

Influencia de la porosidad sobre la resistencia del aluminio sinterizado

Porosity influence on sintered aluminum strength

R. A. Tolosa

Facultad de Ingeniería, Escuela de Ingeniería Mecánica,
Universidad de Los Andes. Mérida, Venezuela
tolosa@ula.ve

Resumen

Se estudió la influencia que tiene la porosidad sobre la resistencia a la rotura transversal (RRT), en compactos sinterizados de polvo de aluminio. Se utilizaron compactos verdes (no sinterizados) fabricados previamente con polvo metálico de la aleación Al-1,25%Mn-1,1%Fe, cuyas partículas fueron clasificadas en función del tamaño y el 50% se mezclaron con lubricante. Se realizó la sinterización en estado sólido. Se determinó que la porosidad se caracteriza por una estructura de poros abiertos interconectados. La mayor porosidad se encontró en los compactos sinterizados que inicialmente tenían partículas lubricadas. Se estableció que la resistencia transversal a flexión es inversamente proporcional a la porosidad, independientemente de las características de las partículas y de los poros. La capacidad de deformación (flexión) es menor y prácticamente de valor constante en los compactos sinterizados con mayor porosidad.

Palabras claves: Porosidad, resistencia, sinterización, polvo de aluminio, lubricante, pulvimetalurgia.

Abstract

The influence of porosity on the transverse rupture strength (TRS) in sintered compacts of aluminum powder was studied. Green compacts (non sintered) made previously with metallic powder of the Al-1,25%Mn-1,1%Fe alloy were used. The powder particles were classified in function of size and 50% were mixed with lubricant. The solid-state sintering was carried out. That the porosity is characterized by a structure of interlocked open pores was determined. The bigger porosity was found in the sintered compacts that initially had lubricated particles. That the transverse rupture strength is proportional inversely to the porosity was established, independently of the particles and pores characteristics. The deformation capacity (flexion) is smaller and practically of constant value in the sintered compacts with bigger porosity.

Key words: Porosity, strength, sintering, aluminum powder, lubricant, powder metallurgy.

1 Introducción

La porosidad es una característica microestructural de las piezas sinterizadas obtenidas por la técnica de la metalurgia de polvos o pulvimetalurgia. La magnitud de la porosidad varía en dependencia del tipo de pieza que se fabrica, puede alcanzar valores elevados del orden del 50 % en el caso de algunos filtros metálicos (Monclús, 1966), mientras que deberá ser mínima casi nula en caso de piezas que en servicio estarán sometidas a elevados esfuerzos mecánicos y exigencias adicionales, como por ejemplo las bielas de un motor de combustión, los alabes de una turbina, herramientas de corte resistentes a elevadas temperaturas, materiales resistentes al desgaste, y otros

más; en estos casos se emplean métodos especiales que comprende la consolidación en caliente o sinterización con aplicación de presión (Fritz, 1980; Frisch y col. 1992; German, 1996). En el caso de los filtros, como también ocurre en cojinetes autolubricantes u otras piezas equivalentes a estas, la porosidad está asociada a poros interconectados entre si, mientras que para piezas de gran exigencia mecánica lo ideal es que la porosidad esté preferiblemente definida por poros aislados (cerrados), que aparecen al final del tratamiento térmico de sinterizado como consecuencia de fenómenos microestructurales que en el se desarrollan.

Las propiedades y el comportamiento de las piezas sinterizadas dependen de la porosidad existente en ellas,

siendo consideradas como de mayor importancia las propiedades mecánicas: resistencia a la tracción, ductilidad, resistencia dinámica (impacto y fatiga) y la dureza (Hirschhorn, 1976; German, 1984). En general la porosidad produce degradación de las propiedades mecánicas ya que se reduce el área efectiva de la sección transversal de las piezas, produciéndose un incremento del valor medio del esfuerzo transferido a través de los puentes del material entre los poros. Para óptimas propiedades mecánicas es preferible la presencia de poros aislados que interconectados porque es menor la reducción del área efectiva (Kubicki, 1995; Danninger y col., 1997). En el caso de piezas en las que se desea porosidad interconectada, además de la resistencia mecánica, es requisito importante la existencia de un nivel adecuado de permeabilidad, para que un determinado fluido o sustancia pueda desplazarse adecuadamente en su interior (German, 1981; Cieslicki y col., 1996).

En este trabajo se estudia la influencia que tiene la porosidad sobre la resistencia a la rotura transversal, en compactos sinterizados de polvo de aluminio con partículas bajo condiciones especiales.

2 Método experimental

2.1 Materiales

Se utilizaron compactos verdes (no sinterizados) fabricados con polvo de la aleación Al-1,25%Mn-1,1%Fe obtenido por atomización. Los compactos se subdividieron en dos grupos: compactos lubricados (CL) y compactos sin lubricante (CSL), lo que indica que las partículas del polvo previamente a la compactación fueron lubricadas o no respectivamente; el lubricante empleado fue estearato de zinc en la proporción de 1% en peso. Inicialmente las partículas del polvo habían sido clasificadas en función de sus tamaños en cinco subgrupos, de acuerdo a la norma ASTM B-214 (MPFI 05). La compactación se realizó según la norma ASTM B-312 (MPFI 15) en la forma de un paralelepípedo rectángulo de dimensiones 31.7 x 12.7 x 6.35 mm³ (Tolosa, 1988). La Tabla 1 muestra las características de los compactos no sinterizados utilizados en este trabajo. No se incluye el grupo CSL3 debido a un accidente experimental que impidió su utilización, no existiendo materia prima idéntica para su reposición.

2.2 Procedimiento

Las muestras se sometieron al tratamiento térmico de sinterización en estado sólido. Se utilizó un horno tipo mufla controlado por un sistema automático computarizado, en el cual se programa el ciclo térmico deseado (Pérez y col., 2002). El sinterizado se realizó por separado en los grupos CL y CSL. Las muestras de los grupos CSL se calentaron a 10 °C/min hasta la temperatura de sinterización de 600 °C, con permanencia de 30 min. a esta

temperatura, mientras que los grupos CL difieren de los anteriores solo en que durante el calentamiento a 300 °C se realiza una parada durante 30 minutos para remover el lubricante (Lumley y col.), luego se continua como en los grupos CSL.

Tabla 1. Características de compactos no sinterizados

Grupo	Partículas del polvo (Tolosa y col. 1993)	
	Tamaño (t) μm	Forma
CL1	$t < 45$	Redondeada, esférica y/o esférica
CL2	$45 < t < 75$	Redondeada, elipsoidal y alargada
CL3	$75 < t < 106$	Redondeada, elipsoidal y alargada
CL4	$106 < t < 150$	Redondeada, elipsoidal y alargada
CL5	$150 < t < 212$	Redondeada, elipsoidal y alargada
CSL1	$t < 45$	Redondeada, esférica y/o esférica
CSL2	$45 < t < 75$	Redondeada, elipsoidal y alargada
CSL4	$106 < t < 150$	Redondeada, elipsoidal y alargada
CSL5	$150 < t < 212$	Redondeada, elipsoidal y alargada

Tres muestras sinterizadas de cada uno de los grupos fueron seleccionadas al azar, realizándose el ensayo de resistencia a la rotura transversal según norma ASTM B 528 (MPFI 41). Las pruebas se realizaron en la máquina de ensayos de materiales marca Lloyd, modelo MX100, a una velocidad de aplicación de carga de 2,5 mm/min. Tres muestras de cada grupo se utilizaron para el estudio metalográfico con el fin de evaluar y caracterizar la porosidad.

El análisis metalográfico se realizó de manera particular para evitar distorsión de los poros internos durante la preparación de las muestras, por tal motivo estas se impregnaron con resina epóxica de baja viscosidad que una vez endurecida permite continuar la preparación. El estudio se realizó sobre las tres secciones ortogonales entre si del paralelepípedo: axial, transversal y longitudinal, obtenidas con una cortadora de baja velocidad y disco de corte con borde de diamante. El desbaste se realizó con papel abrasivo de grano fino (N°1500) y el pulido con óxido de magnesio, no se realizó ataque químico porque no era necesario para este estudio. Se realizaron observaciones microscópicas sobre cada una de las secciones, seleccionándose al azar tres campos de estudio en cada caso. La evaluación de la porosidad se efectuó con un equipo de análisis digital de imágenes (Leco, IA3001).

3 Resultados y discusión

La Fig. 1 muestra la microestructura que en general caracteriza los compactos sinterizados en cada uno de los grupos estudiados; aunque se utiliza la misma nomenclatura establecida inicialmente para efectos de estudio comparativo, los CL ya no poseen o no deberían poseer lubricante (pudiera quedar atrapado en el interior de poros cerrados) debido al tratamiento térmico.

La porosidad se observa como las áreas oscuras que definen a su vez los poros. Principalmente se tienen poros interconectados que se caracterizan por aparecer en diferentes cantidades (porosidad propiamente dicha), tamaños, formas, distribución, etc; en este trabajo se considera solo la cantidad o porosidad, el resto de parámetros citados y otros posibles son evaluados en otro trabajo (Tolosa, será publicado). Se observaron también aparentes poros aislados (cerrados) en el interior de las secciones, pero muy escasos, los cuales pudieran no serlo debido a que el análisis microscópico por realizarse en un plano no permite aseverar como es el objeto en el espacio, situación que no ocurre en el caso de los poros abiertos porque en todas las secciones se observa en general una estructura de poro similar conectada con la superficie de las muestras, lo cual es indicativo que son poros abiertos e interconectados la mayor parte de ellos.

Todo esto es indicativo que la sinterización no ocurrió completamente, lo cual puede ser atribuido

principalmente a dos factores: falta de tiempo a la temperatura de sinterización y/o que se requiere una mayor presión de compactación para el tipo y tamaño de las partículas del polvo. Pudiera pensarse también que otro factor sea la temperatura, conocido el efecto significativo que esta tiene al incrementarla, sin embargo en este caso la temperatura de 600 °C para sinterización en estado sólido es adecuada, esta es normalmente utilizada (German, 1975; Kondoh y col., 2001); de incrementarse la temperatura se corre el riesgo de formar fase líquida debido a la cercanía térmica de la región bifásica (líquido-sólido) y/o por la existencia en la aleación de mezcla eutéctica de bajo punto de fusión; de hecho el accidente experimental mencionado se debió a una elevación de temperatura mayor que los 600 °C que formó fase líquida, esto produjo daños irreparables a las muestras que impidieron su utilización. La sinterización con fase líquida es usada en muchos sistemas de aleación, pero requiere de un estricto control para evitar problemas.

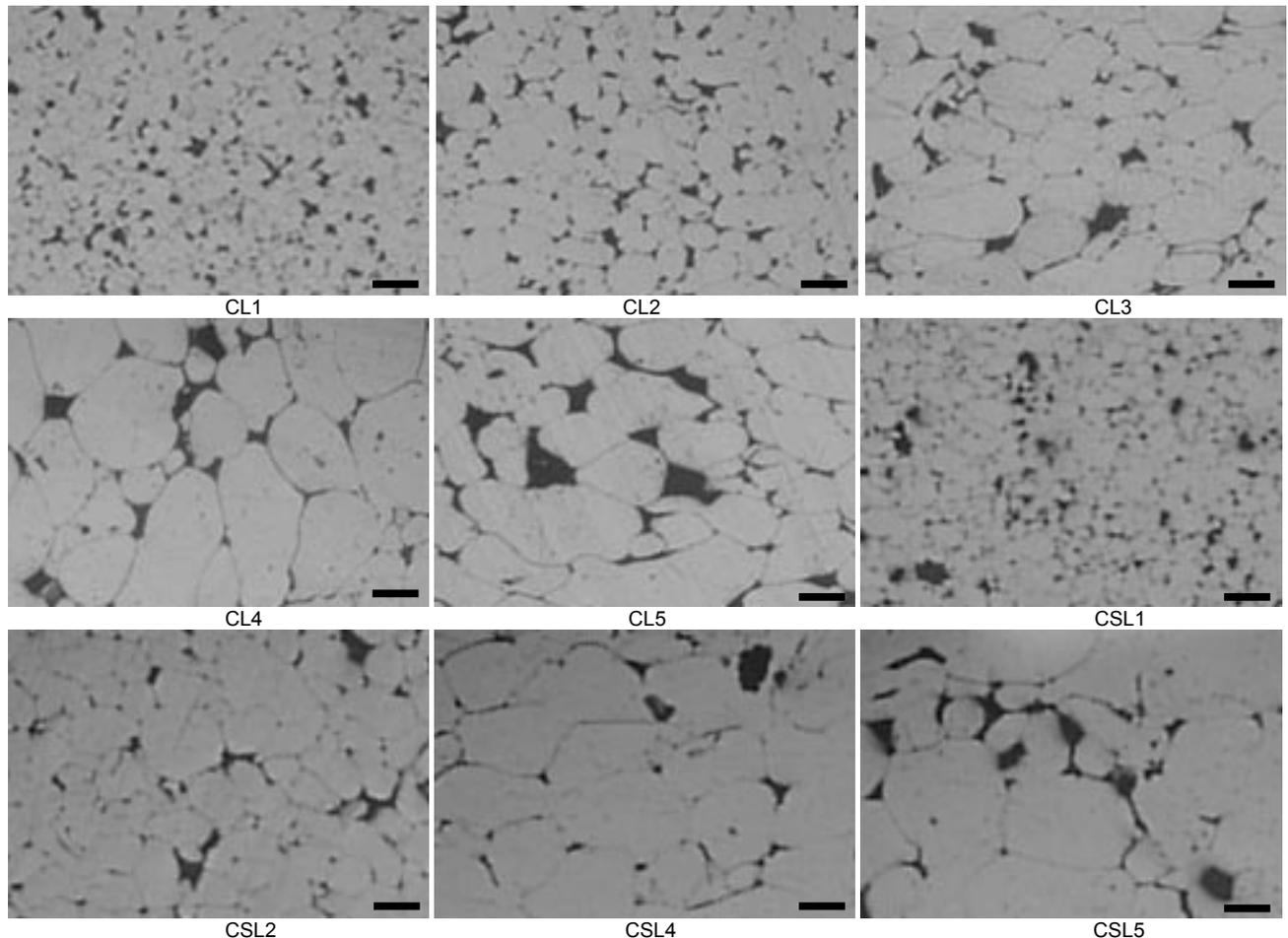


Fig. 1. Microestructura de los compactos sinterizados en función del tamaño de partícula (ver Tabla 1). ─ 60 μm.

La Fig. 2 muestra la microestructura de un compacto sinterizado con aparentes poros cerrados, que aunque aparecen en poca cantidad se ubican principalmente en la parte central de algunos compactos, la zona alrededor de los poros se observa uniforme, lo que indica que el material es continuo, es decir que allí el sinterizado si se produjo completamente. Esto es debido al hecho que físicamente la compactación uniaxial, como la empleada en la fabricación de los compactos, produce en el interior de las piezas variaciones de la densidad de compactado (densidad en verde), siendo las zonas centrales las más favorecidas cuando el valor del espesor de las muestras (como en este caso) es mucho menor que el resto de dimensiones.

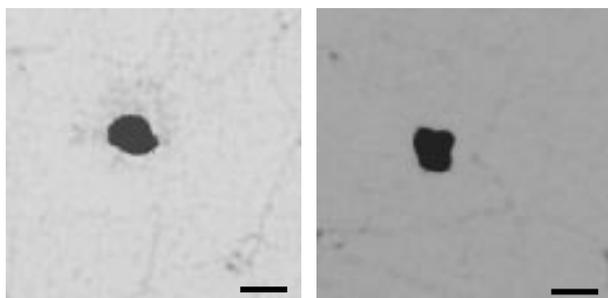


Fig. 2. Compactos sinterizados con aparentes poros cerrados.
— 20 μ m

La evaluación cuantitativa de la porosidad en cada uno de los grupos muestra el comportamiento representado en la Fig. 3, los valores reportados son los promedios de los campos observados en las tres secciones ortogonales del conjunto de muestras estudiadas. Exceptuando los grupos 1, en general se observa que la porosidad es mayor en los CL, lo cual se explica por el hecho que el lubricante al desprenderse de los compactos deja un espacio, que de no ser ocupado por el material mediante los mecanismos de transporte de masa durante el sinterizado, permanecerá en la pieza como porosidad. Esto adicional a la porosidad que por la propia naturaleza del proceso se presenta en la sinterización, tal como la que poseen los CSL. En el caso del grupo CL1 es probable que se haya producido suficiente transporte de masa que compensó el retiro del lubricante, quedando con un valor prácticamente igual al de los CSL1, esto se explica por el hecho que las partículas del polvo por ser muy pequeñas poseen una mayor relación área/volumen lo cual favorece significativamente la sinterización, particularmente la difusión superficial y difusión por límite de grano que son dos importantes mecanismos de sinterización. Por otra parte pudiera pensarse que la presencia de Zn en el lubricante podría coadyuvar en los mecanismos de transporte de masa debido a su solubilidad en el aluminio, tal como ha ocurrido con otros elementos químicos en otras aleaciones del aluminio (Schaffer y col., 2002; Martín y col., 2002), sin embargo pudiera no darse esto por el hecho inevitable que el aluminio se oxida fácilmente por su elevada afinidad con el oxígeno, lo cual

probablemente impida la solubilización del Zn; todo esto requiere de un estudio más detallado al respecto.

Por otra parte se observa que en los CL se incrementa la porosidad a medida que también lo hace el tamaño de partícula de los compactos, esto en principio pudiera pensarse que sería el efecto aparentemente lógico que tiene el factor tamaño de partícula sobre la porosidad, a mayor tamaño de partícula mayor porosidad y viceversa, sin embargo en el caso de los CSL teniendo el mismo tipo de partículas no existe esa tendencia ni ninguna en particular, lo cual es contradictorio; realmente la premisa antes citada no es cierta, lo que sucede es que tanto el tamaño y la forma original de la partícula se modifica por la compactación previa (materiales dúctiles principalmente), definiéndose los poros como los espacios vacíos que quedan entre las partículas y no por la sustitución de estas, luego durante el sinterizado estos poros sufren cambios que modifican su tamaño, forma y cantidad (porosidad).

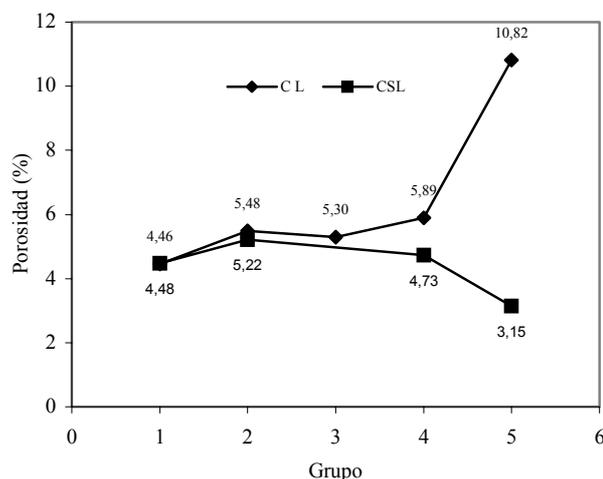


Fig. 3. Porosidad de compactos sinterizados

En relación con la resistencia mecánica, la Fig. 4 muestra como es la resistencia a la rotura transversal (RRT) de los compactos sinterizados. En general son muy bajos los valores de RRT alcanzados por los compactos, esto es indicativo que la sinterización no ocurrió satisfactoriamente, siendo la causa más probable la oxidación del aluminio (Lumley y col., 1999; Shaffer y col., 2002).

RRT de los CL disminuye con el incremento del tamaño de partícula, mientras que en los CSL no hay un comportamiento bien definido, si se omite al grupo CSL1 el comportamiento es inverso, la RRT se incrementa con el aumento del tamaño de las partículas. No obstante lo anterior, si existe una correlación entre la porosidad y la resistencia que podemos observar en la Fig. 5 donde se pueden evaluar juntos estos dos parámetros. Se observa que independientemente del tipo de compacto y del tamaño de partícula, se cumple que la RRT es

inversamente proporcional a la porosidad, a mayor porosidad menor es la RRT y viceversa, lo cual es cierto porque la porosidad disminuye el área efectiva de la sección transversal del compacto lo que hace que sea menos resistente, esto es una ley clásica de resistencia de los materiales.

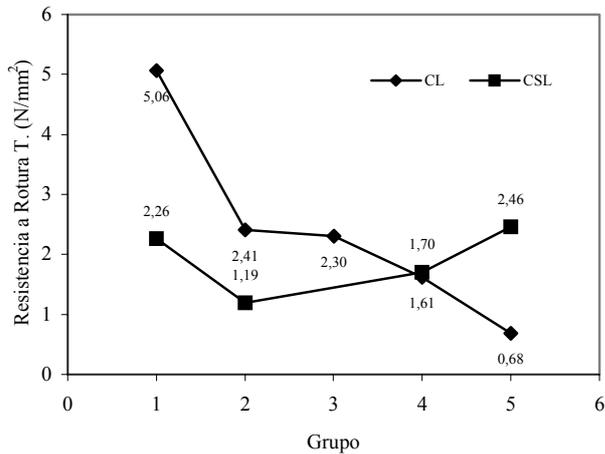


Fig. 4. Resistencia a rotura transversal de compactos sinterizados

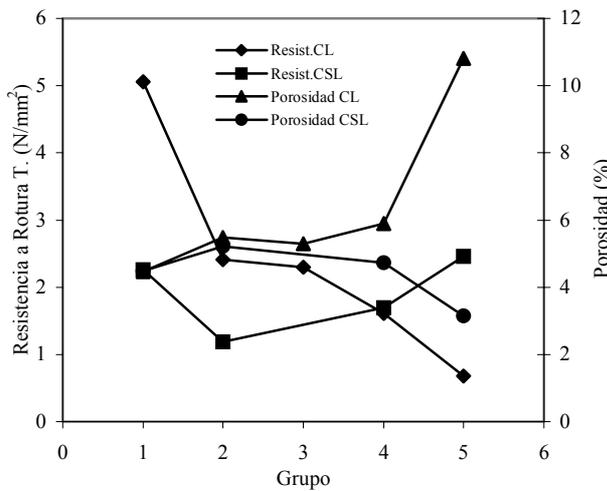


Fig. 5. Correlación entre resistencia y porosidad. Valores en Fig. 3 y 4.

Se observa también en la Fig. 4 que los tres grupos de menor tamaño de partícula de los CL (1, 2, 3) poseen mayor RRT que los CSL, lo contrario ocurre para el grupo de mayor tamaño de partícula (5), mientras que los grupos 4 de ambos casos difieren muy poco en valor, solo 11 centésimas, se pudiera asumir que son iguales. Lo llamativo de todo esto es que siendo los CL quienes tienen mayor porosidad en comparación con los CSL (ver Fig. 3) por qué tienen mayor resistencia en esos tres grupos citados, esto contradice lo aseverado anteriormente en cuanto a la relación existente entre porosidad y resistencia. Aquí ocurrió algo interesante e importante, la

RRT se calcula con la carga que produce falla o rotura en el material, antes de esto el material tiene un comportamiento particular; en este caso se determinó en los ensayos de RRT que todos los CL manifestaron mínima capacidad para flexionarse en comparación con los CSL quienes los superaron notoriamente, tal como se observa en la Fig. 6. Prácticamente se puede decir que la flexión de los CL es constante, en promedio 0,5 mm, mientras que los CSL los superaron de 3 a 5 veces, siendo el promedio en ellos de 1,9 mm. Este comportamiento de los CL y CSL es análogo al de una metal o aleación en dos condiciones, la natural o dúctil y con acritud (endurecida por deformación), la primera se caracteriza por tener baja resistencia pero buena capacidad para deformarse, correspondería esto a los CSL, la segunda condición se caracteriza por la pérdida de la capacidad de deformación pero se adquiere una mayor resistencia mecánica, correspondería esto a los CL.

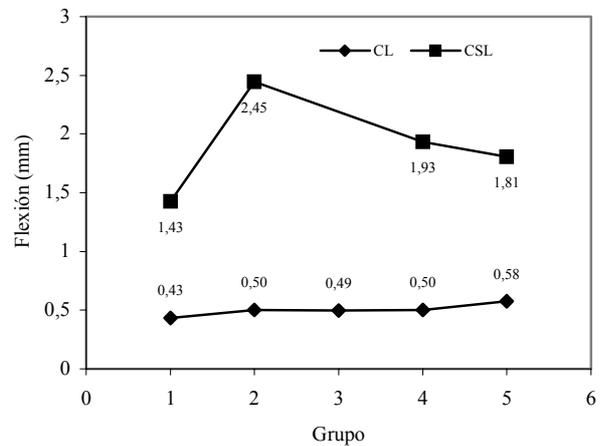


Fig. 6. Flexión de compactos sinterizados

Esta analogía permite conjeturar como posible respuesta a la interrogante surgida lo siguiente: la lubricación de las partículas produce en sus compactos sinterizados (CL) pérdida de la capacidad de deformarse (flexionarse), pero adquieren mayor RRT, mientras que en los CSL es lo contrario. Aunque es una conjetura parece ser cierta, ya que siendo la sinterización un proceso donde la difusión atómica es el fenómeno que define los principales mecanismos de transporte de masa, estos en los CL se concentraron más intensamente en las uniones entre las partículas, que por la mayor porosidad se encuentran en menor cantidad que en los CSL, junto a esto, y aunque no es seguro, posiblemente pudiera formarse alguna aleación o compuesto químico por la presencia del Zn que produzca mejoras de la resistencia, todo esto es favorecido por el hecho que los compactos tienen menor tamaño de partícula, lo cual es beneficioso para la sinterización. Entonces al someter los CL al ensayo de RRT las uniones entre partículas se resisten significativamente (mayor resistencia) por lo antes

indicado, pero por ser pocas y rígidas rápidamente se fracturan no permitiendo la flexión. En el caso de los CSL por poseer menor porosidad mayor es el número de uniones entre sus partículas, aquí los mecanismos de transporte de masa se distribuyen entre todas esas uniones disminuyendo su intensidad en cada una, además no es posible formar aleación o compuesto de Zn, luego al realizarse el ensayo de RRT el compacto se resiste por el gran número de uniones permitiendo se produzca mayor flexión, lo que implica deformación elástica y/o plástica (en los CL solo sería elástica), posteriormente fallan algunas uniones pero con menor esfuerzo por haber sido menor la intensidad del transporte de masa en cada uno de ellos, finalmente se produce la fractura por reducción del área efectiva en el compacto.

Asumiendo como cierto lo antes discutido, como explicar ahora el caso de los CL5 que no están incluidos en este análisis; simplemente se puede decir que en estos compactos aunque se hayan producido los fenómenos de la misma manera, todo esto no fue suficiente, ya que aquí se observa como determinante que por ser tan elevada la porosidad de estos compactos, los únicos con el mayor valor (10,82%) el resto está por debajo de 6%, lo más probable es que desde el inicio de fabricación del compacto y luego con el sinterizado se produjo un área crítica de la sección transversal que no resistió como los otros grupos, de tal manera que se comportaron como lo plantean los principios físicos de resistencia de materiales. Es evidente que todo este interesante comportamiento requiere de más estudios detallados, para aclarar lo aquí planteado.

Las Fig. 7 y 8 muestran a manera de resumen gráfico las correlaciones entre la RRT y la flexión, y entre la porosidad y la flexión respectivamente; las particularidades de estos parámetros fueron discutidas anteriormente.

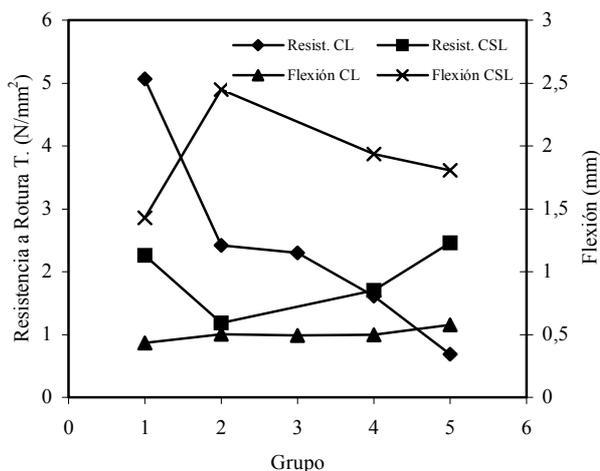


Fig. 7. Correlación entre resistencia y flexión. Valores en Fig. 4 y 6.

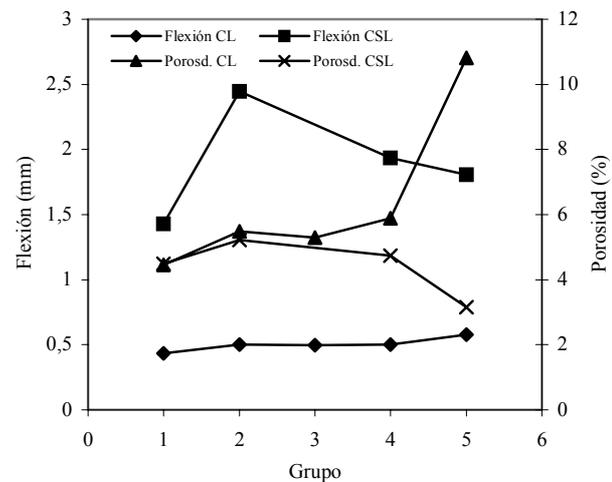


Fig. 8. Correlación entre flexión y porosidad. Valores en Fig. 3 y 6.

4 Conclusiones

La porosidad se caracteriza por una estructura de poros abiertos e interconectados.

La mayor porosidad se obtiene en compactos que al inicio tengan lubricadas las partículas del polvo.

La resistencia transversal a flexión (RRT) de los compactos sinterizados es inversamente proporcional a su porosidad.

La capacidad de deformación (flexión) es menor y prácticamente de valor constante en los compactos sinterizados con mayor porosidad (CL).

Es difícil lograr la sinterización de manera completa, se requiere de un control riguroso de diversos factores propios y ajenos a la naturaleza del material.

5 Agradecimientos

Al Sr. Richard Briceño, Aux. Docente del Laboratorio de Metalografía y Tratamientos Térmicos de la Escuela de Ingeniería Mecánica por su colaboración en el trabajo experimental.

Al Consejo de Desarrollo Científico, Humanístico y Tecnológico (CDCHT) de la Universidad de Los Andes por el financiamiento de esta investigación. Proyecto I-598-98-02-B.

Referencias

- Cieslicki K y Krzeminski K, 1996, Porous sleeve bearing: air oil permeability, *The International Journal of Powder Metallurgy*, Vol. 32, N° 2, pp. 175-183.
- Danninger H, Spoljaric D y Weiss B, 1997, Microstructural features limiting the performance of p/m steel, *The International Journal of Powder Metallurgy*, Vol. 33, N° 4, pp. 43-53.
- Frisch AH, Kaysser WA y Petzow GE, 1992, Defect

- healing during sinter/HIP, *The International Journal of Powder Metallurgy* Vol. 28, N° 1, pp. 53-61.
- Fritz L, 1980, *Powder metallurgy principles and applications*, Metals Powder Industries Federation, Princeton, New Jersey.
- German RM, 1975, Particle size influence on the strength relation for air sintered aluminum, *Metallurgical Transactions A*, Vol. 6, pp. 1964-1965.
- German RM, 1981, Porosity and particle size effects on the gas flow characteristics of porous metals, *Powder Technology*, Vol. 30, pp. 81-86.
- German, RM, 1984, *Powder metallurgy science*, Metals Powder Industries Federation, Princeton, New Jersey.
- German, RM, 1996, *Sintering theory and practice*, John Wiley & Sons, Inc, New York.
- Hirschhorn J, 1976, *Introduction to powder metallurgy*, American Powder Metallurgy Institute, Princeton, New Jersey.
- Kondoh K, Kimura A y Watanabe R, 2001, Effect of Mg on sintering phenomenon of aluminium alloy powder particle, *Powder Metallurgy*, Vol. 44, N° 2, pp. 161-164.
- Kubicki B, 1995, Stress concentration at pores in sintered materials, *Powder Metallurgy*, Vol. 38, N° 4, pp.295-313.
- Lumley RN, Sercombe TB y Schaffer GB, 1999, Surface oxide and the role of magnesium during the sintering of aluminum, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 30A, pp. 457-463.
- Martin JM, Gomez-Acebo T y Castro F, 2002, Sintering behavior and mechanical properties of PM Al-Zn-Mg-Cu alloy containing elemental Mg additions, *Powder Metallurgy*, Vol. 45, N° 2, pp. 173-180.
- Monclús C, 1966, *La pulvimetalurgia*, Ediciones Cedel, Barcelona, España.
- Pérez JF, Tolosa RA, Alba G y Briceño R, 2002, Implementación de un dilatómetro automatizado con un sistema de control y supervisión, II Simposio Internacional de Automatización y Nuevas Tecnologías, ULA, Mérida, Venezuela.
- Shaffer GB y Hall BJ, 2002, The influence of the atmosphere on the sintering of aluminum, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 33A, pp. 3279-3284.
- Tolosa RA y Querales A, 1993, Estudio dimensional y morfológico de polvo de aluminio, *Proceedings of second interamerican congress on electron microscopy*, Cancún, México.
- Tolosa RA, 1988, *Caracterización de la producción y compactación de polvo de aluminio nacional*, Tesis de maestría, UCV, Caracas, Venezuela.
- Tolosa RA, *Caracterización de la porosidad en compactos de aluminio sinterizado*. Será publicado.