



Universitat
de les Illes Balears

TREBALL FI DE GRAU

ALIATGES D'ALUMINI-COURE A PARTIR D'ALUMINI RECICLAT: ESTRUCTURA I PROPIETATS MECÀNIQUES

Montserrat Estrany Rosselló

Grau de Física

Facultat de Ciències

Any Acadèmic 2019-20

ALIATGES D'ALUMINI-COURE A PARTIR D'ALUMINI RECICLAT: ESTRUCTURA I PROPIETATS MECÀNIQUES

Montserrat Estrany Rosselló

Treball de Fi de Grau

Facultat de Ciències

Universitat de les Illes Balears

Any Acadèmic 2019-20

Paraules clau del treball:

Aliatges d'Al-Cu, alumini reciclat, microestructura, propietats mecàniques

Nom Tutor/Tutora del Treball Joan Torrens Serra

Nom Tutor/Tutora (si escau) Joan Torrens Serra

S'autoritza la Universitat a incloure aquest treball en el Repositori Institucional per a la seva consulta en accés obert i difusió en línia, amb finalitats exclusivament acadèmiques i d'investigació

Autor		Tutor	
Sí	No	Sí	No
<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

RESUM

L'alumini és el tercer element més comú en l'escorça terrestre, després del silici i l'oxigen, i és de gran utilitat a la enginyeria de materials degut a la seva alta resistència a la corrosió i la seva baixa densitat. El principal desavantatge de l'alumini és que la seva resistència mecànica o el límit elàstic són molt inferiors al de l'acer. Aquestes propietats es poden millorar mitjançant aliatges amb altres elements i fent un posterior tractament tèrmic d'envelliment o maduració.

L'objectiu d'aquest treball és estudiar si es poden millorar les propietats de l'alumini reciclat mitjançant el mateix procediment que s'aplica a l'alumini comercial.

LLavors s'han estudiat diferents propietats de dos tipus d'aliatge d'alumini i coure:

- i) Aliatge alumini i coure comercial.
- ii) Aliatge d'alumini i coure a partir d'alumini reciclat.

A on a l'aliatge amb alumini reciclat se li ha aplicat el mateix tractament tèrmic que a l'aliatge comercial.

Aquestes mostres han estat observades amb el microscopi electrònic per estudiar la seva composició. S'ha fet un estudi difractomètric per saber quines fases es troben presents al material. I finalment s'han fet assaigs mecànics per estudiar algunes de les seves propietats mecàniques.

Així s'han pogut comparar els resultats obtinguts per cadascun dels aliatges.

ÍNDIX

1.INTRODUCCIÓ.....	2
1.1.Proprietats de l'alumini	2
1.2.Obtenció de l'alumini	3
1.3.Aliatges d'alumini	4
1.3.1.Aliatges Alumini-Coure.....	7
1.4.Tractaments tèrmics d'aliatges Al-Cu	8
2.TÈCNiques EXPERIMENTALS	11
2.1.Preparació aliatge amb alumini reciclat.....	11
2.2.Microscopi electrònic	12
2.3.Diffractometria.....	12
2.4.Assaigs mecànics.....	15
2.4.1.Assaig mecànic de compressió	16
2.4.2.Proprietats mecàniques	16
3.RESULTATS EXPERIMENTALS	18
3.1.Preparació de les mostres	18
3.2.Microscòpia electrònica.....	19
3.3.Diffractometria de Raigs X.....	21
3.3.1.Aliatge Alumini-Coure comercial	22
3.3.2.Aliatge alumini-coure reciclat.....	23
3.3.3.Aliatge alumini-coure reciclat i recuit	24
3.4.Proprietats mecàniques	25
3.4.1.Aliatge alumini i coure comercial	25
3.4.2.Aliatge alumini i coure reciclat tractat tèrmicament.....	26
3.4.3.Alumini reciclat.....	27
4.CONCLUSIONS.....	28
5.REFERÈNCIES	29

1.INTRODUCCIÓ

L'alumini és un metall no ferromagnètic que s'extreu únicament del mineral conegut com a bauxita. Un dels principals problemes d'extreure l'alumini a partir de la bauxita és que es generen una gran quantitat de residus perillosos coneguts com a fang vermell. Els principals components d'aquest residu són òxids metàl·lics que no han reaccionat i el percentatge d'aquests òxids dependrà de la qualitat i naturalesa del mineral bauxita i les condicions a les quals ha estat sotmès per extreure l'alumini. Aquests residus tenen una alta concentració d'òxid de ferro i també tenen una petita quantitat residual d'hidròxid de sodi que fa que aquest material tingui un pH molt alt (> 12). Per posar un exemple, l'any 2007 es va calcular que amb l'extracció d'alumini a partir de la bauxita durant 120 anys s'havien generat 2.7 billons de tones d'aquest residu i que aquesta quantitat aniria augmentant en unes 120 milions de tones per any [1]. Llavors és necessari trobar una manera per intentar reduir aquesta quantitat de residus.

Segons Power, Gräfe i Klauber [1] encara que hagin anat millorant les màquines i la tecnologia, no s'ha trobat una forma més eficaç d'extreure alumini a partir de la bauxita sense generar aquesta quantitat de residus perillosos.

Una vegada obtingut l'alumini en forma de metall aquest requereix algun tipus de tractament posterior, com pugui ser l'aliatge amb altres elements, per optimitzar les seves propietats mecàniques.

En aquest treball s'ha plantejat si es podien obtenir aliatges d'alumini a partir d'alumini reciclat amb les mateixes propietats de l'alumini extret de la bauxita. Llavors per escriure aquest treball s'ha preparat un aliatge d'alumini-coure a partir d'alumini reciclat i s'han usat els mateixos procediments per endurir-lo que els aplicats a un aliatge Al-Cu comercial del tipus duralumini 2024. A partir d'aquí s'han realitzat diversos experiments per tal d'estudiar la composició, la microestructura i les propietats mecàniques de cada una de les mostres, i així, poder comparar-les.

Començarem explicant les propietats físiques i mecàniques de l'alumini, com s'extreu l'alumini a partir de la bauxita i finalment ens centrarem més en el procés experimental que s'ha realitzat i els resultats obtinguts.

1.1.Propietats de l'alumini

Algunes de les propietats físiques més importants de l'alumini són la baixa densitat, elevada conductivitat elèctrica i tèrmica i a més presenta una alta resistència a la corrosió. Aquesta resistència a la corrosió és deguda a que es forma una capa d'òxid d'alumini sobre la superfície del metall. Aquesta capa impedeix la difusió de l'òxid cap a l'interior del metall fent que l'alumini i els seus aliatges siguin resistents a la corrosió. Per altre banda, un dels principals desavantatges de l'alumini és la seva baixa resistència mecànica.

Un dels paràmetres important a estudiar és el límit elàstic (σ_y) que ens indica la tensió màxima que pot suportar un material sense sofrir deformacions permanents, si es sobrepassa aquest límit el material no recupera espontàniament la seva forma original quan es retiren les càrregues. Una altra característica és la resistència al trencament que ens indica l'esforç màxim que pot suportar el material a una força axial de tracció abans de trencar-se.

A continuació posem una taula amb algunes de les característiques més importants de l'alumini pur. En l'apartat **2.4.2. Propietats mecàniques** es donarà una definició més rigorosa d'alguna d'aquestes propietats.

Mòdul de Young 99.99%	64200 MPa
Mòdul de Young 99.95%	69000 MPa
Mòdul de rigidesa	17000 MPa
Límit elàstic (σ)	28 MPa
Resistència a la tracció	69 MPa
Ductilitat %EL	45
Allargament (ϵ)	25%
Coefficient de Poisson	0.32-0.36

Taula 1. Propietats elàstiques de l'alumini pur [2]

Com ja hem mencionat, per aquest treball s'han utilitzat dos tipus d'aliatges d'alumini. Per l'aliatge d'alumini reciclat no teníem les característiques mecàniques perquè en el reciclatge es mesclen aluminis amb diferents propietats, llavors s'han de determinar experimentalment. Per l'alumini comercial s'ha utilitzat un alumini 2024, és a dir, que el coure és el principal element d'aliatge i es caracteritza per tenir una elevada resistència mecànica.[3]

En la Taula 2 podem trobar el mòdul de Young i el límit elàstic per a l'alumini 2024. [2]

Mòdul de Young	73000 MPa
Límit elàstic	320 MPa

Taula 2. Propietat elàstica alumini 2024 [2]

A primera vista podem observar que hi ha una gran diferència entre el límit elàstic de l'alumini pur (28 MPa) i l'alumini 2024 (320 MPa). El valor del límit elàstic de l'aliatge d'alumini-coure és molt més gran.

1.2. Obtenció de l'alumini

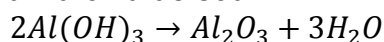


Figura 1. Mineral bauxita

A la naturalesa no es troba directament el metall d'alumini, sinó que s'extreu principalment de la bauxita. Aquesta és un mineral d'òxid d'alumini impurificat amb Fe_2O_3 i SiO_2 .

L'obtenció de l'alumini a partir de la bauxita consta de dues etapes:

- i) **Procés Bayer:** es transforma la bauxita en alumina (Al_2O_3) dissolent-la en una dissolució d'hidròxid de sodi.

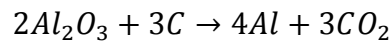


Intentant obtenir un òxid d'alumini el més pur possible.

Per l'obtenció de dues tones d'òxid d'alumini es necessita:

- 4 tones de Bauxita
- 200 kilograms d'hidròxid de sodi
- 70 kW/h d'electricitat

- ii) Procés Hall-Heroult: mitjançant electròlisi es pot obtenir alumini a partir de l'alúmina.



Amb el procés d'electròlisi s'obté alumini amb una puresa entre el 99.5% i el 99.7%, a on el silici i el ferro són les impureses més corrents. Per poder obtenir un metall amb una puresa del 99.9% d'alumini, s'ha de sotmetre a un procés de refinament.

En aquesta segona fase, per obtenir una tona d'alumini es necessita:

- 25 kg de criolita (Na_3AlF_6) o 30 Kg de fluorurs d'alumini (AlF_3)
- 550 kg d'electròlits de grafit
- 15000 kW/h d'electricitat

Llavors podem observar que l'obtenció de l'alumini a partir de la bauxita és un procés que suposa un gran cost mediambiental perquè en el procés Bayer es generen grans quantitats de residus d'òxids de ferro, silici i titani que són perillosos per al medi ambient, però també suposa un gran cost econòmic perquè per dur a terme l'electròlisi es necessita molta energia i una gran quantitat de carboni. [4]

1.3. Aliatges d'alumini

Com ja hem mencionat, l'alumini pur és un material amb baixa resistència mecànica llavors per al seu ús en aplicacions estructurals requereix que es millorin les seves propietats mecàniques. El que interessa és poder aconseguir un material amb alta resistència però també que tingui una certa ductilitat i tenacitat.

Amb un aliatge es pot aconseguir millorar la resistència mecànica i també la resistència a la corrosió. Al afegir àtoms d'impureses en un metall es forma una dissolució sòlida o una nova fase que depèn del tipus d'impuresa que s'ha afegit, de la seva concentració i de la temperatura a la qual s'ha sotmès el material.

A més, la deformació plàstica macroscòpica correspon al moviment d'un gran nombre de dislocacions, llavors la capacitat d'un material per deformar-se plàsticament dependrà de la capacitat que tenen les dislocacions per moure's. Com que la duresa i la resistència estan relacionades amb la facilitat que té el material de deformar-se plàsticament, la resistència mecànica es pot augmentar reduint la mobilitat de les dislocacions ja que així es requeriran forces mecàniques més grans per poder iniciar la deformació plàstica. Llavors la restricció i l'impediment del moviment de les dislocacions fa que el material sigui més dur i més resistent. [2]

Les tècniques més habituals per endurir l'alumini són les següents:

- a) Enduriment per solució sòlida:

Els metalls purs són casi sempre més blans i menys resistents que els aliatges formats a partir del mateix metall base. L'augment de la concentració dels àtoms d'impureses produeix un augment de la resistència a la tracció i de la duresa. Per tant els aliatges són més resistents que el metall pur perquè els àtoms de les impureses en solució

produeixen una deformació de la xarxa en els àtoms veïns dels dissolvent que dificulta el moviment de les dislocacions. [2]

b) Enduriment per treball en fred:

En l'enduriment per treball en fred s'aconsegueix que un metall dúctil torni més resistent i dur aplicant una deformació plàstica a una temperatura baixa comparada a la temperatura de fusió del metall. La deformació plàstica provoca un augment de les dislocacions que alhora restringeix el moviment de les altres endurint el metall.[2]

c) Enduriment per reducció de la mida de gra:

Un material que tingui un gra fi és més dur i resistent que un que te els grans més grossos. Això és degut a que com més fi és el gra, hi haurà més àrea total de límit de gra per impedir el moviment de les dislocacions. La mida del gra pot ser regulada mitjançant la velocitat de solidificació de la fase líquida, i també per deformació plàstica seguida d'un tractament tèrmic apropiat.

Els límits entre dues fases diferents també ajuden a impedir el moviment de les dislocacions.[2]

d) Enduriment per precipitació:

És el mètode que s'ha utilitzat en aquest treball.

La resistència i duresa d'alguns aliatges metàl·lics poden augmentar per la formació de partícules extremadament petites i uniformement dispersades d'una segona fase més dura dins de la matriu original. Les partícules de la nova fase s'anomenen precipitats i es pot aconseguir aquesta dispersió uniforme amb el tractament tèrmic.[2]

Troblem que tan per el cas a) com per el cas d), l'alumini s'alia amb algun altre element. Depenent de l'aliatge que es faci, podrem millorar un tipus de propietat o unes altres: [4]

- $Al + Zn$: augmenta la resistència i la duresa però hi ha més possibilitat de corrosió. Si ho combinem amb Mg obtindrem un aliatge tractable tèrmicament.
- $Al + Cu$: també augmenta la resistència i la duresa i a més és un aliatge tractable tèrmicament.
- $Al + Mn$: es redueix la resistència a la corrosió
- $Al + Si$: si es combina amb Mg s'obté un aliatge tractable tèrmicament i a més té una bona resistència a la corrosió.
- $Al + Mg$: augmenta la resistència, la duresa i la soldabilitat. A més té una bona resistència a la corrosió.

Els aliatges amb alumini es poden classificar segons el model de transformació:

- Aliatges de moldeig: s'utilitzen per la fabricació de peces obtingudes per colada del metall líquid en motlles.
- Aliatges de forja: el material es fon en forma de plaques que mitjançant la laminació es transformen en semi-productes. Llavors aquests productes s'utilitzen en la construcció mecànica.

També es poden classificar segons el mètode que s'ha utilitzat per augmentar la seva resistència mecànica:

- Aliatges forjats no tractables tèrmicament: només es pot augmentar la seva resistència treballant en fred.
- Aliatges forjats tractables tèrmicament: es reforcen mitjançant tractaments tèrmics. El nivell del tractament tèrmic d'un aliatge es representa amb una T seguida d'un nombre. Així trobem: [4]

T_4 = tractament de tremp i maduració natural fins a obtenir un estat pràcticament estable.

T_7 = solució, tremp i sobresaturació. Es sotmeten a un tractament de maduració artificial per augmentar més la resistència mecànica.

En la següent imatge es representa la resistència que es pot aconseguir per diferents aliatges d'alumini depenent de quin tractament tèrmic s'aplica. A més en l'eix horitzontal es mostra la velocitat de refredament.

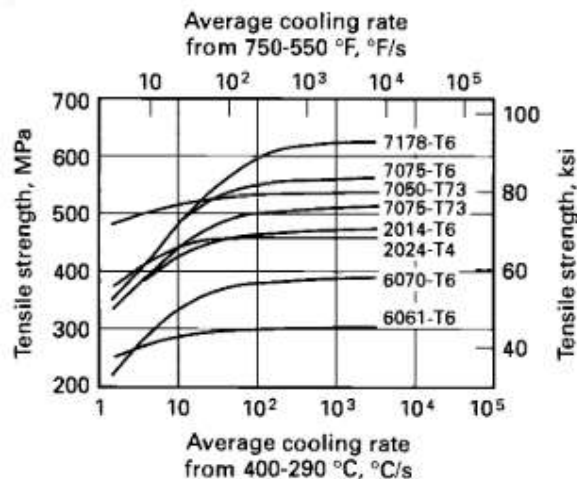


Figura 2. Sensibilitat de temple de diferents aliatges en funció de les tasses de refredament mitjà [5]

El que és interessant veure en aquesta gràfica és que aplicant el mateix tractament tèrmic (per exemple T_6) a diversos aliatges s'aconsegueixen valors molts diferents de resistència.[5]

La nomenclatura per els aliatges de forja es basa en quatre dígit a on el primer fa referència a l'aliatge majoritari: [4]

- 1XXX: alumini del 99% de puresa
- 2XXX: Coure
- 3XXX: Manganès
- 4XXX: Silici
- 5XXX: Magnesi
- 6XXX: Magnesi i silici

A continuació explicarem una mica més els aliatges d'alumini i coure ja que són els utilitzat per poder fer aquest treball.

1.3.1. Aliatges Alumini-Coure

Aquest és el mètode usat en aquest treball per intentar aconseguir l'enduriment de l'aliatge Al-Cu obtingut a partir d'alumini reciclat. Per entendre i explicar aquest mètode partim del seu diagrama de fases. És interessant veure aquest diagrama perquè els sòlids estan formats per diferents fases i la combinació d'aquestes explica moltes de les propietats que tindrà el material. [2]

En els tractaments dels materials es produeix una gran varietat de transformacions de fases. Des del punt de vista microestructural, aquestes transformacions comencen amb la formació de nuclis de la nova fase que són capaç de créixer. Les posicions favorables per la formació d'aquests nous nuclis són les imperfeccions, especialment els límits de gra. Llavors es produeix el creixement d'aquesta nova fase que fa desaparèixer volum de la fase mare. [2]

Amb el diagrama de fases es poden veure les fases presents en l'aliatge en funció de la temperatura i la composició química. Llavors depenent de la quantitat de coure que té l'aliatge i de la temperatura a la qual es troba, tindrem un tipus de fase o una altre. [4]

Cal mencionar que aquest diagrama només té en compte dues components (l'alumini i el coure) però com veurem més endavant, en el nostre material hi ha presents altres elements.

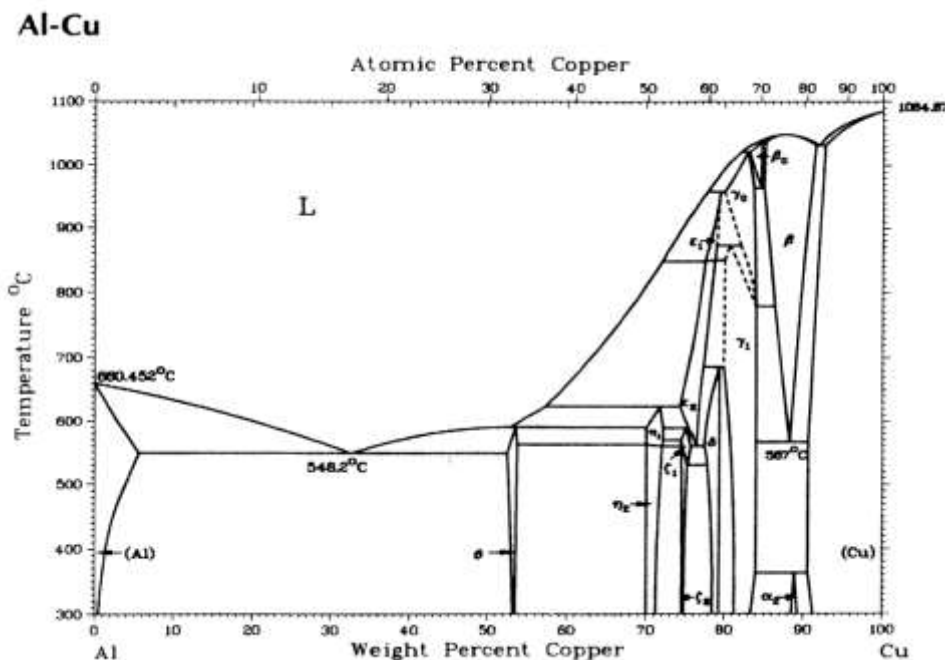


Figura 3. Diagrama de fases de l'aliatge d'alumini i coure [4]

Com podem observar en el diagrama, el punt eutèctic de l'aliatge d'alumini i coure es troba a una temperatura d'uns 548°C i amb una concentració de coure del 33%. Aquest punt és important perquè quan es realitza la primera etapa del tractament tèrmic no es pot sobrepassar aquest valor de temperatura. Just en el punt eutèctic hi ha un equilibri entre el líquid i dos sòlids: una solució sòlida d'alumini (o fase α) i un compost intermetàl·lic de $CuAl_2$ amb una estructura cristal·lina tetragonal centrada. [4]

Al afegir coure a l'alumini s'augmenta la colabilitat, disminueix la resistència a la corrosió i permet augmentar la resistència mecànica i la duresa de l'aliatge mitjançant tractaments tèrmics de solubilització, tremp i recuit, tal com explicarem en la següent secció.

En general, els aliatges més utilitzats industrialment són els que presenten una concentració en coure entre un 4% i un 6%, ja que són els que responen més favorablement als tractaments d'enduriment. Quan s'introdueix un 9-11% de coure, s'obtenen aliatges amb bones propietats de modelatge, bona resistència mecànica a elevades temperatures i una bona resistència al desgast. En canvi, els aliatges amb una gran quantitat de coure (més del 14%) no existeixen comercialment perquè són molt fràgils degut a l'alt percentatge del compost intermetàl·lic $CuAl_2$ present a la matriu. Per tant, depenent de la quantitat de coure que hi hagi present a l'aliatge i depenent dels tractaments tèrmics que s'apliquen obtindrem un resultat o l'altre. [4]

Per realitzar aquest treball s'ha utilitzat un aliatge d'alumini i coure amb un 4.5% de coure (*duralumini*), llavors ens centrarem a estudiar el diagrama en la zona de baixa concentració de coure.

1.4. Tractaments tèrmics d'aliatges Al-Cu

Els tractaments tèrmics consisteixen en escalfar i refredar els materials en estat sòlid per modificar les seves propietats mecàniques, la seva estructura metal·logràfica o eliminar tensions residuals. Quan aquests tractaments s'apliquen als aliatges d'alumini, es sol limitar a les operacions que augmenten la duresa i resistència d'aquests aliatges.[5]

Com ja hem mencionat, la microestructura d'un material és molt important a l'hora de descriure les seves propietats mecàniques. En la Figura 4 podem veure com canvia la microestructura de l'aliatge d'alumini i coure en funció de la velocitat de refredament. També es pot observar com la solubilitat del coure en la matriu α disminueix amb la temperatura del 5.7% al 0.2%. [4]

En la gràfica 4 apareixen dos possibles tractaments tèrmics d'un aliatge Al-Cu:

- i) Refredament lent: Partim del punt *B* a on hi ha una solució sòlida α , a continuació es refreda el material a poc a poc fins que s'arriba a la línia *solvus*. Si es segueix refredant el material, es troba que l'excés de solut de coure forma una nova fase de $CuAl_2$. Com que la velocitat de refredament és molt lenta dona temps a que aquests precipitats de $CuAl_2$ creixin i es facin grossos. Així doncs, la microestructura resultant està formada per grans de fase α amb una elevada dispersió de precipitats de $CuAl_2$ (*punt 1*). Com hem mencionat, això podria fer que l'estructura fos molt fràgil i no obtindríem bones propietats mecàniques.
- ii) Refredament ràpid: Partim del punt *B* però aplicant un refredament ràpid fins que s'arriba per davall de la línia *solvus*. En aquest cas no es dona temps a que precipiti $CuAl_2$ i s'obté una microestructura formada únicament per grans α sobresaturats amb Cu (*punt 2*).

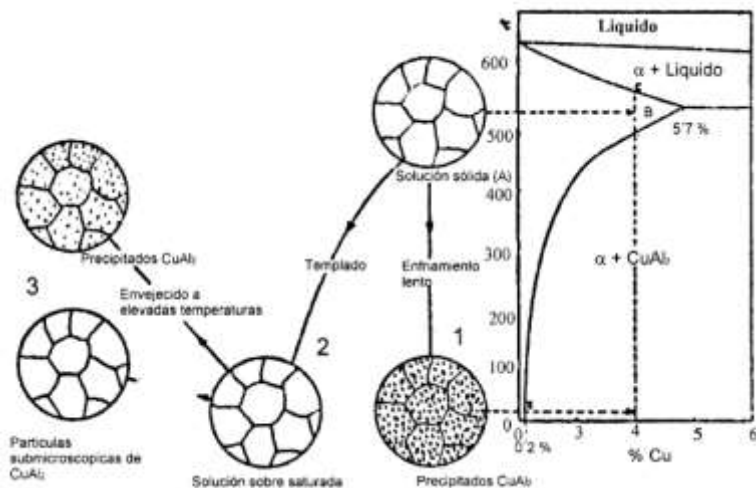


Figura 4. Efecte de la velocitat de refredament sobre la microestructura de l'aliatge d'alumini-coure [2]

El refredament ràpid va acompanyat habitualment d'un tractament tèrmic posterior anomenat envelliment tèrmic o maduració, en el que la fase CuAl_2 precipita formant grans homogèniament distribuïts en la matriu de fase α .

L'enduriment per precipitació es realitza mitjançant aquest segon procés. A continuació es descriu el procés dut a terme en aquest treball. El tractament tèrmic que hem realitzat consta de tres etapes:

- 1) Solubilització: es posen les mostres dins del forn a una temperatura elevada. Nosaltres les vam posar a 475°C durant 25 hores i mitja. Així s'aconsegueix que els composts intermetàl·lics es dissolguin i l'aliatge formi una solució sòlida i homogènia. Quan es dur a terme aquesta etapa, s'ha d'anar alerta a no arribar a la temperatura eutèctica (per l'alumini és d'uns 550°C) ja que es produiria una fusió local de les fases i el metall seria inutilitzable. [2]
- 2) Tremp: consisteix en refredar ràpidament el metall quan es treu del forn. Com ja hem mencionat, hi ha una relació específica entre les propietats mecàniques i la velocitat de refredament. Dels tres medis de tremp més utilitzats (aigua, oli, aire), l'aigua és el que produeix un tremp més ràpid. [2] Nosaltres vam refredar les nostres mostres en aigua per realitzar un refredament ràpid i impedir que els composts intermetàl·lics precipitessin i que no formessin grans que poguessin disminuir la resistència del material.
- 3) Maduració: es fa precipitar els composts intermetàl·lics que provoquen l'enduriment estructural. La resistència i la duresa d'alguns aliatges poden augmentar per la formació de partícules petites d'una segona fase dispersades uniformement dins de la matriu original. En aquesta passa és on podem trobar la maduració natural (T_4) o la maduració artificial (T_7). [2] A les nostres mostres vam aplicar una maduració artificial a on vam deixar les mostres 9 hores dins del forn a una temperatura de 190°C .

Així doncs, amb l'envelliment tèrmic s'aconsegueix una microestructura formada per grans α amb una fina dispersió de precipitats que augmenten la resistència mecànica i la duresa de l'aliatge. Hi ha sistemes que tendeixen espontàniament a la situació d'equilibri quan es troben a temperatura ambient (envelliment natural). En aquest tipus d'envelliment es deixa la mostra a temperatura ambient (20°C) i la resistència d'aquesta va augmentant a poc a poc fins a un valor màxim a partir del qual ja no augmenten les seves propietats. Però n'hi ha d'altres a on és necessari forçar la precipitació de $CuAl_2$ mitjançant tractaments tèrmics (envelliment artificial). Com podem veure a la Figura 5 quan s'aplica un envelliment artificial a un aliatge d'alumini i coure, es pot obtenir una resistència més elevada amb menys temps.

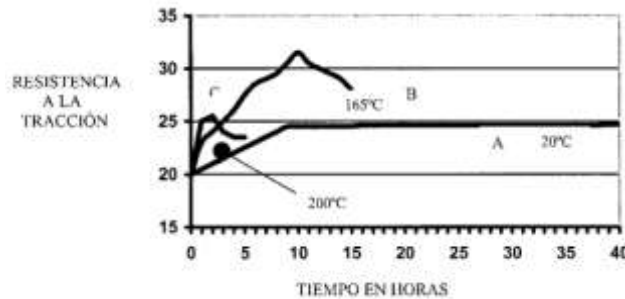


Figura 5. Resistència a la tracció de l'aliatge Al-4.5%Cu aplicant envelliment natural (A) i envelliment artificial (B,C)

S'ha d'anar alerta a no aplicar el tractament tèrmic més temps del que toca perquè sinó les propietats mecàniques empitjoren degut a que, com ja hem explicat, els grans de les fases comencen a créixer. Com podem veure a la Figura 6, la resistència a la tracció augmenta a mesura que passa el temps d'aplicació de la temperatura fins a un punt màxim a partir del qual ja comencen a empitjorar les propietats mecàniques. [5]

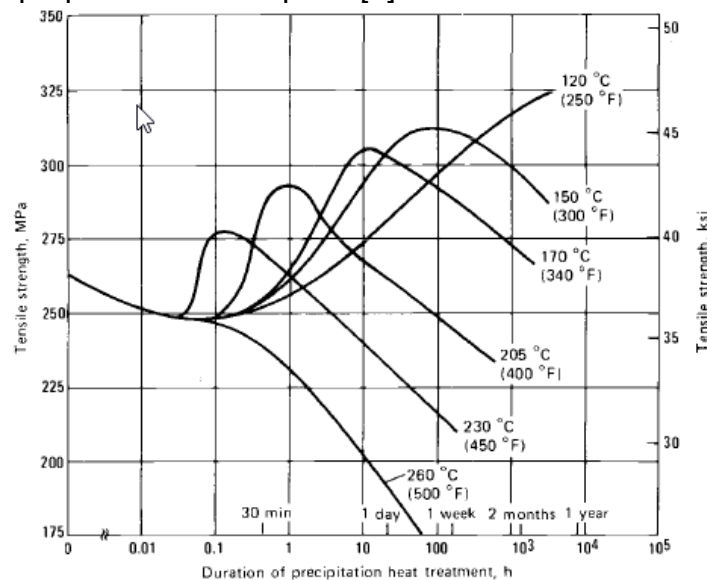


Figura 6. Resistència a la tracció en funció del temps que s'aplica el tractament tèrmic [5]

Així doncs, per poder obtenir bons resultats quan s'aplica un tractament tèrmic, s'han de controlar amb la major precisió possible els paràmetres de temperatura i temps que s'han d'aplicar ja que aquests canvien depenent de la composició química.[4]

1.5. Reciclatge de l'alumini

L'alumini reciclat s'obté a partir de les deixalles d'alumini que ja han estat emprades per la seva primera utilitat. Aquest procés consisteix simplement en fondre el metall llavors sols requereix un 5% de l'energia que s'utilitza per poder extreure alumini de les mines. A més, uns dels avantatges de l'alumini és que es pot reciclar el 100% de l'alumini indefinidament sense que disminueixi la seva qualitat ja que no es descompon en presència d'aigua ni s'altera en contacte amb l'aire.

Una de les principals motivacions per utilitzar alumini reciclat és evitar haver d'extreure alumini a partir de la bauxita i així evitar la contaminació mediambiental i el cost econòmic que suposa. Amb el reciclatge de l'alumini s'estalvia el 95% de l'energia que es necessita per produir la mateixa quantitat d'alumini a partir de bauxita, reduint així el consum d'aquesta matèria prima. Així doncs, en els anys 50 s'utilitzaven 21 kW/h per fabricar un kilogram d'alumini a partir de l'alúmina, mentre que en 1997 aquesta quantitat es va reduir un 30% fins a arribar a 14 kW/h. A més, s'evita utilitzar i saturar contenidors ja que tots els residus d'alumini recuperats s'utilitzen en la seva totalitat. I també minimitza la quantitat de CO₂ que s'emet a l'atmosfera.

En els processos de reciclatge industrials es poden separar les llaunes d'alumini amb un separador electromagnètic dels altres materials reciclats. Llavors aquestes llaunes es tallen a trossos molt petits i es netegen químicament o mecànicament. A continuació empaqueten els trossos en blocs per així minimitzar la oxidació quan es fonen i finalment es retira l'hidrogen dissolt i els contaminants hidrocarbonats. Un cop s'ha obtingut l'alumini es fa un anàlisi espectroscòpic per poder determinar les propietats d'aquest producte. Depenent del que s'obté s'afegeix alumini pur per aconseguir unes especificacions adequades.

Per posar un exemple, en Europa es consumeixen més de 38000 milions de llaunes d'alumini i la seva taxa de reciclatge és d'un 80% en alguns països. El reciclatge de llaunes d'alumini estalvia energia i matèria prima i, a més, aquest metall té un alt valor en el mercat dels metalls recuperables. [6]

2. TÈCNIQUES EXPERIMENTALS

En aquest apartat explicarem de forma general les diferents tècniques que s'han utilitzat i els procediments que s'han realitzat per fer els experiments.

2.1. Preparació aliatge amb alumini reciclat

Per preparar la mostra d'aliatge d'alumini i coure a partir d'alumini reciclat s'ha utilitzat un forn d'arc elèctric. És un tipus de forn que es basa amb l'efecte d'arc elèctric degut a la descàrrega elèctrica que es produeix quan dos elèctrodes es sotmeten a una diferència de potencial. [7]

Podem diferenciar les següents parts: [7]

- **Cambra:** és on es produeix la fusió deguda a l'acció de l'elèctrode sobre el material. En la cambra hi podem trobar connectats diferents accessoris com per exemple entrada i sortida de gasos que ens permetin poder fer el buit dintre d'aquesta. És interessant poder fer el buit dintre de la cambra

per així evitar amb la major part que sigui possible l'oxidació del material. Un cop s'ha realitzat el buit s'introdueix un gas inert, com per exemple argó, per poder formar l'arc elèctric.

- **Gresol:** és on es posa el material que es vol fondre. Ha de suportar les temperatures de fusió sense contaminar la mostra per això es solen fabricar amb materials refractaris. Es pot trobar que aquesta llar està connectada a tot un sistema hidràulic per poder refrigerar-la.
- **Elèctrodes:** són els responsables de subministrar l'energia per dur a terme la fusió. Es poden moure manualment per fer passar l'arc elèctric per sobre el material i aconseguir que es fongui de manera homogènia.

Alguns dels avantatges d'utilitzar aquests tipus de forn són: [7]

- i) No utilitzen cap tipus de combustible, llavors no s'introdueixen impureses a la mostra.
- ii) Minimitzen els residus de combustió i de fusió.
- iii) Es poden obtenir temperatures molt elevades.
- iv) La seva instal·lació és més senzilla i menys costosa.

Un dels objectius a l'hora de fondre és aconseguir que el coure quedi repartit de la manera més uniforme possible per tot l'alumini. Llavors es van dur a terme fins a quatre foses per tal d'aconseguir aquest objectiu. Un cop es van haver realitzat les foses, es va observar que la peça havia quedat un poc oxidada i per tal de llevar la major part d'aquest òxid, es va llimar la peça.

2.2. Microscopi electrònic

L'examen microscòpic constitueix una eina molt útil per l'estudi i caracterització dels materials ja que de l'estudi de la microestructura es pot determinar la fractura mecànica, es poden preveure les propietats mecàniques dels aliatges, quin és el millor tractament tèrmic que es pot aplicar i es poden dissenyar aliatges amb noves combinacions de propietats.

Podem trobar dos tipus de microscopi electrònic:

- Microscopi electrònic de transmissió (TEM)
- Microscopi electrònic de rastreig (SEM)

Per aquest treball s'ha utilitzat un microscopi electrònic de rastreig a on la imatge de l'estructura es genera utilitzant feixos d'electrons. Així doncs, s'utilitzen les interaccions d'electró-matèria per produir imatges d'alta resolució. Mitjançant un camp elèctric s'acceleren els electrons i es fa passar el feix per sobre la mostra, llavors amb els detectors es recullen els electrons que resulten d'aquestes interaccions per poder formar la imatge. Així es poden estudiar les característiques superficials de la mostra i es proporciona informació sobre la forma, textura i composició química. Depenent del detector que s'utilitzi, es podrà obtenir un tipus o una altra d'informació.[8]

En aquest treball s'ha utilitzat l'espectroscòpia de raig X, on es detecten els raigs X produïts quan els electrons excitats del material, degut a la interacció amb els electrons del feix primari, cauen als nivells interns que han quedat buits.

2.3. Difractometria

El fenomen de difracció dels raigs X permet estudiar l'estructura dels cristalls. Els raigs X són una radiació electromagnètica que té elevada energia i una longitud d'ona petita. Quan un feix de raigs X incideix sobre un material sòlid, una part

d'aquest feix es dispersa en totes direccions a causa dels electrons associats als àtoms que es troba per el camí. [2]

Els raigs difractats estan compostos per un gran nombre d'ones dispersades que es reforcen mútuament, llavors l'amplitud de l'ona total tindrà valor màxim quan totes les ones interfereixin constructivament. [9]

També es pot donar el cas a on la diferència de longituds dels camins després de la dispersió sigui un nombre imparell de longituds d'ona, així doncs les ones dispersades no estaran en fase i les amplituds s'anul·laran entre si. Per això, per una certa disposició ordenada d'àtoms, s'han de complir una sèrie de condicions per a que hi hagi difracció de raigs X.

En la Figura 7 es representen dos plans paral·lels d'àtoms que tenen els mateixos índexs de Miller h, k, l i estan separats per una distància interplanar d_{hkl} . Un feix paral·lel, monocromàtic i coherent (en fase) de raig X amb una longitud d'ona λ incideix en els plans amb un angle θ . Llavors hi haurà interferència constructiva dels raigs dispersats quan la diferència de camí òptic recorregut per cada ona sigui un nombre enter de vegades la longitud d'ona.

La condició per a la difracció és:

$$n \cdot \lambda = \overline{SQ} + \overline{QT} = d_{hkl} \cdot \sin \theta + d_{hkl} \cdot \sin \theta = 2 \cdot d_{hkl} \cdot \sin \theta$$

Aquesta equació és coneguda com la llei de Bragg, a on n és l'ordre de difracció i pot ser qualsevol nombre enter mentre $\sin \theta < 1$. Si no es compleix la llei de Bragg, la interferència és no constructiva i el camp del feix difractat és de molt baixa intensitat.[2]

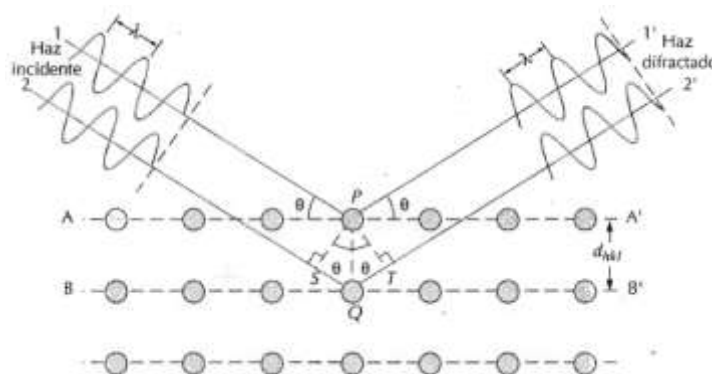


Figura 7. Llei de Bragg [2]

Per l'experiment de difracció, el feix incident ha de formar un angle θ igual o proper al de Bragg amb el pla de reflexió. Llavors l'angle d'incidència canvia dins un cert rang i la intensitat difractada és enregistrada en el detector. Quan es compleix la condició de Bragg, s'observa un pic en la intensitat difractada. Finalment el difractograma o perfil de difracció consisteix en representar l'angle d'incidència en l'eix d'abscisses i la intensitat en l'eix d'ordenada.[9]

La mida i geometria de la cel·la unitat es dedueixen de les posicions angulars dels pics de difracció i la posició dels àtoms en la cel·la es dedueixen de la intensitat relativa dels pics. [2]

Un difractòmetre consta de les següents parts: [9]

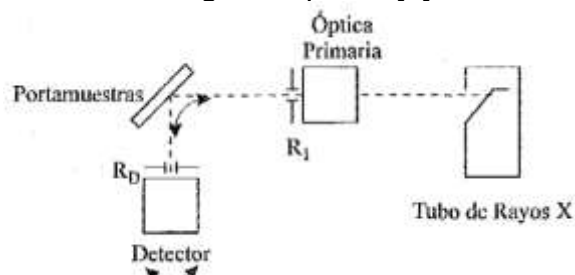


Figura 8. Parts d'un difractòmetre

- Tub de raigs X: és una làmpada de buit on en el seu interior hi ha un filament de tungstè amb un blanc metàl·lic que en el nostre cas és de coure. Es crea un potencial elevat entre el filament i el blanc que fa accelerar els electrons emesos per el tungstè i els fa xocar contra el blanc. Degut a la col·lisió s'emet un espectre de raigs X que si el blanc és de coure les línies d'emissió més intenses són el doblet $K_{\alpha_{1,2}}$.
- Òptica primària: s'encarrega d'eliminar totes les components espectrals del feix excepte la que interessa i a més elimina la divergència angular.
- Porta mostres: permet alinear correctament la mostra respecte el feix incident i rotar la mostra durant l'experiment.
- Detector: enregistra la intensitat difractada per la mostra.

Un cop s'ha obtingut el mapa d'intensitats en funció dels angles d'incidència, es tracta d'anar comparant la gràfica obtinguda amb els diferents resultats que hi ha enregistrats per cada tipus de fase. Nosaltres hem utilitzat el programa *Pearson's Crystal Data (PCD)* a on hem cercat les característiques de cada fase que pensàvem que hi podia haver presents en els nostres materials. Del PCD hem obtingut quin tipus d'estructura (cúbica, tetragonal,...) de cada fase i quins són els seus paràmetres de xarxa. Un cop s'ha obtingut aquesta informació de cada fase, s'usa un programa que permet generar el patró de difracció teòric de cada una d'aquestes fases. En el nostre cas hem usat el programa MAUD ("material analysis using diffraction" [10]) per representar cada una d'aquestes fases sobre les dades obtingudes experimentalment. Així es pot saber quins pics d'intensitat corresponen a cada fase. Si no tots els pics d'intensitat ens queden descrits per les fases que hem introduït, vol dir que hi pot haver presents altres fases que no s'han tingut en compte.

Amb el MAUD es poden anar ajustant diferents paràmetres per així poder descriure la corba que hem obtingut experimentalment a partir dels valors teòrics de cada fase. Els pics s'ajusten mitjançant una funció pseudo-Voigt que és una combinació lineal d'una funció Gaussiana i una funció Lorentziana.

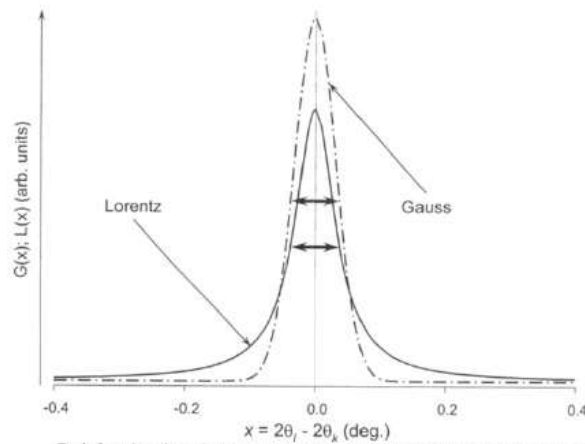


Figura 9. Funció Gaussiana i funció Lorentziana

Aquest ajust s'anomena refinament de Rietveld [11] i és una tècnica de refinament que té la capacitat de determinar amb major precisió els paràmetres estructurals de la mostra a partir de la construcció d'un model teòric que s'ajusta al patró de difracció experimental, mitjançant el mètode de mínims quadrats.[12] La funció que es minimitza per mínims quadrats s'anomena residu i es descriu com:

$$S_y = \sum_i W_i \cdot (y_{i(obs)} - y_{i(calc)})^2$$

Les variables $y_{i(obs)}$ i $y_{i(calc)}$ són les intensitats experimentals i calculades en el punt. W_i és el pes respectiu donat a aquestes intensitats. Finalment el sumatori és sobre tots els punts del patró de difracció.

Un cop s'ha fet l'ajust, es pot obtenir els percentatges de les fases que descriuen la nostra mostra i els seus paràmetres de xarxa.

2.4. Assaigs mecànics

Les propietats mecàniques dels materials es determinen realitzant assaigs als laboratoris que reproduïen les condicions de servei fins a on sigui possible. S'han de tenir en compte la naturalesa de la càrrega aplicada, la seva duració i les condicions del medi. La càrrega aplicada pot ser de compressió, tracció o de cisallament i es pot aplicar una càrrega constant en el temps o pot anar fluctuant en el temps. Finalment el comportament mecànic es pot estimar mitjançant un assaig esforç-deformació.

Per aquesta part del treball s'ha utilitzat una premsa a on s'indica la velocitat a la qual s'ha de moure el braç, el tan per cent de deformació al qual es vol arribar i les dimensions inicials de la mostra. Llavors la premsa recull les dades de deformació en funció de la força aplicada. També s'ha utilitzat un extensòmetre que recollia les dades de l'increment de longitud en funció del temps.

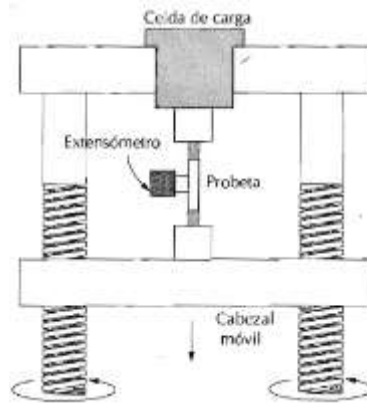


Figura 10. Assaig mecànic [2]

L'esforç (σ) es defineix com:

$$\sigma = \frac{F}{A_o}$$

A on F és la força aplicada perpendicularment a la superfície i A_o és la superfície de la mostra abans d'aplicar cap tipus de força.

Per altra banda, la deformació es defineix com:

$$\varepsilon = \frac{l_i - l_o}{l_o} = \frac{\Delta l}{l_o}$$

A on l_o és la longitud inicial de la mostra abans d'aplicar la força i l_i és la longitud instantània. Llavors Δl és el canvi de longitud en un instant determinat respecte la longitud inicial. [2]

2.4.1. Assaig mecànic de compressió

Com ja hem mencionat, es poden realitzar diferents assaigs mecànics però en aquest cas sols explicarem l'assaig mecànic de compressió ja que és el que s'ha dut a terme en aquest treball.

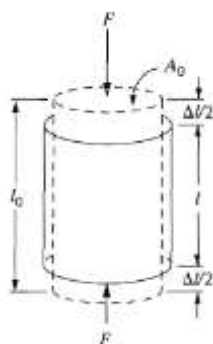


Figura 11. Esforç de compressió [2]

La força que es realitza és compressiva, llavors la proveta es contreu al llarg de la direcció de la força. Els assaigs de compressió s'utilitzen quan es vol conèixer el comportament del material baix deformacions permanents grans, és a dir, baix deformacions plàstiques. [2]

2.4.2. Propietats mecàniques

a) Deformació elàstica

El grau de deformació d'una estructura depèn de la magnitud de la tensió que s'aplica. Quan els esforços són petits, es compleix la llei de Hooke:

$$\sigma = E \cdot \varepsilon$$

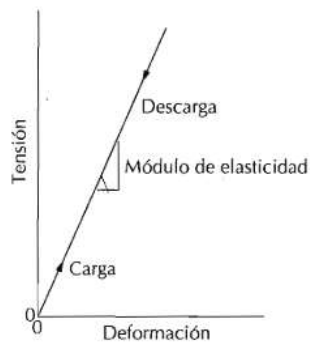


Figura 12. Règim elàstic [2]

La constant de proporcionalitat entre l'esforç i la deformació és el **mòdul de Young** o mòdul d'elasticitat que es pot interpretar com la rigidesa o resistència del material a la deformació elàstica. Com més gran és el mòdul més rígid és el material, és a dir, que menor és la deformació elàstica quan s'aplica una tensió. Mentre que es compleix aquesta relació de proporcionalitat, es diu que la deformació és elàstica.

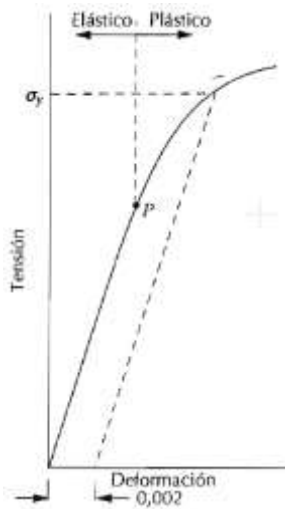
La deformació elàstica no és permanent llavors quan es retira la força, la mostra torna a la seva forma original. En el diagrama tensió-deformació de la Figura 12, es pot veure com l'aplicació de la càrrega correspon al moviment des de l'origen al llarg de la línia recta. Al retirar la càrrega es dibuixa la línia en sentit contrari, tornant cap a l'origen. [2]

b) Deformació plàstica

Quan es sobrepassa el límit elàstic aplicant esforços molt grans, la deformació passa a ser plàstica la qual és permanent, és a dir, que no es recupera la forma inicial del material. Llavors en aquest règim ja no es compleix la llei de Hooke, no hi ha una proporció lineal entre esforç-deformació i ens comença a aparèixer una corba. La transició del règim elàstic al plàstic és gradual en la majoria dels materials, al començament de la deformació plàstica es comença a notar una certa curvatura la qual augmenta més ràpidament al augmentar la càrrega.

Des d'un punt de vista atòmic es pot entendre la deformació plàstica com la ruptura dels enllaços entre àtoms veïns i la reformació d'aquests enllaços amb veïns nous. Això fa que un gran nombre d'àtoms es moguin de les seves posicions i al eliminar les tensions, els àtoms no tornen a les seves posicions inicials.

Un punt important a conèixer és el nivell de tensions per el qual comença la deformació plàstica (punt de fluència). En els materials en els quals la transició del règim elàstic al plàstic és gradual, el punt de fluència es pot determinar com la desviació inicial de la linealitat de la corba tensió-deformació, aquest punt moltes vegades s'anomena límit proporcional. És difícil determinar aquest punt amb precisió per això s'ha establert un conveni per el qual es traça una línia recta paral·lela a la línia elàstica del diagrama de tensió-deformació desplaçada una determinada deformació, normalment es desplaça 0.002. La tensió corresponent a la intersecció d'aquesta línia amb el diagrama tensió-deformació quan aquest es corba s'anomena límit elàstic (σ_y).



En la Figura 13 es representa el límit proporcional amb una P , és el punt a partir del qual comença el límit plàstic. I també es representa el límit elàstic (σ_y) tal i com acabem de definir.

Com es pot observar, la transició entre el límit elàstic i el límit plàstic és contínua per això és difícil determinar en exactitud el punt on es passa d'un règim a un altre i s'ha d'utilitzar un conveni per calcular-ho sempre de la mateixa forma. [2]

Figura 13. Límit elàstic [2]

3.RESULTATS EXPERIMENTALS

En aquest apartat s'exposen els resultats que s'han obtingut per cada un dels experiments que s'han dut a terme.

3.1.Preparació de les mostres

Com aliatge d'alumini i coure comercial hem utilitzat alumini 2024, obtingut de l'empresa Broncesval, que té un 4.5% de coure, entre altres elements. Llavors per poder comparar els resultats s'ha preparat un aliatge d'alumini i coure a partir d'alumini reciclat també amb un 4,5% de coure. Com que es va partir d'una peça d'alumini reciclat que pesava $14.8 \pm 0.1g$ vam haver de posar uns $0.697g$ de coure. Les peces de coure són uns cilindres que pesen aproximadament uns $0.1g$ cada un, per poder tenir amb major aproximació el pes desitjat, es van llimar alguns d'aquests cilindres i finalment es va obtenir un pes de $0.6955 \pm 0.0001g$. Cal mencionar que l'alumini reciclat el va obtenir el Dr. Miquel Barceló a la fira de la ciència de l'any acadèmic 2018-2019 a on va fondre llaunes de beguda i altres restes d'alumini.

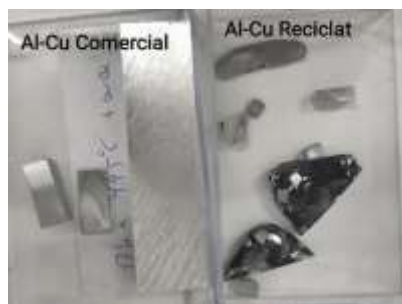


Figura 14. Mostres utilitzades

La Figura 14 és una fotografia de les mostres que s'han utilitzat. Com es pot observar, la mostra Al-Cu reciclat té un color més obscur degut a la oxidació a causa del procediment de fondre el coure amb l'alumini. Per evitar que les mostres analitzades tinguessin oxidació, es van llimar.

En l'apartat **2.1.Preparació aliatge amb alumini reciclat**, ja hem explicat una mica com funciona el forn d'arc elèctric que es va utilitzar per fer l'aliatge d'alumini-coure a partir d'alumini reciclat. Com ja hem mencionat, ens interessa que la mostra quedi el menys oxidada possible per això abans de començar el procediment de fondre, sempre es realitzaven una sèrie de purgues per tal de poder extreure amb la major part que fos possible l'aire que hi havia dins la cambra. Per això primer es procedeix a realitzar el buit i llavors s'introdueix un

gas inert. Un cop que s'han realitzat les purgues es pot procedir a fondre els metalls fent passar els elèctrodes per sobre la mostra, intentant que es fongui de la manera més homogènia possible. Mentre es realitza aquest procediment de fondre s'ha de posar en marxa el sistema hidràulic per tal de refrigerar el gresol. Un cop s'ha fos el material, aquest es deixa refredar dins la cambra per així poder evitar que s'oxidi més. És casi impossible aconseguir que no es produeixi gens d'oxidació, per això un cop s'han obtingut les mostres aquestes s'han de llimar per poder llevar la capa d'òxid superficial.

Un cop ja es van tenir els dos aliatges que es volien analitzar, es van tallar les peces amb les mides adequades per cada un dels experiments. A les mostres que estaven destinades als assaigs mecànics es va realitzar el tractament tèrmic que s'ha explicat en l'apartat **1.4. Tractaments tèrmics d'aliatges Al-Cu**. També s'ha realitzat el mateix tractament a la mostra d'alumini i coure reciclat que havíem utilitzat per la difractometria i així hem pogut comparar si aplicant el tractament tèrmic i havia algun canvi en les fases.

3.2. Microscòpia electrònica

Per poder analitzar les mostres amb el microscopi electrònic no poden ser molt gruixades, per això vam tallar una mostra prima tan de l'aliatge d'alumini i coure amb alumini reciclat com de l'aliatge comercial. Un cop vam haver tallat les peces, les vam llimar amb papers de vidre de diferents grans per intentar que la superfície fos el més llisa possible i que no tingués impureses.

Per la mostra de l'aliatge amb alumini reciclat es va observar un forat que podia ser resultat de que quedés aire dintre de la mostra quan es va fondre amb el forn d'arc elèctric. A més s'hi va observar una retxa corresponent a quan es va tallar la peça i es va fondre una part sobre l'altre per intentar obtenir una mostra més gruixada. Això són defectes que podrien afectar a les propietats mecàniques però no ens afectaran a l'hora d'observar-les per el microscopi electrònic, sols s'ha d'anar alerta en no fer un mostreig sobre aquestes zones.

S'han realitzat cinc mesures a zones diferents per cada mostra, tant per l'aliatge amb alumini reciclat com l'aliatge comercial. A continuació s'exposen els resultats per cada una d'aquestes zones, fent la mitjana dels cinc resultats. Com que cada una de les mesures tenia associat un error, per poder calcular la mitjana i l'error d'aquesta s'ha utilitzat la fórmula dels pesos. Així també s'ha tingut en compte l'error associat a cada mesura per poder calcular la mitjana.

Per exemple, en la primera zona de l'aliatge d'alumini-coure comercial s'ha obtingut el següent espectre:

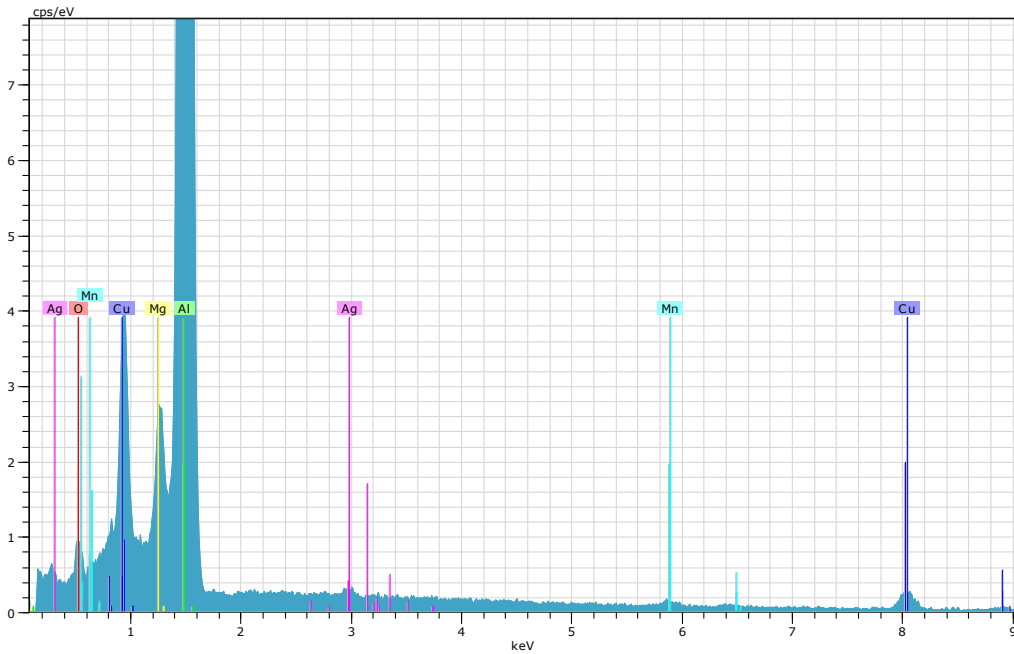


Figura 15. Espectre primera zona de l'aliatge Al-Cu comercial

En la gràfica es representa l'energia en l'eix de les ordenades, llavors es pot observar quina energia correspon a cada pic i d'aquesta manera identificar l'element.

Resultats per l'aliatge d'alumini-coure comercial:

En la taula següent es representen els percentatges de cada element que s'ha obtingut per a la mostra analitzada. Cada filera correspon a una zona diferent de la mostra.

Com ja hem mencionat, la mitjana (μ) i el seu error s'han calculat a partir de la fórmula dels pesos.

	% Al	% Mn	%Cu	%Ag	%Si	%Mg	%Fe
	90,03	0,72	5,05	0,62	0,40	2,76	0,41
	89,63	0,77	5,46	0,68	0,27	2,72	0,47
	92,63	0,82	5,02	0,61	0,42	0,00	0,50
	92,14	0,70	5,62	0,69	0,36	0,00	0,50
	93,34	0,78	4,45	0,58	0,35	0,00	0,50
μ	91,5±3,8	0,76±0,04	5,1±0,2	0,64±0,04	0,36±0,04	1,1±0,2	0,48±0,04

Taula 3. Resultats microscòpia electrònica aliatge comercial

L'empresa subministradora de l'aliatge d'alumini i coure ens indiquen les següents proporcions:

%Al	%Mn	%Cu	%Si	%Mg	%Fe	%Cr	%Zn	%Ti	%Zr+Ti	%Altres
90,55	0,9	4,9	0,5	1,8	0,5	0,1	0,25	0,15	0,2	0,15

Taula 4. Característiques aliatge alumini 2024 [3]

El primer que podem observar és que no hem obtingut tots els tipus d'elements que hi toca haver en la mostra, com per exemple no ens ha aparegut: crom, zinc i titani. Segurament les quantitats són massa petites per ser detectades. Per altre banda, en els nostres resultats ha aparegut un 0.64% de plata que no apareix en la plantilla de l'aliatge 2024. Hi pot haver diverses hipòtesis que podrien explicar la presència de plata, però no es poden afirmar amb total seguretat. Per exemple, pot ser que el fabricant afegís plata al material i que no ho indiqués, també es podria donar el cas de que al portamostres a on guardàvem els aliatges hi hagués plata.

Resultats per l'aliatge amb alumini reciclat:

	%Al	%Mn	%Cu	%Ag	%Si	%Mg	%Fe
	88,87	1,12	5,99	0,00	0,43	2,52	1,07
	88,35	1,11	6,00	0,00	0,55	2,69	1,30
	88,43	1,06	5,47	0,73	0,62	2,56	1,17
	89,60	1,01	4,73	0,70	0,51	2,55	0,90
	89,98	0,87	4,44	0,57	0,62	2,58	0,94
μ	89 \pm 4	1,03 \pm 0,09	5,23 \pm 0,24	0,67 \pm 0,06	0,55 \pm 0,04	2,57 \pm 0,15	1,07 \pm 0,09

Taula 5. Resultats microscòpia electrònica aliatge amb alumini reciclat

Havíem preparat un aliatge alumini-coure amb un 4.5% de coure i en l'anàlisi microscòpic ha sortit que hi ha un 5.23%, llavors podem dir que no hem obtingut un mal resultat. A més, com ja havíem mencionat, en l'alumini s'introdueixen altres tipus d'elements per poder millorar les seves propietats mecàniques. Aquest alumini prové de la fosa de llaunes reciclades, llavors no és d'estranyar que també ens apareguin altres elements a part d'alumini i coure. També podem observar que en aquest anàlisi ens torna a aparèixer la plata i encara que sols s'ha trobat plata en tres regions de les cinc que s'han examinat ens dona un nombre bastant significatiu.

Una altra cosa que podem mencionar és que en la mostra de l'aliatge amb alumini reciclat s'ha trobat més quantitat de manganès i de ferro que en l'aliatge comercial. Per això no és d'estranyar que quan vam obtenir el difractograma ens apareguessin les fases de Cu_2FeAl_7 i $MgCuAl_2$ que no havíem obtingut en l'aliatge comercial.

3.3. Difractometria de Raigs X

Per realitzar els experiments de difractometria de raigs X hem utilitzat un difractòmetre de pols BRUNKER model D8 Advance present en els Serveis Científic-tècnics de la UIB.

Per saber quines fases es troben presents dins del nostre material, s'han comparat les gràfiques obtingudes experimentalment per a cada mostra amb les gràfiques d'una base de dades cristal·logràfica. Això consisteix en anar comparant cada pic d'intensitat per saber a quina fase correspon.

Com ja hem mencionat, hem utilitzat el *PCD* a on hi ha uns 335000 conjunts de dades estructurals. Aquesta base de dades permet fer una recerca definint els elements presents a la composició del material. Com que els nostres elements principals són l'alumini i el coure, i d'acord amb la informació proporcionada pel

diagrama de fases, la principal hipòtesi és que es formin les fases FCC de l'alumini (α -Al) i l'intermetàl·lic CuAl_2 (khatyrkite).

Com veurem amb les gràfiques següents, per a l'aliatge d'alumini i coure comercial aquestes dues fases s'ajusten molt bé al diagrama obtingut experimentalment, però per l'aliatge amb alumini reciclat hi ha alguns pics d'intensitat que no queden descrits per cap d'aquestes fases. Llavors, com a mínim, hi havia un altre tipus d'estructura. A partir del microscopi electrònic hem sabut quins elements, a part d'alumini i coure, es troben presents a la mostra. Aquests altres elements poden haver quedat dissolts dins la matriu d'alumini o poden haver format altres fases. Per això s'han cercat diferents diagrames d'aliatges d'alumini amb coure i s'ha vist que també es poden trobar la fase de Cu_2FeAl_7 i la fase de MgCuAl_2 .

Amb el programa PCD hem obtingut les gràfiques i els diferents paràmetres de xarxa teòrics de cada fase que pensàvem que hi podia haver present als nostres materials.

Fase	Estructura	Paràmetre de xarxa
α -Al	Cúbica	$a = 4.0497 \text{ \AA}$
CuAl_2	Tetragonal	$a = b = 6.067 \text{ \AA}$ $c = 4.877 \text{ \AA}$
Cu_2FeAl_7	Tetragonal	$a = b = 6.311 \text{ \AA}$ $c = 14.805 \text{ \AA}$
MgCuAl_2	Ortoròmbica	$a = 4 \text{ \AA}$ $b = 9.23 \text{ \AA}$ $c = 7.14 \text{ \AA}$

Taula 6. Dades obtingudes amb el PCD (Al [13], CuAl_2 [14], Cu_2FeAl_7 [15], MgCuAl_2 [16])

Un cop es tenen les dades del conjunt de fases, aquestes s'introdueixen al programa Maud juntament amb les dades obtingudes experimentalment. Així amb aquest programa es poden ajustar les gràfiques teòriques sobre la gràfica experimental a partir del refinament de Rietveld a on s'ajusten diferents paràmetres. A partir d'aquest refinament es pot quantificar la proporció de les fases presents i calcular els diferents paràmetres de xarxa de les estructures de la nostra mostra.

Cal remarcar que fer un refinament exacte és bastant difícil ja que es poden anar ajustant molts de paràmetres diferents. Però així i tot s'obtenen molt bons resultats.

A continuació explicarem els resultats obtinguts per les diferents mostres comparant amb les dades teòriques.

3.3.1. Aliatge Alumini-Coure comercial

Com ja hem mencionat per aquesta mostra s'han trobat la fase α -Al i la fase de CuAl_2 .

Fase	% en pes	Paràmetre de xarxa (Å)
α -Al	98 ± 3	$a = 4.0535 \pm 0.0002$
CuAl_2	2.5 ± 0.9	$a = b = 6.067$ $c = 4.877$

Taula 7. Dades obtingudes amb el Maud

Com es pot observar en les dues fases, els paràmetres de xarxa experimentals són pràcticament igual als teòrics, llavors es pot concloure que el nostre material té bàsicament aquestes dues fases. Qualsevol altra fase que pogués estar

present seria en quantitat tan petita que està per davall el límit de resolució de la tècnica emprada.

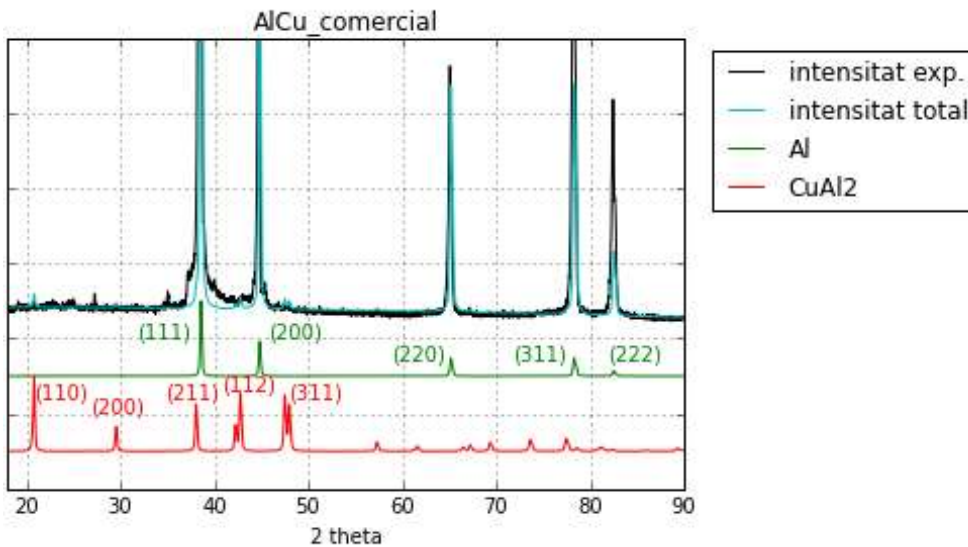


Figura 16. Difractograma aliatge comercial

En la gràfica 16 es representa la intensitat del feix difractat en funció de dues vegades l'angle de Bragg. No s'han representat els valors de les intensitats perquè no són rellevants en aquest cas. A més cal mencionar que els valors d'intensitat per a les dues fases (α -Al i CuAl_2) s'han normalitzat per així poder observar millor els pics i a més s'han desplaçat per així poder observar cada corba per separat. La intensitat total representa la suma de totes les corbes.

Al costat de cada pic s'ha posat el valor d'índex de Miller que correspon a cada un. Aquest valor s'ha obtingut observant les gràfiques de cada fase en el PCD. En aquest programa estan descrites les característiques de cada fase i a més per cada pic d'intensitat s'indica quin és el seu índex de Miller corresponent, llavors hem cercat els valors per els pics d'intensitat més grans. Amb els índex de Miller es poden identificar els plans per el qual correspon el pic d'intensitat. A més el fet de que obtinguem diferents índex de Miller i no només un, ens indica que hi ha grans en diverses direccions del cristall i llavors aquest és policristal·lí. Quan hi ha dos pics d'intensitat que es sobreposen ens dificulta més la determinació de l'estructura cristal·lina ja que és més difícil saber a quina fase correspon aquest pic.

3.3.2. Aliatge alumini-coure reciclat

Com ja hem mencionat, per aquest material hem hagut d'introduir dues fases més per acabar de descriure millor el difractograma.

Fase	% en pes	Paràmetre de xarxa (Å)
α -Al	88.7 ± 0.6	$a = 4.052$
CuAl_2	6.7 ± 0.2	$a = b = 6.067$ $c = 4.877$
Cu_2FeAl_7	2.00 ± 0.25	$a = b = 6.311$ $c = 14.805$
MgCuAl_2	2.75 ± 0.25	$a = 4.0$ $b = 9.23$ $c = 7.14$

Taula 8. Dades obtingudes amb el Maud

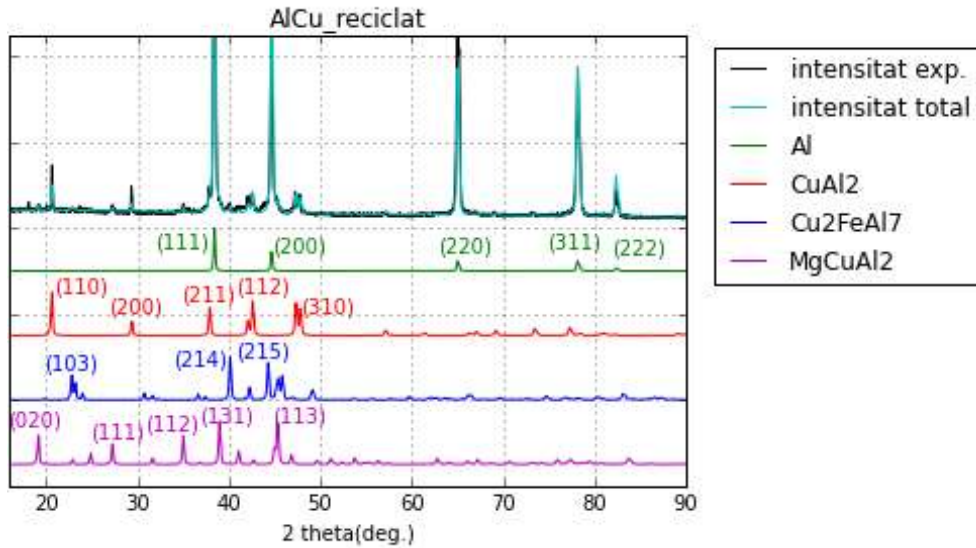


Figura 17. Difractograma aliatge reciclat

3.3.3. Aliatge alumini-coure reciclat i recuit

En aquest cas es representa l'aliatge d'alumini-coure reciclat però un cop aplicat el tractament tèrmic que ja hem descrit. Com podem observar, ens apareix un percentatge molt més gran de la fase Cu_2FeAl_7 , llavors aplicant el tractament tèrmic s'ha fet precipitar més aquesta fase.

Fase	% en pes	Paràmetre de xarxa (Å)
α -Al	83 ± 1	$a = 4.051$
CuAl_2	5.7 ± 0.5	$a = b = 6.067$ $c = 4.877$
Cu_2FeAl_7	8.6 ± 0.8	$a = b = 6.311$ $c = 14.805$
MgCuAl_2	2.5 ± 0.7	$a = 4.0$ $b = 9.23$ $c = 7.14$

Taula 9. Dades obtingudes amb el Maud

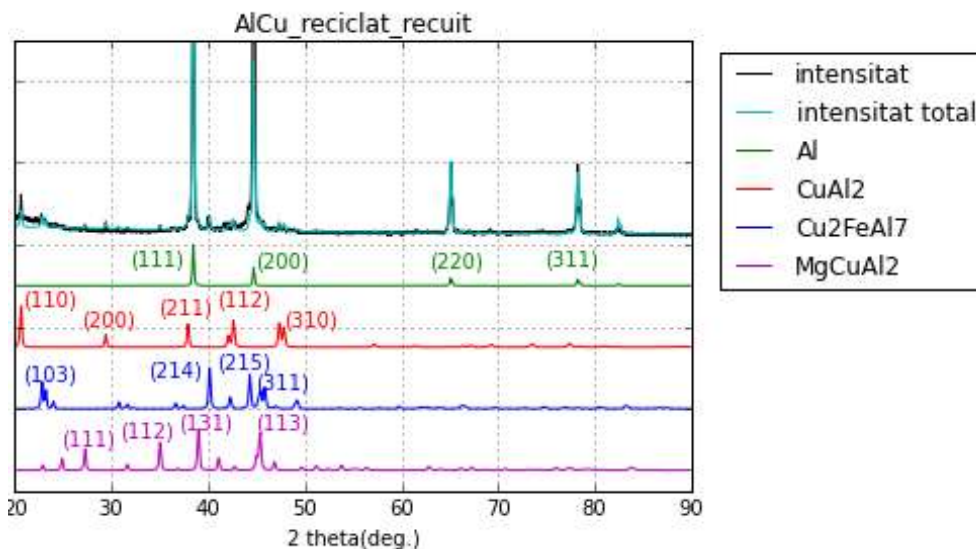


Figura 18. Difractograma aliatge reciclat recuit

Podem comparar els diferents valors obtinguts per els paràmetres de xarxa:

Fase	Valors teòrics (Å)	Al-Cu comercial (Å)	Al-Cu reciclat (Å)	Al-Cu reciclat i recuit (Å)
α -Al	$a = 4.049$	$a = 4.053$	$a = 4.052$	$a = 4.051$
CuAl_2	$a = b = 6.067$ $c = 4.877$	$a = b = 6.067$ $c = 4.877$	$a = b = 6.067$ $c = 4.877$	$a = b = 6.067$ $c = 4.877$
Cu_2FeAl_7	$a = b = 6.311$ $c = 14.80$		$a = b = 6.311$ $c = 14.805$	$a = b = 6.311$ $c = 14.805$
MgCuAl_2	$a = 4.0$ $b = 9.23$ $c = 7.14$		$a = 4.0$ $b = 9.23$ $c = 7.14$	$a = 4.0$ $b = 9.23$ $c = 7.14$

Taula 10. Resultats obtinguts en la difracció de raigs x

Com podem observar, els resultats obtinguts experimentalment per a cada tipus d'aliatge ens donen pràcticament el mateix que els resultats obtinguts amb el refinament de Rietveld. El que presenta més canvis és la fase $\alpha - \text{Al}$, a on el valor més petit del paràmetre de xarxa és el de l'alumini pur. Això és degut a que la fase d'alumini té dissolt àtoms de coure i altres elements que augmenten el volum de la cel·la respecte de l'alumini pur.

3.4. Propietats mecàniques

Per aquesta part del treball s'ha emprat una màquina d'assaigs universal Zwick present als Serveis científic-tècnics de la UIB, amb la qual es recollia la força aplicada en funció de la deformació i per altra banda s'ha utilitzat un extensòmetre amb el qual es recollia l'increment de longitud que es movia la mostra en funció del temps.

Per poder realitzar l'anàlisi d'aquesta part s'ha fet coincidir el primer punt de l'allargament de l'extensòmetre amb el primer punt de força diferent a zero de la premsa. A partir d'aquests valors s'ha pogut calcular la deformació i l'esforç, respectivament i finalment s'han representat els valors obtinguts.

3.4.1. Aliatge alumini i coure comercial

En la gràfica s'han representat els valors d'esforç en funció de la deformació per poder estudiar les propietats mecàniques. A més s'ha remarcat amb una línia vermella la part que correspon al règim elàstic, a on la relació entre esforç i deformació és lineal.

Com podem observar, al principi de la corba no trobem un règim lineal, això pot ser degut a que quan es va començar a agafar les mesures pot ser no tota la superfície superior de la mostra tocava la premsa.

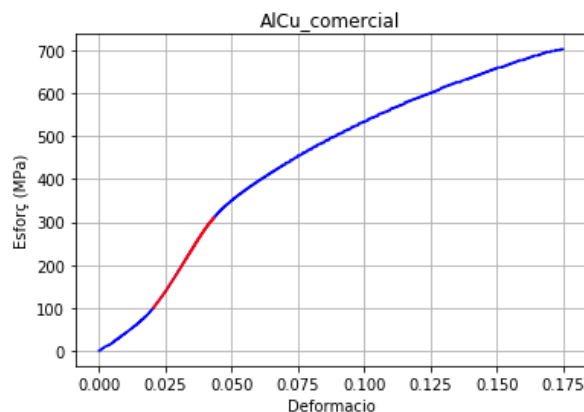


Figura 19. Assaig mecànic aliatge alumini i coure comercial

Per saber el punt a on acaba el règim elàstic i comença el règim plàstic (punt de fluència) s'ha aplicat el mètode que hem explicat abans, desplaçant una deformació 0.002.

Per això s'ha traçat una línia paral·lela a la línia del règim elàstic (part vermella de la gràfica) desplaçada una deformació de 0.002 (línia verda) i s'ha calculat el punt a on es creuava aquesta nova recta amb la corba d'esforç-deformació.

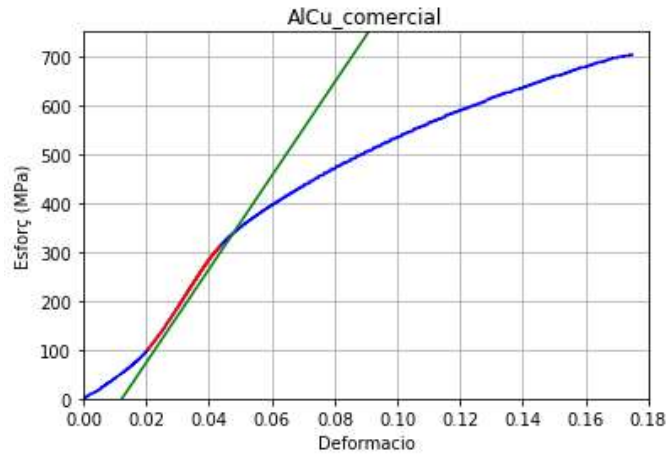


Figura 20. Càlcul del punt de fluència aliatge Al-Cu comercial

En aquest cas no s'ha desplaçat la deformació des del punt d'origen, sinó que hem desplaçat 0.002 des del punt a on tocaria la línia vermella l'eix de les abscisses.

llavors l'esforç a partir del qual passem del règim elàstic al règim plàstic és:

$$\sigma_y = 339 \text{ MPa}$$

3.4.2. Aliatge alumini i coure reciclat tractat tèrmicament

Una de les coses que podem destacar d'aquesta gràfica és la forma dentada que ens apareix al final de l'assaig. En aquest tram trobem zones a on l'esforç baixa a mesura que augmenta la deformació i llavors ens torna a pujar. En aquest cas el que va passar és que la mostra es va fracturar mentre realitzàvem l'assaig, llavors això va provocar que tinguem unes baixades de l'esforç mentre la deformació segueix augmentant degut a la propagació de les esquerdes.

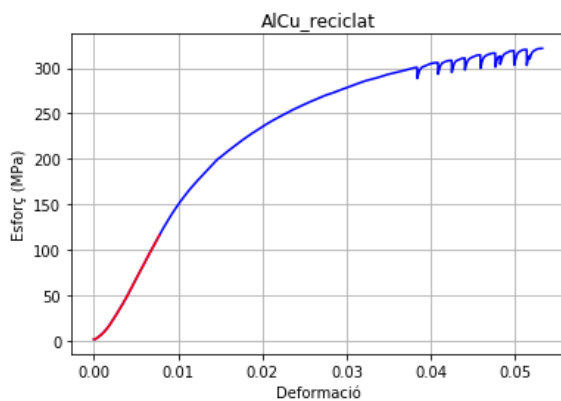


Figura 21. Assaig mecànic aliatge alumini

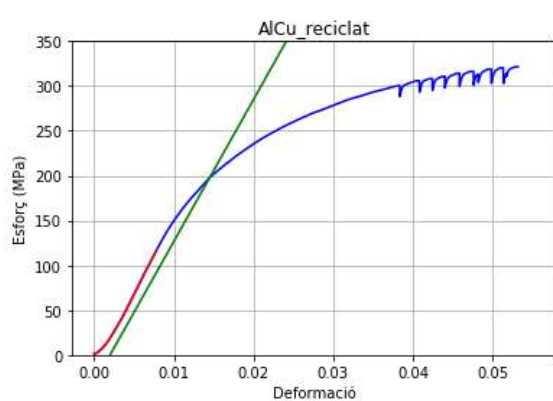


Figura 22. Càlcul del punt de fluència

L'esforç en el punt de fluència per l'aliatge d'alumini-coure reciclat és:

$$\sigma_y = 206 \text{ MPa}$$

3.4.3. Alumini reciclat

Finalment també vam realitzar un assaig mecànic a una mostra d'alumini reciclat. A més al final de la corba obtenim un esforç constant. En aquest cas no ens indica que s'ha produït cap fractura, simplement és que vam aturar la premsa perquè ens havia botit l'extensòmetre.

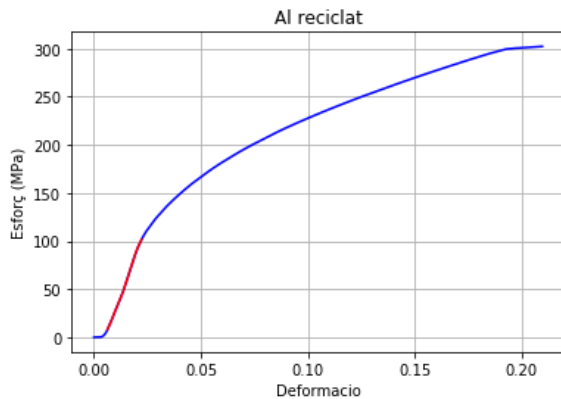


Figura 23. Assaig mecànic alumini reciclat

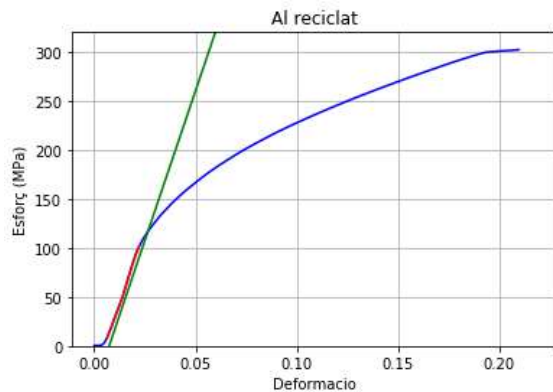


Figura 24. Càlcul del punt de fluència aliatge

En aquest cas vam passar del règim elàstic al règim plàstic amb un esforç de:

$$\sigma_y = 139 \text{ MPa}$$

A continuació posarem una taula a on s'exposen els diferents límits elàstics:

	Al pur [2]	Al 2024 [2]	Al-Cu comercial	Al-Cu reciclat i recuit	Al reciclat
σ_y	28 MPa	320 MPa	339 MPa	206MPa	139 MPa

Taula 11. Límits elàstics

El primer que podem observar és que l'aliatge Al-Cu comercial que correspon al duralumini 2024, no hem obtingut un valor molt diferent entre el límit elàstic calculat experimentalment (339 MPa) i el que ens dona el fabricant (320 MPa). Per altre banda, si comparem el valor teòric de l'alumini pur (28 MPa) amb el valor obtingut per a l'alumini reciclat (139 MPa) podem veure que són molt diferents. Però hem de tenir en compte que l'alumini reciclat és una mescla de materials amb diferents propietats llavors no es podria considerar com a alumini pur.

També podem observar que encara que el límit elàstic per a l'aliatge amb alumini reciclat (206 MPa) sigui més petit que per l'alumini comercial (339 MPa), hem obtingut molt més bons resultats que en l'alumini reciclat fora coure (139 MPa). Llavors hem confirmat que fent un aliatge d'alumini amb coure es poden millorar les seves propietats mecàniques.

Si tenim en compte que per l'aliatge amb alumini reciclat hem obtingut que hi havia més fases diferents que en l'aliatge comercial, podem pensar que aquestes noves fases que s'han format fan fragilitzar el metall. Llavors podem suposar que els compostos intermetàl·lics estan formats per grans grossos situats en les

fronteres que fan que el material sigui més fràgil. Aquesta hipòtesi es podria comprovar amb el microscopi electrònic.

4.CONCLUCIONS

La nostra hipòtesi era veure si es podien obtenir les mateixes propietats mecàniques partint d'un alumini extret de la bauxita o d'un alumini reciclat.

Primer de tot hem trobat que a l'aliatge d'alumini-coure reciclat hi ha més fases que en l'aliatge comercial. Com hem vist, les fases en un material poden reforçar les seves propietats mecàniques si són de gra petit i estan distribuïdes homogèniament per tota la matriu. Però si trobem fases amb grans grossos ens poden empitjorar les propietats mecàniques ja que ajuden a que es desplacin les dislocacions. Llavors en aquest cas, l'obtenció de més fases en l'aliatge reciclat ha pogut fer que ens empitjoressin les propietats mecàniques.

Uns dels mètodes que hem vist per poder millorar les propietats mecàniques és afegint coure a la matriu d'alumini. Com podem observar, el punt de fluència de l'alumini reciclat és més baix que el punt de fluència per l'aliatge d'alumini-coure reciclat, és a dir, que efectivament hem obtingut més resistència a la deformació elàstica afegint coure. Però també es pot observar que aquests dos valors són més baixos que l'obtingut per l'aliatge d'alumini-coure comercial. Per explicar aquest fet es poden tenir en compte molts de factors ja que a l'aliatge amb alumini reciclat l'hem preparat nosaltres, llavors pot ser no vam aconseguir que el coure quedés ben repartit per tot l'alumini provocant que es formessin altres fases que ens han pogut empitjorar les propietats mecàniques. També una de les causes que poden explicar que hàgim obtingut pitjors propietats mecàniques és el fet de que es creessin defectes al preparar l'aliatge. Per exemple, a la mostra de l'aliatge amb alumini reciclat destinada al microscopi electrònic es va observar un forat i una línia que travessava la mostra. Aquests són defectes que poden ajudar al desplaçament de les dislocacions que empitjoren la resistència del material. De fet ja hem mencionat que la mostra d'aliatge amb alumini reciclat es va fracturar quan vam realitzar l'assaig mecànic, i ens va arribar a un esforç màxim d'uns 300 MPa. Per contra, en l'aliatge comercial vam poder arribar perfectament a esforços d'uns 700 MPa. Amb aquest fet també podem observar que l'aliatge comercial és més dúctil ja que vam obtenir més deformació plàstica abans de trencar-se.

És cert que hem obtingut millors propietats mecàniques per l'aliatge comercial però això no significa que no es pugi utilitzar alumini reciclat. El que ens indica és que prèviament s'hauria de dur a terme un procés de purificat i obtenir un millor control del seu processat.

5.REFERÈNCIES

- [1] Power G., Gräfe M., and Klauber C., (2011). Bauxite residue issues: I. Current management, disposal and storage practices. Hydrometallurgy, Vol. 108, pp. 33-45
- [2] William D. And Callister J., (1995). Introducción a la Ciencia e Ingeniería de los Materiales. p.804
- [3] Fundimol S., Aleaciones Aluminio-Cobre 2024. pp.24-25
- [4] Amparicio C., Manero J.M, D. Rodríguez A., Arandés J.M., Planell J.A., (2004). Aleaciones ligeras. p.158
- [5] ASM International Committee, (1990). Heat Treating of Aluminum. Vol.4, pp.841-879
- [6] Roger O., (2013). Reciclado de Aluminio. p.22
- [7] Santos M., (2014). Diseño mecánico de un horno de fusión al arco eléctrico con atmósfera controlada para la fabricación de aleaciones metálicas. Prospect, Vol.11, pp.21-29
- [8] Ipohorski M. and Bozzano P., (2013). Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) en la Caracterización de Materiales. Ciencia e investigación, Vol.63, pp.43-53
- [9] Sanz Heravés A., (1995). Desarrollo de un Modelo Teórico para la Interpretación de Difractogramas de Rayos X de Alta Resolución. p.196
- [10] Lutterotti L., Chateigner D., and Ricote J., (2004). Texture, Residual Stress and Structural Analysis of Thin Films using a Combined X-Ray Analysis. Thin Solid Films, Vol.450, pp.65-71.
- [11] Rietveld H. M., (1969). J. Appl. Cryst. Vol.2, pp.65-71
- [12] Ramón García M. L. (2007). Introducción al Método de Rietveld. p.34
- [13] Ozolins V., Majzoub E.H., Udovic T.J., (2004). Electronic structure and Rietveld refinement parameters of Ti-doped sodium aluminates. Journal of Alloys and Compounds, Vol.375, pp.1-10
- [14] Meetsma A., De Boner J.L. and Van Samaalen S., (1989). Refinement of the Crystal Structure of Tetragonal Al₂Cu. Journal of Solid State Chemistry, Vol.83, pp.370-372
- [15] Stadnil Z.M. and Stroink G., (1993). Electronic structure of icosahedral Al₆₅Cu₂₀Fe₁₅ and crystalline Al₇Cu₂Fe studied by photoemission spectroscopy. Physical Review B, Vol.47, pp.100-106
- [16] Perlitz H. and Westgren A., (1943). The crystal Structure of Al₂CuMg. Ark. Kemi Mineral. Geol, Vol.16B, p.13