

**ELABORACION DE LAS ALEACIONES BRONCE – ALUMINA, COBRE –
ALUMINA, COBRE – ZINC Y SU CARACTERIZACION FISICA MEDIANTE LA
TECNICA DE ALEADO MECANICO**

JORGE EDUARDO CAMARGO VARGAS

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERIAS FISICOQUIMICAS
ECUELA DE INGENIERIA METALURGICA Y CIENCIA DE LOS MATERIALES
BUCARAMANGA
2004**

**ELABORACION DE LAS ALEACIONES BRONCE – ALUMINA, COBRE –
ALUMINA, COBRE – ZINC Y SU CARACTERIZACION FISICA MEDIANTE LA
TECNICA DE ALEADO MECANICO**

JORGE EDUARDO CAMARGO VARGAS

**Proyecto de grado requisito para optar el titulo de:
Ingeniero Metalúrgico**

**Msc. IVAN URIBE PEREZ
DIRECTOR**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERIAS FISICOQUIMICAS
ECUELA DE INGENIERIA METALURGICA Y CIENCIA DE LOS MATERIALES
BUCARAMANGA
2004**

CONTENIDO

	Pág.
INTRODUCCION	
1. POLVOS METALICOS	12
1.1. METODOS FISICOS	12
1.1.1. Atomización	12
1.1.2. Molienda	14
1.2. METODOS QUIMICOS Y ELECTROQUÍMICOS	15
1.2.1. Reducción de Óxidos	15
1.2.2. Precipitación de Soluciones	16
1.2.3. Descomposición Térmica	16
1.2.4. Electrodeposicion	17
2. ALEADO MECANICO	19
2.1. MECANISMO DE ALEADO	21
2.1.1. Componentes Dúctil – Dúctil	23
2.1.2. Componentes Dúctil – Frágil	24
2.1.3. Componentes Frágil – Frágil	25
2.2 MATERIA PRIMA	26
2.3. EQUIPOS	26
2.3.1 Molino Batidor	27
2.3.2 Molino de Bolas Planetario	27
2.3.3 Molino Atritor	28
2.4 VARIABLES DEL PROCESO	30
2.5 EDURECIMIENTO POR DISPERSION DE OXIDOS	35
2.5.1. Métodos de Dispersión de Cerámicas	35
2.5.2 Criterios de Selección de Cerámicas	36
3. COMPACTACION	37

3.1. COMPACTACION UNIAXIAL	37
3.2. COMPACTACION ISOSTATICA EN FRIO	38
3.3. MOLDEO POR INYECCIÓN	39
3.4. COMPACTACION POR GRAVEDAD	39
3.5. COMPORTAMIENTO DEL POLVO DURANTE LA COMPACTACION	39
3.6. LUBRICACIÓN	41
4. SINTERIZACION	42
4.1. ETAPAS DE SINTERIZACION	43
4.2. MECANISMOS DE LA SINTERIZACION	45
4.3. EFECTO DE LA SINTERIZACION	50
4.4. HORNOS DE SINTERIZACION	52
4.4.1. Tipos de Hornos	52
5. MODELOS Y MAPAS DE MOLIENDA	59
5.1. ESTUDIOS DE MODELAMIENTO	59
5.2. MAPAS DE MOLIENDA	60
6. METODOLOGIA Y DESARROLLO EXPERIMENTAL	64
6.1 MATERIAS PRIMAS	64
6.2. PREPARACION DE LA MEZCLA	68
6.3. MOLIENDA DE LOS POLVOS	68
6.3.1 Operación de molienda	70
6.4. COMPACTACION	71
6.5. SINTERIZACION	72
7. RESULTADOS Y ANÁLISIS	74
7.1. DENSIDADES EN VERDE	74
7.2. DENSIDADES DESPUES DE SINTERIZADO	75
7.3. DUREZA	75
7.4. METALOGRAFIA	78
7.5. ANALISIS DE RESULTADOS	79
7.5.1. Densidades en Verde	79

7.5.2. Sinterización y Densidad	79
7.5.3. Metalografía y Dureza	80
8. CONCLUSIONES	82
9. RECOMENDACIONES	84
10. BIBLIOGRAFÍA	85

LISTADO DE FIGURAS

	Pág.
FIGURA 1.1 METODOS DE ATOMIZACION	13
FIGURA 1.2 METODOS FISICOS DE PRODUCCION DE POLVOS	15
FIGURA 1.3 METODOS QUIMICOS DE PRODUCCION DE POLVOS	18
FIGURA 2.1 COLISION DE LOS MEDIOS MOLEDORES CON LA MEZCLA DE POLVOS	22
FIGURA 2.2 MICROGRAFIA DE BARRIDO ELECTRONICO DE DOS COMPONENTES DUCTILES DURANTE EL ALEADO MECANICO	24
FIG 2.3 ESQUEMA DE LA EVOLUCION DE LA MICROESTRUCTURA DE UNA ALEACION DUCTIL FRÁGIL	25
FIGURA 2.4 MOLINO ATRITOR	29
FIGURA 3.1 COMPACTACION UNIAXIAL	38
FIGURA 3.2 PROCESO DE PRENSADO ISOSTATICO	39
FIGURA 4.1 ETAPAS DE SINTERIZACION	42
FIGURA 4.2 MECANISMOS DE LA SINTERIZACION. ETAPA DE LOS POROS INTERCONECTADOS	45
FIGURA 4.3 MECANISMO DE SINTERIZACION. ETAPA DE LOS POROS AISLADOS	46
FIGURA 4.4 MECANISMO DE SINTERIZACION. ETAPA DE LOS POROS AISLADOS	47
FIGURA 4.5 ESQUEMA DEL MECANISMO DE LA DIFUSION DE VOLUMEN EN TORNO A UN PORO	48
FIGURA 4.6 ZONAS DEL HORNO	58
FIGURA 5.1 POTENCIA DE CHOQUE COMO FUNSION DE LA VELOCIDAD DE ROTACION	61

FIGURA 5.2 ENERGIA TRNSFERIDA POR COLISION Y OR UNIDAD DE MASA COMO FUNSION DE LA VELOCIDAD DE ROTACION EN UN SISTEMA Pd – 13.5 % at Si.	62
FIGURA 5.3 MAPA DE MOLIENDA PARA Ti – 33 % at Al, RELACIONANDO BPR Y EL TIEMPO DE MOLIENDA CON LAS FASES FORMADAS	63
FIGURA 6.1 CELDA ELECTROLITICA PARA ELECTRODEPOSICION DE COBRE	65
FIGURA 6.2 POLVOS METALICOS Y CERÁMICOS	67
FIGURA 6.3 VISTA FRONTAL MOLINO ATRITOR	70
FIGURA 6.4 PROCESO DE COMPACTACION DE LOS POLVOS	72
FIGURA 6.5 HORNO DE SINTERIZACION	73
FIGURA 6.6 ESQUEMA DEL CICLO DE SINTERIZACION	
FIGURA 7.1 PROBETA DE BRONCE CON CAPA DE OXIDO Y CENTRO SIN DESLUBRICAR	76
FIG 7.2 GRIETA LONGITUDINALY LATON FORMADO POR ALEADO MECANICO	
FIGURA 7.3 COBRE CON ALUMINA ALEDO MECÁNICAMENTE	77
FIGURA 7.4 METALOGRAFIAS	78

LISTA DE TABLAS

	Pág.
TABLA 2.1 DESARROLLOS DEL ALEADO MECANICO	19
TABLA 2.2 MOLINOS ATRITOR COMERCIALES	20
TABLA 4.1 CONDICIONES DE SINTERIZDO DE DIVERSOS MATERIALES METALICOS	53
TABLA 5.1 VARIABLES DE OPERACION DE ALGUNOS MOLINOS	60
TABLA 6.1 CONDICIONES DE OPERACION DE MOLIENDA	71
TABLA 7.1 DESIDADES EN VERDE	74
TABLA 7.2 DENSIDADES DESPUES DE SINTERIZADOS PARA MAXIMAS PRESIONES	75
TABLA 7.3 DUREZA DEL LATON Y COBRE CON ALUMINA ALEADOS MECÁNICAMENTE	77

LISTA DE ANEXOS

	Pág.
ANEXO A. PROBETAS DE BRONCE EN VERDE	87
ANEXO B. POLVOS DE BRONCE ANTES Y DESPUES DE LA MOLIENDA	
ANEXO C. CURVAS DE COMPRESIBILIDAD	88
ANEXO D. PROCESO DE ALEADO MECANICO	
ANEXO E. DIFRACTOGRAMA DE RAYOS X	89

RESUMEN

TITULO: ELABORACIÓN DE LAS ALEACIONES BRONCE – ALUMINA, COBRE – ALUMINA, COBRE – ZINC Y SU CARACTERIZACIÓN FÍSICA MEDIANTE LA TÉCNICA DE ALEADO MECÁNICO.*

AUTOR: JORGE EDUARDO CAMARGO VARGAS**

PALABRAS CLAVES: ALEADO MECÁNICO, POLVOS METÁLICOS, MOLINOS DE ALTA ENERGÍA, REFORZAMIENTO CON CERÁMICAS, COMPACTACIÓN, SINTERIZACIÓN.

Con el presente trabajo se pretende realizar una exploración teórica y experimental que muestre las ventajas y potencialidades que tiene la técnica de aleado mecánico como alternativa para el procesamiento de materiales.

Partimos de polvos de cobre y zinc elaborados mediante las técnicas electrolíticas y con granulometría abajo de $63\mu\text{m}$, polvos de bronce esférico de tamaño menor a $125\mu\text{m}$ y alumina de $0.05\mu\text{m}$ y se realizaron las diferentes mezclas teniendo en cuenta trabajos ya realizados.

Utilizando estearato de zinc y acrawax como lubricante se realizó el aleado mecánico en un molino de alta energía Atritor, con una carga de 250 – 360 gr. Con medios moledores de 3/16" y 1/4" en una relación de 30% y 70% en peso respectivamente, una velocidad de 150 – 400 r.p.m. y durante 1 – 8 horas.

Se realizó la compactación con presiones de 480 APA hasta 840 MPa y la posterior sinterización con una hora de sostenimiento y una atmósfera de nitrógeno a una temperatura de 840 °C.

Las condiciones bajo las cuales se trabajo son sacadas de la literatura y representan algunas de las mejores para la cual ya se han realizado estudios.

Posteriormente se efectúan las pruebas de caracterización y se muestra la efectividad de la técnica para alear en estado sólido. La difracción de rayos X demuestra la presencia del latón, para el caso del bronce esférico hay un cambio de forma en las partículas que contribuye a la compactibilidad y en el caso de la aleación cobre alumina vemos un aumento de dureza con respecto al cobre puro debido a la dispersión de la cerámica.

Todos estos atributos, además del refinamiento de grano, revelan que la técnica es una potencialidad para el procesamiento de materiales con muy buenas propiedades mecánicas.

Los problemas que se pueden presentar son los relacionados con la contaminación, y aunque aumentan el costo hay condiciones que eliminan esta falencia.

* Modalidad: Investigación

** Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Metalúrgica y ciencia de los materiales. Director: msc. Iván Uribe Pérez

SUMMARY

TITTLE: ELABORATION OF THE BRONZE – ALUMINA, COPPER – ALUMINA, COPPER – ZINC ALLOYS BY MECHANCALL ALLOYING AND THEIR PHYSICAL CHARACTERIZATION.*

AUTHOR: JORGE EDUARDO CAMARGO VARGAS**

KEYWORDS: MECHANICAL ALLOYING, AMORTIZATION, MILL OF HIGH ENERGY, COMPACTATION, SINTERIZATION.

The present work pretends to do a theoric and experimental exploration that shows the advantages and potentialities that mechanical alloying technique has as alternative for materials trial.

We start from copper and zinc powder which are made through electrolytic techniques and with granulemetry under 63 μm , spherical bronzes powder bellow 125 μm of size and alumina of 0.05 μm and the different mixtures were done taking into account works which had already been done.

Using zinc stearate and Acrawax as lubricant, the mechanical alloying was done in a grinder of high energy Atritor, with a charge of 250 – 360 gr. With grinding middles of 3/16" and 1/4" in a relation of 30% and 70% in weight respectively, a speed of 150 – 400 r.p.m. and during 1 to 8 hours.

The computation was done with pressures of 480 MPa to 840 MPa and the later sinterization with an hour of supporting and a nitrogen's atmosphere in a temperature of 840° C.

The conditions under which we worked are took out of the literature and they represent some of the better ones for which other studies have already been done.

Later, characterizations proofs were done and the efectivity of the technique to alloys in solid state was shown. The X- rays diffraction demonstrates the presence of the brass, for the case of spherical bronze, there is a change of shape in the particles that contributes to the compactability, and in the case of copper – alumina alloys, we see an increase of hardness in respect to pure copper, because of the ceramics dispersions.

All these attributes, not only reveal grains refinement but the potential of the technique for material processes with better mechanic properties.

The problems that can occur are related to pollution; though the cost increases there are conditions that remove this debility.

* Modality : Research.

** Faculty of Engineering Physiquechemistry. School of Engineering Metallurgy and Science of Materials. Director: Msc. Iván Uribe Pérez.

INTRODUCCIÓN

La necesidad de materiales con propiedades muy específicas o mejoradas a llevado al desarrollo de nuevas técnicas de procesamiento que supere las limitaciones impuestas por los métodos tradicionales de conformado.

El aleado mecánico es una de estas técnicas relativamente nueva y sencilla que permite superar algunas limitaciones como extensiones de solubilidad sólida, alear elementos difíciles de alear, reforzamiento por dispersión de cerámicas, refinamiento de tamaño de grano, etc.

La materia prima son polvos metálicos, cerámicos o poliméricos, en un rango de tamaño menor a 150 micras y que son procesados por diferentes métodos tanto químicos como físicos.

La energía necesaria para efectuar un cambio en el sistema es aportada por las colisiones que ocurren entre los medios moledores y las paredes del recipiente. Por tal razón, la velocidad de rotación es un buen indicador de la cantidad de la energía entregada y que será utilizada para alear mecánicamente, creando una solución sólida, una dispersión de cerámicas en una matriz metálica, y fracturando y resoldando las partículas para así terminar con un refinamiento de tamaño de grano.

Todos estos atributos que le confiere la técnica al material en cuestión, se traducen en un aumento de las propiedades mecánicas y una disposición favorable para las posteriores etapas de conformado durante el proceso pulvimetalurgico, mas específicamente compactación y sinterización.

La molienda se realiza en un molino Atritor prototipo elaborado por la Escuela de Ingeniería Metalúrgica, como proyecto de grado de dos estudiantes de Ingeniería Mecánica y se analizaran algunas propiedades físicas de los materiales como medida para presentar las diferencias que se pueden lograr utilizando esta técnica.

1. POLVOS METALICOS

Dado que la materia prima del proceso de aleado mecánico son los polvos metálicos, es importante conocer algunos de los diferentes métodos que hasta el momento están disponibles para la producción de estos.

Existen diferentes procesos para la obtención de polvos metálicos de los cuales su elección depende de factores tales como las propiedades del producto que se requieren, requerimientos de tasas de producción, propiedades físicas y químicas del material así como la disponibilidad técnica y económica del entorno.

Para cumplir con estos criterios de selección se dispone de alternativas tanto físicas como químicas para la producción.

1.1 METODOS FISICOS

1.1.1 ATOMIZACION

La atomización es el método dominante para la producción de polvos metálicos y prealeados de aluminio, latones, hierro, acero de baja aleación, aceros inoxidable, aceros de herramientas, superaleaciones, aleaciones de titanio, etc. Su predominio para la producción de polvos es debida a las altas tasas de producción que implica economía a gran escala y también porque la única forma de producir polvos prealeados es por esta técnica.

La atomización es simplemente la desintegración de un líquido en finas gotas. Típicamente el tamaño de los polvos atomizados es menor a 150μ , aunque tamaños más grandes pueden ser elaborados. Los tipos generales de procesos de atomización involucran:

- Atomización de dos fluidos, donde un metal líquido es fragmentado en gotas por la inyección de un chorro de gas, agua o aceite de alta presión.
- Atomización centrífuga, donde un chorro de metal líquido es disperso en gotas por la acción de la fuerza centrífuga de un disco, copa o electrodo

- Atomización vacío gas-soluble, donde un metal fundido es supersaturado con un gas que causa la atomización del metal en un vacío
- Atomización ultrasónica, donde una película de metal fundido es agitada por vibración ultrasónica.

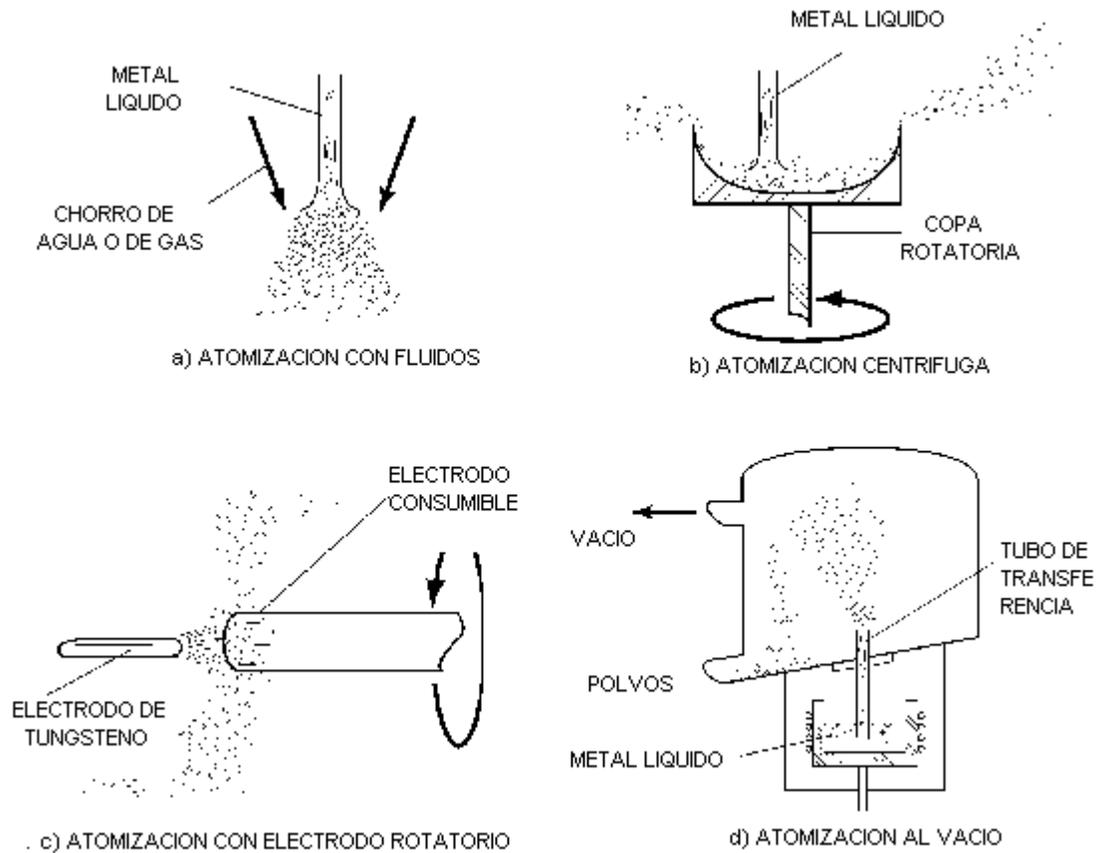


FIG 1.1 METODOS DE ATOMIZACION (TOMADO DEL METALS HANDBOOK)

De las anteriores formas de atomización, la que se realiza con fluidos es la más utilizada. En cuanto a los fluidos empleados el aire y el agua son los más comunes debido a su costo, pero en casos especiales en los cuales se requieren propiedades muy específicas de los productos es necesario utilizar igualmente fluidos especiales tales como argón.

Algunas de las variables con las que se trabajan actualmente en la atomización gaseosa y acuosa son las siguientes:

Atomización acuosa

Flujo de metal	1 a 500 Kg/min
Rata de flujo de agua	20 a 2000 Lt/min
Velocidad del agua	10 a 500m/seg
Presión de agua	5 a 150 Mpa
Sobrecalentamiento	75 a 150 °C

Atomización gaseosa

Flujo de metal	1 a 90 Kg/min
Rata de flujo de aire	1 a 50 m ³ /min.
Presión de aire	0.35 a 4 Mpa
Sobrecalentamiento	75 a 150 °C

Aunque de estas variables depende en gran parte las propiedades morfológicas de las partículas igualmente lo hace el diseño de las boquillas y su disposición tanto de la salida de metal como la salida de los fluidos desintegradores.

1.1.2 MOLIENDA

La molienda de materiales tanto duros y frágiles como blandos y dúctiles, son de vital importancia en los procesos pulvimetalúrgicos. La conminución mecánica es ampliamente usada para la producción de metales duros y polvos de óxidos. Seguidamente la molienda de polvos de esponjas de reducción, atomizados, y electrolíticos es el método más común. Esta conminución es producida por la energía que imparte medios moledores que son impulsados mecánicamente dentro de un recipiente, y generan colisiones que dan origen al efecto necesario.

Algunos objetivos de la molienda mecánica incluyen:

Reducción de tamaño de partícula

Crecimiento de tamaño de partícula

Cambio de forma

Aglomeración

Modificación o cambio de las propiedades del material

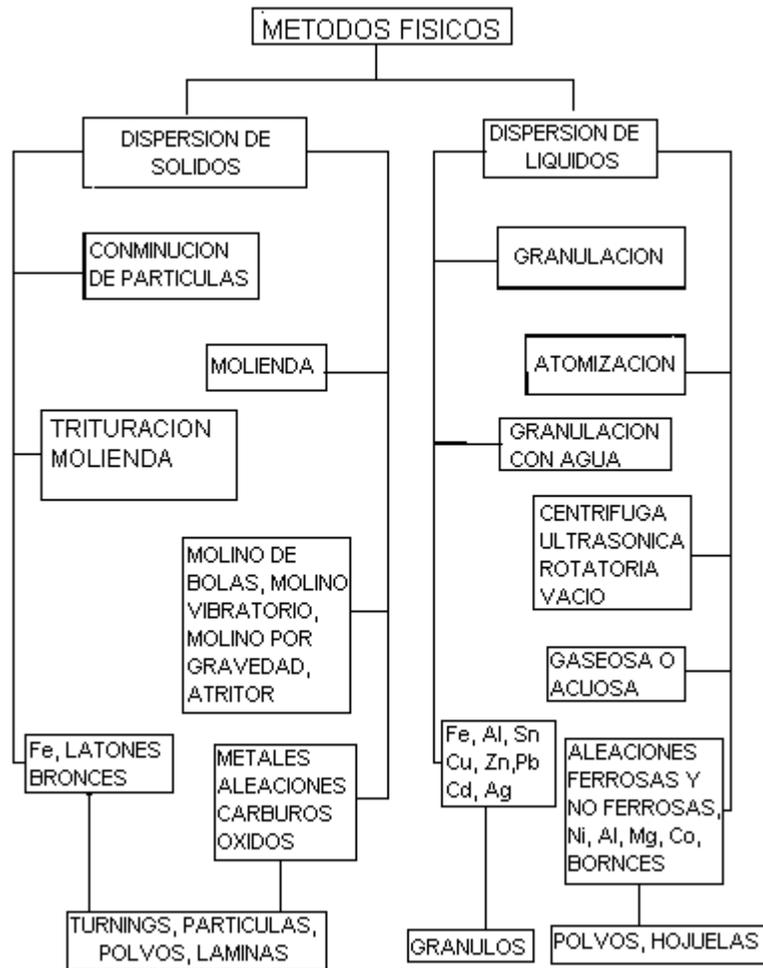


FIG 1.2 METODOS FISICOS DE PRODUCCION DE POLVOS (TOMADO DEL METALS HANDBOOK)

1.2. METODOS QUÍMICOS Y ELECTROLITICOS

1.2.1 REDUCCION DE OXIDOS

Las condiciones del proceso de reducción de óxidos, es basado generalmente en conocer el equilibrio de las reacciones de reducción usando hidrógeno, monóxido de carbono y carbono como medio reductante.

Las propiedades de los polvos finales tales como tamaño de partícula, porosidad de partícula, densidad aparente, flujo, etc. dependen principalmente del tamaño y pureza del material inicial y la cinética del proceso de reducción.

La más importante variable del proceso es la temperatura de reducción. Típicamente bajas temperaturas de reducción resultan en polvos de poros finos, grandes áreas superficiales específicas, y alta resistencia en verde. Grandes temperaturas de reducción ($> 0.6 T_m$) producen grande porosidad intra particular y pequeñas áreas superficiales específicas.

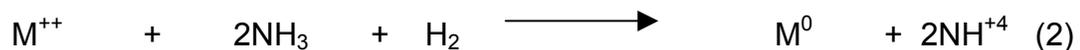
1.2.2 PRECIPITACION DE SOLUCIONES

Este método consiste en la obtención de polvos por procesos hidrometalúrgicos basados en lixiviados concentrados o diluidos, seguidos por la precipitación del metal de la solución. Precipitación indirecta puede ser alcanzada al precipitar un compuesto del metal, seguida por calentamiento, descomposición y reducción.

Los procesos más ampliamente usados de manera comercial basados en hidrometalúrgia son cementación de cobre y la separación y precipitación de cobre, níquel y cobalto de sales solubles por reducción con hidrógeno. La reacción es:



Si la solución es amoniacal:



1.2.3 DESCOMPOSICON TERMICA

Del grupo de polvos descompuestos térmicamente, aquellos que resultan de la descomposición de carbonilo son los más importantes. Tanto hierro como níquel son producidos por su respectivo carbonilo.

El carbonilo es obtenido pasando monóxido de carbono a una temperatura y presión específica. El penta carbonilo de hierro es líquido a temperatura ambiente y el tetracarbonilo de níquel ebulle a 43 °C. Cuando la presión es reducida a una atmósfera y la temperatura es incrementada correspondientemente alrededor de 200 °C, el carbonilo se descompone para dar el metal y el monóxido de carbono.

La pureza química de los polvos puede ser muy alta (99.5 %) con impurezas correspondientes a carbono, oxígeno y nitrógeno. El tamaño es fino (< 10 μ) y su forma puede ser irregular o redondeada.

1.2.4 ELECTRODEPOSICION

La electrodeposición de metales de soluciones acuosas produce una gran variedad de polvos. Los dos métodos prácticos para obtener polvos electrolíticamente son: **1.)** Deposición directa de un polvo suelto adherido o depósito esponjoso que puede ser fácilmente desintegrado mecánicamente en finas partículas, y **2.)** Deposición de una capa densa, lisa y frágil de metal refinado que puede ser triturado.

El método de deposición directa o esponja sobre el cátodo se alcanza controlando la composición (concentración de metal y pH), temperatura, y velocidad de circulación del electrolito; densidad de corriente, tamaño y tipo de ánodo y cátodo y la distancia entre ellos, cantidad y tipo de agentes adicionados, y remoción del depósito del cátodo.

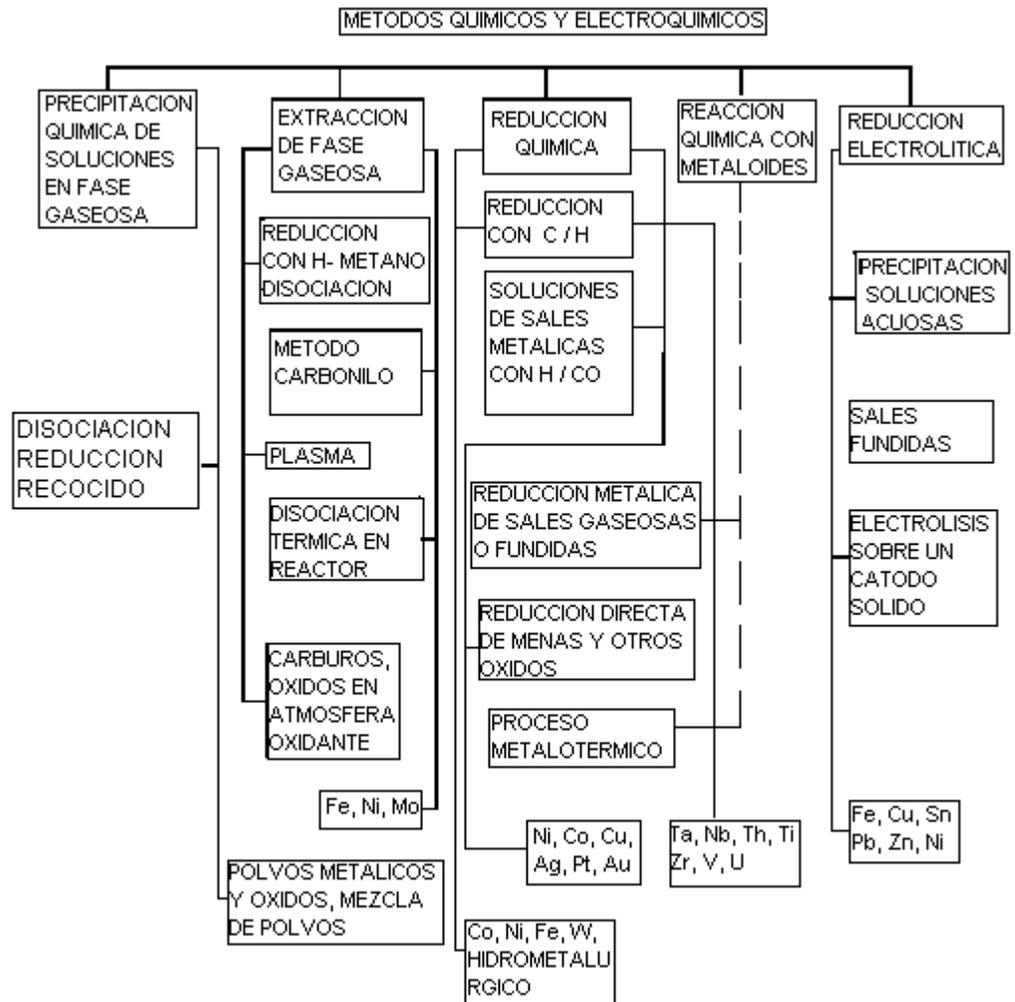


FIG 1.3 METODOS QUIMICOS DE PRODUCCION DE POLVOS (TOMADO DEL METALS HANDBOOK)

2. ALEADO MECANICO

El aleado mecánico es una técnica de procesamiento de polvos que permite la producción de materiales homogéneos partiendo de mezcla elementales. John Benjamín y sus colegas de la empresa INCO, fueron los primeros en desarrollar la técnica alrededor de 1966. La técnica fue el resultado de una gran búsqueda para producir una superaleación base níquel para una aplicación en turbinas de gas, llegando a conformarse mediante la dispersión fina de óxidos , la cual le suministraba mejor resistencia a altas temperaturas.

A partir de este momento se inició el desarrollo del proceso de aleado mecánico como una técnica a nivel industrial para la dispersión de cerámicas finas.

La formación de una fase amorfa por molienda mecánica de un compuesto inter metálico Y – Co en 1981 y en el sistema Ni – Nb por molinos de bolas de polvos elementales en 1983 reafirmaron la condición de que el aleado mecánico es una técnica potencial de procesamiento de no equilibrio.

A mediados de los 80' , un gran número de investigaciones llegaron a sintetizar una variedad de fases estables y meta estables incluyendo soluciones sólidas supersaturadas. Adicionalmente estudios revelaron que la técnica puede activar mecánicamente los polvos e inducir reacciones mecano químicas a temperatura ambiente.

Debido a estos atributos especiales, esta simple pero efectiva técnica de procesamiento ha sido aplicada a metales, cerámicos, polímeros y materiales compuestos.

TABLA 2.1 DESARROLLOS DEL ALEADO MECÁNICO (TOMADO DE C. SURYANARAYANA)

1966	Desarrollo de aleaciones ODS base níquel
1981	Amortización de inter metálicos
1982	Desordenamiento de compuestos ordenados
1983	Amortización de mezclas de polvos elementales
1987/88	Síntesis de fases nanocristalinas
1989	Desarrollo de reacciones por desplazamiento
1989	Síntesis de fases cuasi cristalinas

El aleado mecánico es una técnica simple y útil para sintetizar tanto fases en equilibrio y no equilibrio de materiales usados comercialmente partiendo de polvos. También es un proceso económico con importantes ventajas técnicas. Una de las más grandes ventajas del aleado mecánico está en la síntesis de aleaciones que no son posibles por muchas otras técnicas, así como aleado de elementos normalmente inmiscibles.

Algunos atributos importantes del aleado mecánico son:

- Producción de dispersión fina de partículas
- Extensión de límites de solubilidad sólida
- Refinamiento de tamaños de grano abajo del rango nanométrico
- Síntesis de fases originales cristalinas y cuasi cristalinas
- Desarrollo de fases amorfas (vidrios)
- Desordenamiento de intermetales ordenados
- Posibilidad de alear elementos difícil de alear
- Induce reacciones químicas a bajas temperaturas

Las materias primas, el tipo de molino usado, el proceso de consolidación, y los detalles de los diferentes tratamientos térmicos dependen del tipo de producto deseado, pero la vía de procesamiento permanece esencialmente igual. El actual proceso de aleado mecánico empieza con la mezcla de polvos en la proporción adecuada y cargando el polvo dentro del molino junto con los medios de molienda (bolas de acero). Esta mezcla es así molida por el espacio de tiempo deseado hasta alcanzar el estado estable. Un estado estable ocurre cuando la composición de cada partícula de polvo es la misma a la proporción de los elementos al comienzo de la mezcla. Algunas veces los polvos son molidos hasta un estado intermedio tanto para formar fases meta-estables o para alcanzar ciertas propiedades. Los polvos molidos son así consolidados dentro de una forma de volumen y tratados térmicamente para obtener la micro estructura y características deseadas

2.1 MECANISMO DE ALEADO

Durante la molienda con alta energía, las partículas de polvo son repetidamente achatadas, fracturadas y resoldadas. Siempre que dos bolas de acero colisionan, alguna cantidad de polvo es atrapado entre ellas. Típicamente, alrededor de 1000 partículas con un peso agregado de aproximadamente 0.2 mg son atrapadas durante cada colisión. La fuerza del impacto deforma plásticamente las partículas de polvo, creando nuevas superficies y disponiendo a las partículas para que se unan, con lo cual se conduce a un incremento del tamaño de partícula. En la etapa inicial de molienda, las partículas son blandas (usando tanto partículas dúctil - dúctil o dúctil - frágil) y su tendencia a unirse y formar partículas grandes es alta. Un amplio rango de partículas se desarrolla, algunas tres veces más grandes que las partículas iniciales. La partícula compuesta en esta etapa tiene una característica de estructura laminar consistiendo de varias combinaciones de los constituyentes iniciales.

Con la continuación de la deformación, las partículas llegan a endurecerse por trabajo y fracturan por un mecanismo de falla por fatiga y / o la fragmentación de hojuelas frágiles. Fragmentos generados por este mecanismo pueden continuar a reducir en tamaño en ausencia de fuerzas fuertes de aglomeración. En esta etapa, la tendencia a la fractura predomina sobre el soldado en frío.

Debido a la continuación del impacto de las bolas de molienda, la estructura de las partículas es refinada establemente, pero el tamaño de las partículas continúa siendo el mismo. Consecuentemente el espacio íter laminar decrece y el numero de capas en una partícula incrementa

Como anteriormente se había mencionado, la rata de refinamiento de la estructura interna (tamaño de partícula, tamaño de grano, espaciamiento íter laminar), es aproximadamente logarítmico con el paso del tiempo y por lo tanto el tamaño de partícula inicial es poco importante.

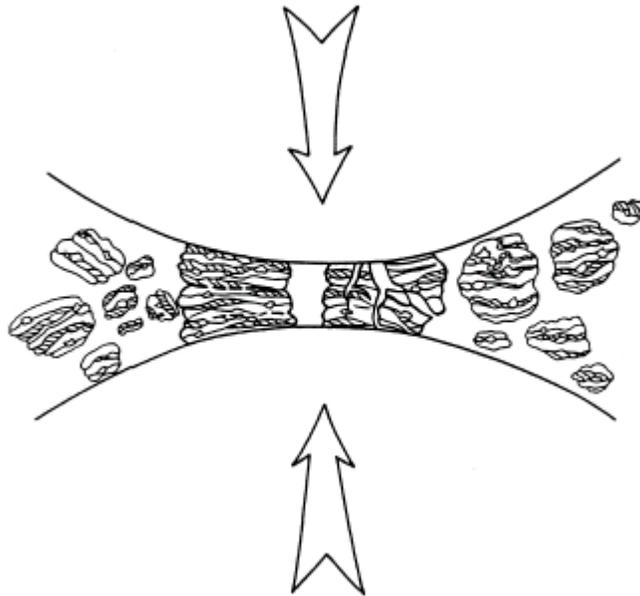


FIG 2.1 COLISION ENTRE DOS MEDIOS MOLEDORES CON LA MEZCLA DE POLVOS (TOMADO DE C. SURYANARAYANA)

En unos pocos minutos a una hora, el espacio laminar llega a ser pequeño y el tamaño de grano es refinado a dimensiones nanométricas. La facilidad con que esto puede ser alcanzado es la razón por la cual el aleado mecánico ha sido extensamente empleado para producir materiales nanocristalinos.

Después de la molienda por un cierto periodo de tiempo, el estado estable de equilibrio se logra cuando es alcanzado un balance entre la tasa de unión, el cual tiende a incrementar el tamaño promedio de partícula, y la tasa de fractura, el cual tiende a disminuir el tamaño promedio de partícula compuesta. En esta etapa cada partícula contiene sustancialmente gran parte de los ingredientes iniciales en la proporción en que juntos fueron mezclados, y las partículas alcanzan endurecimiento por saturación debido a la acumulación de energía de esfuerzos. La distribución de tamaño de partícula en esta etapa es estrecha, porque partículas más grandes que el promedio son reducidas en tamaño a la misma velocidad que fragmentos más pequeños que el promedio crecen a través de la aglomeración. El tamaño promedio de partícula obtenido en esta etapa depende

de la relativa facilidad con la cual aglomerados pueden ser formados por soldado en frío, resistencia a la fractura y a la fatiga de las partículas compuestas, y resistencia de las partículas a deformarse.

De la explicación anterior, es claro que durante el aleado mecánico, una gran deformación es introducida dentro de las partículas. Esto se manifiesta por la presencia de una variedad de defectos cristalinos, tales como dislocaciones, vacancias, defectos de apilamiento, y el incremento del número de límites de grano. La presencia de estos defectos estructurales incrementa la difusividad de elementos solutos dentro de la matriz.

Adicionalmente, el leve aumento de la temperatura durante la molienda ayuda a desarrollarse el proceso de difusión, y consecuentemente, ciertas aleaciones toman lugar entre los elementos constituyentes. Mientras estas aleaciones toman lugar generalmente a temperatura ambiente, algunas veces se debe al tratamiento térmico de los polvos aleados mecánicamente por la aleación a ser alcanzada.

2.1.1 COMPONENTES DUCTIL – DUCTIL

Esta es una de las combinaciones ideales para el aleado mecánico. Benjamin y Volin [10] primero describen el mecanismo de aleado en un sistema que involucra dos diferentes componentes dúctiles. Esto sugiere que en una primera etapa los componentes tienden a aplanarse mediante un proceso de microforja y cierta parte se adhiere sobre la superficie de los medios moledores. Pero se debe minimizar esta cantidad de partículas adheridas a la superficie ya que puede llevar a productos heterogéneos. En la siguiente etapa las partículas aplanadas tienden a soldarse entre si y forman un compuesto de estructura laminar de los metales constituyentes aparte que se incrementa el tamaño de partícula.

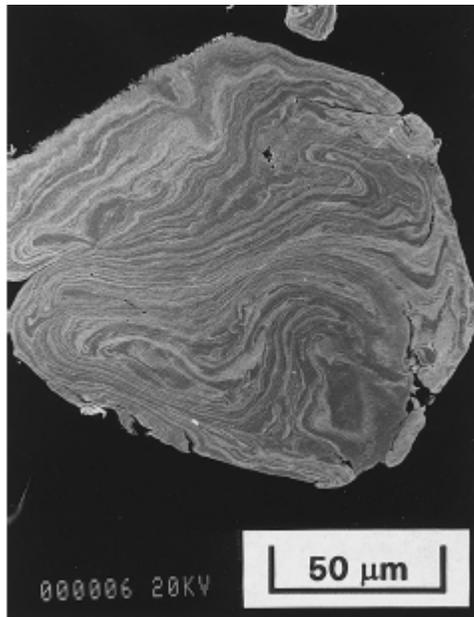


FIG 2.2 MICROGRAFIA DE BARRIDO ELECTRÓNICO DE DOS COMPONENTES DÚCTILES DURANTE EL ALEADO MECÁNICO (TOMADO DE C. SURYANARAYANA)

Con el incremento del tiempo de molienda las partículas se endurecen por la deformación en frío aumentando así la fragilidad que conduce a la fragmentación y formación de partículas con dimensiones más equiaxiales.

El aleado empieza a ocurrir en esta etapa debido al decrecimiento de las distancias de difusión, incremento de la densidad de defectos en la red y el leve calentamiento que se puede llegar a dar durante la molienda. El endurecimiento y tamaño de partícula tiende a alcanzar un estado de saturación, llamado etapa de procesamiento de estado estable. Con el progreso de la molienda el aleado llega a nivel atómico dando paso a la formación de soluciones sólidas, ínter metálicos, fases amorfas, etc.

Una muestra de que el aleado mecánico ha sido completo es la facilidad con que las partículas se pueden desprender del medio molidor.

2.1.2 COMPONENTES DUCTIL – FRAGIL

La evolución micro estructural de este sistema también fue estudiado por Benjamin [3] y de acuerdo con este, en una primera etapa las partículas dúctiles

tienden a laminarse por las colisiones entre los medios molidores mientras las partículas frágiles sufren una conminución.

Estas partículas frágiles llegan a quedar atrapadas y distribuidas a lo largo del espaciado interlaminar. Con el paso de la molienda las partículas dúctiles se endurecen por deformación y la composición de las partículas individuales converge a la mezcla inicial quedando uniformemente distribuidas las partículas frágiles si no son solubles.

Si la fase frágil es soluble el aleado ocurre y la homogeneidad química es alcanzada.

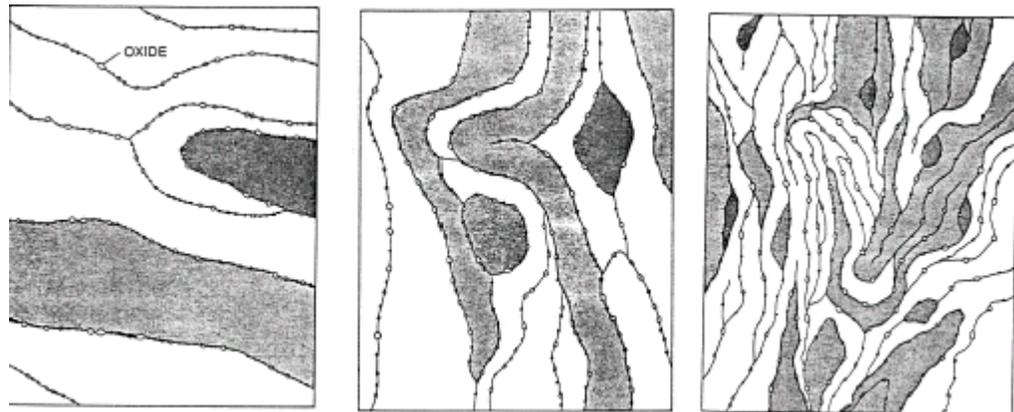


FIG 2.3 ESQUEMA DE LA EVOLUCIÓN DE LA MICROESTRUCTURA DE UNA ALEACIÓN DÚCTIL - FRÁGIL (TOMADO DE C. SURYANARAYANA)

2.1.3 COMPONENTES FRÁGIL – FRÁGIL

Es muy difícil que aleado mecánico llegue a ocurrir en este sistema debido a la ausencia de componentes dúctiles. Sin embargo, se ha reportado el aleado en sistemas frágiles de Si – Ge y Mn – Bi, además de formación de fases amorfas a partir de ínter metálicos frágiles.

Como se menciona anteriormente, durante la molienda las partículas frágiles disminuyen continuamente su tamaño. Sin embargo, a tamaños muy pequeños de partículas presentan una fase dúctil y por tanto no disminuye más el tamaño, este termino es denominado limite de conminución.

Por otro lado se ha encontrado que durante esta molienda el componente mas frágil es atrapado por el menos frágil como era de esperar y los factores que favorecen el aleado empiezan a cobrar su importancia, como lo es la temperatura y el espaciado entre gránulos el cual es un poco mayor que en el caso del sistema laminar de componentes dúctiles que es muy pequeña.

El posible mecanismo que contribuye a la transferencia de material durante la molienda de materiales frágiles puede incluir la deformación plástica la cual se ve favorecida por aumento de la temperatura local, micro deformación en defectos volumétricos y deformación superficial.

2.2 MATERIAS PRIMAS

Las materias primas usadas para el aleado mecánico son polvos puros amplia y comercialmente disponibles de tamaños de partículas entre 1 - 200 micras. El tamaño de la partícula de polvo no es muy crítico, excepto que este debe ser más pequeño que el tamaño de los medios de molienda, ya que éste disminuye exponencialmente con el tiempo y alcanza un pequeño valor después de unos cuantos minutos de molienda. Entre la gama de materiales que se pueden manejar en aleado mecánico se encuentran polvos elementales, polvos de aleaciones master, polvos prealeados, polvos cerámicos entre otros. El contenido de oxígeno de polvos metálicos puros comerciales varia de 0.05 a 0.2 % en peso.

2.3. EQUIPOS

El equipo en el cual se lleva a cabo el aleado mecánico es un molino de alta energía que difiere en capacidad, eficiencia de molienda y diferentes disposiciones para enfriamiento, calentamiento, etc.

El nombre de molino de alta energía esta relacionado con la transferencia energética alta que hay por las diferentes colisiones entre los medios moledores y entre estos y las paredes del molino. A su vez la energía y la frecuencia de colisión esta determinada principalmente por la velocidad impartida a los medios y la trayectoria que sigan tanto individual como en conjunto.

Existen diferentes tipos de molinos que se utilizan actualmente para el proceso de aleado mecánico.

2.3.1. MOLINO BATIDOR, tales como el **SPEX**, este equipo muele alrededor de 10gr del polvo al tiempo, es más comúnmente usado para investigaciones de laboratorio. La variedad común del molino tiene un frasco conteniendo la muestra y bolas de molienda, asegurado en la abrazadera y balanceando energéticamente hacia atrás y hacia adelante varias miles de veces por minuto. El movimiento de sacudida de adelante y atrás es combinado con movimientos laterales de las terminales del frasco.

Con cada oscilación del frasco, las bolas impactan contra la muestra y el final del frasco, moliendo y mezclando la muestra juntos. Debido a la amplitud (aprox. 5cm) y velocidad (1200 r.p.m.) de la abrazadera móvil, la velocidad de las bolas es alta (5m/s), y consecuentemente la fuerza de impacto de las bolas es usualmente grande.

2.3.2. MOLINO DE BOLAS PLANETARIO. Es otro molino común para el aleado mecánico el cual permite que unos cientos de gramos sean procesados a la vez. Este molino debe su nombre al movimiento planetario de sus frascos. Estos son arreglados sobre un soporte de disco rotatorio, y un mecanismo de conducción especial causa la rotación alrededor de su propio eje. La fuerza centrífuga producida por los frascos rotando alrededor de su propio eje y por el disco de apoyo rotativo actúan sobre el contenido del frasco, consistiendo del material a triturar y las bolas de molienda. Debido a que los frascos y el disco de apoyo rotan en direcciones opuestas, las fuerzas centrífugas actúan alternativamente en la misma dirección y opuestas. Esto causa que las bolas de molienda circulen bajo la pared interior del frasco - el efecto fricción - seguidas por el material a ser pulverizado y bolas de molienda levantadas y viajando libremente a través del interior de la cámara del frasco y chocando contra el interior de la pared opuesta -

el efecto de impacto. En comparación a los molinos anteriores se consideran de menor energía debido a la frecuencia de impacto.

2.3.3 MOLINO ATRITOR. Son los molinos en los cuales gran cantidad de polvos (de unos kilogramos hasta 100) puede ser aleados a la vez. La velocidad del medio moledor es mucho más baja que los dos molinos anteriores (0.5m/s), y consecuentemente la energía es mas baja. Los tanques de molienda son disponibles tanto en acero inoxidable y / o recubierto en el interior con alúmina, carburo de silicio, nitruro de silicio, circonio, caucho y poliuretano. De igual forma una gran variedad de bolas de molienda comprendidas entre diámetros de 3/32” hasta 3/8” son disponibles de materiales como vidrios, cerámicos, aceros al carbono, aceros al cromo, nitruro de silicio, carburo de tungsteno, etc.

La operación es simple: el polvo a ser molido es colocado en un tanque estacionario con el medio de molienda. Esta mezcla es así agitada por un eje con brazos, rotando a altas velocidades, aprox. 250 r.p.m. Esto causa al medio a ejercer tanto fuerzas de impacto como de cizallamiento sobre el material.

En el ámbito comercial el Atritor es equipado con un diseño especial de alto torque de arranque y motor eléctrico de dos velocidades. La velocidad baja es utilizada para cargar y descargar y la velocidad alta es utilizada para molienda.

Algunas ventajas del Atritor son:

- Diez veces más rápido que el molino de bolas
- Simple de operar
- Eficiente energéticamente
- No requiere premezcla
- Mínimo requerimiento de mantenimiento
- Construcción robusta

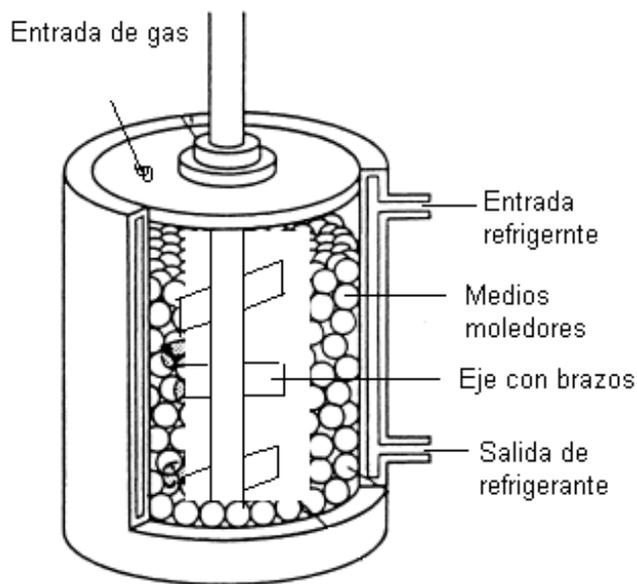


FIG 2.4 MOLINO ATRITOR (TOMADO DEL METALS HANDBOOK)

En el comercio existe una variedad de equipos a los cuales se les hacen modificaciones para casos u operaciones especiales, algunos de ellos se muestran en la tabla 2.2.

TABLA 2.2 MOLINOS ATRITOR COMERCIALES (TOMADO DE U. PROCESS)

TIPO DE MOLINO	CAPACIDAD(Lt)	POTENCIA (HP)
SERIE S	72 - 2700	5 - 1500
SERIE SC	54 - 1110	10 - 125
SERIE Q	36 - 500	7.5 - 110
SERIE C/H	17 - 604	3 - 150

A nivel de laboratorio también existe una gama de molinos los cuales por su condición permiten una amplia flexibilidad en el manejo de variables, fácil operación y bajo mantenimiento.

Un prototipo que se realizó en la escuela de **Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales** representa un Atritor diseñado para ser empleado como una

máquina de laboratorio en procesos de Aleado Mecánico; la cual esta dotada de una gama de accesorios que permiten realizar ensayos de aleado en húmeda o en seco, que posibilitan introducir atmósferas inertes, y posee un sistema de camisa de refrigeración en caso de que se necesite un control de temperatura.

El Atritor esta conformado principalmente por una estructura que sirve de apoyo al sistema motriz y el sistema de mezcla y aleado.

Para llegar al diseño definitivo del Atritor se diseñaron tres modelos. El primer modelo estaba basado en una máquina construida para un laboratorio en Chile. El segundo modelo estaba basado en los equipos para venta de la compañía Fritsch. Estos modelos dejaron de considerarse debido a que poseían sistemas que aumentaban costos tales como las poleas, las cuales no ayudaban al sistema de variación de velocidad debido a que la relación entre ellas era casi 1:1, por lo tanto era una perdida en energía y dinero

En la figura 2.2 se observa una vista tridimensional del Atritor prototipo con todos sus componentes, este es el modelo final desarrollado. En la figura 2.2 (a) y (b) se muestran las vistas frontal y lateral del mismo.

A- Motor eléctrico

B- Estructura

C- Acople

D- Tubo de carga

E- Tapa del recipiente con sello

F. Eje agitador

G- Recipiente de molienda

H- Rigidizadores

I- Recipiente de refrigeración

J- Bandeja porta vaso

K- Bandeja fija

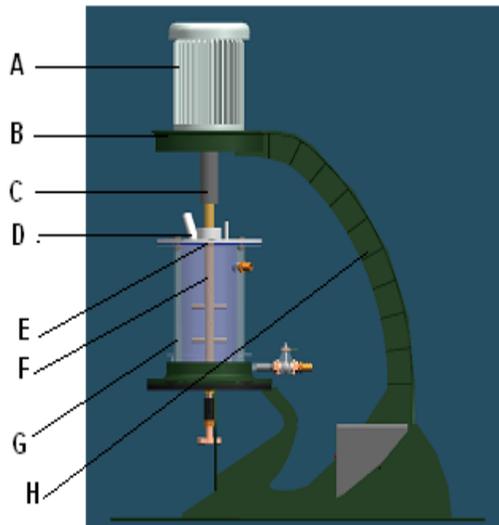
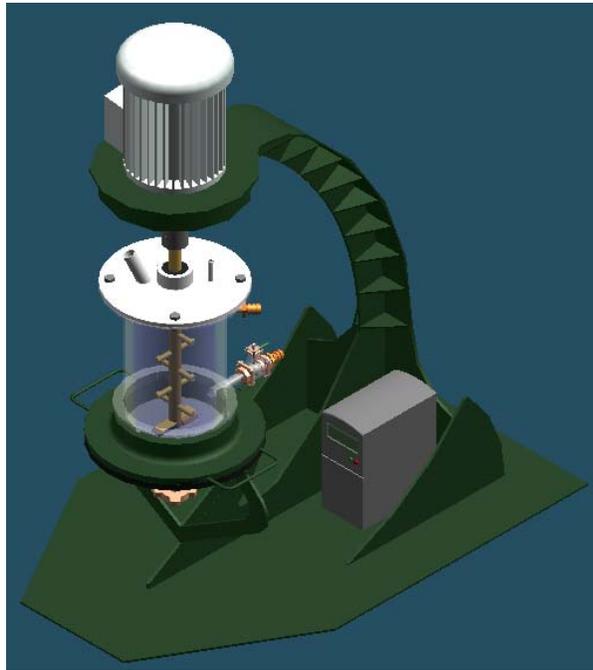
L- Tornillo de elevador

M- Variador de velocidad

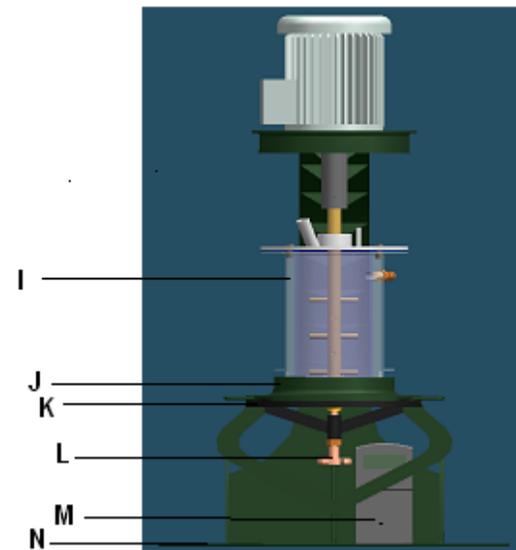
N- Base del Atritor

2.4. VARIABLES DEL PROCESO

El aleado mecánico es un proceso complejo que involucra la optimización de un número de variables para lograr las fases y/o micro estructuras deseadas. Algunos de los parámetros importantes que tienen un efecto en la constitución final de los polvos son:



(a)



(b)

FIG 2.5 MOLINO ATRITOR. (a) Vista lateral, (b) Vista frontal

- TIPO DE MOLINO

Como se menciona anteriormente existen diferentes tipos de molinos para realizar el aleado mecánico, que difieren en su capacidad, velocidad de operación, contaminación durante el proceso, tiempo de molienda y en algunos casos control de temperatura.

La escogencia de las características del equipo se realiza acorde a las propiedades que quiero obtener y a la cantidad a procesar.

- CONTENEDOR DE MOLIENDA

El principal cuidado que se debe tener con respecto al contenedor es el material del cual debe ser fabricado, ya que este aspecto puede incidir de dos formas en el proceso: 1) Si el material de procesamiento no es del mismo tipo se puede presentar contaminación al no seleccionar el material adecuado. 2) Si el material a procesar es igual o similar puede alterarse las propiedades químicas de composición.

Acero endurecido, acero templado, acero inoxidable y carburo de tungsteno son los materiales mas utilizados, pero para propósitos especiales se ha utilizado cobre, titanio, circonio, agate, etc.

- VELOCIDAD DE MOLIENDA

El factor que determina la cantidad de energía entregada al polvo es la velocidad que se le imparte a los medios moledores. Pero hay una velocidad crítica que no se puede exceder dependiendo del diseño del molino, ya que no se producen colisiones y por tanto no hay aleado.

Otro factor asociado con la velocidad o la intensidad de molienda es que si se trabaja a velocidades altas se da igualmente un incremento en la temperatura. Esta situación puede tener sus ventajas por ejemplo cuando se requiere difusión, pero es una desventaja cuando se requieren fases o propiedades que en estas condiciones se descomponen.

- TIEMPO DE MOLIENDA

El tiempo de molienda es otro parámetro importante. Normalmente el tiempo es llevado hasta alcanzar un estado estable entre la facturación y el soldado en frío de las partículas de polvo. Los tiempos requeridos depende del tipo de molino usado, de la intensidad de molienda, relación carga de bolas – polvo y de la temperatura de molienda. Para cada combinación de los parámetros anteriormente citados corresponde un determinado tiempo, teniendo en cuenta que la prolongación de ésta variable puede conllevar la formación de fases indeseables y contaminación de los polvos.

- MEDIOS DE MOLIENDA

Igual que en el contenedor hay una variedad de materiales de los cuales se hacen los medios moledores, tales como aceros de herramientas, aceros templados, aceros inoxidable, carburos de tungsteno, etc. La densidad de los medios debe ser grande para que se creen fuerzas de impacto sobre las partículas de polvo.

El tamaño de los medios también tiene una influencia sobre la eficiencia de molienda, ya que generalmente a mayor tamaño aumenta le energía de impacto entregada. Aunque se ha reportado que las bolas más pequeñas producen intensa acción friccional, lo cual promueve la formación de fases amorfas.

- RELACION DE PESO BOLAS – POLVOS

Esta variable a tomado diferentes valores para diferentes investigaciones, que van desde relaciones 1:1 hasta 220 : 1, pero la más comúnmente usada es la relación 10 : 1 cuando se usan molinos de baja capacidad como un molino spex, mientras que con uno de alta capacidad como el Atritor se encuentran relaciones 50 : 1 y 100 : 1.

Esta variable tiene un significativo efecto sobre el tiempo de molienda requerido para formar una determinada fase en los polvos que están siendo molidos. Así, una relación alta se traduce en menos tiempos de molienda, debido al incremento del número de colisiones por unidad de tiempo.

- **ATMOSFERA DE MOLIENDA**

El principal efecto de la atmósfera de molienda está encaminado a prevenir la contaminación de los polvos. Por lo tanto los polvos son molidos en contenedores que han sido previamente evacuados o llenados con gases inertes tales como argón o helio. El uso del nitrógeno está limitado ya que este puede formar nitruros. Por otro lado la atmósfera de molienda puede ser utilizada para propósitos específicos, como la formación de fases, compuestos, etc. Así las atmósferas de nitrógeno se utilizan para la formación de nitruros, las de hidrógeno para hidruros y las de oxígeno para la formación de óxidos.

- **AGENTES DE CONTROL DE PROCESO**

Un agente de control de proceso (PCA) es adicionado a la mezcla de polvo durante la molienda, especialmente cuando la mezcla involucra una sustancial fracción de un componente dúctil. Los PCA son principalmente compuestos orgánicos, los cuales actúan como agentes de superficie activa. El PCA se absorbe sobre la superficie de las partículas de polvo y minimiza la soldadura en frío y de esta forma inhibe la aglomeración. Los agentes de superficie activa absorbidos sobre la superficie de las partículas interfieren con la soldadura en frío y disminuye la tensión superficial del material sólido.

Debido a que el requerimiento de energía para molienda es igual al producto de nuevas áreas superficiales generadas por la tensión superficial, una reducción en la tensión superficial resulta en el uso de tiempos de molienda más cortos y/o polvos más finos.

Un amplio rango de PCA ha sido usado en la práctica. Estos son principalmente compuestos orgánicos usados en un nivel de 1 – 5 % en peso del total de carga de polvos y algunos de ellos son ácido esteárico [$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COOH}$], hexano (C_6H_{14}), ácido oxálico [$(\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$], metanol, etanol, acetona, alcohol isopropílico, heptano, Nopcowax 22DSP, octano, tolueno, triclorotrifluoroetano, grasa de silicona, etc. Grafito, alumina, nitrato de aluminio y cloruro de sodio también han sido usados como PCA.

▪ TEMPERATURA DE MOLIENDA

Este parámetro es importante por el efecto que puede causar para la formación de características muy específicas del material tales como soluciones sólidas, nanoestructuras, intermetales o una fase amorfa.

Para tal fin los equipos utilizados tiene un sistema ya sea de calentamiento o de enfriamiento según los requerimientos.

2.5. ENDURECIMIENTO POR DISPERSION DE OXIDOS

El endurecimiento de metales por dispersión consiste en el reforzamiento de una matriz metálica mediante la adición de óxidos u otros constituyentes refractarios, en orden a incrementar la resistencia del material y ampliar el rango de temperatura de aplicación.

2.5.1 MÉTODOS DE PRODUCCIÓN DE DISPERSIÓN DE CERÁMICAS

Los procesos utilizados para producir una dispersión de partículas en una matriz metálica son los siguientes:

- **Oxidación interna**, en el que polvos prealeados atomizados son expuestos a una atmósfera oxidante; combinaciones adecuadas de las condiciones experimentales, actuando sobre la solubilidad, difusividad y reactividad, permiten que el soluto se oxide internamente y que el solvente no se oxide, ni que se forme una capa superficial de óxido.
- **Precipitación desde una fase líquida**, usando técnicas de solubilidad rápida para obtener pequeños tamaños de dispersoides.
- **Molienda de alta energía** de polvos del metal con polvos de cerámicas o con óxidos presentes en los mismos polvos metálicos; así se puede generar una fina dispersión de partículas incoherentes con la matriz. Los tamaños de polvos más finos disponibles comercialmente varían entre 30 y 50 nm.

- **Molienda reactiva**, en el que polvos elementales o prealeados son atricionados en un molino de alta energía en presencia de una atmósfera, medios de molienda o polvos, que aportan C, O, N para producir la precipitación in-situ en la matriz, de óxidos, carburos o nitruros respectivamente.

Los dos últimos métodos son procesos en el que dos o más tipos de polvos son continuamente mezclados, soldados, deformados en frío y fragmentados, resultando soluciones sólidas o mezclas de fases, de tamaños micro o nanométricos, y de estructura amorfa o cristalina.

2.5.2 CRITERIO DE SELECCIÓN DE DISPERSOIDES

Los requerimientos funcionales y las correspondientes características de las partículas que satisfacen las necesidades de buen comportamiento mecánico a altas temperaturas son las siguientes:

- ✓ Estabilidad a las temperaturas de procesamiento. Las partículas deben ser termodinámicamente estables, sin transformaciones de fase hasta 1300 K y deben ser compatibles químicamente con la matriz.
- ✓ Resistencia mecánica: las partículas deben reunir características específicas que permitan maximizar la resistencia a la deformación. Para ello es crítico que las partículas sean de tamaño nanométrico, que estén dispersas uniformemente y que la tendencia al engrosamiento sea mínima (los componentes de las partículas deben tener baja solubilidad y difusividad en la matriz).
- ✓ Disponibilidad: Dependiendo del método de fabricación, también se debe considerar la disponibilidad de las materias primas que den origen a las partículas.
- ✓ Este último factor es una de las desventajas de usar polvos de cerámicas ya que estas son difíciles de producir en tamaños nanométricos y por tanto de conseguirlas.

3. COMPACTACION

La consolidación persigue transformar el polvo en una pieza de forma determinada, una densidad determinada, y una cierta resistencia en verde. El proceso mas común es la compactación, el cual consiste en la alimentación de una cantidad controlada de polvo dentro de una cavidad de una matriz cuyo eje está dispuesto verticalmente sobre las prensas.

Las prensas desarrollan presiones entre 400 a 700 APA, en sentido perpendicular a la sección proyectada de la pieza a comprimir.

El objetivo de la compactación se puede resumir en los siguientes puntos:

- Compactar o consolidar el polvo en la forma deseada.
- Obtener , en la medida de lo posible, las dimensiones finales deseadas, teniendo en cuenta las variaciones dimensionales que ocurren en la sinterización.
- Conseguir el nivel y tipo de porosidad adecuados.
- Obtener resistencia en verde suficiente para la posterior manipulación de las piezas.

Los factores a tener en cuenta a la hora de elegir un proceso de compactación determinado son:

- La continuidad del proceso.
- Densidad final
- Direccionalidad de la presión
- Fluidez del polvo.
- Temperatura del polvo y del molde de compactación

3.1 COMPACTACION UNIAXIAL

Se trata del método más importante en cuanto al volumen de producción de piezas. El equipo más simple consiste de una matriz , un punzón inferior y otro

superior. La alimentación de la matriz se realiza por medio de un recipiente que contiene el polvo y que esta animado por un movimiento de vaivén sobre la matriz. La técnica de compactación puede ser de simple efecto, en la que solo se tiene una acción dinámica generalmente el punzón superior mientras el inferior se mantiene fijo. En el caso de doble efecto el polvo es compactado por la acción de los dos punzones.

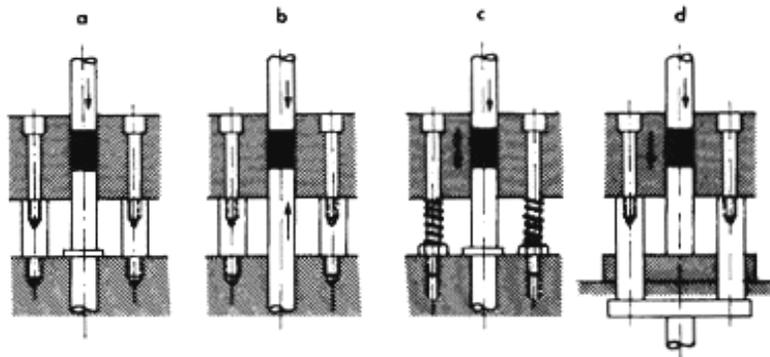


FIG 3.1 COMPACTACION UNIAXIAL (TOMADO DE GENERALIDADES DE LA METALURGIA DE POLVOS)

3.2 COMPACTACION ISOSTATICA EN FRIO

Se basa en el principio de Pascal: una presión aplicada a un fluido en reposo se transmite con igual intensidad en todas las direcciones. El método consiste en introducir el polvo en un molde de un material elástico, y este dentro de un fluido habitualmente agua, y aplicar una presión (210 – 410 Mpa). La presión es igual en todas las direcciones y se obtiene una densidad muy próxima a la teórica. Al ceder la presión el molde vuelve a su tamaño original y el compacto puede retirarse sin dificultad.

Los moldes empleados deben ser flexibles, compatibles con el fluido y con el polvo e impermeables.

3.3 MOLDEO POR INYECCION

En este caso el polvo metálico es mezclado con un ligante orgánico para formar una masa plástica que es calentada e inyectada en un molde. La viscosidad del ligante es suficientemente baja como para llenar el molde por completo. Al enfriar, el ligante solidifica pudiendo ser extraída la pieza del

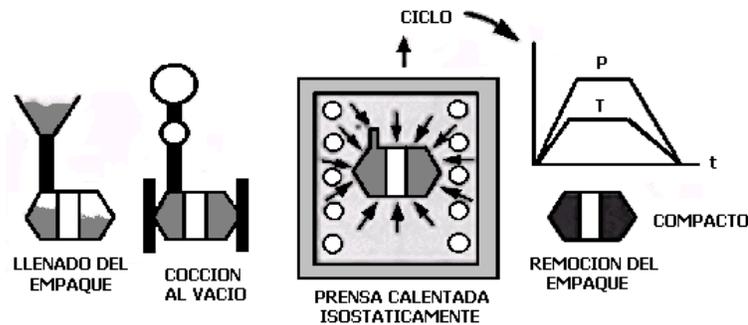


FIG 3.2 PROCESO DE PRENSADO ISOSTATICO (TOMADO DE GENERALIDADES DE LA METALURGIA DE POLVOS)

molde. La pieza es entonces calentada cuidadosamente para extraer el ligante y posteriormente sinterizada.

3.4 COMPACTACION POR GRAVEDAD

Es un método empleado para la obtención de filtros. Consiste en llenar un molde de polvos y sinterizarlo dentro del propio molde. Así se obtienen materiales porosos, sin tener consumos de energía durante la compactación. Presenta algunos problemas como la extracción de la pieza del molde tras la sinterización, el adecuado relleno para piezas complejas, o la necesidad de gran cantidad de moldes para altas producciones.

3.5 COMPORTAMIENTO DEL POLVO DURANTE LA COMPACTACION

Durante la compactación bajo presión tiene lugar dos procesos básicos: el movimiento de las partículas y la deformación y fractura de estas. La compactación puede así entenderse como la lucha entre las fuerzas de fricción de

las partículas entre si y con el molde y el propio endurecimiento por acritud del material por un lado , contra la presión de compactación y la ductilidad por otro.

La compactación se inicia con un deslizamiento de partículas individuales. Las partículas inician una deformación elástica localizada en los puntos de contacto, seguida de una deformación plástica con formación de áreas de contacto. Estas áreas de contacto aumentan progresivamente con el aumento de deformación plástica, produciéndose eventualmente la rotura de algunas partículas. Estas se integran gradualmente en un todo que empieza a deformarse elásticamente y plásticamente.

La deformación plástica representa el factor más importante de densificación durante la compactación. La cuantificación de esta deformación es compleja, dependiendo de la ductilidad del polvo, aunque a mayores presiones se obtendrán mayores deformaciones. Así la efectividad de la presión es mayor a presiones bajas cuando la deformación plástica tiene lugar fácilmente, y se hace menos efectiva al aumentar.

Los efectos de presión sobre los polvos de metal dependen de un número de condiciones, entre ellas el mismo polvo.

El tipo de polvo y su método de fabricación están relacionados con una buena compresión. Además, la distribución de tamaño de partícula, la forma y la composición son otros factores más importantes que influyen en el comportamiento de un polvo bajo presión. Con relación a la forma de la partícula, se ha encontrado que las partículas lisas tales como la forma esférica, empaquetan más fácilmente que los de la forma irregular. Por otra parte, la deformabilidad de partículas lisas es inferior a las formas irregulares, como también las presiones de operación son comúnmente más altas. En general, la resistencia en verde es mejor con partículas de forma irregular.

Los polvos bajo presión no se comportan como fluidos o siguen las leyes de la hidrodinámica. Porque la fricción y el efecto de unión de partícula incrementa con la presión, una fuerza externa aplicada en una dirección pierde su eficacia a una

distancia corta desde la superficie del polvo y no es transferida efectivamente a lo largo de la masa. Esto es especialmente cierto con partículas muy pequeñas y de forma irregular.

Además de las características de un polvo, la cantidad de presión aplicada en la briquetización debe también ser tomada en cuenta. La presión práctica más baja depende de la compresibilidad de un polvo y la presión máxima que puede aplicarse es limitada por la capacidad del material a resistir una sobredeformación, así como también de la resistencia de las herramientas. Las presiones excesivas pueden producir hendiduras, fracturas o grietas por deslizamiento, especialmente en partes que tienen secciones delgadas y gruesas en la dirección del prensado¹⁶. La carencia de presión suficiente, crea secciones frágiles o partes que son comprimidas insuficientemente para permanecer unidas.

3.6 LUBRICACION

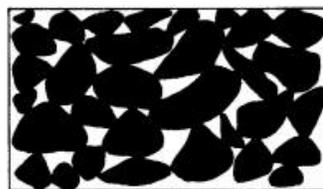
El lubricante tiene como función reducir la fricción entre el polvo y la pared de la matriz y los punzones, con lo que se pueden emplear mayores presiones de compactación. También reduce la fricción entre el compacto y la pared de la matriz durante la eyección del mismo.

El método tradicionalmente empleado es la mezcla de los polvos con el lubricante. Este método es el más sencillo, y además de mejorar la lubricación entre el polvo y la pared, la mejora entre las mismas partículas. Sin embargo tiene el inconveniente de poder provocar grietas si está en exceso, y puede afectar negativamente las propiedades del polvo tras la lubricación.

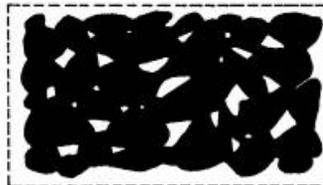
Los lubricantes más empleados son estearatos, ácido esteárico y ceras.

4. SINTERIZACION

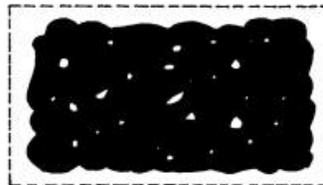
La masa de polvo metálico, que se ha compactado mediante presión, resulta frágil debido al débil enlace entre las partículas. Para darle mayor resistencia, se recurre a la sinterización, que es el conjunto de fenómenos que en el curso de un trabajo térmico hace pasar sin fusión, la masa de polvo compactada o aglomerada al estado sólido teniendo una cierta resistencia mecánica, siendo el producto final el sólido compacto, como se indica en la figura 4.1.



Antes de la sinterización



1ª fase de la sinterización



2ª fase de la sinterización

FIGURA 4.1. ETAPAS DE LA SINTERIZACIÓN.(TOMADO DE GNERALIZADES DE LA METALURGIA DE POLVOS)

Durante el calentamiento de un polvo a una cierta temperatura, se observa que las partículas de polvo se adhieren unas con otras; esta adhesión es aumentada con el tiempo y tiene por consecuencia una solidez cada vez más grande. En seguida, se observa que la masa de polvo sufre una disminución de volumen, es decir, una

densificación. En ciertos casos (temperatura cercana al punto de fusión, procesos muy prolongados) la densidad aparente del polvo sinterizado puede alcanzar la densidad del metal compactado, es decir, la porosidad prácticamente desaparece. Así, la sinterización completa pone en juego dos procesos distintos, aunque se produzcan a menudo simultáneamente:

- La soldadura de partículas adyacentes en zonas cada vez más grandes.
- La modificación de la forma de los poros y su desaparición progresiva.

Termodinámicamente es lógico que el sistema evolucione hacia un sistema compacto, ya que la masa de polvo, debido a la gran cantidad de intercaras, tiene exceso de energía libre, la cual tenderá a eliminarse cuando las condiciones lo permitan. Estas condiciones se presentan precisamente en el proceso de sinterización. Por otra parte, desde el punto de vista cinético, la movilidad atómica en estado sólido es función de la temperatura. Por lo tanto, para que las partículas de polvo puestas en contacto se sintericen, es necesario que los átomos estén animados de cierta movilidad, lo que se consigue aumentando la temperatura del sistema, produciéndose así más zonas de contacto. Además, si la masa de polvos está formada por distintos elementos químicos, tienen lugar fenómenos de aleación al mismo tiempo que se produce la unión de las partículas.

Otras características metalúrgicas que varían con la sinterización y cuya determinación se puede utilizar para estudiar la evolución de este fenómeno son la resistividad, la dureza, la porosidad y la micro estructura.

4.1 ETAPAS DE LA SINTERIZACIÓN

En la sinterización se distinguen tres etapas. Cada una de estas etapas corresponde a una cierta temperatura absoluta T que es proporcional al punto absoluto de fusión T_f .

$T/T_f \approx 0.30$: *difusión*

$T/T_f \approx 0.45$: *densificación*

$T/T_f \approx 0.5 - 0.6$: *recristalización*

1) El primer fenómeno observado en la evolución de un compacto que se está sinterizando es el crecimiento de los puentes de enlace. Las áreas de contacto de las partículas de polvo aumentan, ya que se sueldan íntimamente. Las dimensiones del compacto varían ligeramente porque los centros de las partículas se aproximan y la resistencia aumenta. Bajo la influencia de tensiones y excesos de vacantes, el crecimiento de los puentes de enlace se desarrolla cumpliendo una ley exponencial. Las fuerzas resultantes de la tensión superficial original mantienen los límites interparticulares en el plano de contacto.

2) En la etapa de la densificación y crecimiento de grano, que tiene lugar cuando la relación r_n/r (Figura 5.2) sobrepasa un determinado valor, las áreas de contacto entre las partículas se incrementan considerablemente. Cuando esto sucede, se produce una pérdida de porosidad, la cual reduce los espacios vacíos. También se produce una disminución total del tamaño y algo de distorsión de la pieza durante el proceso de sinterización. Para compensar esta contracción debe formarse una briqueta de mayor tamaño.

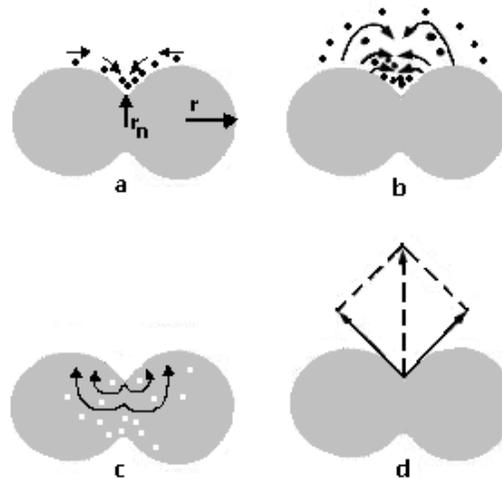
3) En la etapa final, recristalización, aparecen los poros aislados debido a la coalescencia de las partículas. Los poros se redondean y desaparecen los pequeños, en tanto que los mayores crecen.

Los cambios dimensionales y de densidad apenas son perceptibles.

Es difícil distinguir entre el crecimiento de los puentes de enlace y la densificación ya que ocurren casi simultáneamente. Por esto algunos autores consideran que se trata de la misma etapa.

4.2 MECANISMOS DE LA SINTERIZACIÓN

Los posibles mecanismos de la sinterización podemos esquematizarlos de la siguiente forma:



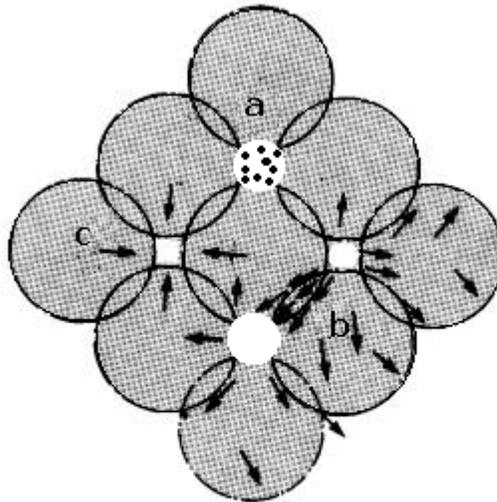
- a) Difusión superficial. Los átomos se mueven a lo largo de la superficie y se reúnen en los puntos de contacto entre partículas aumentando el radio de los puentes de enlace.
- b) Evaporación-condensación. En las zonas de contacto entre partículas donde hay mayor presión de vapor del metal, crece el radio de los puentes de enlace.
- c) Difusión a través de la red. Difusión de volumen.
- d) Fluencia. Deformación a lo largo del puente de enlace como resultado de la tensión superficial.

FIGURA 4.2. MECANISMOS DE LA SINTERIZACIÓN. ETAPA DE LOS POROS INTERCONECTADOS. (TOMADO DE GENERALIDADES DE LA METALURGIA DE POLVOS)

- Sin transferencia de materia {
 - por adherencia.
 - por evaporación y condensación.
- Por difusión de la red a través de vacantes.
- Por difusión de la red a través de átomos intersticiales.
- Por difusión en límites de granos.
- Con transferencia de material.
- Por fluencia plástica.
- Por cizallamiento de los límites de grano.
- Por recristalización.

El mecanismo de la adherencia tiene lugar al poner en contacto dos partículas bajo presión, lo que ocurre en la compactación. Se trata de un enlace débil.

La difusión superficial es un mecanismo de sinterización que ocurre cuando el compacto alcanza temperaturas del orden de $0,3 T_f$. En estas condiciones los átomos superficiales tienen suficiente movilidad para desplazarse, dirigidos por la tensión superficial, desde la zona convexa a la zona cóncava (Figura 7.5) de dos partículas de polvo que están sinterizándose. El resultado de este mecanismo es un aumento del espesor del puente de enlace sin que ocurra acercamiento de los centros de las partículas.



- a) Difusión superficial y evaporación - condensación. Ocurren simultáneamente. Los polvos se redondean pero no tiene lugar el acercamiento de los centros de las partículas. No hay contracción.
- b) Difusión de volumen. Se reduce la porosidad total incrementándose el tamaño medio de los poros.
- c) Fluencia. Los poros se reducen por el peso del metal vecino.

FIGURA 4.3. MECANISMOS DE LA SINTERIZACIÓN. ETAPA DE LOS POROS AISLADOS.(TOMADO GENERALIDADES DE LA METALURGIA DE POLVOS)

A temperaturas más elevadas que las necesarias para la difusión superficial, se produce, simultáneamente, la evaporación y la condensación del metal. El cambio de fase predominante depende de la presión de vapor, que es mayor encima de

una superficie cóncava o menos convexa. Por esta razón, se produce una disminución de las superficies convexas y un aumento de las superficies cóncavas. No existe en este mecanismo acercamiento de los centros de las partículas.

Cuando la temperatura en la escala absoluta de sinterización es la mitad de la temperatura de fusión de los polvos, el mecanismo que adquiere mayor relevancia es la difusión a través de la red. Esta difusión es posible por las imperfecciones térmicas (vacantes y dislocaciones) existentes en los polvos metálicos o generadas en las etapas de mezcla, compactación y sinterización. Las trayectorias de la difusión de vacantes van desde zonas de máxima concentración de defectos a las zonas donde hay menor concentración. En la figura 5.4 están representadas las trayectorias de las vacantes en la sinterización de dos partículas esféricas.

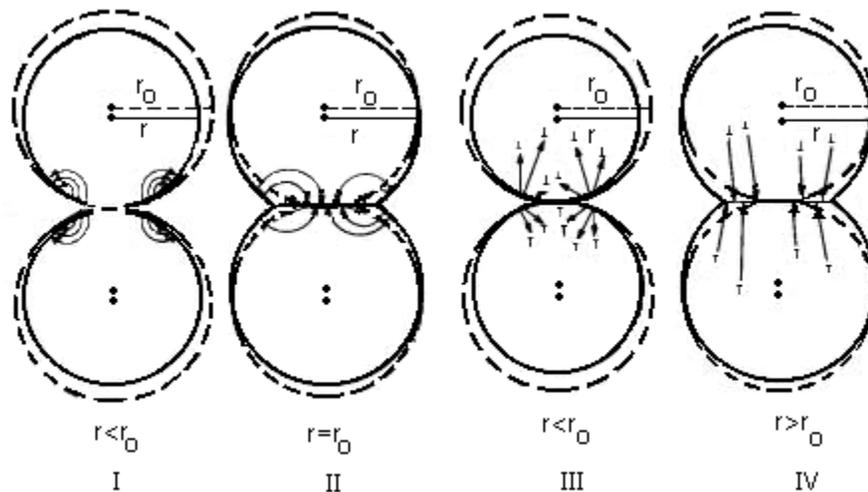


FIGURA 4.4. MECANISMOS DE LA SINTERIZACIÓN. ETAPA DE LOS POROS AISLADOS.(TOMADO DE GENERALIDADES DE LA METALURGIA DE POLVOS)

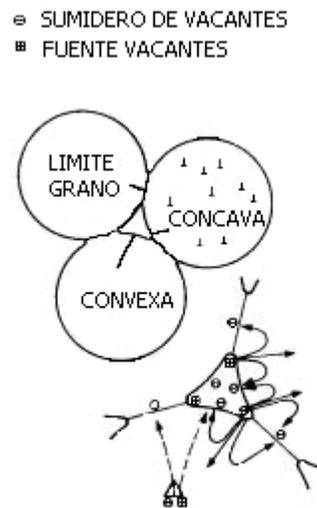
La difusión de vacantes aumenta el espesor del puente de enlace y redondea los poros. Este último efecto se explica por el tránsito de vacantes que existe entre los

vértices y los centros de los lados del triángulo curvilíneo representado por tres esferas cuyo esquema aparece en la figura 5.5

Tanto en la difusión por vacantes como en la difusión por átomos intersticiales se cumple la ley de Fick

$$J = -DA * dc / dx$$

donde J es el flujo del metal, D el coeficiente de difusión, A la superficie donde tiene lugar el flujo, y dx el gradiente de concentración.



Sección transversal de un conjunto de alambres de cobre de 5 mm de diámetro sinterizados a 1075 °C en atmósfera de hidrógeno

FIGURA 4.5. ESQUEMA DEL MECANISMO DE LA DIFUSIÓN DE VOLUMEN EN TORNO A UN PORO. (TOMADO DE GENERALIDADES DE LA METALURGIA DE POLVOS)

El coeficiente de difusión depende de la temperatura según la fórmula de Arrhenius:

$$D = D_0 e^{-\frac{a}{RT}}$$

donde D_0 es una constante que depende de la naturaleza del metal y del tipo de difusión, a es la energía de activación, R es la constante de los gases y T la temperatura absoluta.

La difusión es más rápida a lo largo de los límites de grano que en el interior de los cristales y más lenta en dichos límites que en las superficies libres, pero el área de límite de grano es, en un metal, inversamente proporcional al tamaño del grano y muy superior al área de superficie. Además, los límites de grano forman una red que pasa a través de todo el metal, favoreciendo la homogeneidad cuando la difusión tiene lugar a través de los límites de grano.

La fluencia es la deformación plástica que experimenta con el tiempo un metal sometido a un esfuerzo y a una temperatura constante. La difusión de lugares vacantes produce fluencia si se lleva el material desde los límites de grano que están sometidos a un esfuerzo de compresión, a los límites de grano donde hay esfuerzo de tracción. La velocidad de deformación de este mecanismo es inversamente proporcional al cuadrado del diámetro del grano.

El deslizamiento de dos granos en contacto, a modo de cizallamiento, es un mecanismo de transferencia de materia, motivado por un esfuerzo, que tiene importancia a altas temperaturas. La existencia de este mecanismo se pone de manifiesto grabando una rejilla o red de líneas sobre la superficie de una probeta pulida y atacada. Donde exista un límite de grano se somete a un esfuerzo a temperatura constante, y se aprecia que las líneas de la rejilla se cizallan donde cruzan a los límites del grano.

La recristalización es el fenómeno que se produce al calentar un metal deformado. Consiste en eliminar la mayoría de los defectos reticulares introducidos, a base de formar, una nueva red cristalina con menos defectos a partir de la red con acritud.

4.3 EFECTO DE LA SINTERIZACIÓN

Las piezas de polvos metálicos sinterizados pueden ser agrupadas en dos categorías básicas:

1. Los elaborados de un metal puro o polvos completamente prealeados.
2. Los producidos por la mezcla de varios porcentajes de diferentes polvos para producir una aleación.

La gran diferencia entre los dos grupos es que los compactos en los cuales las partículas metálicas no están aleadas en el proceso de sinterización, pueden ser tratados muy diferente a los que están aleados. Por ejemplo, en el caso de los compactos de bronce elaborados a partir de una mezcla íntima de polvos de cobre y estaño, el estaño entra en la solución con el cobre en la sinterización. Las partículas de polvo están continuamente cambiando durante la operación hasta que un material uniforme se obtiene. Por lo tanto, las variables y resultados producidos en este “sinter – aleado”, deben ser considerados con respecto a sus efectos sobre la condición intermedia, causada por la velocidad de difusión de los elementos aleantes, así como su efecto en la aleación final.

■

La disminución del compacto es causada por la acción de fuerzas de sinterización en unión con los cambios estructurales microscópicos, los cuales ocurren con una temperatura o tiempo de sinterización progresivo. Con el aumento de las temperaturas o tiempo de calentamiento prolongado, el volumen de poros de un compacto se reduce con un acompañamiento en la reducción del volumen total. Mientras la sinterización continúa a altas temperaturas, hay una disminución firme en la porosidad acompañada por simultáneos movimientos de material dentro de los vacíos. El decrecimiento del volumen total usualmente comienza en la superficie del compacto y se mueve hacia el centro. Esto ha sido encontrado en polvos finos, donde la velocidad de decrecimiento es mayor que los granos

gruesos, debido a su gran área superficial total. Esto es porque las partículas muy pequeñas son más influenciadas por las fuerzas de sinterización, o fuerzas de tensión superficial, las cuales producen una contracción de la superficie de las partículas en contacto adyacente.

■

Otro factor que afecta fuertemente el cambio dimensional en la sinterización es la densidad de prensado. Con el incremento de las densidades de briquetización, la disminución es reducida en la sinterización y en algunos casos el crecimiento ocurre.

El aumento de un compacto es algunas veces causado por el escape, adsorción u oclusión de gases a altas temperaturas. Si estos gases pueden escapar antes de que las etapas de sinterización y la solidificación ocurra, ellos hacen poco daño. Pero a altas temperaturas estos escapes causan un considerable crecimiento del compacto y en muchos casos, causan en la superficie ampollas o grietas. La velocidad de calentamiento y el tipo de atmósfera empleada tienen un efecto particular sobre esta acción. Los polvos finos son capaces de absorber grandes cantidades de gases y atrapar más aire durante el prensado que polvos más gruesos, para esto es especialmente necesario aplicar un calentamiento lentamente y permitir el tiempo suficiente para la evolución completa del gas con estos polvos. De esta manera, el gas absorbido y ocluido se emite a presión atmosférica, cuando ellos escapan gradualmente. Si el calentamiento es también rápido, una gran cantidad de gas es envuelto espontáneamente al comienzo de la operación y romperá la estructura. Como resultado una pérdida de densidad ocurre y una multitud de pequeños poros “secundarios” son formados. Éstos no se cierran fácilmente por el crecimiento del grano o difusión. El efecto es que la densidad decrece con el aumento de la temperatura de sinterización.

■ **Densidad**

La densidad de sinterización es afectada por las mismas condiciones que se relacionan con el fenómeno de disminución y crecimiento. En compactos prensados suavemente, la densidad incrementa con el aumento de la temperatura, mientras que tiende a decrecer para piezas compactas a altas temperaturas de briquetización. A altas temperaturas, la densidad tiende a incrementar rápidamente en un corto periodo de tiempo seguida por un ligero y gradual incremento. Para las temperaturas mas bajas, el incremento inicial en la densidad es usualmente menos rápido y es seguido por un largo periodo durante el cual la densidad incrementa a una velocidad muy baja. Como regla, la densidad incrementa con el tiempo de sinterización. Un incremento gradual de 7.5 gramos/cm³ a 1 hora (1427 a 1447 °C) a 7.85 gramos/cm³ a 60 horas ha sido notado con compactos prensados de hierro a 414 APA.

4.4 HORNOS DE SINTERIZACIÓN

El horno es el elemento principal de la sinterización. Es un artificio constituido por una caja susceptible de calentamiento y que permite el control y la regulación del tiempo, de la temperatura, de la atmósfera y de las velocidades de calentamiento y de enfriamiento.

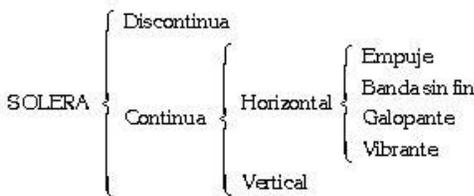
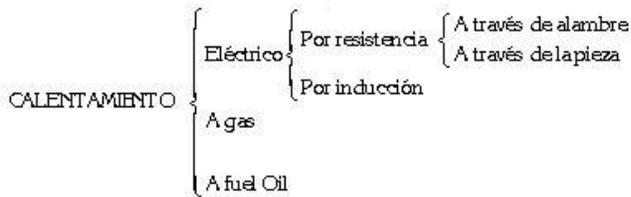
4.4.1 Tipos de hornos

Los hornos se pueden dividir en varios tipos según el criterio de clasificación que se adopte, a partir del procedimiento de calentamiento, por la atmósfera o por la solera del horno. Esquemáticamente puede hacerse la división siguiente:

- **Hornos según el tipo de calentamiento.** En esta clase de hornos el sistema de calentamiento que se acopla al horno depende de la temperatura a conseguir y ésta es función de la naturaleza del compacto a sinterizar. En la tabla 5.1 se indican las temperaturas y los tiempos de trabajo correspondientes a cada tipo de material.

TABLA 4.1. CONDICIONES DE SINTERIZACIÓN DE DIVERSOS MATERIALES METÁLICOS.

Material	Temperatura °C	Tiempo en minutos
Bronce	740 - 780	15
Cobre	750 - 1000	25
Latón	850 - 950	25
Hierro/acero	1100 - 1300	25
Níquel	1100	35
Ferritas	1400	60
Material pesado	1500	60
Metal duro	1200 - 1600	30
Molibdeno	2050	120
Tungsteno	2350	480
Tántalo	2400	480



El calentamiento por gas tiene como ventaja la economía y como inconveniente la dificultad del control de la temperatura. La temperatura alcanzada por el horno suele llegar a 1100 °C y por ello apenas se emplea este sistema de calentamiento para sinterizar. El método de calentamiento más utilizado para hornos de sinterizar es por el sistema de la resistencia eléctrica, que aprovecha el calor generado según la ley de Joule. La disposición de las resistencias da nombre a los hornos, que son de tipo mufla o caja. Los hornos tipo mufla tienen las resistencias enrolladas alrededor de la cavidad tubular que es la mufla; los hornos tipo caja tienen las resistencias instaladas a lo largo de las paredes interiores y por lo tanto en contacto con la atmósfera del horno.

El material de las resistencias suele ser nicrom (níquel 70%, cromo 30%), que alcanza temperaturas de 1100 °C, y aleación Kanthal o carburo de silicio, que

alcanza temperaturas algo superiores (1300 °C). Las resistencias de carburo de silicio tienen la ventaja de presentar una gran resistencia a los gases de la atmósfera y a la fluencia (creep), pero en contrapartida poseen el inconveniente, para los hornos discontinuos, de estar dotados de una gran velocidad de calentamiento. Para lograr temperaturas superiores se utilizan resistencias de molibdeno (1800 °C), de wolframio (2500 °C) y de grafito (2700°C). Para temperaturas aún mayores, se utilizan los hornos de inducción (3000 °C). Finalmente, otro método de calentamiento consiste en hacer pasar directamente la corriente eléctrica a través del componente a sinterizar. Es así, que se sinterizan los compactos de polvos de wolframio, de polvos de molibdeno y de polvos de tántalo.

El control de la temperatura de los hornos se realiza mediante termopares. Éstos consisten en varillas metálicas que tienen un extremo soldado y el otro unido a una unión fría conectada a un milivoltímetro. Se genera fuerza electromotriz por efecto Peltier y por efecto Thomson. Dado que el potencial es función de la temperatura a que se encuentra la unión soldada, la lectura de potencial se traduce fácilmente en temperatura.

- **Hornos según la atmósfera.** En los tratamientos térmicos se entiende por atmósfera la masa gaseosa encerrada dentro del horno, que está en contacto con las piezas a tratar. Las atmósferas pueden tener carácter neutro, oxidante o reductor. El papel desempeñado por la atmósfera controlada es doble. En efecto, por una parte evita que se produzcan reacciones perjudiciales, como son la oxidación y la descarburación de las piezas que se están tratando. Por otra parte, permite realizar las reacciones previstas, a saber, la reducción de óxidos superficiales y la eliminación de gases adsorbidos.

El vacío que se utiliza para sinterizar carburos cementados y aceros aleados, se consigue mediante bombas mecánicas y de difusión de aceite o mercurio.

Las atmósferas neutras de argón, helio y nitrógeno apenas se emplean, debido al precio de estos gases y a las trazas de oxígeno que suelen contener. Más interesantes son, desde el punto de vista pulvimetalurgico, las atmósferas carburantes o descarburantes obtenidas por combustión o disociación de mezclas de hidrocarburos (metano, propano, butano, gas natural) con aire. Éstas suelen contener N_2 , CO , H_2 , CO_2 y pequeñas cantidades de vapor de agua.

La composición de la atmósfera del horno depende del tipo de generador utilizado, que puede ser exotérmico o endotérmico. En el generador exotérmico se introducen hidrocarburos y aire seco y limpio, convenientemente dosificados; se queman en la cámara de combustión, se filtran y se separa el agua. El gas seco resultante se introduce al horno de sinterización.

La mezcla que se introduce al generador exotérmico es parecida a la que se inyecta en el endotérmico, pero el generador endotérmico no tiene quemador sino que los gases reaccionan entre sí en un catalizador calentado externamente.

Otra atmósfera que sirve para sinterizar es la que se obtiene por disociación del metanol a 300-350 °C en presencia de catalizador, o a 900-1000 °C en ausencia de éste, según la reacción



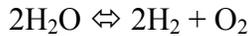
Al metanol se le suele añadir agua para evitar la reacción que tiene lugar entre 400 y 800 °C.

El control de la atmósfera se suele realizar analizando automáticamente mediante espectrofotometría de infrarrojos, las proporciones de algunos de los elementos de la reacción y midiendo el punto de rocío (presión de vapor de agua) en una celda de litio. Así se determina el potencial de carbono de la atmósfera.

Entre los gases del horno se puede suponer la reacción



El potencial de oxígeno se deduce conociendo la entalpía libre de formación del CO₂ y del H₂O y las constantes de equilibrio de las reacciones:



Es decir, la concentración en vapor de agua es inversa a la concentración en monóxido de carbono. Cuanto menor sea [H₂O], mayor será el poder descarburante de la atmósfera, lo que se mide con el punto de rocío, o sea la temperatura a la que se condensa el vapor de agua que hay en la atmósfera. Si hay mucha presión el vapor de agua condensará a una temperatura más elevada que si hay poca presión.

Los hornos de amoníaco disociado se emplean para sinterizar bronce. El catalizador es un conjunto de esferas de níquel a la temperatura de 500 °C y a la presión atmosférica. La composición del gas es 75% en H₂ y 25 % en N₂.

Señalemos para terminar que atmósferas más ricas en hidrógeno se obtienen descomponiendo electrolíticamente el agua y eliminando la humedad del hidrógeno formado.

- **Hornos según solera.** Los hornos más frecuentes son de tipo continuo y están equipados con una banda transportadora o algún otro medio mecánico de transporte automático de trabajo. Los hornos continuos para la producción de partes pulvimetalúrgicas, normalmente están compuestos de tres zonas:

1. Zona de precalentamiento.
2. Zona de calentamiento.
3. Zona de enfriamiento.

El compacto verde es colocado en una cinta transportadora y es movido lentamente a través del horno de sinterización. La temperatura dentro del horno

asciende lentamente en la zona de precalentamiento hasta alcanzar la temperatura real de sinterización. Permanece esencialmente constante durante el tiempo en la temperatura determinada, y luego prosigue a la zona de enfriamiento donde la caída en la temperatura de la pieza se controla.

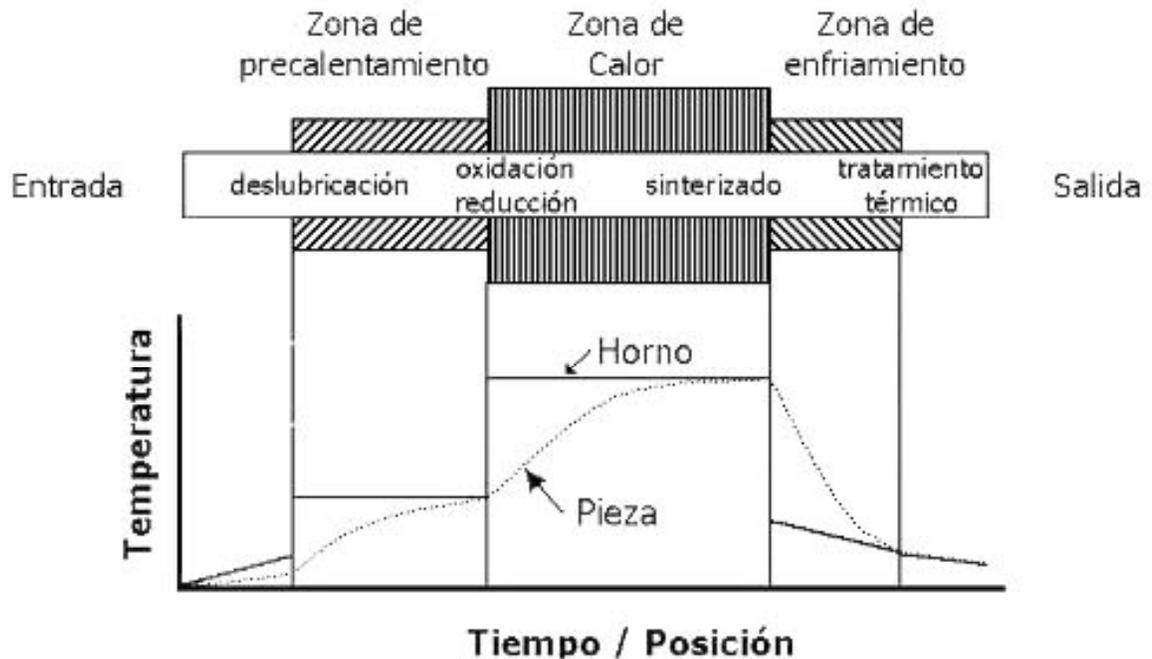


FIGURA 4.6. ZONAS DEL HORNO. (TOMADO DE GENERALIDADES DE LA METALURGIA DE POLVOS)

La temperatura de sinterización es conservada debajo del punto de fusión del metal. Alguno de los aditivos de aleación puede fundirse, lo cual resulta en sinterización con fase líquida. Típicamente el horno contiene una atmósfera protectora para impedir oxidación de alta temperatura de las piezas en la zona caliente, y para ayudar a reducir óxidos todavía presentes y/o producir reacciones químicas requeridas en la superficie.

A medida que las piezas viajan a través del horno, el ciclo de temperatura resulta en cambios en composición y micro estructura. En la zona de precalentamiento, el lubricante volatiliza, siendo arrastrado por el flujo de la atmósfera.

5 MODELOS Y MAPAS DE MOLIENDA

Como se menciona anteriormente, el aleado mecánico es una técnica en la cual están involucradas un gran número de variables independientes como interdependientes.

Como en otros procesos, en el modelamiento se tratan los factores más relevantes que permitan crear un herramienta capaz de evaluar unas condiciones y manifestar un estado.

En aleado mecánico, por ejemplo, si se puede predecir la naturaleza de una fase formada bajo unas condiciones determinadas, se puede considerar un modelo aceptable y exitoso.

5.1 ESTUDIOS DE MODELAMIENTO

El número de variables involucradas en el proceso de aleado mecánico es muy grande. Para una aleación particular las variables incluyen el tipo de molino, la velocidad de molienda, los medios moledores, la intensidad de molienda, el tiempo de molienda, la atmósfera, el agente controlador de proceso, etc.

Por otro lado, a escala local la naturaleza de impacto entre dos cuerpos moledores, la frecuencia de impacto, la cantidad de polvo durante una colisión puede variar de punto a punto. así, el modelamiento del proceso de aleado mecánico es una tarea difícil.

De los experimentos llevados a cabo hasta el momento, se ha intentado correlacionar la fase formada con los parámetros del proceso durante el proceso de molienda y se han creado mapas de molienda.

El primer intento para estimar el tiempo requerido para que ocurra el aleado mecánico fue realizado por Benjamin Volin [12]. Ellos sugieren que la rata de refinamiento estructural depende de la rata de entrada de energía mecánica al proceso y a la rata de endurecimiento por trabajo del material en proceso.

El modelamiento de aleado mecánico ha sido clasificado en dos categorías:

modelamiento local y global. Una colisión involucrando una cantidad determinada de polvo es considerado como un modelamiento local. El tipo de maquina, la frecuencia y velocidad de impacto son consideradas constantes. Con estas condiciones se calcula la deformación plástica de la partícula, el cambio de forma de la partícula, la probabilidad de que una partícula colisione y fracture.

En un modelamiento global se busca una frecuencia media efectiva de impacto, considerando la velocidad de colisión, frecuencias y el espesor de las partículas.

Aikin y Courtne [10] posteriormente desarrollaron una descripción fenomenológica del proceso basado en principios cinéticos. Usando estos modelos, los autores fueron capaces de estimar la deformación plástica, la rata de deformación, el aumento de la temperatura por la colisión, el endurecimiento de la partícula, la frecuencia de impacto y la velocidad.

Abdellaoui and Gaffet calcularon la velocidad de los medios moledores, la energía cinética por impacto, la frecuencia y potencia de choque para diferentes tipos de molinos.

TABLA 5.1 VRIABLES DE OPERACION DE ALGUNOS MOLINOS

PARAMETRO	ATRITOR	SPEX	PLANETARIO
VELOCIDAD DE LA BOLA (m/s)	0 – 0.8	< 3.9	2.5 – 4.0
ENERGIA CINETICA(J)	< 10	< 120	10 - 400
FRECUENCIA DE CHOQUE (Hz)	> 1000	200	100
POTENCIA POR IMPACTO(W/gr)	< 0.001	< 0.24	0.8

5.2 MAPAS DE MOLIENDA

Los estudios de modelamiento anteriormente mencionados no han predicho la fase formada bajo unas condiciones determinadas de molienda. La habilidad para

ser capaz de predecir la naturaleza de la fase formada es una gran ventaja en el diseño de la micro estructura y constitución de la aleación.

En todas las investigaciones el parámetro escogido para analizar y calcular es siempre comparado con la constitución de las fases experimentalmente obtenidas.

Abdellaoui y Gaffet [10], estudiaron el comportamiento de amorfización de $Ni_{10}Zr_7$ en diferentes tipos de molino y también evaluaron la potencia de choque que es transmitida al polvo. Basados en un tratamiento matemático ellos calcularon la frecuencia de choque y la potencia. Esto mostró que la inyección de potencia es el único parámetro físico gobernante durante la transformación de fase.

Para el compuesto inter metálico $Ni_{10}Zr_7$ prealeado, una fase amorfa homogénea fue obtenida solo cuando la inyección de potencia de choque estuvo en el rango de 0.4 a 0.8 W/gr, (Fig. 6.1)

Aunque la transformación de fase en polvos aleados mecánicamente ocurre

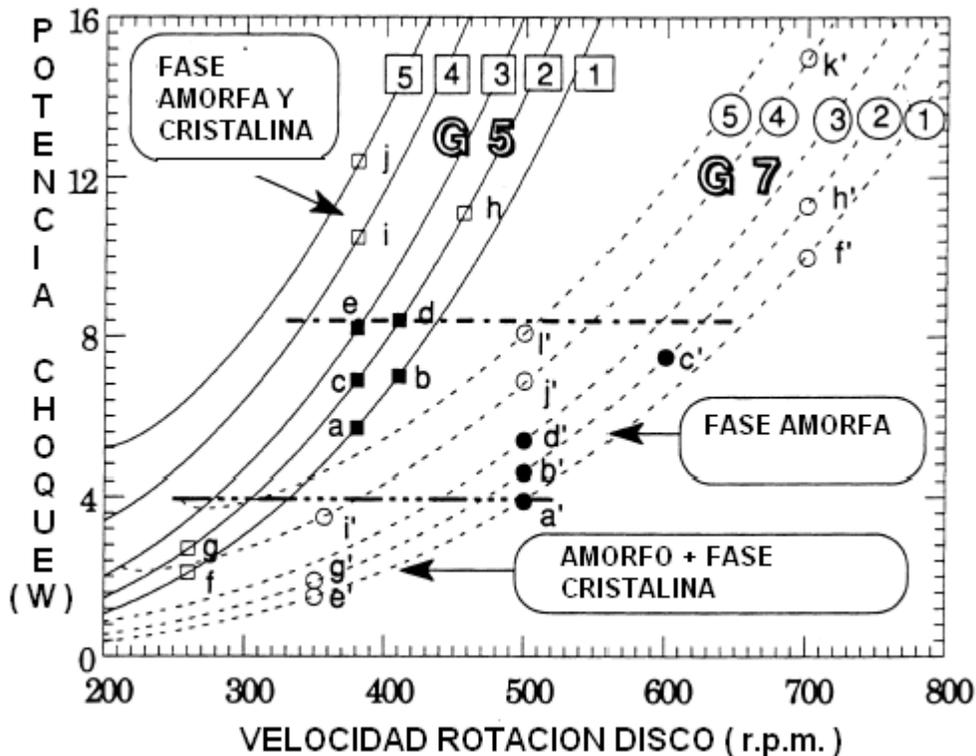


FIG 5.1 POTENCIA DE CHOQUE COMO FUNCIÓN DE LA VELOCIDAD DE ROTACION (TOMADO DE C. SURYANARAYANA)

debida a la energía transferida por los medios moledores al polvo, debe ser útil calcular la energía transferida. Esto por supuesto, depende del tipo de molino y de los parámetros de operación. Esto muestra que la energía disipada por colisión durante la molienda incrementa con el incremento de la velocidad de rotación y también con el incremento del tamaño de los medios moledores. Este cálculo asume que la colisión es perfectamente inelástica.

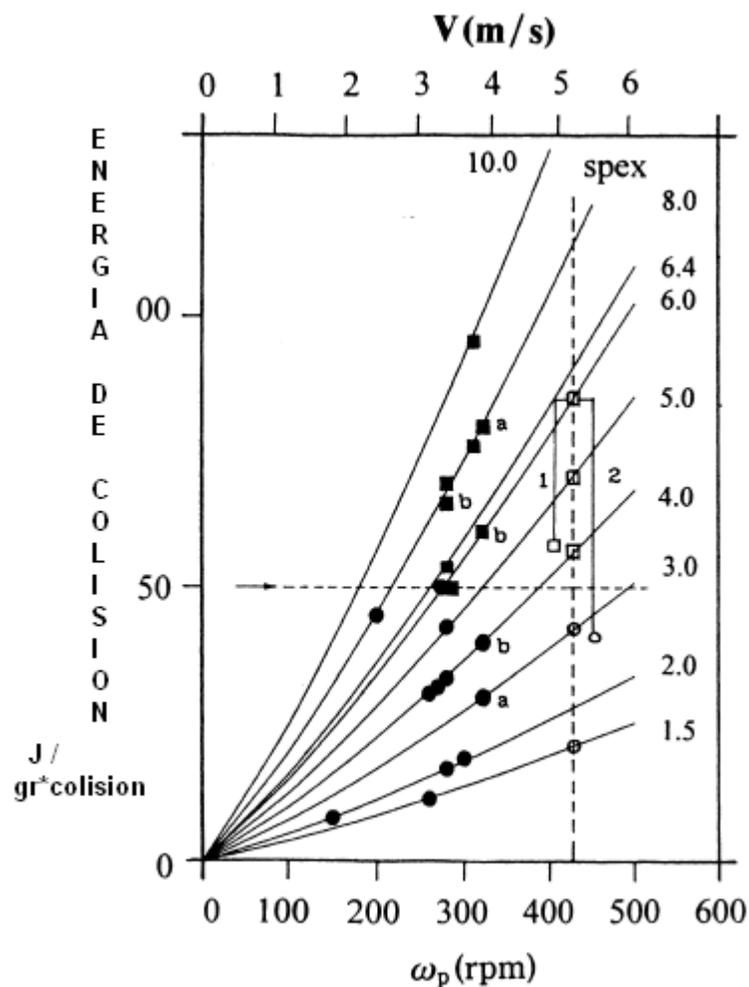


FIG 5.2 ENERGIA TRANSFERIDA POR COLISION Y POR UNIDAD DE MASA COMO FUNSION DE LA VELOCIDAD DE ROTACION EN UN SISTEMA Pd – 13.5% AT Si.

Un mapa de molienda describiendo las fases presentes en una mezcla de polvos de Ti – 33% at Al para diferentes tiempos de molienda y para diferentes valores de relación bolas / polvos es mostrado en la figura 6.3. Esto muestra que el tiempo requerido para la formación de una fase particular es mas corto para relaciones de bolas / polvos mas altos ya que hay mas traslado de energía mecánica por unidad de masa de polvo. Si lo que permanece constante es la relación de bolas / polvos, la secuencia de formación de una fase esta determinada por el tiempo de molienda.

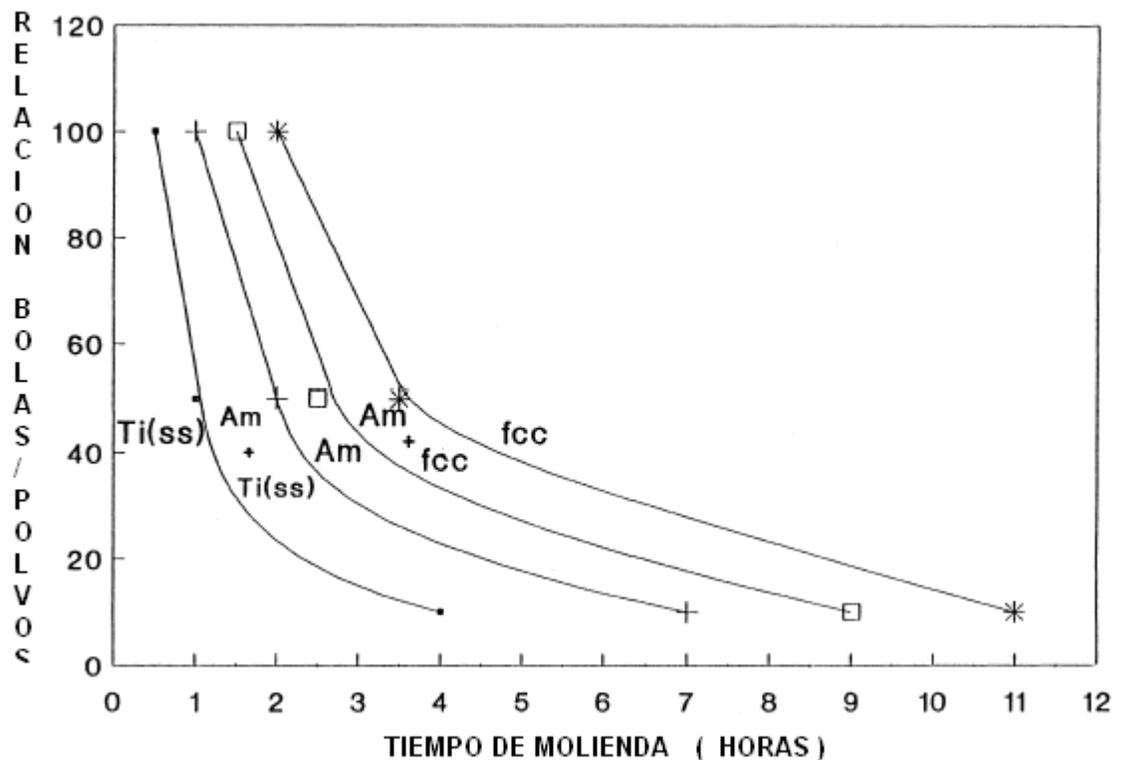


FIG 5.3 MAPA DE MOLIENDA PARA Ti – 33% at Al, RELACIONANDO EL BPR Y EL TIEMPO DE MOLIENDA CON LAS FASES FORMADAS. (TOMADO DE C SURYANARAYANA)

6. METODOLOGIA Y DESARROLLO EXPERIMENTAL

A continuación se describe las diferentes etapas que se desarrollaron junto con las variables tenidas en cuenta para la obtención de la aleación y la caracterización que se realizo.

Es importante destacar que el desarrollo experimental de esta exploración se ejecuto teniendo en cuenta la disponibilidad tanto de materia prima como de equipos en la universidad.

Por tal motivo el criterio para la elección de polvos de cobre y zinc esta asociado a la facilidad de producción de estos. En el caso del bronce se cuenta con polvos esféricos atomizados producto de una donación. Por ultimo la alumina que se tiene en el laboratorio de metalografía posee características de pureza y granulometría aptas para el proceso, razón por la cual fue el cerámico que se utilizo.

6.1 MATERIAS PRIMAS

El punto de partida del proceso de aleado mecánico son los polvos de los productos que se quieren tratar, que para nuestro caso son polvos de cobre, zinc, bronce y alúmina, además del líquido controlador de proceso y lubricante durante la compactación.

- Polvos de Cobre

Los polvos de cobre fueron elaborados en la Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales de la Universidad Industrial de Santander mediante técnicas electrolíticas, teniendo en cuenta las siguientes variables:

Electrolito:

concentración de cobre	30 – 40 gr./ Lt
concentración de ácido sulfúrico	100 – 120 gr./Lt

Corriente anódica: $0.430 - 0.550 \text{ A / cm}^2$, ánodos de cobre puro

Corriente catódica: $0.7 - 0.11 \text{ A / cm}^2$, cátodos de aluminio

Los polvos obtenidos por esta vía tienen forma dendrítica y una granulometría abajo de $63 \mu\text{m}$. con una densidad de 8.96 gr./cm^3 .

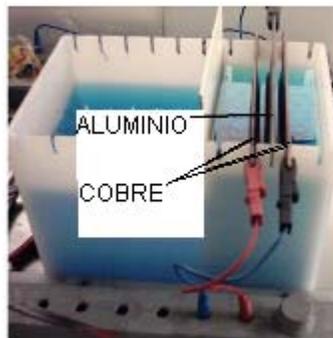


FIG 6.1 CELDA ELECTROLITICA PARA ELECTRODEPÒSICION DE COBRE (CORTESIA PLANTA DE ACEROS UIS)

- Polvos de Zinc

Los polvos de zinc igualmente fueron elaborados en la Escuela de Ingeniería Metalúrgica, mediante técnicas electrolíticas y bajo las siguientes condiciones de operación:

Electrolito:

Concentración de zinc	20 – 25 gr./Lt
Concentración de ácido sulfúrico	40 – 60 gr./Lt

Corriente anódica: 0.25 A / cm^2 , ánodos de zinc

Corriente catódica: 1.79 A / cm^2 , cátodos de aluminio

Los polvos obtenidos por esta vía tiene una forma dendrítica y su tamaño esta abajo de 100 micras.

- Polvos de alúmina

Los polvos de alúmina utilizados son los disponibles en el laboratorio de metalografía los cuales son producidos mediante el proceso Bayer y que tienen las siguientes propiedades:

Densidad 2.9 gr./cm³

Granulometría 0.05 μm

Estos datos están disponibles en las especificaciones que suministra el fabricante.

- Polvos de Bronce

Estos polvos se obtuvieron mediante la donación de la empresa Making Metals de Inglaterra, y que de acuerdo con el fabricante tiene las siguientes características:

Bronce 90/10 (90% Cu – 10% Sn)

Forma redondeada

Fueron producidos mediante el proceso de atomización

La granulometría es >250μ	0.1 %
>125μ	36.7%
>63μ	34.9%
<63μ	28.3%

Densidad 8.80 gr/cm³

- Agente controlador de proceso

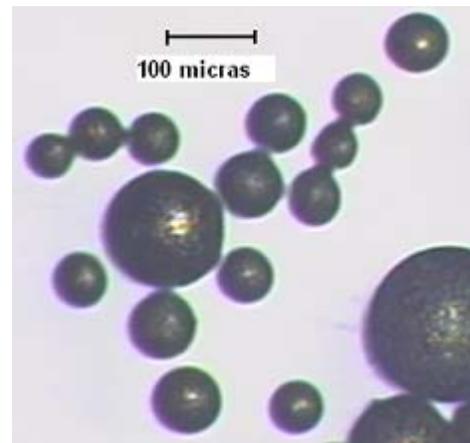
Para la etapa de molienda como se menciona anteriormente es necesario utilizar un agente controlador de proceso, que tiene como función activar la superficie de las partículas.

Para tal fin utilizaremos ceras orgánicas, que son estearato de zinc, ácido esteárico y Acrawax.

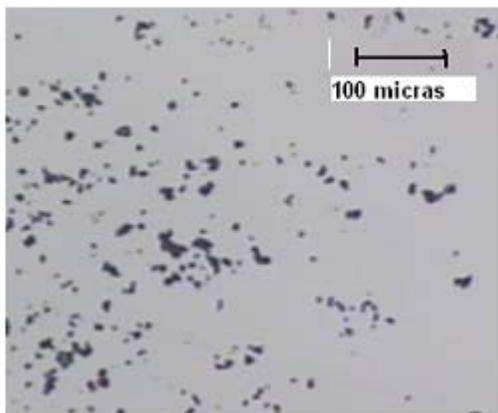
Estos compuestos pueden aportar carbono, su punto de fusión esta entre 300 y 450 C y el criterio para utilizar cada uno de estos lubricantes esta basado en la disponibilidad y necesidad.



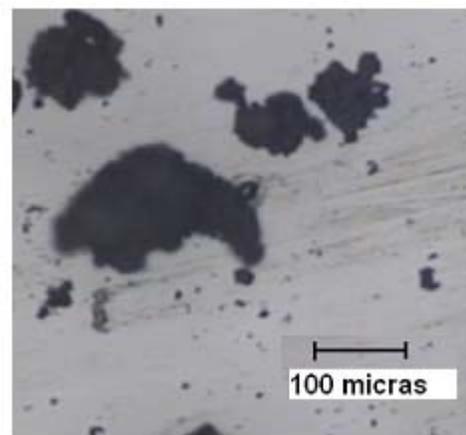
(a) 600x



(b) 150x



(c) 150x



(d) 150x

FIG 6.2 POLVOS METALICOS Y ALUMINA. (a) COBRE, (b) BRONCE, (c) ALUMINA, (d) ZINC

6.2 PREPARACION DE LA MEZCLA

En esta etapa se determina la cantidad de polvos de cada uno de los elementos que conformaran las aleaciones que se evaluaran, partiendo de que se trabajara con una capacidad media de molienda de 350 gramos. De igual forma adjudicaremos un nombre a cada una de estas aleaciones para la fácil identificación de posteriores pruebas.

- ✓ Bronce endurecido mediante dispersión con 4% en peso de alúmina :

Cantidad de polvos de bronce: 345.6 gr.

Cantidad de polvos de alúmina: 14.44 gr.

- ✓ Cobre endurecido mediante dispersión con 7% en peso de alúmina:

Cantidad de polvos de cobre: 233.64 gr.

Cantidad de polvos de alúmina: 16.35 gr.

- ✓ Cobre aleado con 20% en peso de Zinc:

Cantidad de polvos de cobre: 200 gr.

Cantidad de polvos de zinc: 50 gr.

Antes de introducir estos polvos dentro del molino Atritor, se debe realizar una homogenización en su distribución.

Esto se logra colocando los polvos en un recipiente cuidando de no llenarlo más allá del 40 – 50 % de su capacidad y posteriormente montarlo en un sistema rotatorio, en nuestro caso se adaptó a un molino en el laboratorio de procesos de minerales, y por último mantenerlo en rotación a 20 r.p.m. durante 30 min. a una hora.

6.3 MOLIENDA DE LOS POLVOS

La molienda se llevara a cabo en un molino de alta energía (Atritor), que fue elaborado por la Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales de

la Universidad Industrial de Santander, como proyecto de grado de dos estudiantes de ingeniería mecánica.

▪ Características del Molino:

Diámetro del molino:	10 cm
Capacidad:	1500 cm ³
Motor	1HP ; 60 Hz ; 3.6 – 1.75 A ; 220 – 440 V ; 1660 r.p.m.

Controlador de velocidad electrónico MICROMASTER 420 marca SIEMENS

▪ Condiciones de operación:

Relación de carga bolas / polvos:	10 : 1
Diámetro de bolas de molienda:	1/4 “ y 3/16”
Velocidad de molienda:	150 y 400 r.p.m.
Tiempo de molienda:	½ - 8 horas

Basados en experiencias anteriores, que concluyen con la obtención de óptimos resultados, se sugiere el siguiente procedimiento para la realización de la molienda:

- ✓ Antes de realizar cualquier molienda, se debe realizar una carga de limpieza tanto de las bolas como del vaso de molienda. Esta consiste en colocar dentro del vaso de molienda la carga de bolas a utilizar y el líquido de molienda. Se hace funcionar el Atritor durante aproximadamente una hora a 500 r.p.m. y luego se retira el contenido
- ✓ Vaciar el líquido de molienda en el vaso de molienda, hasta aproximadamente ¼ de su capacidad. Si el agente de molienda es sólido se recomienda introducirlo mezclado con los polvos.
- ✓ Realizar el ajuste del eje de molienda de modo que no quede en contacto con el fondo, pero cuidando que la distancia que los separe no sea suficiente para que los medios moledores queden atrapados allí.
- ✓ Iniciar el cargue de medios moledores alternativamente con los polvos a moler
- ✓ Realizar el cierre y sellamiento del molino.

✓ Si se realiza a molienda con atmósfera controlada tener en cuenta los caudales, al igual que los de refrigeración.

Finalmente concluida la molienda se procede a retirar el vaso de molienda y se vierte su contenido en un colador para separar los polvos de las bolas, que en el paso siguiente serán secados y consolidados.



FIG 6.3 VISTA FRONTAL MOLINO ATRITOR (CORTESIA GRUPO INVESTIGACION DE CORROSION UIS)

6.3.1 OPERACIÓN DE MOLIENDA

El criterio de selección de las diferentes variables que se tuvieron en cuenta para la molienda, están basados en trabajos que ya se realizaron.

Las condiciones a las cuales se opero se resumen en la tabla 6.1.

En cuanto a los líquidos controladores de proceso se utilizo el Acrawax para los Bronces debido a que ya vienen mezclados desde la fabrica en un porcentaje de 0.5% en peso.

TABLA 6.1 CONDICIONES DE OPERACIÓN DE MOLIENDA

	BRONCE 4% ALUMINA	COBRE 7% ALUMINA	COBRE 20% ZINC
CARGA DE POLVOS (gr.)	360	250	250
RELACION BOLAS / POLVOS	10 : 1	10 : 1	10 : 1
TIEMPO DE MOLIENDA	6 HORAS	½ HORA	8 HORAS
TAMAÑO BOLAS DE MOLIENDA	1 / 4" (70%) 3 / 16" (30%)	1 / 4" (70%) 3 / 16" (30%)	1 / 4" (70%) 3 / 16" (30%)
VELOCIDAD DE MOLIENDA (rpm)	400	150	400

Para el caso del latón y del cobre se utilizó estearato de zinc en la proporción de 1% respecto a la carga de polvos.

Después de los tiempos de molienda determinados se dispuso a retirar los polvos del contenedor haciendo pasar la mezcla por un tamiz para realizar la separación.

6.4 COMPACTACION

La etapa de compactación se llevo a cabo en la prensa hidráulica universal de ensayos marca TRABEL, ubicada en la escuela de Ingeniería Civil y que tiene una capacidad máxima de carga de 40 toneladas.

La matriz está fabricada en un acero para herramientas y el área de proyección perpendicular a la dirección de compactación es de 0.632 in² (4.077cm²).

La cantidad de polvos que se determino para compactar es de aproximadamente 15 gramos para obtener alrededor de 0.5 cm de altura en la probeta.

Teniendo como base igualmente trabajos realizados, las diferentes presiones que se manejaron para las diferentes mezclas fue de :

480.25MPa ; 600.31MPa ; 720.38Mpa ; 840.44Mpa.

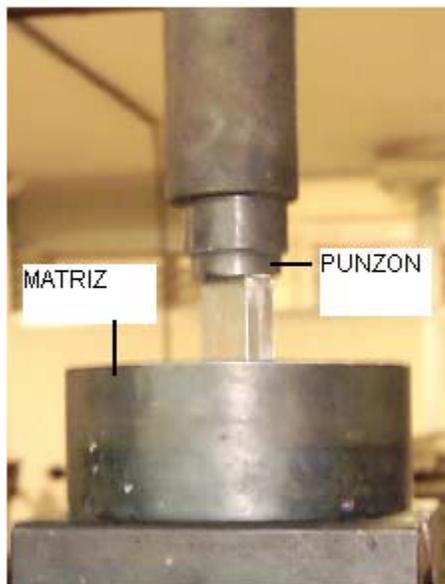


FIG 6.4 PROCESO DE COMPACTACION DE LOS POLVOS (CORTESIA ECUELA DE INGENIERIA CIVIL UIS)

6.5 SINTERIZACION

En esta etapa se trabaja con un tiempo de sostenimiento de sinterización de 1 hora, a una sola temperatura y atmósfera de nitrógeno con caudal de $200\text{cm}^3/\text{min}$. Esta temperatura fue tomada de la literatura, la cual es de $840\text{ }^\circ\text{C}$ tanto para el latón, el cobre y para el bronce. A $400\text{ }^\circ\text{C}$ se realiza un sostenimiento durante 30 minutos con aire para la deslubricación.

La operación se lleva a cabo en un horno de atmósfera controlada del Grupo de Investigación en Corrosión ubicado en la sede de guatiguara (Fig. 6.5). De acuerdo a la curva de calibración, la zona donde presenta mayores temperaturas tiene una capacidad de sinterizar 4 probetas. El ciclo de sinterización se describe en la figura 6.6, empezando con un calentamiento lento hasta $400\text{ }^\circ\text{C}$ con aire comprimido y sostenimiento durante 30 minutos, posteriormente se lleva a $840\text{ }^\circ\text{C}$ con atmósfera de nitrógeno y sostenimiento durante 1 hora. El enfriamiento se realiza lentamente con las piezas dentro del horno.



FIG 6.5 HORNO DE SINTERIZACION (CORTESIA GRUPO INVESTIGACION DE CORROSION UIS)

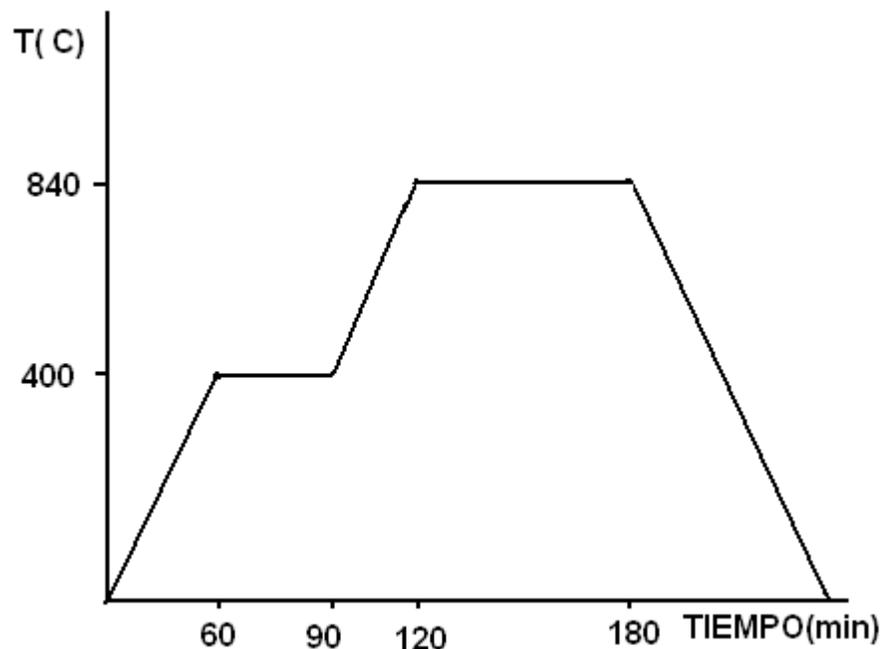


FIG 6.6 ESQUEMA DEL CICLO DE SINTERIZACION

7. RESULTADOS Y ANALISIS

7.1 DENSIDAD EN VERDE

TABLA 7.1 DENSIDADES EN VERDE

LATONES

ESFUERZO APLICADO (TSI)	VOLUMEN (cm ³)	PESO (gr)	DENSIDAD (gr/cm ³)	%DENSIDAD TEORICA
31.64	2.907	14.85	5.108	59.05
39.55	2.793	14.85	5.31	61.44
47.46	2.780	14.85	5.34	61.74
55.38	2.207	14.85	6.73	77.86

BRONCE 4% ALUMINA

31.64	2.405	14.85	6.17	71.31
39.55	2.302	14.85	6.44	74.57
47.46	2.272	14.85	6.52	75.43
55.38	2.248	14.85	6.60	76.33

COBRE 7% ALUMINA

31.64	2.655	14.85	5.593	62.43
39.55	2.522	14.85	5.887	65.71
47.46	2.220	14.85	6.689	74.65
55.38	2.180	14.85	6.811	76.01

7.2 DENSIDADES DESPUES DE SINTERIZADO

TABLA 7.2 DENSIDADES DESPUES DE SINTERIZADOS PARA MAXIMAS PRESIONES

LATON

VOLUMEN (cm ³)	PESO (gr)	DENSIDAD (gr/cm ³)	%DENSIDAD TEORICA
1.604	6.65	4.14	47.86
1.111	6.14	5.526	63.88
1.084	5.74	5.3	61.27

BRONCE 4% ALUMINA

1.140	5.78	5.07	57.61
1.257	6.55	5.21	59.20
1.242	6.8	5.47	62.15

COBRE 7% ALUMINA

2.178	13.36	6.134	68.45
2.177	13.25	6.089	67.75
2.179	13.37	6.138	68.50

7.3 DUREZA DESPUES DE SINTERIZACION

Debido a que se presentaron factores que no permiten una buena sinterización en algunas aleaciones como los bronce y como consecuencia no podemos medir un indicador que nos cuantifique la efectividad de la sinterización, se realizara una descripción para cada uno de los materiales.

- BRONCES

Los bronce presentaron un centro de color verdoso oscuro y en la periferia el inicio de una oxidación de un espesor aproximado de 1mm. El color puede estar relacionado con óxidos de contaminantes o a una mala deslucricación. Esto le confiere obstáculos a la sinterización y por tanto la resistencia es muy baja, hasta el punto de desintegrarse en partículas fácilmente.



FIG 7.1 PROBETA DE BRONCE CON CAPA DE OXIDO Y CENTRO SIN DESLUBRICAR

- LATON

En el caso de los latones se presenta una mejor calidad de las probetas por sus condiciones para la sinterización, además de destacar la formación de esta aleación por la vía del aleado mecánico como lo muestra la difracción de rayo X.

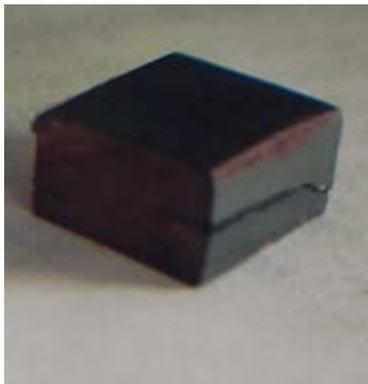


FIG 7.2 GRIETA LONGITUDINAL Y CAPA SUPERFICIAL DE COLOR AMARILLO

También se debe destacar la aparición de una grieta longitudinal en la etapa de compactación pero que con la sinterización se incremento en dimensiones. Por ultimo se nota capa superficial de oxido en el material.

- **COBRE 7% ALUMINA**

Presenta las mejores propiedades de compactibilidad, no presenta la grieta longitudinal, es bastante uniforme, con buenas propiedades, con una pequeña capa de oxido muy superficial y en algunas probetas se puede visualizar sin ningún equipo auxiliar, diminutas acumulaciones de alumina.



FIG 7.3 COBRE CON ALUMINA ALEADO MECANICAMENTE

En cuanto a la dureza de los materiales, el bronce fue imposible tomar datos ya que cuando se realizaba la aplicación de la carga, la pieza fracturaba. Por otro lado las durezas del latón y del cobre se presentan a continuación y fueron tomadas en la periferia y el centro de la probeta haciendo un corte transversal.

TABLA 7.3 DUREZA DEL LATON Y COBRE CON ALUMINA ALEADO MECANICAMENTE

MATERIAL	LATON	COBRE PURO	COBRE CON ALUMINA
DUREZA (HRH)	43 (S) [*]	35 (S)	93 (S)
	42(M) ^{**}	34 (M)	92 (M)
	41 (S)	32 (S)	93 (S)
PROMEDIO	42	33.6	92.6

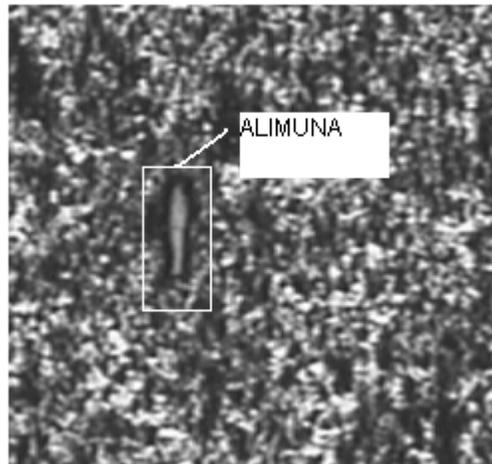
* Superficie , ** medio

7.4 METALOGRAFIA

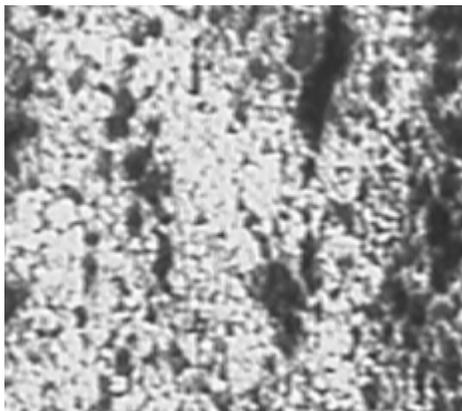
La metalografía se realizó siguiendo las mismas etapas que para los bronce y latones. Se pulió desde lija 180 hasta la 600, posteriormente se pulió en paño y utilizando alumina como abrasivo. El ataque se realizó con una solución alcohólica de cloruro de hierro.



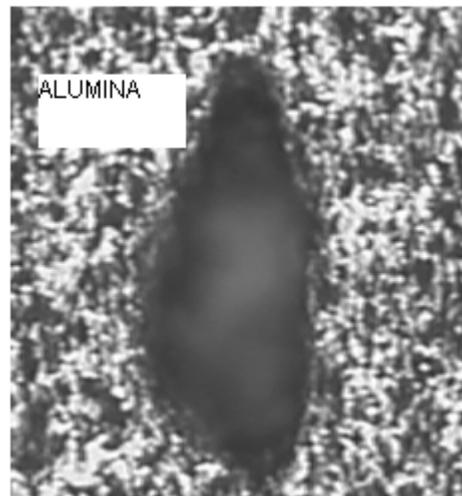
(a)



(b)



(c)



(d)

FIG 7.4 METALOGRAFIAS. (a) LATON, (b) COBRE – ALUMINA, (c) COBRE,(d) COBRE ALUMINA (10x)

7.5 ANALISIS DE RESULTADOS

7.5.1 DENSIDADES EN VERDE

Como se puede observar en las tablas de densidades en verde, los bronce fueron los que presentaron mayores densidades. Como después del aleado mecánico se encontraron partículas esféricas, esto lleva a que el empaquetamiento de las partículas sea mejor, ya que las partículas más finas ocupan espacios entre partículas esféricas.

Como las partículas esféricas y lisas presentan mayores resistencias a la compactación, se puede ver que las densidades son las mayores pero la diferencia varia muy poco con respecto al esfuerzo aplicado.

Como consecuencia de esto la compactación no fue muy buena en todo el sentido de la palabra, se hablaría mejor de un empaquetamiento bueno, y por lo tanto la resistencia en verde es muy baja, incluso el material es bastante friable.

La causa de la presencia de partículas esféricas es debida a que la molienda ya que por las condiciones de operación, que fueron en seco, se acumulo una pequeña cantidad de material que no entraba en la zona donde existía colisiones y por tanto no participaron de la facturación y deformación.

En el caso del latón y del cobre con alumina vemos una mejor compactación, esto teniendo en cuenta que los constituyentes son polvos irregulares y de tamaños finos. Estas características además de la clase de material que se trabaja, la ductilidad del cobre por ejemplo, le confieren una buena compactación y como se puede ver es bastante sensible el cambio de densidad a un cambio de esfuerzo.

La resistencia en verde es mucho mayor que las del bronce, esto debido a que los polvos irregulares y dúctiles permiten una mayor deformación aumentando así los puntos de contacto y creando un todo mas compacto.

7.5.2 SINTERIZACION Y DENSIDAD

Si tenemos en cuenta que la efectividad de la sinterización es directamente proporcional a la irregularidad de las partículas, a la finura y la pureza, las mejores

propiedades después de sinterizados las deben presentar el latón y el cobre con alumina.

Efectivamente se corrobora la teoría y se noto que las mejores propiedades las presentaron el latón y el cobre con alumina. La grieta en el latón se amplio debido a que en este lugar a pesar de la compactación no existió una unión íntima entre las partículas y posteriormente por efectos de dilatación térmica del material se amplio.

La aparición de ésta grieta la podemos relacionar con la disminución de la cantidad de lubricante como consecuencia del calentamiento durante la molienda debido a que se hizo a mayores revoluciones (400 rpm) y mayores tiempos de molienda, es decir con mayor entrega de energía. Mientras que en el cobre con alumina la energía entregada fue menor, razón por la cual el calentamiento es menor y por tanto la cantidad de lubricante no se modifico.

Otro factor que puede incidir en la formación de la grieta es la no uniformidad en el llenado de la cavidad de la matriz durante la compactación.

Para el caso de los bronce se tiene un primer factor que es la forma de la partícula, aparte de este factor que es uno de los mas importantes en la sinterización, presenta una contaminación significativa de hierro, que es quizás el mayor problema que afecto la sinterización de este material.

El descenso en densidad esta relacionada con el factor de deslubricacion en todos los materiales, pero en el caso de los bronce la contaminación puede intervenir en la medida de que se opone a que dos partículas se unan y por tanto se tiene solo un efecto de dilatación, creando así un aumento de volumen y no compactando.

7.5.3 METALOGRAFIA Y DUREZA

El procedimiento a seguir para realizar la metalografía fue el mismo que para el análisis de latones y bronce.

Para el caso del latón se observa un refinamiento de grano si se compara con el cobre puro, esto teniendo como punto de partida que la fase oscura, sin importar

lo que represente nos limita la fase metálica. Cualquiera que sea el motivo, estamos seguros que existe un límite de fase metálica en estos puntos, razón por la cual nos puede dar una idea del tamaño de grano, que naturalmente no será mayor que el impuesto por estos límites.

Si comparamos con el cobre puro se tiene un tamaño de grano menor en el latón y por lo tanto es un factor que aumenta las propiedades mecánicas como podemos observar el aumento en la dureza de aproximadamente 10 puntos en la escala HRH.

Por otro lado en el cobre con alumina tenemos un agente adicional que causa un aumento en las propiedades. Por tanto la parte oscura puede ser un hueco por deslubricación o prensado, una acumulación de alumina o la dispersión del cerámico en la matriz metálica. Igual, esto nos limita aun más la fase metálica a diferencia que algunas de esas fases oscuras son de alumina.

Lo anterior se puede constatar con el ascenso de la dureza que fue de 92.6 en escala HRH.

Si se compara con los otros dos materiales vemos que el efecto del cerámico fue efectivo aun respecto al cobre puro fundido que tiene una dureza de 45 HRF. Si miramos, el tamaño de grano no varía mucho con el del latón, razón por lo cual le podemos adjudicar el aumento de la dureza a la dispersión de la cerámica. Además se debe resaltar que estamos hablando en un material con estas propiedades pero con una disminución con respecto a la densidad teórica de aproximadamente 30%.

8. CONCLUSIONES

La técnica de aleado mecánico mostró ser efectiva para la elaboración de aleaciones como lo podemos ver en los análisis de difracción de rayos X , en la aleación Cobre – Zinc.

El cambio de forma de las partículas de bronce a causa de la molienda mecánica contribuye de manera significativa a una mejor aptitud a la compresibilidad.

El aumento en la dureza de la aleación cobre alumina nos indica que la dispersión del cerámico se realizo de una forma efectiva mediante la técnica de aleado mecánico.

Aparte de la dispersión de cerámicos y el aleado como tal, la técnica muestra un efecto combinado de refinamiento de tamaño de grano como se puede ver en las metalografías y comparando con el cobre puro sin moler, factor que se traduce en aumento de las propiedades mecánicas.

La aparición de ciertas acumulaciones de alumina en la matriz metálica están relacionadas con la operación de molienda en seco que combinada con la fuerza centrífuga de alta energía, hace que una pequeña cantidad de partículas permanezcan en las paredes durante el aleado mecánico y por tanto no participen en las colisiones.

Con respecto a la no deformación de algunas partículas de bronce también se le adjudica a la molienda en seco aparte del factor forma el cual afecta la efectividad de la colisión ya que puede ser eyectada más fácilmente. Esto conlleva a una mayor contaminación y problemas en la sinterización, por lo tanto no se pudo realizar metalografías ni pruebas de dureza

La presencia de óxidos en las aleaciones están relacionadas directamente con la atmósfera en la cual se llevo a cabo el aleado mecánico, factor que influye en las etapas posteriores de compactación y sinterización.

La formación de la grieta en el latón es debida a que el calentamiento por la molienda pudo evaporar lubricante y por tanto disminuye el efecto benéfico de este. Por otro lado, las condiciones de prensado obliga a que el llenado no sea uniforme y esto hace que la distribución de material no sea uniforme lo cual puede inducir formación de grietas.

9 RECOMENDACIONES

1. En la etapa de molienda se recomienda la utilización de cuerpos molidores más resistentes y densos, para disminuir la contaminación y aumentar la cantidad de energía entregada al sistema en cuestión.
2. En la etapa de compactación es bueno acondicionar el prensado de los polvos por doble punzonado, para así estar seguros de la uniformidad del llenado de la cavidad del molde y disminuir el riesgo de formación de grietas. Además la creación de una matriz cilíndrica que permita formar probetas para ensayo de tracción.
3. En la etapa de sinterización es bueno realizar un estudio que permita conocer las mejores condiciones para disminución del tiempo de residencia de los productos para llegar a las propiedades requeridas.
4. De manera mas general la recomendación es el estudio mas detallado y especifico de cada una de las etapas, para así visualizar el efecto de cada una de las variables y llevarlas a la aplicación de un material que se encuentre en nuestro entorno.

10. BIBLIOGRAFIA

American Society for Metals. Metals Handbook, " Powder Metallurgy" , vol 7, 1985, pag. 104 – 120, 710 – 720, 25 – 47, 52 – 56, 71- 74.

American Society for Metals. Metals Handbook, " Mechanical Alloying ", Vol 7, 1999.

J. S. Benjamin and T. E. Volin. " The mechanism of mechanical alloying". Metallurgical Transactions, Vol 1, No 8 Agosto 1974, pag. 1929.

J. S. Benjamin. " Dispersion Strengthened Superalloys by Mechanical alloying". Metallurgical Transactions, Vol 1, No 10, Octubre 1970, pag. 2943

K. M. Zwilsky and N. J. Grant. " Dispersión Strengthening in the copper – alumina system". Transactions of the metallurgical society of AIME , Vol 221, No 2, abril 1961 , pag. 371

Vergara Pérez Raymundo. " Molienda reactiva de aleaciones base cobre " Memoria para optar el título de ingeniero civil mecánico. Universidad de Chile. 2001

Guerra García José Ignacio. " deformación en Caliente de Aleaciones de Cobre Endurecidas por Dispersión". Universidad de Chile 2002. Pág. 15

R. Meyer. " Pulvimetalurgia " Universidad de Concepción, 1971, Pág. 17

"Metalurgia de Polvos " Universidad Politécnica de Madrid. 1971. pag. 40

C. Suryanarayana. " Mechanical alloying and milling ".Progress in Materials Science, 46 , 2001, pag. 15 – 130

García Sanguino José Luis y Gomes Mutis Vladimir. "Diseño y Construcción de un Atritor Prototipo para Aleado mecánico" Universidad Industrial de Santander, 2003, Pág. 81.

Suárez Quiroga Sandra y Pardilla Pineda Jan. " Generalidades de la Metalurgia de Polvos" Universidad Industrial de Santander, 2003, Pág. 109.

[www. UNION PROCESS. com](http://www.UNION PROCESS. com)

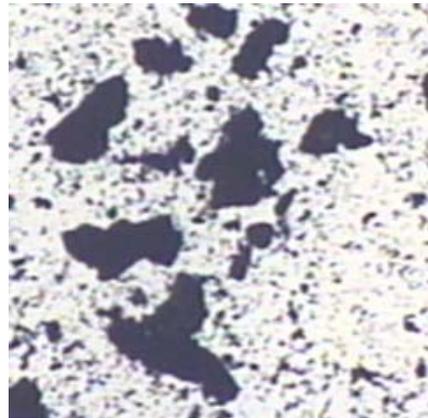
ANEXO A



PROBETAS DE BRONCE EN VERDE

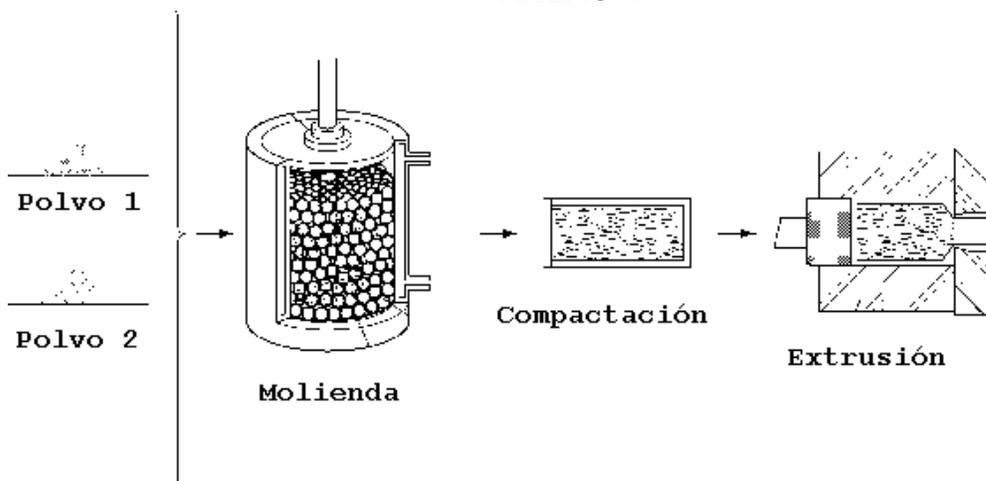


POLVOS DE BRONCE ANTES DE MOLIENDA



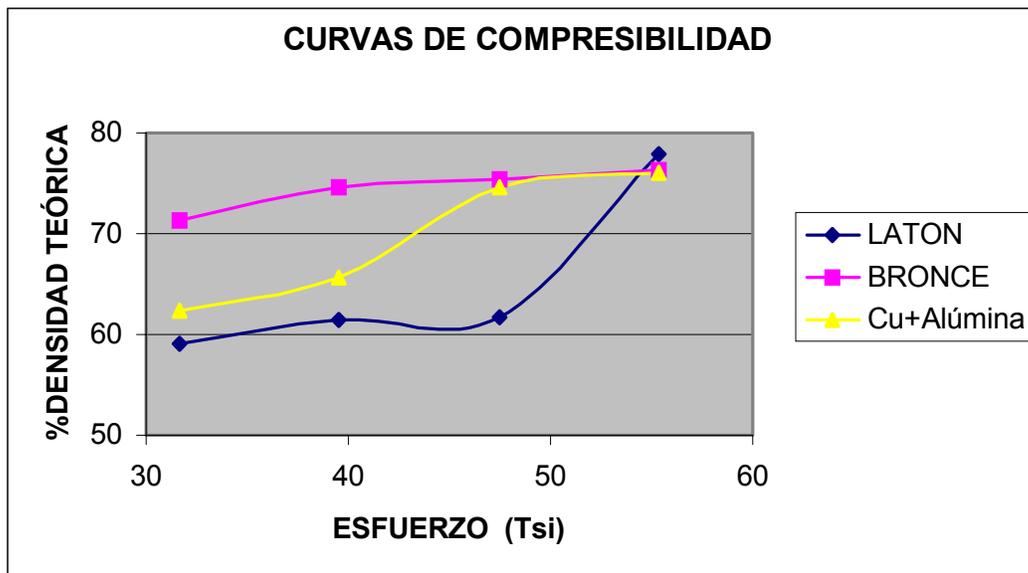
POLVOS DE BRONCE DESPUES DE MOLIENDA

ANEXO C

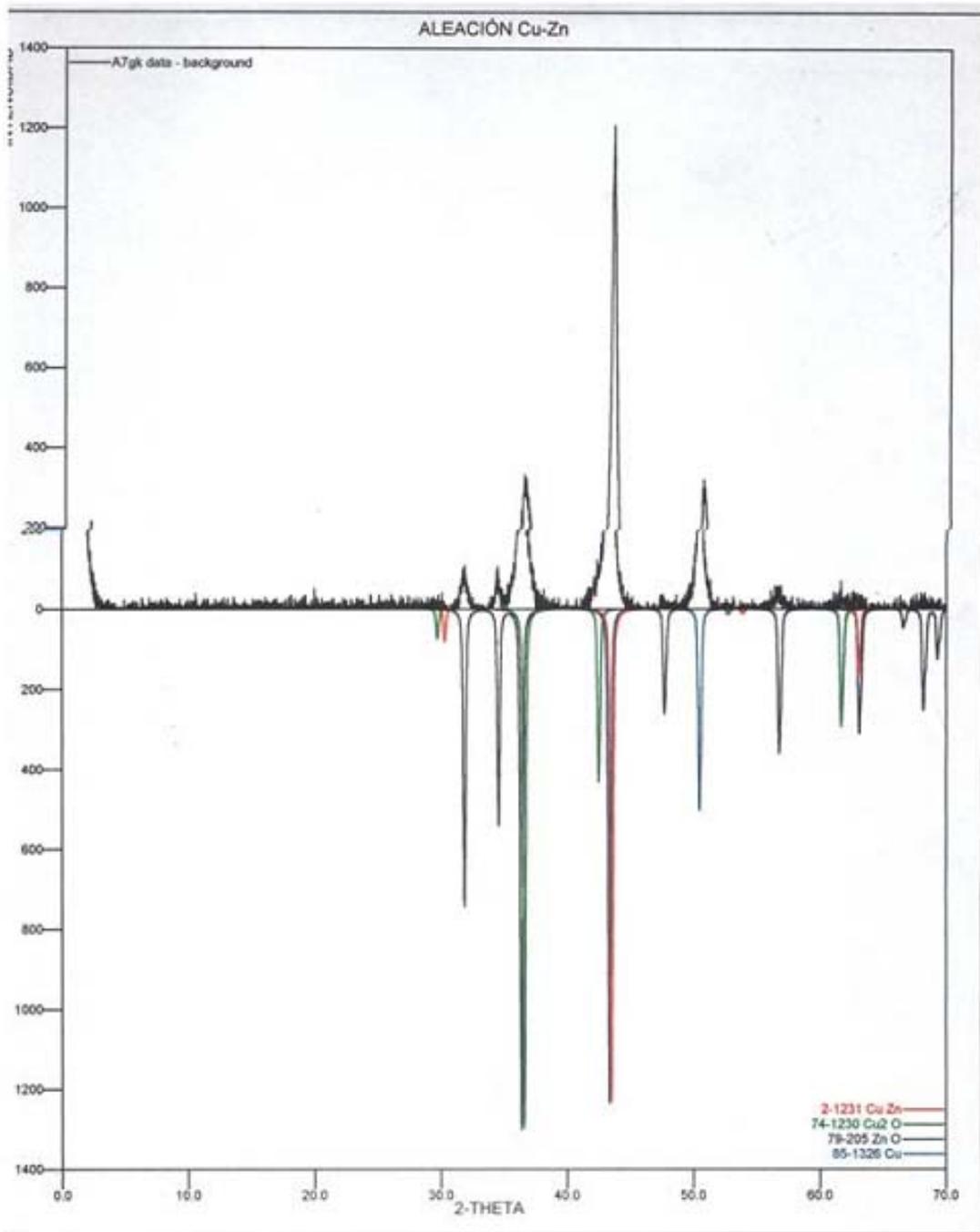


PROCESO DE ALEADO MECANICO

ANEXO D



CURVAS DE COMPRESIBILIDAD



ANEXO E