

INFLUENCIA DE LA ATMOSFERA DE SINTERIZACION EN LAS
CARACTERISTICAS DE SINTERIZADO DEL ALUMINIO

POR

S. MINTZER y S. BERMUDEZ

Comisión de Energía Atómica
República Argentina

Trabajo a ser presentado en las 17. Jornadas metalúrgicas de la Sociedad Argentina de Metales; 2. Encuentro argentino de cerámicos y refractarios el 13-16 de Abril de 1993 San Carlos de Bariloche -Argentina-

COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA TRAMITE DE PUBLICACIONES	NUMERO DE SERIE 99-93
TITULO Y SUBTITULOS INFLUENCIA DE LA ATMOSFERA DE SINTERIZACION EN LAS CARACTERISTICAS DE SINTERIZADO DEL ALUMINIO	FECHA DE ENVIO ORGANISMO PROMOTOR
AUTORES S. Mintzer - S. Bermudez	FECHA DE RECEPCION COMISION DE PUBLICACIONES 93-03-22
ORGANISMO PROMOTOR Y DEPENDENCIAS Departamento Tecnologia de Materiales. Gerencia de Desarrollo.	TIPO DE PUBLICACION <i>presente a empresa</i> SAM NUMERO DE EJEMPLARES
DIRECCION POSTAL Y TELEFONO	AREAS RELACIONADAS INIS (2 copias trabajo)
PALABRAS CLAVE INIS: POWDER METALLURGY; SINTERING; ALUMINIUM	
RESUMEN : Polvo de Aluminio(Al) compactado en frio(a 95%de la densidad teorica) se sint rizo a 903°K durante 4 horas en distintas atmosferas :oxidante(aire), inerte:Argon(Ar), Nitr geno(N) y alto Vacio. Los resultados obtenidos indican : a) Medidas de Porosidad : mayor p rosidad al sinterizar en Ar y al aire. b) Observaciones por Metalografia y Microscopia Elect nica de barrido: numerosos poros finos (< 1 µm) y lineas de poros distribuidos al azar, al si terizar al aire y poros mayores distribuidos preferentemente cerca de la superficie; en atm sfera de Ar y N .c) Cambios Dimensionales] : tendencia a contracion de las probetas al s terizar en N y vacio y a expansion en Ar o aire .d) Propiedades Mecanicas: ma.yor dureza y tensiones de fluencia al sinterizar en aire y en N.El analisis de resultados se efectua co siderando modelos de sinterizacion en presencia de capa de oxido y gases inertes atrapados	
INFORME DEL ORGANISMO PROMOTOR 1.- ASPECTOS CIENTIFICOS <i>X</i> 2.1 IMPLICANCIAS TECNOLOGICAS 2.2 IMPLICANCIAS COMERCIALES 2.3 IMPLICANCIAS LEGALES 2.4 IMPLICANCIAS DE IMAGEN INSTITUCIONAL	DICTAMEN COMISION PUBLICACION CALIFICACION <i>Aprobado</i> CLASIFICACION NO RESTRINGIDO FECHA
FIRMA DEL RESPONSABLE DEL ORGANISMO <i>[Firma]</i>	TRAMITE:

Abstract

Aluminium powder (Al) cool compacted (at 95 % from theoretical density) was sinterized at 903 °K during 4 hours in different atmospheres; oxydizing (air), inert Argon (Ar), Nitrogen (N) and high vacuum. The results obtained show: a) porosity measurements; greater porosity when sintering in Ar and air. b) Metallographic and Scanning observations: many fine pores ($< 1 \mu\text{m}$) and pore lines distributed at random, at air sintering and greater pores distributed preferentially near the surface, in Ar and N atmospheres. c) Dimensional changes: tendence to contraction of the samples at N and vacuum sintering and expansion in Ar or air. d) Mechanical properties: greater strength and fluence stresses at air and N sintering. The analysis of the results is performed considering sintering modes in presence of an oxyde layer and dropped inert gases.

INFLUENCIA DE LA ATMOSFERA DE SINTERIZACION EN LAS CARACTERISTICAS DE SINTERIZADO DEL ALUMINIO

S. Mintzer - S. Bermudez

Departamento Tecnología de Materiales. Gerencia de Desarrollo, CNEA

INTRODUCCION

Por razones de costos la aplicación de los métodos de la pulvimetalurgia (PM) en la obtención de piezas de Aluminio (Al) es mas bien limitada. Se aplica principalmente en la obtención de aleaciones especiales (como ser: Al-Fe/Ce/V/Mo/Zr, etc.) y en la fabricación de materiales compuestos de matriz metálica reforzados con cerámicos. En tales aleaciones los beneficios de la PM son: extensión de los límites de solubilidad sólida (los polvos se obtienen por solidificación rápida), formación de fases metaestables, menores tamaños de granos, segregación más reducida y microestructura más homogénea. Estos factores pueden contribuir a una mejora de las propiedades mecánicas.

A su vez diversas variables afectan el sinterizado de aleaciones de Al como ser: temperatura y tiempo de sinterizado, tamaño y distribución de tamaño de partículas, densidad en verde, atmósfera de sinterizado, presencia de óxidos en la superficie del polvo, difusividad y solubilidad de los componentes, etc.

Como parte de un programa destinado a estudiar en que condiciones, vía pulvimetalurgia, se pueden obtener materiales compuestos reforzados con partículas de cerámicos en la forma más económica posible y con las mejores características de sinterizado, se ha procedido a evaluar la influencia de la atmósfera de sinterización. Se ha comenzado el estudio de dicha variable por la matriz metálica: Al. Con este objetivo polvo de Al compactado en frío se sinterizó en las mismas condiciones de temperatura y tiempo en distintos tipos de atmósferas: oxidante (aire), inerte (Argón), Nitrógeno (N) y alto vacío. En cada caso se procedió al estudio de las características de la microestructura, contenido y distribución de microporosidad, cambios dimensionales y algunas propiedades mecánicas: dureza y tensiones de fluencia. El estudio correspondiente en el material compuesto está en vías de desarrollo.

METODOS EXPERIMENTALES

El material de partida fué polvo de Al de pureza 99,8% obtenido comercialmente por atomización. Los polvos, luego de tamizados, fueron examinados por Microscopía Electrónica de Barrido (SEM); las características fueron partículas alargadas de $\sim 100\mu$ de largo y $\sim 50\mu$ de diámetro promedio, Fig. 1. El polvo utilizado fué desgasado parcialmente en vacío a altas temperaturas. La compactación de las probetas se efectuó con una prensa hidráulica en una matriz de doble acción. La densidad en verde de las probetas cilíndricas (radio: 13,1mm, altura: ~ 18 mm) fué aprox. 95%. El sinterizado se efectuó a 903K durante 4 horas en: aire, alto vacío (10^{-4} Torr), Ar y N puros a ~ 1 atm de presión. La microestructura fué estudiada por metalografía y SEM. La medición de porosidad total y abierta se efectuó por el método hidrostático. En los ensayos de dureza se determinó dureza Brinell con una carga de 5Kg. Los ensayos de compresión se efectuaron con una máquina Instron con una velocidad de deformación: $5 \cdot 10^{-4} s^{-1}$.

RESULTADOS

En la metalografía de la Fig. 2(a) se observa la microestructura típica de probetas de Al sinterizadas en aire, además de una porosidad muy fina distribuida en forma aleatoria en la probeta, en ciertas regiones se observan líneas correspondientes a superficies de discontinuidad entre regiones bien sinterizadas. Este fenómeno es característico de un sinterizado incompleto en dichas regiones. Un exámen a mayores aumentos, Fig. 2(b), permite apreciar los microporos y tambien líneas con poros.

En probetas sinterizadas en Argón (Ar), Fig. 3(a) y 3(b) y en N, Fig. 4(a) y 4(b) la porosidad está distribuida principalmente cerca de la superficie de la probeta, como se puede observar en las fotografías de SEM 3(b) y 4(b) respectivamente. Con frecuencia no necesariamente es porosidad conectada con la superficie exterior (o sea porosidad abierta). En la metalografía 4(a) se aprecia también la estructura de bordes de grano de la probeta sinterizada en N.

Para el caso de Al sinterizado en vacío, Fig. 5, se observan poros aislados aprox. esféricos y otros alargados. En la Tabla I figuran los valores promedio de porosidad total y abierta. La porosidad total es mayor al sinterizar en Ar y al aire. En lo que se refiere a cambios dimensionales, existe una ligera tendencia a expansión en la dirección radial al sinterizar en Ar y en aire y a contracción en el caso de N y vacío.

Las tensiones de fluencia, Tabla II (valores medios), son menores al sinterizar en Ar y similares en los otros casos. Mayor dureza resulta al sinterizar en aire o en N.

DISCUSION

El polvo de Al que se consigue en forma comercial se obtiene por atomización del metal fundido. Como gas atomizante se puede utilizar aire o un gas noble. Aunque las velocidades de enfriamiento son elevadas (10^3 - 10^5 °C/s) no se puede evitar la oxidación de los metales y en especial del Al que tiene gran afinidad por el Oxígeno. En este metal el espesor de la capa de óxido (alúmina amorfa) varía de acuerdo a si se utilizó una atmósfera inerte y con frecuencia contiene gases adsorbidos (O_2 , H_2 , vapor de H_2O) [1]. Esta es la razón por la cual conviene desgasar el polvo en vacío a altas temperaturas. A juzgar por la morfología muy irregular de las partículas de polvo, Fig. 1, es posible que se haya usado aire como gas atomizante.

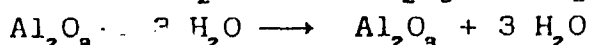
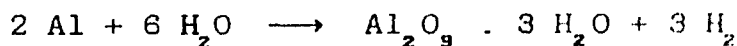
Para tratar de explicar la microestructura de las probetas sinterizadas al aire se deben tener en cuenta los siguientes fenómenos:

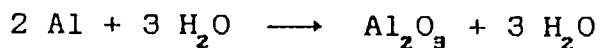
a) De acuerdo a estudios efectuados sobre la cinética de oxidación del Al [2,3] a $T \geq 798$ K se produce difusión del oxígeno (se supone al estado ionizado) a través de la capa de óxido amorfo (formada a menor temperatura) nucleando cristales de alúmina- γ en la interfase. Estos cristales tienden hacia un espesor terminal (~ 300 Å) y crecen radialmente hasta interceptarse, entonces el proceso de oxidación se frena (o sea, los cristales hacen de barrera efectiva a una mayor transferencia de oxígeno).

b) De acuerdo a un modelo de Munir [4] las cinéticas de sinterización (velocidades de crecimiento del cuello entre partículas metálicas esféricas) son órdenes de magnitud mayor sin recubrimiento que con recubrimiento de óxido. El cociente depende del espesor de la capa de óxido, coeficientes de difusión del metal en ambos casos y radio de las partículas.

Durante la etapa de compactación del polvo a altas presiones (en estas probetas la densidad en verde es 95% de la densidad teórica) se produce fragmentación del óxido superficial en las zonas de contacto entre partículas, formándose uniones metal-metal. Al sinterizar en aire en dichas zonas el sinterizado es relativamente rápido. Mientras que en las zonas donde no hay fragmentación y el contacto entre partículas es débil, aumenta el espesor de la capa de óxido por la presencia del oxígeno del aire (a) y el sinterizado es incompleto (b) originando las superficies de discontinuidad de la Fig. 2(a).

La microporosidad que se observa, Fig. 2(b) y líneas con poros, puede explicarse si se tiene en cuenta que el Al puede reaccionar con la humedad atmosférica [5]:





Gases atrapados como H_2 y vapor de agua son reconocidas fuentes de porosidad en la fundición de lingotes de Al.

En principio los fenómenos tendrían que ser más evidentes si se hubieran utilizado menores tensiones de compactado (menor densidad en verde).

Otra cuestión relacionada con el compactado y que podría explicar la mayor porosidad cerca de la superficie de las probetas al sinterizar en Ar y N, Figs. 3(b) y 4(b) es el hecho comprobado [6,7] que al compactar en una matriz rígida, la densidad en verde no es uniforme. La densidad del compacto es mayor en el centro y menor cerca de la superficie lateral. De modo que al comienzo del sinterizado pueden quedar atrapados los gases (Ar, N) en las regiones de menor densidad. A medida que el material densifica, va aumentando la presión del gas en los poros ($P = P_o \cdot V_o / V$) y tiende a contrarrestar la fuerza de tensión superficial frenando la tendencia a contracción de los poros. La mayor porosidad de probetas sinterizadas en Ar que en N puede tener su origen en la muy baja difusividad de los gases nobles en Al [8]. La porosidad mencionada puede eliminarse mediante un maquinado superficial.

La diferencia en tensiones de fluencia de Al sinterizado en Ar con el mismo material sinterizado en las otras atmósferas, Tabla II, puede deberse a la diferencia de porosidad y el mayor valor de las propiedades mecánicas del Al sinterizado al aire (excepto posiblemente la ductilidad) a la considerable formación de alúmina.

REFERENCIAS

1. P.Pronko - R.Bhattacharya - J.Kleek - F.Frees: Metallurgical Transac.: 1988, 19a, 1372
2. G.Scamaus - E.Butler: Metallurgical Transac.: 1975, 6A, 2055
3. A.Beck - M.Heine - E.Caule - M.Pryor: Corros. Science: 1967, 7, 1
4. Z.Munir: Journal of Mat. Sci.: 1979, 14, 2733
5. W.Griffith - Y.Kinv - F.Froes: ASTM, STP 890(1986), 283
6. Metals Handbook: Vol. 7 (9 Ed.), 300
7. G.Kuczynski - I.Zaplatinsky: Trans. AIME, 1956, 215
8. C.Smithells - C.Ransley: Proc. Royal Soc.: 1953, 152A, 706

AGRADECIMIENTOS

Al Ing. R. Morando y Dr. M. Ipohorski por el apoyo brindado y a los siguientes grupos: Microscopía Electrónica de Barrido del CAC, Grupo Materiales Estructurales y División Prototipos del Departamento Combustibles Nucleares.

TABLA I

PROPIEDADES DE SINTERIZACION	AIRE	NITROGENO	ARGON	VACIO
POROSIDAD TOTAL (%)	3	2.4	3.3	2.6
POROSIDAD ABIERTA (%)	0.5	0.2	0.3	0.2
CAMBIO DIMENSIONAL (%)	+0.12	-0.23	+0.07	0.08

TABLA II

PROPIEDADES MECANICAS	AIRE	NITROGENO	ARGON	VACIO
LIMITE ELASTICO	26	28	24	26
TENSION DE FLUENCIA	39	38	34	37
DUREZA BHN	23.9	23.9	22.1	21.8

