

# Simplificación del procesado de polvo de aluminio molido y estudio de las propiedades mecánicas de los compactos resultantes

J. Cintas\*, J.A. Rodríguez\*, J.M. Gallardo\* y E.J. Herrera\*

## Resumen

Se ha desarrollado un nuevo método de consolidación pulvimetalúrgica de aluminio molido consistente en una desgasificación seguida de un doble ciclo de prensado y sinterización. El objetivo principal de este trabajo es reducir las anteriores 5 etapas de consolidación a sólo 3, valiéndose del reblandecimiento que sufre el polvo al desgasificarlo a temperatura elevada. Según los resultados obtenidos, las propiedades mecánicas de los compactos finales (dureza, resistencia a la tracción, alargamiento y dureza en caliente) son comparables a las obtenidas por ciclo doble. Esta vía de consolidación puede ser de interés para la fabricación de grandes series de piezas pequeñas, como son típicas en la industria del automóvil.

## Palabras clave

Pulvimetalurgia. Molienda reactiva. Procesado. Propiedades mecánicas.

## Simplification of the processing of milled aluminium powder and mechanical evaluation properties

## Abstract

An alternative powder-metallurgy consolidation method of milled aluminium (M Al) powder, consisting in a double cycle of cold pressing and vacuum sintering, has been developed. The aim of the present investigation is to simplify this consolidation method, from the original five steps to only three steps. This would be possible since milled powders soften during desassing, at high temperature. The mechanical properties of compacts (hardness at room and high temperature, ultimate tensile strength and elongation) obtained by the three-step and the five-step processing are comparable. This process could be of special interest for the manufacturing of large series of small parts, such as are used in the automotive industry.

## Keywords

Powder metallurgy. Reactive milling. Processing. Mechanical properties.

## 1. INTRODUCCIÓN

La molienda de alta energía es un proceso mediante el cual partículas de polvos metálicos se deforman y fracturan intensa y repetidamente. Las partículas de aluminio molido (Al M) son duras, homogéneas y de morfología relativamente equiaxial, teniendo sus superficies cubiertas por capas de óxidos e hidróxidos. Para conseguir una fuerte adhesión entre las partículas, durante la etapa de consolidación, es necesario romper y desprender estas capas superficiales. Por esto, la consolidación

se lleva a cabo, normalmente, con la utilización de una etapa de extrusión en caliente, que permite la rotura de las películas de óxido y el contacto íntimo entre las partículas metálicas<sup>[1-3]</sup>. A veces, sin embargo, es necesario fabricar piezas de formas complejas, por lo que hay que recurrir a otras técnicas distintas de la extrusión. En el laboratorio se ha desarrollado un procesado alternativo de consolidación, que consiste en el desgasificado, a 500°C, de los polvos molidos, seguido de un doble ciclo de prensado en frío y sinterización en vacío<sup>[4 y 5]</sup>. Esta investigación tiene como objetivo simplificar este

(\*) Universidad de Sevilla. Grupo de Metalurgia e Ingeniería de los Materiales. Escuela Superior de Ingenieros. Camino de los Descubrimientos, s/n. 41092 Sevilla (España).

método de consolidación, pasando de un proceso de 5 etapas a otro de sólo 3. Esto sería posible mediante un proceso de consolidación consistente en una desgasificación de los polvos molidos, a temperatura elevada, , seguido de un ciclo simple de prensado en frío más sinterizado en vacío.

Este método de consolidación puede ser de interés en la fabricación de grandes series de piezas pequeñas, típicas en la industria del automóvil.

## 2. MATERIALES Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Se partió de polvo de aluminio comercial obtenido por atomización, de tamaño medio de partícula 52  $\mu\text{m}$  y pureza superior al 99.5 % en peso, siendo la principal impureza un 0,30 % Fe. El polvo se molió, mecánicamente, en un *attritor* vertical<sup>[6]</sup>, utilizando una cera en polvo tanto como agente controlador del proceso (ACP), como lubricante durante el prensado en frío. La elección de las condiciones de molienda se muestra en la tabla I.

**Tabla I.** Condiciones de molienda del polvo Al M

*Table I. Milling conditions of M Al powder*

Volumen de la vasija, $\text{cm}^3$	750
Razón de carga = Masa bolas / masa polvo	30:1
Radio de las bolas de acero, mm	4,65
Masa de polvo, g	60
ACP, %	1,5
Velocidad del rotor, rpm	500
Atmósfera de molienda	Aire confinado
Refrigeración	Agua
Tiempo de molienda, h	10

Tras la molienda, los polvos Al M tenían un tamaño medio de partícula de 97  $\mu\text{m}$  y una microdureza Vickers de 127  $\text{HV}_{0,02}$ . Los polvos molidos fueron desgasificados en vacío (5 Pa), durante 2 h, a 600 y 625  $^{\circ}\text{C}$ , respectivamente. El efecto de reblandecimiento de este tratamiento es especialmente importante, reduciéndose la microdureza a 97 y 81  $\text{HV}_{0,02}$ , respectivamente.

Los polvos, así desgasificados, se consolidaron por un ciclo simple de prensado mecánico en frío, con presiones variables entre 625 y 1.300 MPa y sinterización en vacío de 5 Pa, durante 1h. La temperatura de sinterización utilizada fue de 650  $^{\circ}\text{C}$ , en todos los casos. Las distintas combinaciones de

temperatura de desgasificación y presión de compactación estudiadas se muestran en la tabla II, donde las designaciones dadas al material son autoexplicativas.

Se utilizaron varios tipos de compactos para la determinación de la densidad, dureza y comportamiento a tracción (Fig. 1). Al final de cada etapa de procesado, se midió la densidad relativa, la dureza Brinell, a temperatura ambiente y a alta temperatura, la resistencia a la tracción y el alargamiento.

## 3. RESULTADOS

### 3.1. Densidad relativa y propiedades mecánicas

Los valores de densidad relativa (D1), densidad relativa tras la sinterización (D), dureza (HB), resistencia a la tracción (R) y alargamiento (A), a temperatura ambiente, se muestran en la tabla III. Se aprecia que, como era de esperar, todas las propiedades mejoran al aumentar la presión de compactación. La excepción son los compactos preparados a partir de polvo desgasificado a 625  $^{\circ}\text{C}$  y prensados a 1.300 MPa, que presentan valores relativamente bajos de R (250 MPa) y A (2,8 %).

Un aspecto interesante es el estudio de la dependencia de la densidad relativa final con la temperatura de desgasificación del polvo. A tales efectos, la gráfica de la figura 2 (izquierda) representa la densidad final frente a la densidad relativa, para los compactos de polvo desgasificado a 600  $^{\circ}\text{C}$  y 625  $^{\circ}\text{C}$ . Ambas series de datos (D600 y D625) se funden, formando una única curva (Fig. 2, derecha), lo que pone de manifiesto que, en las condiciones de procesado empleadas, la densidad final

**Tabla II.** Condiciones de procesado del polvo Al M

*Table II. Consolidation process conditions of M Al powder*

Desgasificado (T, $^{\circ}\text{C}$ )	Material	Prensado (P, MPa)	Sinterizado (T, $^{\circ}\text{C}$ )
2h 5Pa (vacío)			1h 5Pa (vacío)
600	Al M D600 P725	725	
	Al M D600 P875	875	
	Al M D600 P1300	1.300	
625	Al M D625 P625	625	650
	Al M D625 P700	700	
	Al M D625 P1100	1.100	
	Al M D625 P1300	1.300	

**Tabla III.** Densidad relativa, dureza Brinell, resistencia a tracción y alargamiento en función de la temperatura de desgasificación y de la presión de compactación

Table III. Relative density, Brinell hardness, UTS and elongation values vs. degassing temperature and compaction pressure

Desgasificado, T °C	Presión, MPa	Material	D1, %	D, %	HB, kp/mm <sup>2</sup>	R, MPa	A, %
600	725	Al M D600 P725	96,3	97,4	73	235	1,5
	875	Al M D600 P875	97,0	97,7	75	251	4,4
	1.300	Al M D600 P1300	98,0	98,4	79	270	5,1
625	625	Al M D625 P625	96,0	97,3	73	202	0,5
	700	Al M D625 P700	97,2	97,7	75	222	1,5
	1.100	Al M D625 P1100	98,6	98,9	83	278	6,0
	1.300	Al M D625 P1300	99,3	99,5	87	250	2,8

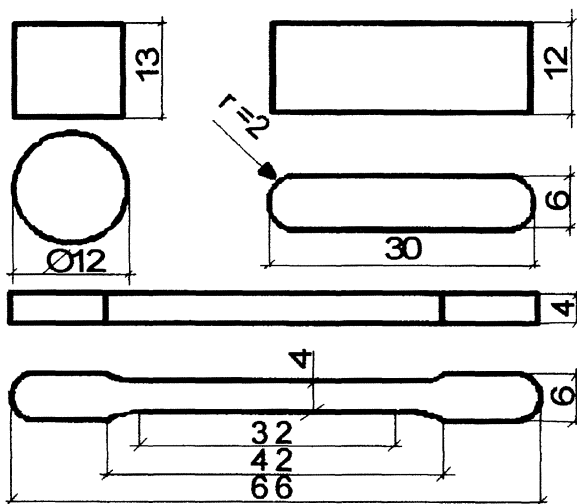
**Figura 1.** Compactos empleados.

Figure 1. Used compacts.

de los compactos depende, fundamentalmente, de la densidad relativa. Mediante el ajuste de la nube de puntos (Fig. 2, derecha) se dispone de una ecuación que, en función de la densidad relativa, permite predecir la densidad final de los compactos, tras la sinterización.

Por otra parte, en investigaciones llevadas a cabo por Físico<sup>[8]</sup>, se ha comprobado que la dureza final de los compactos es función de su densidad relativa, con independencia de la temperatura de desgasificación utilizada. Teniendo en cuenta que D y D1 están relacionados (Fig. 2), se puede construir curvas, HB-D1, que proporcionen la dureza final de los compactos a partir de sus respectivas densidades relativas (Fig. 3). Esto constituye una útil herramienta de trabajo, que permite predecir la dureza final de una pieza sin llevar a cabo cada

una de las etapas de fabricación. En la figura 3 (derecha) se muestra una tal curva ajustada, así como la correspondiente ecuación que la define.

En la figura 4 y en la tabla III se recoge la influencia de la presión de compactación en el comportamiento a tracción de los compactos. En general, la resistencia a la tracción aumenta a medida que lo hace la presión de compactación, principalmente, debido al aumento de la densidad relativa final. Sin embargo, en el caso del polvo tratado a 625 °C, los compactos prensados a la máxima presión (1.300 MPa) tienen una densidad relativa muy elevada (99,3 %), con presencia de porosidad no interconectada y grietas. Durante la sinterización, las grietas no desaparecen y la evacuación de gases no tiene lugar como consecuencia de existir porosidad cerrada, lo que genera abultamientos en los compactos<sup>[9]</sup>. Las grietas y defectos macroscópicos conducen a que los compactos alcancen valores relativamente bajos de resistencia (250 MPa) y alargamiento (2,8 %).

De acuerdo con los resultados mostrados en la tabla III y en la figura 4, las mejores propiedades se obtienen en los materiales Al M D600 P875, Al M D600 P1300 y Al M D625 P1100. Este último material es el que presenta las mejores propiedades mecánicas. No obstante, y debido al fenómeno de aglomeración del polvo (*loose sintering*) que aparece al desgasificar el polvo a 625 °C, conviene, en principio, rechazarlo. De entre los polvos desgasificados a 600 °C, los prensados a 1.300 MPa son los que se comportan mejor, desde el punto de vista mecánico, tras la sinterización (79 HB, R = 270 MPa y A = 5,1 %). Incluso, empleando una presión de compactación de 875 MPa, que es del orden de las usadas industrialmente, las propiedades mecánicas son buenas (Tabla III).

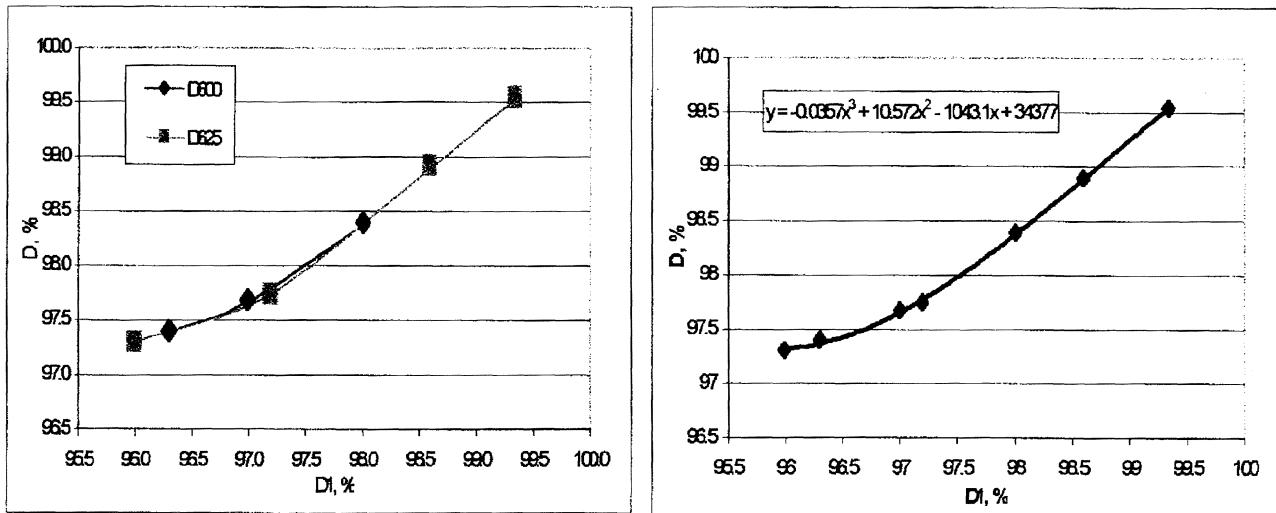


Figura 2. Evolución de la densidad relativa final de compactos de polvo Al M desgasificado a 600 y 625 °C frente a su densidad relativa.

Figure 2. Final relative density of compacts made of M Al powder degassed at 600 y 625 °C vs. relative density.

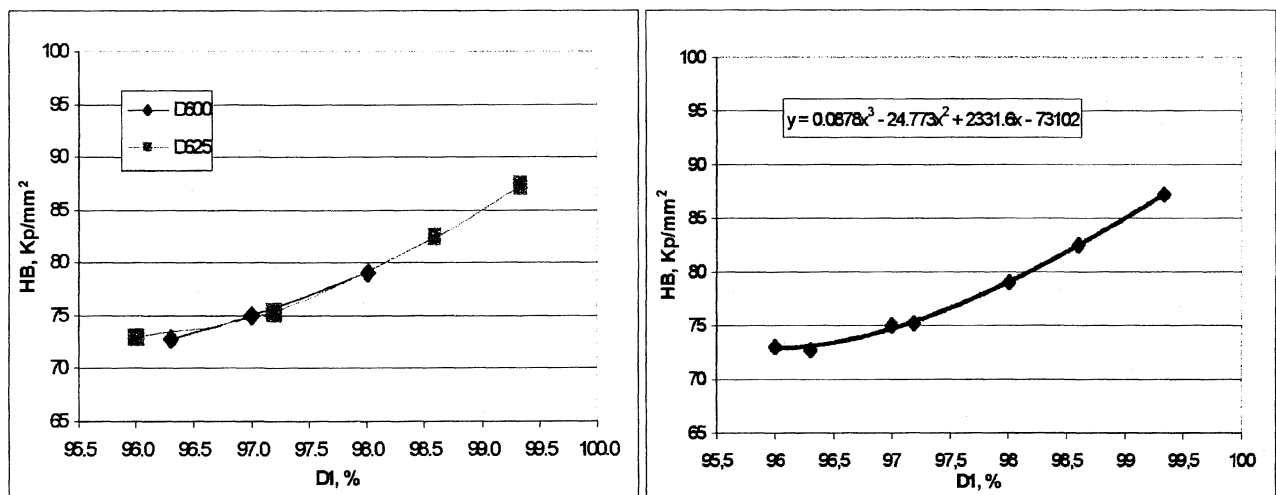


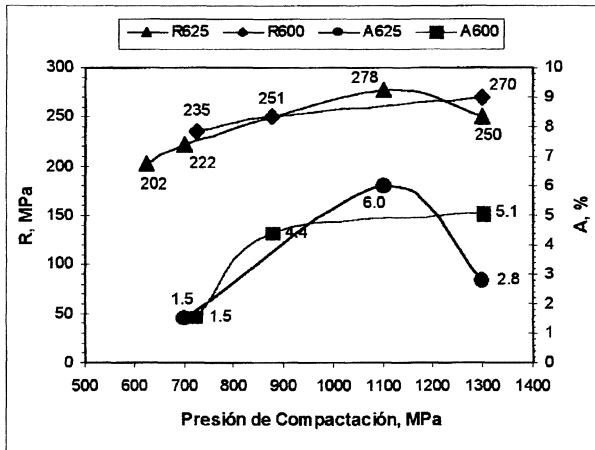
Figura 3. Dureza Brinell final de compactos de polvo Al M desgasificado a 600 y 625 °C frente a su densidad relativa.

Figure 3. Final Brinell hardness of compacts made of M Al powder degassed at 600 and 625 °C vs. relative density.

Los resultados correspondientes a compactos preparados por el ciclo de tres etapas (Al M D600 P1300), por el de cinco etapas y por dos procesos de consolidación por deformación en caliente (VHP+E y DISPAL 2) aparecen en la tabla IV. El procesado de cinco etapas se realizó según el siguiente esquema:

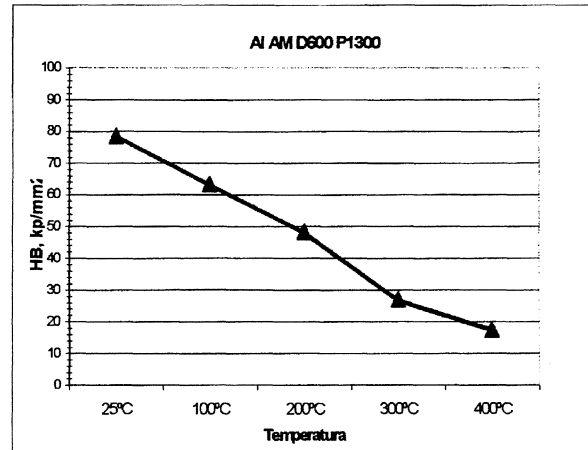
- desgasificado (500 °C) +
- primer prensado en frío (850 MPa) +
- primera sinterización (650 °C) +
- segundo prensado en frío (1300 MPa) +
- segunda sinterización (650 °C).

Los valores correspondientes a los procesados por deformación en caliente VHP+E (prensado en caliente y vacío + Extrusión) y DISPAL 2, respectivamente, han sido tomados de la literatura<sup>[10 y 11]</sup>. Las propiedades mecánicas de compactos obtenidos por el procesado de tres etapas son algo inferiores a las obtenidas por el de cinco etapas, aunque son comparables entre sí. Por otra parte, estas propiedades son satisfactorias desde el punto de vista mecánico, aunque son superadas, en general, por los procesados de deformación en caliente, en particular, por el DISPAL 2.



**Figura 4.** Resistencia a la tracción y alargamiento de compactos Al M D600 y D625, frente a la presión de compactación.

Figure 4. Ultimate tensile strength and elongation of M Al D600 and D625 compacts vs. compaction pressure.



**Figura 5.** Dureza Brinell de los compactos Al M D600 a distintas temperaturas.

Figure 5. Brinell hardness of M Al D600 compacts at different temperatures.

### 3.2. Estabilidad térmica y dureza en caliente

Tras la sinterización, los compactos obtenidos mediante el ciclo de tres etapas, empleando las distintas condiciones de procesado presentadas en la tabla II, se calentaron a 400 °C durante 100 h. Después de esta exposición térmica y, en el transcurso de su enfriamiento hasta la temperatura ambiente, se realizaron medidas de dureza Brinell a distintas temperaturas comprendidas entre 400 y 25 °C. La figura 5 recoge los valores de dureza Brinell frente a la temperatura del ensayo, para el caso de los compactos Al M D600 P1300. La dureza disminuye con el aumento de temperatura, como era de esperar. Sin embargo, a 200 °C por ejemplo, los compactos tienen una dureza de 48 HB, es decir, de aproximadamente un 60% del valor a tem-

peratura ambiente (79 HB). En cualquier caso, la dureza a 200 °C es, prácticamente, el doble que la del aluminio pulvimetalúrgico simple a temperatura ambiente (25 HB). La exposición térmica a 400 °C durante 100 h no cambia los valores de dureza a temperatura ambiente. Estos resultados no son sorprendentes, ya que los compactos se sinterizaron a una temperatura más elevada (650 °C).

### 4. CONCLUSIONES

- En el proceso de consolidación de polvo de aluminio molido, es posible predecir la dureza final de los compactos a partir del valor de la densidad relativa.
- La resistencia a la tracción y el alargamiento mejoran, en general, al aumentar la presión de compactación, ya que se favorece la adhesión interparticular. La elevación de la presión de compactación debe usarse con cautela, ya que un aumento excesivo de ésta hace que aparezcan defectos macroscópicos en los compactos y que la resistencia disminuya notablemente.
- Hay una gran estabilidad térmica en todos los compactos, tras el tratamiento térmico a 400 °C, como era de esperar. Por su parte, la dureza en caliente es bastante aceptable, ya que a 200 °C (48 HB) es prácticamente el doble que la del aluminio elemental pulvimetalúrgico a temperatura ambiente (25 HB).
- En general, con el ciclo de consolidación simple se alcanzan resultados cercanos a los del

**Tabla IV.** Propiedades finales de compactos Al M (3 y 5 etapas), (VHP+E) y DISPAL 2

Table IV. Properties of M Al (3 and 5 steps), (VHP+E) and DISPAL 2 parts after final consolidation

Propiedad	Al M	Al M	VHP+E	DISPAL 2
	(3 etapas)	(5 etapas)		
D, %	98,4	99,7	100	100
HB	79	95	-	100 (VH30)
R, MPa	270	306	359	370
A, %	5,1	5,3	4	10

ciclo doble, lo cual, unido al ahorro de costes, facilita su viabilidad económica.

### Agradecimientos

Los autores agradecen la ayuda financiera recibida de la CICYT, Madrid, para la preparación de este trabajo, a través del proyecto TRA99-0525.

### REFERENCIAS

- [1] G. JANGG, F. KUTNER y G. KORB, *Powder Metall. Int.* 9 (1977) 24.
- [2] P.S. GILMAN y W.D. NIX, *Metall. Trans. A* 12 (1981) 813.

- [3] J.S. BENJAMIN, *Met. Powder Rep.* 46 (2) (1990) 122.
- [4] J.A. RODRÍGUEZ, J.M. GALLARDO y E.J. HERRERA, *J. Mater. Process. Tech.* 56 (1996) 254.
- [5] J.A. RODRÍGUEZ, J.M. GALLARDO y E.J. HERRERA, *Mater. Trans., JIM* 36 (2) (1995) 312.
- [6] A. SZEGVARI, US Patent 2, 764, 359, 25 September, 1956.
- [7] J. CINTAS, Proyecto Fin de Carrera, Departamento de Ingeniería Mecánica y de los Materiales, Universidad de Sevilla, 1998.
- [8] J.A. RODRÍGUEZ, J.M. GALLARDO y E.J. HERRERA, *An. Mec. Fractura* 11 (1994) 229.
- [9] P.S. GILMAN, Ph. D. Thesis, Stanford University, 1979.
- [10] V. ARNHOLD y J. BAUMGARTEN, *Powder Metall. Int.* 17 (4) (1985) 168.