resistencia a flexión en verde.

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1. Caracterización de las propiedades del polvo

La tabla II presenta los valores de flujo y densidad aparente para cada uno de los polvos. La velocidad de flujo de un material está influida por la morfología, el tamaño de partícula, la rugosidad superficial y la densidad del polvo. Las fuerzas de rozamiento existentes entre las partículas determinan en gran medida la velocidad de flujo, esto es, cuanto mayores son dichas fuerzas menor es la velocidad. Posiblemente, las diferentes morfologías y densidades de las partículas que componen el polvo premezclado favorezcan la fluencia del material. En el caso del polvo prealeado no existe fluencia, posiblemente debido a su amplia distribución de tamaños de partícula que, por un lado, favorece el empaquetamiento, pues las partículas pequeñas se sitúan en los huecos existentes entre las partículas

Tabla II. Flujo y densidad aparente de los polvos Alumix 321 y 6061

Aleación	Flujo (s/50g)	Densidad aparente (g/cm ³)
6061	No tiene	1,34
Alumix 321	116	1,10

grandes y, por otro, aumenta el área de contacto entre dichas partículas. Aunque el tamaño de partícula y su distribución no fueron determinados, la mayor densidad aparente del polvo prealeado es indicativo de una distribución de tamaños de partícula más amplia que en el caso del polvo premezclado. En la figura 1 se puede observar con claridad la amplia distribución de tamaños de partícula del polvo prealeado. Una mayor área de contacto supone un mayor rozamiento entre las partículas y eso puede ser el factor determinante para que el polvo prealeado no fluya.

4.2. Caracterización de las propiedades en verde de los materiales

La figura 3 muestra la curva de compresibilidad obtenida para diferentes valores de presión de compactación. El polvo premezclado presenta una mejor compresibilidad que el prealeado, debido a que el polvo de aluminio elemental se deforma con mayor facilidad. El polvo prealeado, por el contrario, tiene elementos de aleación que aumentan su resistencia a la deformación. Además, la morfología del polvo influye de una manera sustancial en la compresibilidad. Es conocido^[9 y 10] que la compresibilidad de polvos esféricos es más

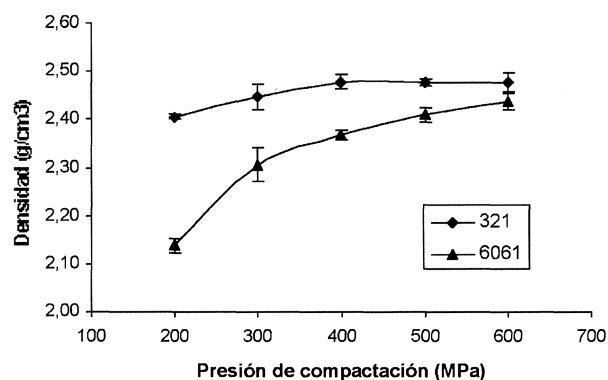


Figura 3. Curva de compresibilidad para las diferentes aleaciones.

Figure 3. Compressibility curve for both alloys.

difícil que la de polvos con una morfología más irregular. Como se observa en las micrografías presentadas en las figuras 1 y 2, el polvo de la 6061 es más regular que el de la Alumix 321, lo que contribuye a dificultar la densificación del material.

La figura 4 muestra la curva de resistencia en verde obtenida, también, para distintas presiones de compactación. Ambos polvos tienen un comportamiento semejante al observado en la densidad en verde. El polvo Alumix 321 presenta una mayor resistencia en verde para bajas presiones de compactación pues su densidad en verde es más alta. Sin embargo, para altas presiones, la resistencia en verde es más alta para el polvo 6061. Aunque a medida que aumenta la presión de compactación se disminuye la diferencia entre las densidades, tras la compactación a 600 MPa, la densidad en verde del polvo premezclado sigue siendo más alta que la del prealeado. Una mayor resistencia en verde del polvo 6061, cuando es compactado a presiones más altas, puede estar asociada a la distribución de tamaños de poros. En otras palabras, el polvo 6061, cuando se compacta a 600 MPa, aun posee un mayor volumen de poros que el polvo premezclado compactado a la misma presión, pero posiblemente, estos, sean más pequeños y estén mejor distribuidos.

4.3. Análisis térmico diferencial y dilatometría

Se realizaron análisis térmicos con objeto de determinar el comportamiento de ambas aleaciones con la temperatura y poder elegir un intervalo de temperaturas posibles de sinterización. Las figuras 5 y 6 muestran las dilatometrías y los DTAs obtenidos para las dos aleaciones.

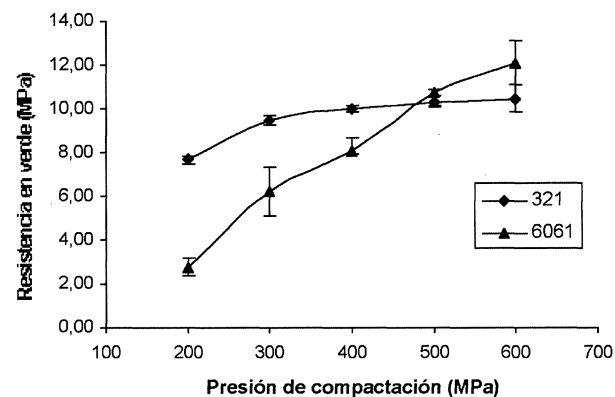


Figura 4. Curva de resistencia a flexión en verde en función de la presión de compactación.

Figure 4. Green strength as a function of the compaction pressure.

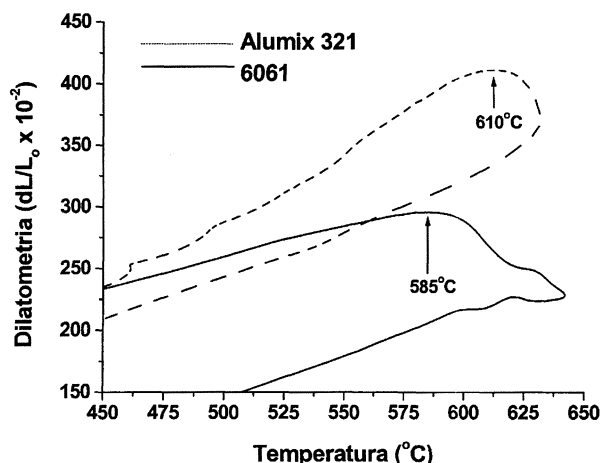


Figura 5. Dilatometrías obtenidas para las distintas aleaciones.

Figure 5. Dilatometry curves for both alloys.

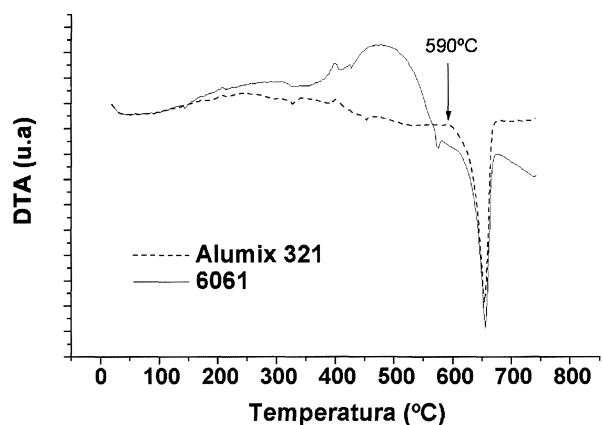


Figura 6. DTAs obtenidos para las distintas aleaciones.

Figure 6. DTA analyses obtained for both alloys.

Al comparar el polvo prealeado con el premezclado se observa que la contracción sucede antes para el prealeado (585 °C) que para el premezclado (610 °C). Con respecto al DTA, el comienzo de la fusión se ve de forma inmediata en el caso de la aleación Alumix 321 (590 °C). Sin embargo, para la 6061, este punto no está tan claro.

En el polvo prealeado se observa una reacción que comienza alrededor de 500 °C y que, posiblemente, se deba a la formación, fuera del equilibrio, de un eutéctico que adelanta la fusión. Esta reacción finalizaría a 575 °C y, en dicho punto, comenzaría la fusión en el equilibrio. En el caso del polvo Alumix 321 se observa una reacción exotérmica que comienza a 590 °C que corresponde a la fusión de la premezcla. Así, los resultados de DTA corroboran los obtenidos en las dilatometrías, don-

de se puede observar que el polvo prealeado contrae antes que el premezclado.

La aparición de fase líquida que induce la contracción está condicionada por la forma en la que los elementos de aleación están presentes en el compacto. La aparición de la contracción es anterior, en el caso del prealeado, porque los elementos de aleación se encuentran mejor distribuidos en todas las partículas.

A la luz de los resultados obtenidos en las curvas de dilatometría y de DTA se programaron sinterizaciones a cuatro temperaturas diferentes: 560, 580, 600 y 620 °C.

4.4. Sinterización de las aleaciones 6061 y Alumix 321

En la figura 7 se puede observar el efecto que causa la sinterización en la densidad. Al contrario de lo esperado, la sinterización no produjo la densificación de la probeta. Para la aleación Alumix 321 la densidad del sinterizado fue menor que la densidad obtenida en verde y, esto, se debe fundamentalmente a la aparición excesiva de fase líquida, que produce un hinchamiento de las probetas. Esta formación excesiva de fase líquida dificulta la eliminación de gases obstruidos en poros cerrados y, consecuentemente, produce una disminución del valor de densidad, así como una distorsión del material sinterizado. En el caso de la aleación 6061, sólo a la temperatura de 600 °C se produjo densificación. Esta diferencia en el comportamiento de los dos polvos se debe, sobre todo, a la formación de fase líquida durante el proceso de sinterización, que fue mayor en el caso del Alumix 321, al contrario de lo que sucedió en los ensayos térmicos.

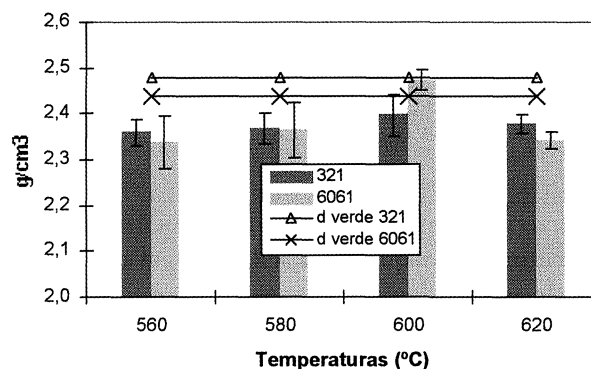


Figura 7. Densidad de las aleaciones sinterizadas a diferentes temperaturas. Comparación con el valor de densidad en verde.

Figure 7. Density values for both alloys sintered at different temperatures. Comparison with the green density values.

El prealeado contiene parte de los elementos de aleación disueltos en la estructura del aluminio (en solución sólida) y parte como precipitados (compuestos intermetálicos). Cuando se calienta el polvo prealeado, de forma rápida hasta una temperatura por encima de la eutéctica, no hay tiempo para que todos los elementos de aleación que están precipitados se disuelvan. Así, existen muchos puntos donde la concentración local de los elementos de aleación es grande, lo suficiente como para formar la composición eutéctica y producir una fusión fuera del equilibrio. En cambio, el premezclado contiene partículas de aluminio y de todos los elementos de aleación en forma elemental. Si se lleva a cabo un calentamiento rápido, sólo una pequeña parte de los elementos de aleación entran en solución sólida mientras que la gran mayoría aun permanece en forma elemental hasta temperaturas más elevadas, como la de sinterización, y forman, en los puntos de contacto, eutécticos fuera del equilibrio. Dicha cantidad no es suficiente para adelantar la temperatura a la que comienza la contracción, lo que sí sucede para el polvo prealeado tal y como se observó en las dilatometrías. Sin embargo, cuando el calentamiento es más lento y, además, se mantienen las probetas a una temperatura constante, como en el proceso de sinterización, existe tiempo suficiente para que las partículas elementales del polvo premezclado formen una gran cantidad de fase líquida. En el caso del polvo prealeado, en el que todas las partículas tienen la misma composición y las interfases precipitado-aluminio están establecidas desde el principio, la velocidad de calentamiento y el tiempo de sinterización tienen una menor influencia en la cantidad de fase líquida formada.

La figura 8 presenta los valores de resistencia a flexión para las aleaciones Alumix 321 y 6061 sinterizadas y no tratadas térmicamente. Los valores más altos corresponden al prealeado. Esto, confirma que la distribución de elementos aleantes en el prealeado favorece la etapa de sinterización. La presencia de los elementos aleantes en cada partícula (polvos prealeados) favorece todos los fenómenos implicados en la sinterización, en particular la difusión frente al polvo premezclado. Los máximos valores de resistencia a flexión de las probetas en las que se empleó el polvo 6061 se alcanzan en el material sinterizado a 620 °C, que es el que presenta un menor grado de densificación. Esto, que en un principio parece una contradicción, está relacionado con la distribución de tamaños de los poros en cada material. Una dispersión más amplia

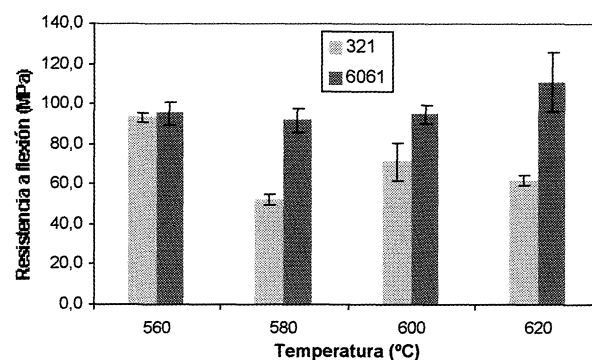


Figura 8. Resistencia a flexión de las probetas sinterizadas a distintas temperaturas para las dos aleaciones.

Figure 8. Bending strength values for both alloys sintered at different temperatures.

de los valores de resistencia a flexión, cuando se realiza la sinterización a 620 °C, corrobora que a esta temperatura se produjo una porosidad peor distribuida. En relación al polvo premezclado, se observa que los mejores valores se obtuvieron para una temperatura de sinterización más baja, lo que reafirma la idea de que la formación de fase líquida fue excesiva para temperaturas cercanas a los 600 °C.

Para completar el estudio de la sinterización se llevaron a cabo análisis microestructurales. La figura 9 muestra los resultados obtenidos para una temperatura de cada aleación.

En general se encontró una mayor porosidad para las muestras de la aleación Alumix 321 tal y como se observa en la figura 9 (a). Se puede relacionar la presencia de poros con la formación de una cantidad excesiva de fase líquida y con una menor homogeneidad en la distribución de los elementos de aleación.

Teniendo en cuenta que los resultados de resistencia a flexión del polvo prealeado son estadísticamente similares, se puede concluir que, en base a los resultados de densidad, la temperatura óptima de sinterización corresponde a 600 °C. Para el polvo premezclado no hubo una relación entre los valores de densidad y los de resistencia a flexión debido principalmente a la porosidad excesiva. La resistencia a flexión no sólo depende de la fracción volumétrica de los poros, sino también de la distribución de tamaños de éstos.

5. CONCLUSIONES

La aleación 6061, prealeada, presenta mejores propiedades, en general, tras ser sinterizada que la Alumix 321, premezclada. La presencia de los

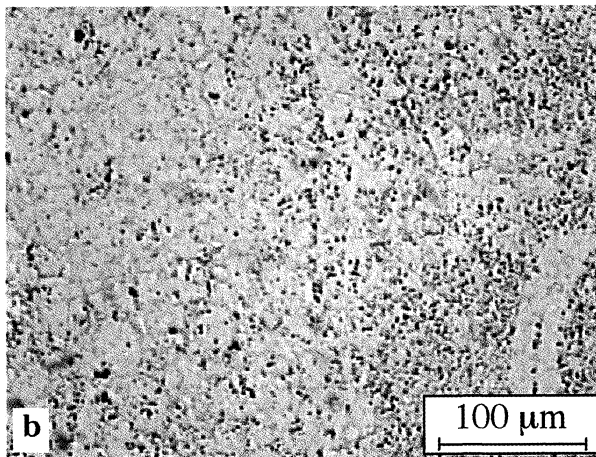
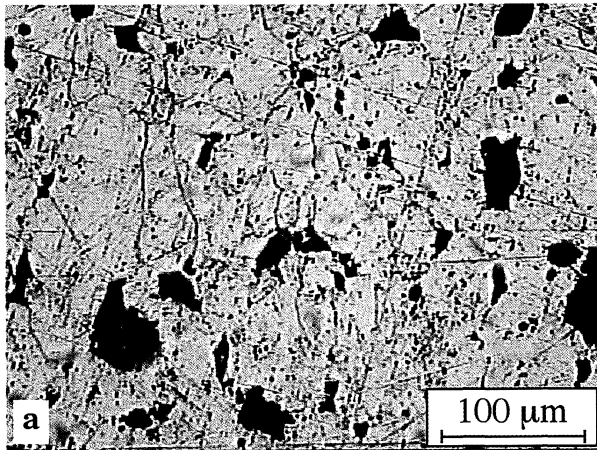


Figura 9. Microestructura de las probetas sinterizadas a 560 °C para la aleación Alumix 321 (a) y a 600 °C para la aleación 6061 (b).

Figure 9. Microstructure of the samples sintered at 560 °C for Alumix 321 alloy (a) and at 600 °C for 6061 alloy.

elementos aleantes en cada partícula (caso de los polvos prealeados) favorece todos los fenómenos implicados en la sinterización, en particular, la difusión frente al polvo premezclado. El polvo premezclado, en cambio, presenta una mejor compresibilidad que el prealeado, debido a que el polvo de aluminio elemental se deforma con mayor facilidad.

REFERENCIAS

- [1] G.B. SCHAFFER, T.B. SERCOMBE Y R.N. LUMLEY. *Mater. Chem. Phys.* 67 (2001) 85-91.
- [2] R.N. LUMLEY Y G.B. SCHAFFER. *Scripta Mater.* 35 (1996) 589-595.
- [3] F. TANG, I.E. ANDERSON Y S.B. BENER. *J. Light Metals* 2 (2002) 201-204.
- [4] J.C. ESCOBEDO, J.F. HERNÁNDEZ, S. ESCOBEDO, A. FLORES Y D.A. CORTÉS. *Rev. Metal. Madrid* 39 (2003) 172-182.
- [5] T.B. SERCOMBE, G.B. SCHAFFER. *Science* 301 (5637) (2003) 1.225-1.227.
- [6] T.B. SERCOMBE. *Mater. Sci. Eng. A.* 341 (2003) 163-168.
- [7] A. ZIANI Y S. PELLETIER, *Int. J. Powder Metall.* 35 (1999) 49-58.
- [8] A. ZIANI, S. PELLETIER, *Int. J. Powder Metall.* 35 (1999) 59-66.
- [9] W. SCHAT, K. WIETERS, *Powder Metallurgy: Processing and Materials*, European Powder Metallurgy Association, Shrewsbury, U.K. (1997).
- [10] J.B. FOGAGNOLO, E.M. RUIZ-NAVAS, M.H. ROBERT, J.M. TORRALBA, *Mater. Sci. Eng. A355* (2003) 50-55.