

CARACTERIZACION MICROESTRUCTURAL DE UN MATERIAL COMPUESTO BASE ALUMINIO OBTENIDO POR FUSION DE LATAS DE BEBIDAS

C. Montalba, C. Carrasco y C. Camurri

Departamento de Ingeniería de Materiales, Universidad de Concepción, Chile.
Email de contacto: cristomontalba@udec.cl

RESUMEN:

La presente investigación incluye dos tópicos de gran importancia para la ciencia e ingeniería de materiales: El primero hace referencia al reciclaje de metales, que en este caso corresponde al reciclaje de aluminio, proceso ampliamente desarrollado principalmente debido a la disminución del consumo energético y de contaminantes comparado con la producción primaria; El segundo dice relación con el desarrollo de materiales compuestos, donde la necesidad de nuevos materiales con propiedades superiores, conlleva a su estudio y desarrollo. El trabajo que se presenta a continuación, se centra en la fabricación de materiales compuestos de matriz metálica base aluminio obtenido de la fusión directa de latas de bebidas, utilizando como refuerzo la escoria generada durante la fusión, la cual es distribuida homogéneamente en el baño mediante un proceso de rheocasting modificado. Para este proceso se utilizaron dos velocidades de agitación para introducir la escoria en el baño líquido. Adicionalmente, las muestras así obtenidas fueron tratadas térmicamente a una misma temperatura por dos periodos de tiempo distintos.

Se analizaron las fases presentes mediante metalografías, microscopio electrónico de barrido (SEM) con EDS incorporado y difracción de rayos X. Los resultados muestran presencia de fases secundarias en la que destaca el Al_3Fe en las muestras sin tratamiento térmico, cuya acción nefasta sobre las propiedades mecánicas es bien conocida. Mediante un tratamiento térmico adecuado se logró transformar el Al_3Fe en Al_6Fe , fase que no afecta las propiedades mecánicas en las aleaciones de aluminio. Adicionalmente se realizó un análisis mecánico diferencial (DMA) que sugiere que el material compuesto fabricado tendría muy buenas propiedades mecánicas, iguales o superiores a las aleaciones de uso estructural, como las de la familia 6XXX.

Tópico 5: Materiales Compuestos.

Palabras claves: Reciclaje latas de aluminio, MMC, rheocasting.

1. Introducción:

Los materiales compuestos de matriz metálica han sido ampliamente estudiados desde hace ya varias décadas, pues es bien sabido que la combinación de propiedades aportadas por la matriz y por el refuerzo se combinan sinérgicamente entregando un material con propiedades superiores a cada uno de los constituyentes por separado. Los materiales compuestos de matriz en base a aleaciones de aluminio (Al-MMC) se muestran particularmente ventajosos pues además de las propiedades del aluminio como alta resistencia a la corrosión, baja densidad, buena resistencia mecánica y fácil reciclaje entre otros, muestran también mejoras en las propiedades a alta temperatura [1, 2]. En particular, los Al-MMC reforzados con partículas de alúmina han

recibido especial atención debido a que combinan perfectamente propiedades estructurales y térmicas que los hacen aptos para numerosas aplicaciones [3].

Así como el tipo, tamaño, forma y cantidad de partículas utilizadas como refuerzo afectan las propiedades del material compuesto, el método de fabricación también influye considerablemente. A la fecha se han investigado numerosas técnicas para la producción de MMC, entre las que destacan fundición centrífuga [4], infiltración [5] y pulvimetalurgia [6]. Un proceso muy interesante es la técnica de procesamiento en estado semisólido, destacándose el trabajo realizado por Du et al [7] quienes utilizaron thixoforming en estado semisólido para producir materiales compuestos en matriz de aluminio reforzado con altos volúmenes de alúmina, obteniendo excelentes propiedades mecánicas. Siguiendo en la línea de estos investigadores, en este trabajo se ha fabricado un material compuesto mediante una variante del proceso de colada semisólida. Se ha trabajado en estado semisólido principalmente debido a las siguientes ventajas del proceso: Es posible controlar la segregación de elementos aleantes y de las partículas de refuerzo debido tanto al esfuerzo de corte aplicado al baño como a la disminución de los gradientes térmicos, y dado que la temperatura de trabajo es menor que en estado líquido, disminuye la contracción por solidificación y el control del proceso se facilita.

Un aspecto importante a considerar en el trabajo con aleaciones de aluminio es su alta reciclabilidad, proceso que además, es indudablemente conveniente respecto de la producción primaria, tanto desde el punto de vista económico como medioambiental. Si bien las latas de bebidas constituyen uno de los productos de aluminio más ampliamente reutilizados, actualmente a nivel mundial las latas se utilizan para un ciclo cerrado de reciclaje [8], es decir, a partir de latas solo se generan nuevos envases y solo en pocos casos su fusión puede ser transformada en alguna aleación secundaria específica o en granallas para desoxidación utilizadas en la industria siderúrgica [9]. En este contexto, este trabajo muestra los primeros resultados obtenidos en la fabricación mediante un proceso de rheocasting modificado de un Al-MMC mediante fundición directa de latas de aluminio, utilizando como refuerzo la escoria obtenida en el proceso. Las variables operacionales controladas son: cantidad de nitrógeno en la atmósfera del horno, para controlar el tipo y cantidad de escoria formada, y el esfuerzo de corte aplicado al baño semisólido. Posterior a la obtención del Al-MMC se efectuaron tratamientos térmicos cuyos resultados también se incluyen. El análisis mostrado tiene relación con el tipo de fases formadas en el material durante la fabricación y posterior tratamiento térmico, el tamaño y distribución de la escoria utilizada como refuerzo, y algunas directrices acerca de las propiedades mecánicas determinadas mediante el uso de análisis mecánico dinámico (DMA).

2. Procedimiento experimental:

Las latas de bebidas utilizadas como materia prima fueron decapadas para remover pintura orgánica externa, mediante aplicación de calor en un horno de mufla, a 600°C durante 30 minutos. Posteriormente fueron compactadas y fundidas en un horno de inducción INDUCTOTHERM de 20 kV de potencia, bajo una atmósfera dinámica de nitrógeno. Una vez homogeneizado el baño líquido, se disminuyó la temperatura a velocidad constante hasta obtener un estado semisólido, donde coexiste una mezcla de aleación sólida y líquida. Esta temperatura fue mantenida y continuamente monitoreada mediante una termocupla tipo K inserta en la pared del crisol. En estas condiciones se aplicó un esfuerzo de corte al baño mediante un agitador Servodyne Modelo 50000-05, conectado a un medidor de torque. Finalmente, el crisol en que se encuentra el baño semisólido es removido del horno y puesto en un banco de forja donde se compacta durante la solidificación evitando de esta forma una excesiva porosidad en las muestras.

Se obtuvieron así muestras cilíndricas de 30 mm de alto y 100 mm de diámetro. La variable operacional controlada en esta etapa correspondió a la velocidad de agitación del baño semisólido, para lo cual se utilizaron velocidades de agitación de 1400 y 2000 rpm, con un tiempo de agitación de 240 s. Las muestras finales fueron

seccionadas en tres partes (tabla 1), donde se analizó la primera sin tratamiento térmico y el resto fueron analizadas posterior a un tratamiento térmico a una temperatura de 520⁰C durante 5 y 10 horas realizado en un horno de mufla modelo NABER THERM LH 120/12.

La caracterización de las muestras se realizó mediante metalografías, estas fueron observadas con y sin ataque, donde el reactivo utilizado para ver la microestructura fue Keller, microscopio electrónico de barrido (MEB) modelo JSM 6380 LV con analizador EDS para el análisis de fases y su morfología. Las fases caracterizaron mediante un equipo de difracción de rayos X modelo D4 ENDEAVOR con una longitud de onda $K\alpha$ perteneciente al cobre, entre los ángulos 15-80 2 θ . Por último la caracterización mecánica se realizó mediante un equipo de análisis mecánico diferencial (DMA), con probetas cubicas de 5 mm en un rango de temperatura 25-400⁰C, velocidad de calentamiento 5 ⁰C/min, con una carga estática de 2200 mN y dinámica 2000 mN a una frecuencia de 1Hz.

Tabla 1: Condiciones operacionales de muestras analizadas y denominación

Muestra	Rpm durante fabricación	Tiempo de tratamiento térmico
M1-STT	1400	Bruto de colada
M1-TT5	1400	5 horas
M1-TT10	1400	10 horas
M2-STT	2000	Bruto de colada
M2-TT5	2000	5 horas
M2-TT10	2000	10 horas

3. Resultados y discusiones

La Figura 1 muestra metalografías sin ataque químico de las muestras obtenidas en las seis condiciones estudiadas.

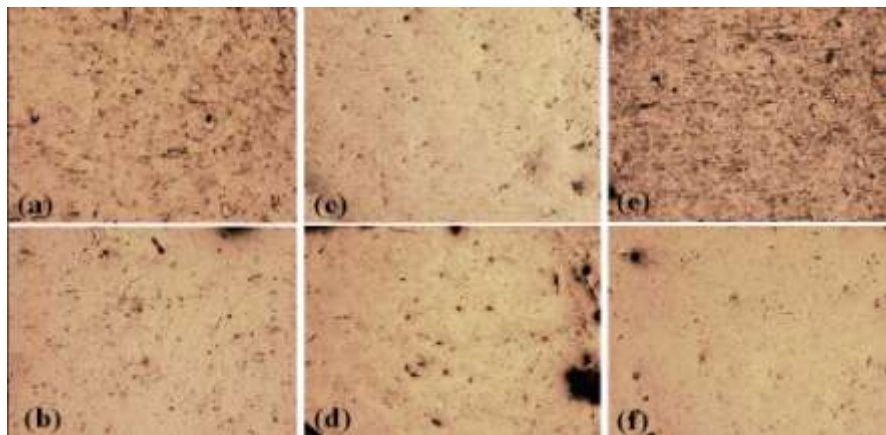


Figura 1. Muestras sin ataque 50X a) M1 STT, b) M2 STT, c) M1 TT 5, d)M2 TT 5, e) M1 TT 10, f) M2 TT 10

En esta figura se aprecia claramente que las muestras fabricadas con menor velocidad de agitación presentan una menor distribución de la escoria que las fabricadas a 2000 rpm. Esta escoria puede verse más finamente disgregada cuando la velocidad de agitación fue mayor, situación especialmente visible en las muestras sin tratamiento térmico (Fig. 1a, b). Las muestras tratadas térmicamente por 5 horas muestran variaciones

considerables, especialmente en lo que a homogeneidad de la microestructura se refiere (Fig. 1c, d), mientras que en las muestras tratadas por 10 horas se aprecia una considerable variación de la microestructura especialmente en el caso de muestras producidas con una agitación de 1400 rpm (Fig. 1e). Para analizar con mayor detalle los cambios microestructurales, se muestran en la Figura 2 las fotografías correspondientes a las seis muestras analizadas con ataque químico. Al observar las muestras metalográficas con ataque químico pueden observarse claras diferencias entre ellas: las muestras 1400-STT presentan una estructura muy finas, con tamaño de grano pequeño y fases secundarias finas y uniformemente distribuidas en la matriz (Fig. 2a); por el contrario, la muestra 2000-STT presenta granos mucho más gruesos, con colonias de fases secundarias y algunas precipitadas finamente en los límites de grano (Fig. 2b). A priori esta diferencia en microestructura hace suponer que la mayor velocidad de agitación en un baño denso debido a la presencia de la escoria, promueve la velocidad de crecimiento de los granos y las fases involucradas en desmedro de la velocidad de nucleación, efecto que es mayor que la diferencia de viscosidad debida al comportamiento tixotrópico del baño semisólido.

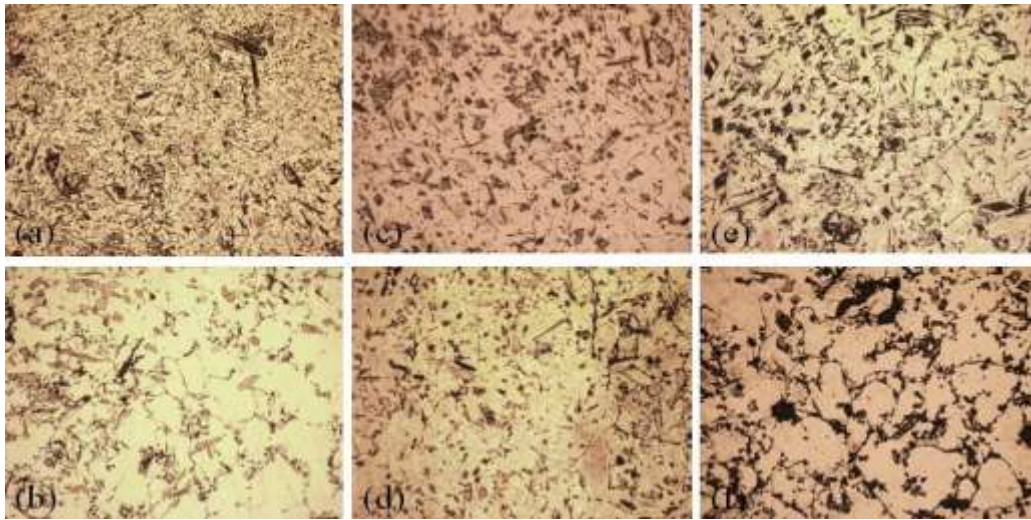


Figura 2. Muestras con ataque (Keller) 200X, a) M1 STT, b) M2 STT, c)M1 TT 5, d)M2 TT 5, e) M1 TT 10, f) M2 TT 10

Las muestras tratadas térmicamente por 5 horas evidencian una coalescencia de fases y una leve variación de morfología, la que es discutida ampliamente más adelante. Finalmente, las muestras tratadas térmicamente por 10 horas muestran una mayor coalescencia de fases, factor evidentemente más pronunciado en las muestras 2000-TT10 dado que desde la fabricación las muestras fabricadas a 2000 rpm presentaron microestructura de mayor tamaño que las de las fabricadas a 1400 rpm. Nótese que en las muestras 2000-TT10 existe una tendencia de las fases secundarias a segregarse en los límites de grano.

Para un análisis más detallado de las fases presentes en la microestructura de las muestras, se efectuaron observaciones en microscopio electrónico de barrido (SEM) y análisis químicos puntuales mediante espectrometría de dispersión de energía (EDS). Los resultados obtenidos se muestran en la Figura 3, aunque por un problema de espacio no se incluyen los espectros EDS respectivos.

Del análisis SEM – EDS efectuado a las muestras sin tratamiento térmico, es claro que las fases presentes son básicamente las mismas: Al_3Fe y $Al_3(Mn, Fe)$ en una matriz $Al-Mg$; sin embargo, estas fases son de mayor tamaño en las muestras fabricadas a 2000 rpm. Nótese para ambos casos que la fase Al_3Fe es poliédrica, mientras que la $Al_3(Mn, Fe)$ presenta sus bordes menos pronunciados.

Las muestras tratadas térmicamente por 5 horas muestran un comportamiento muy disímil entre sí: las muestras fabricadas a 1400 rpm evidencian un cambio casi completo de la fase Al_3Fe a Al_6Fe , mientras que en las

muestras fabricadas a 2000 rpm solo las partículas finas de Al_3Fe se han transformado a Al_6Fe , siguiendo las de mayor tamaño prácticamente invariantes en cuanto a su composición química. Llama la atención que las partículas de mayor tamaño de Al_3Fe , en ambas condiciones estudiadas se presentan fragmentadas después del tratamiento térmico por 5 horas; al respecto, nuestras observaciones y estudios nos hacen suponer que durante la transformación de fases Al_3Fe a Al_6Fe ocurre una destrucción de las partículas originales producida por la nucleación de Al_6Fe ; una vez producida esta fragmentación los núcleos comienzan a crecer en forma independiente formando colonias de pequeñas partículas de Al_6Fe como las observadas en la Fig. 2d.

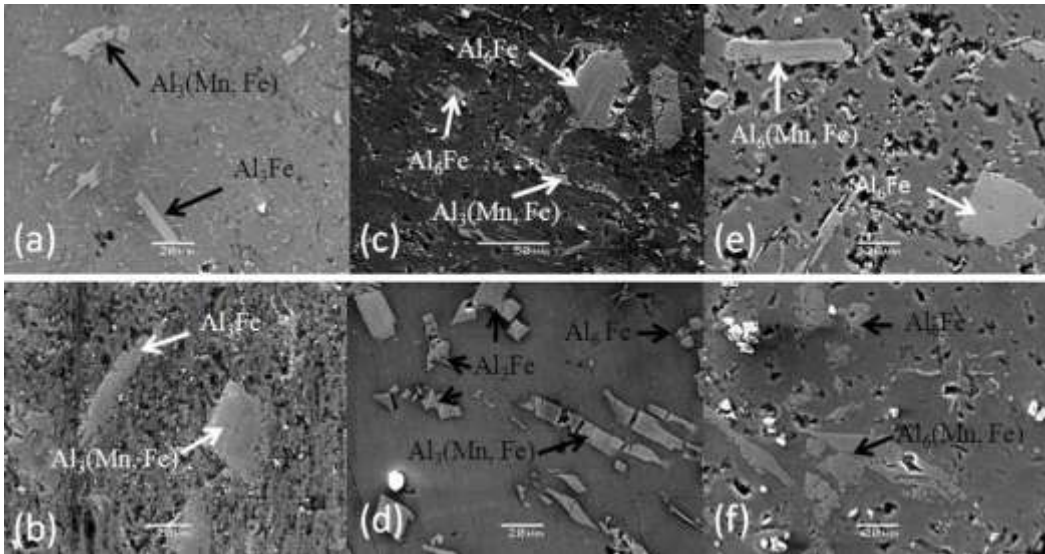


Figura 3. Imágenes SEM a) M1 STT, b) M2 STT, c) M1 TT 5, d) M2 TT 5, e) M1 TT 10, f) M2 TT 10

De esta forma, las partículas de Al_3Fe observadas en estas muestras (Fig. 3c y d), se encontrarían en una etapa inicial de transformación a Al_6Fe . Por su parte, el hecho de que las partículas de Al_3Fe de mayor tamaño no se transformen tan rápidamente como las más pequeñas, evidentemente obedece a leyes energéticas bien conocidas, pero existe un factor importante a considerar: las partículas de mayor tamaño tienen asociado un cierto contenido de manganeso, el que puede fácilmente ocupar en la red cristalina un sitio destinado al hierro. En estas condiciones, para que la transformación Al_3Fe a Al_6Fe se produzca, debe ocurrir una migración de átomos de hierro y manganeso simultáneamente, lo que claramente retarda la transformación.

Las muestras tratadas térmicamente por 10 horas y fabricadas con agitación de 1400 rpm muestran una clara coalescencia de las fases ya observadas a 5 horas de tratamiento y la desaparición total de la fase Al_3Fe . Las muestras fabricadas con agitación de 2000 rpm por su parte, muestran también una cierta coalescencia, y la transformación de fases Al_3Fe a Al_6Fe es prácticamente completa también, con pequeñas colonias de $\text{Al}_6(\text{Fe}, \text{Mn})$ que sostienen la hipótesis de la fragmentación del Al_3Fe previo a la transformación (ver Fig. 3f).

Un último aspecto importante de destacar de las observaciones efectuadas en SEM es que las partículas que contienen manganeso, es decir, las del tipo $\text{Al}_6(\text{Fe}, \text{Mn})$ tienden a mantener la forma de placas del $\text{Al}_3(\text{Fe}, \text{Mn})$ de las que provienen, aunque en tamaños menores, situación que podría corroborar el hecho de que el manganeso dificulta la transformación de fases Al_3Fe a Al_6Fe . Los resultados del análisis efectuado mediante difracción de rayos X a las muestras obtenidas con agitación de 2000 rpm puede observarse en la figura 4. Los resultados de las muestras obtenidas con agitación de 1400 rpm se omitieron pues el comportamiento es básicamente idéntico. En esta figura pueden observarse algunas pequeñas diferencias entre los espectros correspondientes a muestras sin tratamiento térmico y las tratadas a 5 y 10 horas: Claramente los picos de mayor intensidad corresponden a Al-Mg de la matriz, los que se mantienen en todas las muestras, mientras que los

picos de Al_3Fe desaparecen para muestras tratadas térmicamente. Dada la escasa cantidad de las otras fases analizadas (Al_6Fe , $\text{Al}_6(\text{Fe}, \text{Mn})$), esta técnica no alcanza a detectarlas.

Para tener una idea de las propiedades mecánicas que pudiera tener el material compuesto fabricado, se efectuaron análisis mecánico dinámico (DMA) a todas las muestras, cuyos resultados de módulo de almacenamiento y $\tan \delta$ se muestran en las figuras 5 y 6 respectivamente.

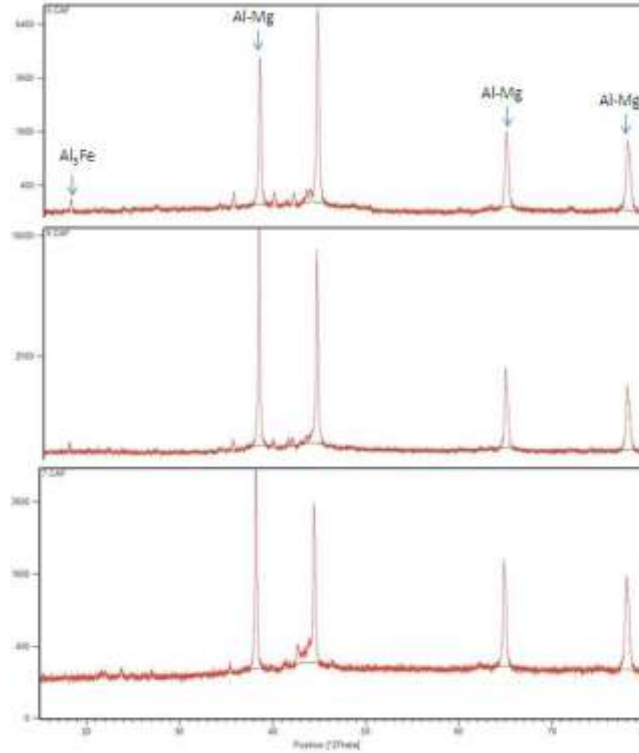


Figura 4. Difracción Rayos X, Muestra M8 STT (arriba), M8 TT 5 (centro), M8 TT 10 (abajo)

Lo primero que llama la atención del análisis DMA es que el módulo de almacenamiento de las muestras con tratamiento térmico es considerablemente mayor que el de las muestras en bruto de colada (Fig. 5). Esta diferencia indudablemente se debe a las transformaciones de fases que ocurren durante el tratamiento térmico y que fueron discutidas anteriormente, teniendo presente que la fase estable, Al_3Fe , es una fase dura, frágil, poliédrica, incoherente con la matriz Al-Mg y que por ende produce una disminución enorme de las propiedades mecánicas de las aleaciones que la contienen, mientras que la fase metaestable Al_6Fe , de morfología redondeada, menor dureza y semicoherente con la matriz, evita el detrimento causado por la fase madre Al_3Fe [10]. Esta diferencia indudablemente se debe a las transformaciones de fases que ocurren durante el tratamiento térmico y que fueron discutidas anteriormente, teniendo presente que la fase estable, Al_3Fe , es una fase dura, frágil, poliédrica, incoherente con la matriz Al-Mg y que por ende produce una disminución enorme de las propiedades mecánicas de las aleaciones que la contienen, mientras que la fase metaestable Al_6Fe , de morfología redondeada, menor dureza y semicoherente con la matriz, evita el detrimento causado por la fase madre Al_3Fe [10]. Nótese también en la figura 5, que el módulo de almacenamiento aumenta conforme aumenta la temperatura, evidencia de las transformaciones de fases que continúan produciéndose durante el ensayo, situación que evidentemente es más marcada en la muestra producida a 1400 rpm con tratamiento térmico de 5 horas, donde aun se encontraron algunas pequeñas partículas de Al_3Fe previo al ensayo DMA. En esta misma muestra (1400-TT5) el módulo de almacenamiento alcanza valores de 69 GPa a temperaturas superiores a

250°C, valor similar al módulo de Young de aleaciones de aluminio de uso estructural (65 a 70 GPa para aleaciones de familia 6XXX),

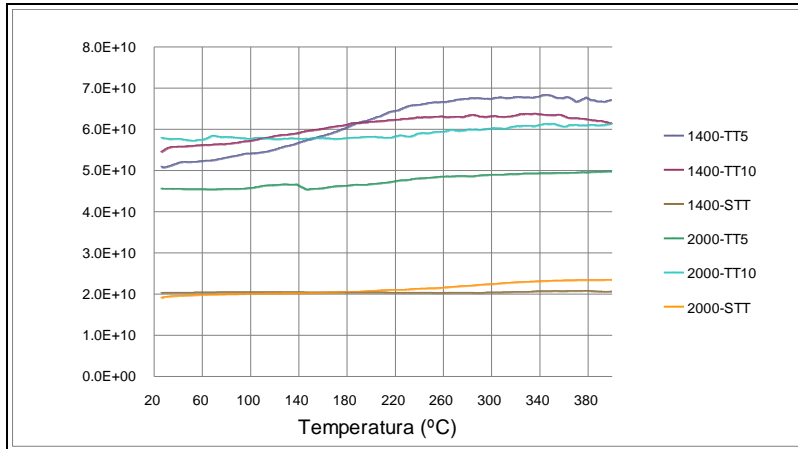


Figura 5. Grafico Modulo de almacenamiento v/s temperatura.

lo que sugiere que en el material compuesto obtenido en estas condiciones podrían alcanzarse altas propiedades mecánicas.

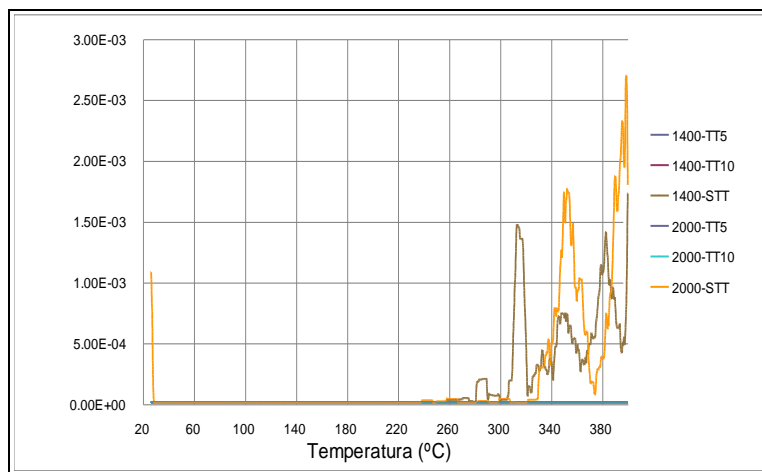


Figura6. Grafico Tangente δ v/s temperatura.

El análisis del gráfico de $\tan \delta$ muestra que solo en las muestras sin tratamiento térmico se producen algunos picos, lo que claramente está asociado a transformaciones de fases producidas durante el ensayo, las que evidentemente se vieron favorecidas tanto por la temperatura como por el esfuerzo externo actuando sobre las muestras. Según las temperaturas a la cuales se presentan estos picos y según las fases encontradas en las muestras, las transformaciones de fases que posiblemente estén ocurriendo son: a 280°C transformación Al_3Fe a Al_6Fe ; a 325°C formación de $Al_6Mn(Fe)$, y a 380°C formación de Mg_2Si [11]. Si bien este último precipitado no fue observado en las muestras analizadas, no puede a priori descartarse su presencia.

Finalmente, del gráfico de $\tan \delta$ puede verse claramente un retardo de las temperaturas a las cuales se iniciaron las transformaciones de fases durante los ensayos DMA, lo que, tal como se sugirió previamente, puede deberse al mayor tamaño de los precipitados y a su mayor contenido de manganeso, lo que retarda la transformación, requiriendo mayor energía para que esta se produzca efectivamente.

4. Conclusiones

Los resultados obtenidos a la fecha en esta investigación demuestran la total factibilidad de fabricar un material compuesto mediante la fusión directa de latas de bebidas, utilizando como refuerzo la escoria obtenida en el proceso de fusión. Mediante un proceso modificado de rheocasting la escoria es introducida al baño semisólido, quedando homogéneamente distribuida en la matriz.

La generación de intermetálicos dañinos para las propiedades mecánicas, especialmente del tipo Al₃Fe, es fácilmente modificable mediante tratamientos térmicos, transformando esta fase en Al₆Fe de menor tamaño y buena distribución en la matriz de Al-Mg.

Los análisis mediante DMA sugieren que el material compuesto obtenido con agitación de 1400 rpm y tratado térmicamente por 5 horas tendría propiedades mecánicas iguales o superiores a aleaciones de uso estructural como las de la familia 6XXX.

Agradecimientos:

Este proyecto ha sido posible gracias al apoyo de la dirección de investigación de la Universidad de Concepción.

Bibliografía:

1. Uematsu Y, Tokaji K, Kawamura M. Fatigue behaviour of SiC-particulate-reinforced aluminium alloy composites with different particle sizes at elevated temperatures. *Compos Sci Tech* 2008; 68(13): 2785-2791
2. Oñoro J, Salvador M.D, Cambronero L.E.G. High-temperature mechanical properties of aluminium alloys reinforced with boron carbide particles. *Mater Sci Eng A* 2009; 499(1-2): 421-426.
3. Yu X.X, Lee W.B. The design and fabrication of an alumina reinforced aluminum composite material. *Compos A* 2000; 31(3): 245-258.
4. Wang K, Xue H, Zou M, Liu C. Microstructural characteristics and properties in centrifugal casting of SiCp/Zl104 composite. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China* 2009; 19(6): 1410-1415.
6. Tajdari M, Ghaffarnajad A, Mehraban, A, Khoogar A.R. Shear strength prediction of Ni-Ti alloys manufactured by powder metallurgy using fuzzy rule-based model. *Mater Des* 2010; 31(3): 1180-1185.
7. Du Z, Cheng Y, Luo S. High volume fraction Al₂O₃/Al composite thixoforging in pseudo-semi-solid state. In Kang C.G, Kim S.K, Lee S.Y, editors. *Solid state phenomena 2006*; Vol. 116 – 117: *Semi-Solid Processing of Alloys and Composites*: 725-729.
8. S. K. Das and W. Yin. "The Worldwide Aluminum Economy: The Current State of the Industry". *JOM*, 59, 11 (2007), 57-63.
9. J. Green and M. Skillingberg, "Recyclable Aluminum Rolled Products: Building Blocks for a Sustainable World". *Ligth Metals Age* 64, 4 (2006), 33-38.
10. L.F. Mondolfo. "Aluminium alloys":Structure and properties." Editorial Butterworths, Londres,1976.
11. Totten, and MacKenzie, *Handbook of Aluminum Vol 1 "Physical Metallurgy and Processes"*, 2003.