

308917
5
2y



UNIVERSIDAD PANAMERICANA

ESCUELA DE INGENIERIA

**CON ESTUDIOS INCORPORADOS A LA
UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO**

**ESTUDIO DEL COMPUESTO DE ZINALCO Y
ALUMINA CONFORMADO POR METALURGIA
DE POLVOS**

T E S I S

**QUE PARA OBTENER EL TITULO DE
INGENIERO MECANICO ELECTRICISTA**

AREA: INGENIERIA MECANICA

P R E S E N T A :

JESUS CARLOS BONEQUI OLVERA

REVISOR DE TESIS :

FIS. MARIANO ROMERO VALENZUELA

MEXICO, D. F.

1988

**TESIS CON
FALLA DE ORIGEN**

**TESIS CON
FALLA DE ORIGEN**



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

A mis padres:

**Jesús Bonequi Cunillé
Guadalupe Olvera de Bonequi**

Con mi mayor agradecimiento y respeto.

A mis hermanas

Diana y Bertha

A todos mis amigos

Quienes forman gran parte de mi vida

A mis profesores

Muy en especial al Dr. Gabriel Torres Villaseñor quien además de ser el director de ésta tesis, es una persona realmente interesada por mejorar y ayudar a mejorar a sus alumnos, muchas gracias por su apoyo, consejos y su amistad.

A la M. en C. Elizabeth Martínez F.

Gracias por la paciencia y las atenciones que tuviste conmigo, sin tu ayuda, la realización de esta tesis hubiera sido más difícil

Al Instituto de Investigación en Materiales de la Universidad Nacional Autónoma de México, por las facilidades que me otorgaron para la realización de este trabajo. Particularmente agradezco al Sr. Eduardo Caballero y a la I.Q. Leticia Baños.

ÍNDICE.

Introducción	1
Capítulo I: Antecedentes	2
1.1 ¿Por qué hacer materiales compuestos?.....	2
1.2 ¿Por qué se utiliza la metalurgia de polvos?.....	3
1.3 Uso del Zinalco	4
Capítulo II: Metalurgia de Polvos	6
2.1 Importancia de la metalurgia de polvos	6
2.2 Métodos de obtención de polvos	7
2.2.3 Atomización	8
2.2.4 Molienda	9
2.2.5 Reducción de óxidos	11
2.3 Propiedades de los polvos	12
2.3.4 Forma y densidad del polvo	12
2.3.5 Tamaño y distribución	13
2.4 Tamizado	13
2.5 Mezclado	14
2.6 Compactación	16
2.7 Sinterizado	19
2.7.1 Proceso	19
2.7.2 Microestructura	20
2.7.3 Cambios estructurales	21

Capítulo III: Método Experimental y Resultados.....	22
3.1 Introducción	22
3.2 Obtención de polvos	22
3.3 Mezcla	26
3.4 Compresión	28
3.5 Sinterizado de los compuestos	31
3.6 Medición de la dureza	32
3.7 Medición de la densidad	36
3.8 Microestructura del Zinalco por M/P	42
3.8.1 Microscopio electrónico de barrido	42
3.8.2 Preparación de muestras	43
3.8.3 Análisis de las fotografías del MEB	46
3.9 Análisis por difracción de Rayos X	49
3.9.1 Principios de la difracción por Rayos X	49
3.9.2 Análisis de los difractogramas	50
Capítulo IV: Discusión de resultados y conclusiones	54
4.1 Resultados	54
4.2 Sugerencias	57
Bibliografía	58

INTRODUCCIÓN

El Zinalco se está utilizando en la preparación de compuestos de interés industrial. Se ha probado ya la técnica de reovaciado para la preparación del compuestos Zinalco alúmina, y se demostró que esta técnica presenta la desventaja de que existe segregación en la cerámica, y los porcentajes de retención de la misma son mínimos, por lo tanto el compuesto resultante no tiene buenas propiedades físicas.

En este trabajo se propone la utilización de la metalurgia de polvos en la preparación de los compuestos Zinalco - alúmina, porque ésta ofrece la ventaja de que puede ser aceptada por la matriz metálica un porcentaje alto de la cerámica, y que la distribución de ésta sea más homogénea, con lo que se espera que las propiedades físicas sean mejoradas.

Esta tesis consta de cuatro capítulos: en el capítulo uno se hace la justificación del uso de los materiales compuestos del uso del Zinalco y del uso de la metalurgia de polvos.

En el capítulo dos se presenta un resumen del proceso de la metalurgia de polvos, explicando las variables que pueden afectar al producto final durante las diferentes etapas del proceso.

El capítulo tres describe los pasos que se siguieron para la fabricación de las muestras a estudiar.

Las conclusiones y resultados de la tesis se muestran en el capítulo cuatro, junto con las sugerencias para continuar esta tesis.

CAPÍTULO I ANTECEDENTES.

1. ¿ Por qué hacer materiales compuestos ?

La tecnología moderna requiere de materiales que normalmente no se encuentran en la naturaleza, cada vez más existe una demanda por productos que tengan mejores propiedades para aplicaciones específicas: un ejemplo común, es el caso de la industria de la construcción en donde se necesitan materiales con bajo peso y gran resistencia para la fabricación de estructuras. Esto ha llevado al desarrollo o mejora de aleaciones y materiales compuestos que cumplan con los requisitos que los diseñadores requieran.

Los materiales compuestos son productos que están formados por la aglomeración de diferentes partículas que forman un producto útil. El uso de los materiales compuestos no es nuevo, éstos han existido durante mucho tiempo, un ejemplo de esto es el concreto, en el cual la grava, arena, cemento portland y agua, están mezclados para formar un material de ingeniería.

La selección de los materiales compuestos se realiza generalmente cuando necesitamos de combinaciones inusuales de rigidez, peso, dureza, resistencia o conductividad. Los compuestos pueden ser metal - metal, metal - cerámica, cerámica - polímero, cerámica - cerámica, o polímero - polímero.

2. ¿ Por qué se utiliza la metalurgia de polvos ?

El uso de los materiales compuestos puede satisfacer las necesidades requeridas, pero el fabricarlos puede ser un obstáculo, porque en ocasiones el costo resulta ser muy elevado, la pieza a producir puede ser muy complicada o los materiales pueden ser incompatibles. Debido a que en ciertos casos los compuestos no pueden ser producidos por los métodos convencionales de fabricación, en muchas ocasiones se vuelven a tomar procedimientos de manufactura que habían caído en desuso, o de los cuales no se les había dado el impulso necesario para su evolución debido a su poca aplicación. Esto ha provocado un auge en el desarrollo de procesos, como en el caso de la metalurgia de polvos, la cual fue una de las primeras maneras de trabajar los metales, que durante mucho tiempo se perdió y que ha retomado fuerza como un proceso práctico.

La metalurgia de polvos es un método muy antiguo. Se tiene información de que fue utilizado por primera vez por los egipcios en el año 3000 A.C. para la fabricación de utensilios de hierro, esto sucedió antes de que la humanidad se acercara al punto de fusión del hierro.

El proceso de la metalurgia de polvos fue cayendo en desuso, debido sobre todo a la invención de otros métodos de manufactura más rápidos, pero a principios de siglo volvió a tomar fuerza, porque este procedimiento resultó ideal para la fabricación de los filamentos de la bombilla eléctrica, ya que éstos se elaboraban de carburo de tungsteno, el cual es un material frágil y muy poco maleable, que se rompía al tratar de laminarlo por los métodos tradicionales de fabricación. Así, a inicios del siglo 20, se ha retomado este método para su estudio y aplicación en la fabricación sobretodo de cojinetes y de filtros básicamente.

3. Uso del Zinalco.

El Zinalco es una aleación que fue desarrollada en el Instituto de Investigaciones en Materiales de la UNAM, como parte de un programa de sustitución de materiales de importación, para así evitar la dependencia que producen de los materiales extranjeros, e impedir que materias primas nacionales fueran desplazadas por el uso de otros materiales, como en el caso de los plásticos.

Este programa contemplaba la sustitución del aluminio, debido en gran parte a que en México no existe la bauxita, que es la materia prima para su elaboración, y a que las propiedades físicas y mecánicas que éste tiene, lo hacen un material imprescindible para la industria actual.

En un principio esta aleación fue diseñada para competir dentro de los usos que se le pueden dar al aluminio de la serie 6000, pero estudios posteriores han demostrado que esta nueva aleación tiene otras propiedades atractivas, que le pueden conducir a nuevas aplicaciones.

El Zinalco es básicamente una aleación eutectoide Zinc - Aluminio modificada con un poco de cobre, que llena el hueco existente entre dos materiales que tienen grandes aplicaciones industriales como son el aluminio y el hierro, lo que lo hace un material con muy buena resistencia mecánica, una alta resistencia a la corrosión y un peso específico intermedio. El uso del aluminio en la aleación fue para disminuir la densidad, y el del cobre, para ajustar sus propiedades mecánicas

Las pruebas a nivel laboratorio indicaban que el material podía utilizarse en todos los campos en que se utilizaba el aluminio, como la extrusión, la forja y el laminado, lo cual abría nuevos campos de aplicación del zinc no explotados a nivel nacional

En resumen, la importancia del Zinalco radica en la utilización de materias primas nacionales en un material novedoso, que llena el espacio vacío existente entre las propiedades del hierro y el aluminio, que son los materiales que tienen mayor aplicación a nivel industrial en México.

El Zinalco ofrece muchas posibilidades para trabajarlo por métodos aún no estudiados completamente, además de poder combinarlo con otros materiales para formar compuestos aún no caracterizados.

En este trabajo se continúa con la investigación de las propiedades de compuestos Zinalco - alúmina, que se habían preparado por el método de reovaciado, pero en esta ocasión se utilizó la metalurgia de polvos para su preparación ya que presenta ventajas como facilidad para combinar los compuestos, que pueden producir mejoras en la aceptación de la alúmina, así como una mejor distribución de la misma. Se han efectuado estudios previos sobre Zinalco preparado por metalurgia de polvos para caracterizar las propiedades del mismo y tener una referencia de los cambios que se presenten al formar los compuestos Zinalco - alúmina.

CAPÍTULO II METALURGIA DE POLVOS.

1. Importancia de la Metalurgia de Polvos

La metalurgia de polvos, o M/P como es denominada según la norma ASTM B243a, puede definirse como el método para producir objetos útiles, a partir de polvos de metal, sin llegar a fundirlos.

Existen diferentes razones por las cuales se fabrican piezas a partir de polvos. Una de las razones para la aplicación de esta técnica, es cuando la temperatura de fusión de la materia prima es muy alta, y por lo tanto muy poco práctica para producir las piezas. Este es el caso para la fabricación de filamentos de tungsteno de la bombilla eléctrica, ya que, aunque existen hornos que nos pueden proporcionar temperaturas que logren fundir el material, y crisoles que la puedan resistir, el lingote que se obtiene resulta ser muy frágil y difícil de manipular por medio de alguna técnica convencional.

Los factores económicos también son importantes, debido a que existen piezas que producidas por medio de la M/P resultan ser más baratas. Esto puede ser difícil de entender, debido a que la mayoría de los metales, en su forma natural, no tienen la forma de polvos, y tan sólo el proceso que se requiere para la pulverización, añade un gran costo al proceso. Aun así, cuando se utiliza la M/P, la pieza que se fabrica no requiere de un maquinado posterior, o en el peor de los casos, requiere de un maquinado menor. Si comparamos el proceso de M/P con un proceso tradicional, como el caso del hierro, que requiere de fundir la materia prima y refinarla por algún proceso de fabricación de acero para convertirla en lingotes, para que éstos después sean maquinados y convertidos en la pieza requerida, podemos notar que este método puede ser más barato. El análisis anterior no contempla todas las variables, podemos encontrar casos donde existan otras características. Un ejemplo, es el de los materiales no ferrosos, que tienen un bajo punto de fusión y que además pueden maquinarse

fácilmente. Esto ocasiona que la diferencia de costos, entre el proceso tradicional de trabajado de los lingotes con el de la M/P, no muestre una diferencia muy grande.

Existen casos en donde el material a producir requiere características muy especiales, como la porosidad del material en la fabricación de filtros o de cojinetes que necesiten estar siempre empapados en aceite. Es aquí donde la M/P es indispensable, pues la porosidad es una variable que se puede controlar fácilmente durante el proceso de producción.

2. Métodos de obtención de polvos.

El polvo, según la definición ISO 3252, es una partícula que no sobrepasa de 1 mm. de dimensión en cualquier dirección. La obtención de polvos siempre ha estado muy influenciada por el costo y la cantidad requerida de producto. Esta relación ha llevado al desarrollo de muchos procesos de producción de polvos. Los métodos de manufactura deben ser eficientes y los polvos deben poseer las propiedades físicas y químicas para la aplicación en diversos campos de la M/P.

Existe una relación entre el método específico de producción de polvo y las propiedades deseadas de los productos finales. Los procesos más comunes como la atomización, pulverización, reducción química, le dan al producto ciertas características importantes, como son el tamaño promedio, microestructura, composición química y distribución de tamaño.

2.1 Atomización

La atomización se puede definir simplemente como la ruptura de un líquido en pequeñas gotas que generalmente son menores a 150 micrómetros. Este es el método utilizado con mayor frecuencia para metales que tienen bajos puntos de fusión, como estaño, plomo, zinc y aluminio.

La atomización se subdivide, según sea la manera en que se rompa el líquido, en los siguientes procesos:

La atomización por agua es la técnica más usada en la M/P, debido a que de ella se obtienen polvos de forma irregular, que son los que mejores propiedades de compactación tienen. Hay en el mercado innumerables variaciones en el equipo usado, pero el proceso es básicamente el de fundir el metal en un horno, ya sea eléctrico, de arco, o de alta frecuencia, para después transportar el líquido a la boquilla del atomizador, donde es interceptado y desintegrado por el impacto de chorros de agua a alta presión. Las pequeñas gotas de metal se enfrían rápidamente y solidifican, mientras se depositan en la parte baja del tanque. El polvo es separado del agua por medio de filtración, en algunos casos de aspirado, o simplemente por decantación.

Generalmente se ocupan dos chorros de agua, localizados simétricamente a ambos lados del flujo del metal, y se sabe que a mayor volumen de agua, es mayor la irregularidad de el polvo. El ángulo en el que el agua golpea al metal, así como el volumen, la presión del agua, y la cantidad de flujo del metal, son de los factores que también tienen gran influencia en la partícula final. Los polvos producidos por este método, pueden llegar a formar una capa de óxido en la superficie de las partículas, lo que puede producir que las propiedades finales no sean las óptimas.

Existen muchos usos en donde polvos con formas irregulares son indeseados, es aquí donde el uso de la atomización por gas es necesaria. El principio es similar al de atomización por agua, pero en este caso, se usan chorros de gas. Debido a que al chocar el gas con el metal no existe un rango de enfriamiento tan rápido como con el agua, el enfriamiento es muy lento, lo que provoca que el polvo adquiera una forma esférica. Esto es, a menor velocidad de enfriamiento, se obtiene como resultado una partícula más regular, pero la forma final también depende de la tensión superficial del metal. Por ejemplo, el latón atomizado por gas, no tiene forma esférica.

En teoría cualquier gas es utilizado; el aire es utilizado para el aluminio, pero el nitrógeno se emplea cuando existe un problema de oxidación. También se puede utilizar el helio, debido a que tiene un mayor coeficiente de transferencia térmica.

El método de atomización por centrifugado se utiliza sobre todo cuando se requiere que el producto sea altamente reactivo y se necesita que se encuentre totalmente libre de impurezas; debido a esto todo el sistema se encuentra dentro de una cámara aislada. En el proceso el metal se funde por inducción magnética en vacío, o en una atmósfera inerte. Cuando el metal está fundido, un filamento cae sobre la superficie de un disco giratorio. El metal líquido es lanzado mecánicamente fuera de los bordes del disco en forma de pequeñas gotas, que se van solidificando en el camino al depósito final. El enfriamiento puede ser acelerado al rociar las partículas con el chorro de algún gas, por ejemplo helio.

El tamaño de la partícula decrece conforme se aumenta la velocidad rotatoria del disco.

La atomización por electrodo rotatorio es utilizada para producir polvos de metales. El proceso consiste en colocar una barra de metal para que su parte final sea fundida, mientras ésta gira alrededor de su eje longitudinal. El metal fundido generalmente por medio de un arco eléctrico es centrifugamente expulsado, y forma gotas que se solidifican en forma de partículas esféricas.

2.2 Molienda.

Proceso

La desintegración de un metal sólido en pequeños pedazos es una manera básica para la producción de polvos. Aun así, la molienda no ha sido de gran importancia para la producción de polvos, pero cada vez más se tiende a utilizarla comercialmente sobre

todo para materiales duros y polvos de óxidos. Usualmente ha sido utilizada para reducir el tamaño del polvo producido por otros métodos.

Existe una limitación importante para que este proceso se vuelva competitivo, esto se debe a que es muy difícil reproducir las propiedades del polvo que se obtiene por la molienda. Existe una gran diversidad en los equipos existentes para este proceso, pero uno de los más eficientes y de mayor estudio para la M/P, es el molino de bolas.

Las operaciones de molienda fracturan, deforman y trabajan en frío las partículas impactadas. El efecto específico depende de las propiedades físicas y químicas del polvo. Durante la molienda, existen cuatro tipos de fuerzas que actúan sobre las partículas: impacto, desmoronamiento, corte y compresión. El impacto es el choque instantáneo de un objeto con otro. Los dos objetos pueden estar moviéndose o uno de ellos puede encontrarse estacionario. El desmoronamiento es la producción de pequeñas rebabas cuando se frotan dos materiales. El corte consiste en fracturar partículas y casi siempre se encuentra combinado con otras fuerzas. La compresión es la aplicación lenta de una fuerza de presión a una partícula.

Todas las fuerzas antes mencionadas, permiten que el material original se despedace hasta convertirse en el polvo requerido.

Los principios y diseños que existen para la molienda, han sido obtenidos principalmente por métodos empíricos. Existe un mayor entendimiento del proceso de fractura y rompimiento de las partículas, cuando se trata de un material duro, que de uno frágil.

Aun así, se sabe que las variables que influyen en una molienda son el tiempo de proceso, la fuerza de impacto entre partículas, y más específicamente, en un molino de bolas, son el diámetro de las bolas y la frecuencia con que éstas se impactan.

No siempre la operación de molienda se utiliza para fabricación de polvos, existen otras razones para utilizarla, como son: cambiar la forma del polvo, aglomerar el polvo, alear mecánicamente compuestos, trabajar mecánicamente el material, y mezclar diferentes componentes en un material.

Aleaciones mecánicas

Como se menciona en el proceso, la molienda puede producir una aleación mecánica entre diferentes compuestos del material, esto debe ser cuidadosamente analizado, pues debido a ello pueden variar diferentes propiedades finales.

Por medio de la aleación mecánica, es posible formar mezclas verdaderas entre metales y óxidos de metales, los cuales no pueden ser formados termodinámicamente. La aleación mecánica ha sido aplicada satisfactoriamente a las superaleaciones. Ésta consiste en moler los polvos pequeños para después aplicarles simultáneamente, o en forma separada, presión y calor. El rango de deformación es muy alto. Durante la aleación mecánica el polvo del metal es sometido a repetitivas fracturas y soldaduras, lo que da como resultado una verdadera mezcla entre los constituyentes.

2.3. Reducción de óxidos

Este proceso se utiliza sobre todo para la producción de polvos de hierro, cobre, tungsteno y molibdeno.

El proceso consiste en obtener el polvo, a partir de los óxidos del material, quitando por medio de reacciones químicas el oxígeno, para que así quede el material pulverizado y puro. El proceso se basa en conocer perfectamente las condiciones de equilibrio para las reacciones usando hidrógeno, monóxido de carbono, o carbón como medio para la reducción.

La variable más importante en el proceso es la temperatura de reducción; normalmente a temperaturas bajas se obtienen polvos con poros pequeños, y al compactarse tienen mayores propiedades antes del sinterizado, mientras que a temperaturas altas, los polvos tienen poros más grandes y un tamaño más pequeño.

Una ventaja que tiene este proceso, es que a diferencia del atomizado, no produce una capa de óxido en la superficie, sino que los residuos de óxido que puedan quedar en el polvo, se encuentran dentro del mismo material.

3. Propiedades de los polvos

3.1 Forma y densidad del polvo.

Las formas de los polvos tienen una gran importancia debido sobre todo a que ésto determinará la forma en que éstos se empaquetan, y por lo tanto, en la densidad del producto. Existen diferentes tipos de formas de los granos del polvo, los más comunes han sido estandarizados en la norma 3252 ISO, donde se les dan nombres según sea su silueta como esféricos, granulares, irregulares, hojuelas, etc. Los polvos esféricos son los que presentan mayor densidad, y ésta disminuye según se incremente la irregularidad del grano. Existen dos maneras de expresar la densidad dentro de la M/P, la más común es la densidad aparente, que se define como la densidad del polvo expresada en gramos por centímetro cúbico de un volumen estándar de polvo puesto en un contenedor cilíndrico; la otra constituye en medir el volumen real del polvo, sin contar los huecos que puedan existir entre ellos, que da como resultado la densidad real del producto.

Otro factor que influye en las propiedades finales del producto, es el llamado factor de flujo, el cual es el tiempo que transcurre para que una cantidad determinada de polvo fluya a través de un orificio específico. Este factor es importante ya que a mayor factor de flujo, mejor será el empaquetamiento existente, lo que representa una mayor densidad del producto final.

3.2 Tamaño y distribución

El tamaño y su distribución contribuyen en gran medida a las propiedades finales que el producto tiene, por lo que es muy importante controlar estas variables para poder pronosticar las propiedades finales del mismo. A excepción del polvo con forma esférica, el tamaño del polvo resulta ser un poco engañoso, ya que será muy difícil obtener con exactitud el volumen que tienen los granos irregulares. Para la medición del tamaño y la distribución de tamaño, el método más utilizado es el de tamices, el cual consistirá en tamizar el polvo, por los diferentes tipos de malla, para controlar las variables.

4. Tamizado

Los diferentes métodos de producción de polvos, nos dan un rango muy amplio en la distribución del tamaño de las partículas, y debido a que las propiedades que se obtienen al final del proceso de M/P dependen de ello, es necesario controlarlas. La técnica más usada para control de la distribución del tamaño, es el tamizado.

El tamizado es un método mecánico de separar una mezcla de partículas en dos o más partes, de acuerdo a una malla que permite el paso a cierto rango de ellas. La malla deja pasar partículas con superficies inferiores a los poros de las mallas, reteniendo a las que tengan mayores.

El proceso básico consiste en pasar al material por mallas de diferentes tamaños para así poder controlar la distribución del tamaño de acuerdo con las características de la malla.

Las mallas están hechas de diferentes materiales, que pueden ser de alambre, seda, plásticos, etc. Las mallas de alambre son las más utilizadas para la M/P. Las mallas de alambres son identificadas por el número de líneas que existen entre el centro de cualquier alambre, hasta la longitud de 1 in (25 mm.).

En cuanto a la forma del mallado, esa puede ser cuadrada o de forma oblicua. La primera tiene la desventaja de que se pierde exactitud en el tamizado, cuando las partículas son redondas, pero es más fácil de limpiar cuando las partículas queden atrapadas.

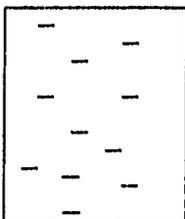
5. Mezclado

El mezclado sirve para homogeneizar el tamaño de las partículas o los componentes para el caso de un material compuesto, uno de los cuales puede ser el lubricante.

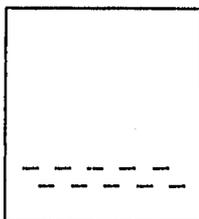
El grado en que se debe mezclar la muestra, depende del uso que se le quiera dar al producto, ya que propiedades como la densidad aparente, pueden ser modificadas ampliamente por él. En el mezclado se trata de lograr un mayor número de contactos entre partículas que no sean iguales. Un mezclado ideal sería el lograr que un máximo número de partículas diferentes, sean vecinas.

La mayoría de los equipos de mezclado logran que la distribución de partículas sea máxima, en un corto tiempo, y el continuar con la operación solo lograría incrementar la distribución muy poco. El grado de mezclado se incrementa al aumentar el contacto entre los diferentes elementos de la mezcla. Existen diferentes patrones de mezclado, de acuerdo como se acomoden las partículas. La figura muestra los patrones típicos.

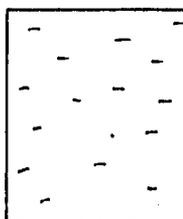
a) Ordenado



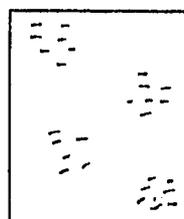
b) Aglomerado



c) Distribución Estadística



d) Segregado



Diferentes propiedades del polvo determinan la habilidad que tiene éste de mezclarse, pero una de las más importantes, es la capacidad que tenga de fluir, pues como se mencionó anteriormente, el añadir algún lubricante al polvo, puede cambiar totalmente el resultado final.

Del equipo que se utiliza para el mezclado, se puede decir que es muy variado, dependiendo de la aplicación que se quiera, ya que una cantidad muy grande de polvo puede cambiar totalmente la forma de lograrlo. Equipos como una mezcladora de paletas o vibratoria son los más utilizados en la industria, pero como se mencionó con anterioridad, se puede mezclar en un molino.

6. Compactación

Las dimensiones que obtiene el producto final, que son una de las partes más importantes en la M/P, dependen en mucho de la forma en que se compacta el polvo.

Las dimensiones son determinadas por la geometría de la herramienta y de la exactitud con que se colocan las piezas en la prensa; las dimensiones que se obtienen después del sinterizado dependen también de la densidad y de la uniformidad en la densidad del compactado. La uniformidad es una función del diseño de las herramientas, los movimientos en las prensas, así como de la forma en que se alimenta con el polvo la cavidad del dado y la velocidad del compactado.

Las herramientas que requiere este proceso son las siguientes: el dado, cuya cavidad tiene la forma del producto, y el punzón. Generalmente se utilizan dos punzones, uno superior que desciende dentro de la cavidad del dado, y uno inferior que cierra el fondo y que empuja al compactado del dado cuando se encuentra listo.

La habilidad para obtener una densidad uniforme satisfactoria determina a menudo la factibilidad de manufactura por M/P. La densidad final de las partes sinterizadas es inevitablemente menor que la densidad teórica del metal o de la aleación concerniente. A partir de esto es que se presenta el concepto de relación de densidad, que es el cociente de la densidad real con la teórica, que normalmente se expresa como un porcentaje de valores que se encuentran entre el 70 y el 90%. Cabe mencionar que a mayor relación de densidad, mayor es la dureza del producto, pero también es más caro el producirlo. La dureza también se puede aumentar por medio de algún tratamiento térmico. Otras propiedades mecánicas como la fatiga y la resistencia al impacto también aumentan a mayor relación de densidad. La relación de densidad es muy importante para el proceso de sinterización, porque a medida que aumenta ésta, es menor el cambio en las dimensiones finales.

El aumento de la relación de densidad no es sencillo. Si consideramos una masa de polvo dentro de un dado, y asumimos que la densidad de ella es uniforme, necesitaríamos también que la presión sea uniforme a lo largo de la masa para así lograr una densidad homogénea para el compuesto. Pero al compactar, sólo lo hacemos en una dirección, y como el polvo no tiene como los líquidos la capacidad de transmitir la presión aplicada uniformemente, la presión de la masa decrecerá a mayor distancia del punzón. En la práctica se recomienda que exista una relación 3 a

1 de diámetro contra longitud de la pieza fabricada. Existen otros factores que pueden aumentar la relación de densidad o densidad aparente, una de ellas consiste en el mezclar diferentes tamaños de partículas, ya que sólo utilizamos partículas de un tamaño, los espacios que existen entre ellas, quedaran vacíos, cosa que puede evitarse utilizando partículas más pequeñas que llenen aquellos espacios. Este efecto es más notorio cuando las partículas son esféricas y no existe gran superficie de contacto entre ellas, por lo que podemos decir que las mejores partículas son las de forma irregular. Otra variable que afecta considerablemente a la densidad, es la facilidad con que fluye el polvo, llamada razón de flujo, que depende del tamaño del polvo y de la rugosidad superficial, ya que a menor tamaño, menor será la facilidad de fluir.

Cuando el material sale del proceso de compactado, se dice que se encuentra en "condición verde". Cuando las piezas a producir son de una forma complicada, se vuelve más notoria la variación en la densidad; además de la distancia al punzón, la fricción del polvo con las paredes del dado, ocasionan un incremento en ella. Es aquí cuando entra la necesidad de lubricar el material, generalmente se hace mezclando una sustancia orgánica con los polvos, antes de someterlos a la compactación. Es usual utilizar una cera orgánica como lubricante. El lubricante que normalmente se encuentra de un 0,75 al 1% del peso del compuesto, ocupa un volumen considerable, lo que ocasiona un límite para aumentar la densidad que puede ser alcanzada. Una de las variables que puede afectar a la sinterización, es cuando existe la necesidad de utilizar algún lubricante, y se tiene que eliminar.

Las técnicas de compactación pueden clasificarse en dos tipos: técnicas de presión, como troquel, isoestática, formado de alta energía - rapidez, forjado, extrusión, vibratoria y continua, y técnicas sin presión, como proceso de suspensión, gravedad y continua.

El compactado por troquel es una técnica que consiste en llenar la cavidad del troquel con el polvo, para que después se le aplique una presión mediante el movimiento de punzones superior e inferior uno hacia el otro; una vez hecho esto, el comprimido verde es expulsado por medio de uno de los punzones. La aplicación de la presión es por medio de prensas, ya sean hidráulicas o mecánicas. Las primeras nos dan un rango de presiones mayores, pero a una velocidad relativamente lenta, a

comparación con las mecánicas, que son bastante más rápidas, pero nos proporcionan presiones más bajas.

En el compactado isoestático, la presión se aplica simultánea e igualmente en todas direcciones. El polvo se coloca en un molde de hule que se sumerge en un baño de líquido dentro de un recipiente de presión, de manera que el fluido pueda sujetarse a presiones altas. Como la presión se aplica uniformemente, es posible obtener una densidad verde muy uniforme. Este método es utilizado para materiales cerámicos más que para metales.

Las técnicas de alta energía y rapidez, son métodos que proporcionan altas presiones en corto tiempo, logrando así obtener mejores propiedades en los compuestos, pero con la gran desventaja de que hay poco control en las tolerancias, además de que las herramientas sufren un gran desgaste. Para obtener tan altas presiones se utilizan técnicas que pueden ser mecánicas, neumáticas o explosivas.

El compactado vibratorio es un método que aplica presión y vibración simultáneamente a una masa de polvo en un troquel rígido. Gracias a esto, se puede aplicar una presión más baja, que con una prensa convencional. El principal problema de este tipo de prensas se encuentra en el diseño del equipo para aplicar la vibración al herramental.

El proceso de deslizamiento se emplea mucho para cerámicos pero poco para metales. Este consiste en preparar un "patín" que contiene el polvo suspendido en un vehículo líquido y aditivos para evitar el asentamiento de las partículas. El patín luego se coloca en un molde hecho de material absorbente de fluidos para dar forma a la pieza.

Para obtener materiales porosos se utiliza el compactado por gravedad. Aquí el troquel que está fabricado con un material inerte, se llena con el polvo suelto, todo sin presión. Este proceso es utilizado comercialmente para la producción de filtros de M/P.

7. Sinterizado.

En general, el material al salir del compactado, tiene unas propiedades mecánicas muy bajas, y con frecuencia no son útiles para el trabajo requerido; debido a esto es necesario incrementarlas por medio del sinterizado.

7.1 Proceso

El proceso de sinterizado consiste en aumentar la temperatura del compuesto, para que, conforme el material se calienta, se produzca un enlace entre las partículas. El enlace incluye la difusión de átomos donde existe un contacto íntimo entre partículas adyacentes, que dan lugar al desarrollo de fronteras de grano. Esta etapa origina un incremento en resistencia y dureza. Durante la siguiente etapa, las áreas de enlace recientemente formadas llamadas "cuellos", crecen en tamaño, seguidas por un redondeamiento de los poros. La última etapa es el encogimiento del poro y su eventual eliminación, lo cual casi nunca se logra, debido a que esto se obtendría después de un tiempo que resulta poco práctico.

El sinterizado se efectúa generalmente en el rango entre 0,5 y 0,8 de la temperatura de fusión en Kelvin del material. Cuando el compactado tenga varios componentes, el sinterizado se efectúa en el rango anterior del constituyente que tenga el punto de fusión más alto, esto causa que en algunos casos la temperatura sea lo suficientemente alta para formar un constituyente líquido.

El sinterizado es esencialmente un proceso de enlazar cuerpos sólidos por fuerzas atómicas. Las fuerzas de sinterizado tienden a disminuir con el aumento de temperatura, pero todas las obstrucciones al sinterizado, como el contacto superficial

incompleto, la presencia de películas superficiales o la falta de plasticidad, disminuirán más rápidamente con el aumento de ella. Por lo tanto podemos concluir que el aumento de la temperatura tiende a favorecer el proceso de sinterizado. Cuanto mayor sea el tiempo de calentamiento o la temperatura, mayores serán el enlace entre la película y la resistencia tensil resultante. También es necesario mencionar que un calentamiento muy rápido puede llevar a distorsiones en el material, debido al diferencial de temperaturas.

La difusión se basa en la ley que dice que los sistemas siempre tienden a un estado de menor energía, y como las superficies libres tienen una energía asociada a ellas, una reducción en el área es la meta. Esto significa que en un material poroso, el material tenderá a unirse para formar una menor superficie libre, y reducir el tamaño de los poros, y por lo mismo tenderá a encogerse conforme la sinterización sea mejor. En casos en donde el sinterizado no es correcto, es fácil notarlo, puesto que los granos en lugar de crecer al unirse por difusión con otros granos, empiezan a adquirir una forma más esférica.

Cuando se usa algún tipo de cera orgánica para disminuir la fricción, es necesario someter a la pieza a un precalentamiento para eliminarla.

Los hornos que se utilizan para el sinterizado pueden ser de gas o eléctricos, pero deben de tener un control de temperatura muy exacto y una temperatura uniforme en él, para así minimizar las variaciones en las dimensiones finales. Para evitar la formación de películas superficiales, en muchos casos la sinterización se hace dentro de una atmósfera controlada.

7.2 Microestructura

Al examinar la microestructura del material en "condición verde", se puede observar la delineación de las partículas originales y de los poros. Dependiendo de la distribución del tamaño del polvo, con el cual fue producido el compactado, el polvo y los poros pueden tener amplias o pequeñas distribuciones en el tamaño. Si las partículas de polvo son policristalinas, pueden existir fronteras de grano dentro de las

mismas. Las partículas de polvos, dependiendo de la presión a la que fueron compactadas, pueden ser aplanadas o distorsionadas, dependiendo de la naturaleza del polvo y de la presión a la que fueron compactadas.

7.3 Cambios que ocurren durante el sinterizado.

El primer cambio que se puede notar durante el sinterizado es el incremento en la resistencia del material, lo que definitivamente es el principal objeto de este proceso, pero debido a esto, es que ocurren otros cambios que en algunas ocasiones puede ser contaproductivos. Una de las leyes de la naturaleza es la que dice que todos los sistemas tienden a un estado de menor energía, y como las superficies libres tienen energía asociada a ella, entonces se tenderá a una reducción en la superficie. Esto significa que en un material poroso, como en el caso de los materiales que obtenemos después de la compactación, los poros tenderán a reducir de número y a volverse de forma esférica, por lo que el material se encogerá y así se incrementará su densidad. Este incremento en la densidad es el que permite el incremento en la resistencia, pero también conduce al problema del cambio de dimensiones que surge en la pieza a sinterizar. Este problema de cambio de área puede ser previsto al diseñar los dados en donde se compacta la pieza con un poco más de dimensión, pero siempre existirá el problema de la consistencia que tenga el polvo con el que lo llenamos, por lo que se hace notar que controlar la distribución del tamaño del grano del polvo resulta ser muy importante, ya que a diferentes consistencias del polvo resultan diferentes cambios dimensionales.

CAPÍTULO III Método Experimental.

1. Introducción.

En este capítulo se muestran los métodos que se utilizaron durante el desarrollo del experimento, tanto para la preparación de las muestras, como para la determinación de las propiedades físicas y la microestructura.

Los compuestos que se estudian son de Zinalco pulverizado con 5, 10 y 20% en peso de alúmina, que fueron consolidados en una prensa a 5 Ton, y después sinterizadas a 200 °C en una atmósfera libre, considerando 4 diferentes periodos, que son: 10, 20, 40 y 80 Horas.

2. Obtención de polvo.

Para el proceso de obtención de polvo, se parte de limadura de Zinalco extruído en barras. Las barras que se limaron tenían perfil rectangular de 3.5 por 2 cm. y 8 cm. de largo. Para este proceso se utilizó una lima plana de tipo bastarda y se obtuvo aproximadamente un volumen de 280 cm³ de limadura.

Para obtener la limadura, la barra de Zinalco se puso en un tornillo de banco sobre un pedazo de tela, esto es debido a que al saltar la limadura, necesitamos atraparla por algún medio, y en este caso se utilizó una tela. Este proceso es lento y tiene muchas pérdidas, puesto que la limadura suele saltar en todas direcciones y sólo las que saltan con dirección horizontal se pueden atrapar en la tela.

La limadura que se obtiene mide más de 1 mm. de dimensión y no puede ser considerada como polvo (ver fotografía 1), ésta tiene una forma de viruta de aproximadamente .5 mm de longitud, por lo tanto, para reducirles el tamaño fueron posteriormente molidas en un molino de bolas del tipo vibratorio vertical de laboratorio marca Fritsch. En la fotografía No. 2, puede observarse que la limadura original fue reducida de tamaño a unas partículas de tipo hojuela que ya se le puede llamar polvo. El molino donde fue reducida de tamaño la limadura, es un recipiente cerrado, al cual se le aplica un movimiento vibratorio que provoca que una bola de ágata que se encuentra en el interior, golpee en todos sentidos las paredes del recipiente, provocando que se realice la molienda del producto introducido con anterioridad. El movimiento vibratorio se logra por medio de electromagnetos controlados electrónicamente, que se encuentran en la base del recipiente y que hacen vibrar el disco que está conectado al recipiente por medio de 3 resortes. Son transmitidas al plato 3000 vibraciones por minuto. La amplitud de la vibración puede ser controlada entre 0 y 3 mm. Durante la molienda se dejó la vibración en un valor de 1.6 mm.

Figura No. 1



Limadura de Zinalco
extruído. 2491,2492

Figura No. 2

350 X



Polvo obtenido a partir de
la limadura de Zinalco. 2500

El tiempo total de molienda fue de 160 h., pero no todo el material fue molido durante todo el tiempo, pues a diferentes tiempos se sacaba el polvo para tamizarlo y se volvía a llenar el molino con material que no había sido molido. Se obtuvo por este proceso un total de 120 gramos de Zinalco.

Durante este proceso de molienda, se observó que el material que se obtenía, iba adquiriendo un color más oscuro, pues al inicio de la molienda el polvo tiene el mismo color gris claro que tiene el Zinalco extruído (Ver fotografía 1), pero se vuelve más oscuro conforme aumenta el tiempo de molienda (Ver fotografía 2). Se planteó la hipótesis de que se estuviera oxidando el material, pero al hacer un estudio de Rayos X, se ve que realmente no se forma ningún óxido, sino que aparece una fase nueva, la cual probablemente se deba a la molienda, ya que como se mencionó en el capítulo anterior, la molienda puede provocar un cambio de forma. Este tema es explicado con más detalle dentro de la sección de análisis por Rayos X, en la cual se mostrará gráficamente cuál es la nueva fase que apareció durante el proceso de molienda.

Como se mencionó en el capítulo anterior, la distribución y tamaño de las partículas de polvo es una variable que hay que revisar cuidadosamente, ya que de estas características dependerán algunas propiedades finales del producto. En este experimento, para poder controlar la distribución de tamaño se utilizaron dos tamices del número 5844 que deja pasar partículas de hasta 0,09 mm., y del número 6684 para partículas hasta 0,04 mm. (según la norma DIN), así que tenemos una distribución de tamaño entre 0,09 y 0,04 mm. Esta distribución de tamaño podría parecer demasiado dispar, pero cabe mencionar que el empaquetado que se logra al comprimir la mezcla resulta ser mejor con una distribución de tamaño amplia, ya que partículas pequeñas quedan atrapadas entre las de mayor tamaño, reduciendo con esto los posibles huecos que se crearían al comprimir el compuesto.

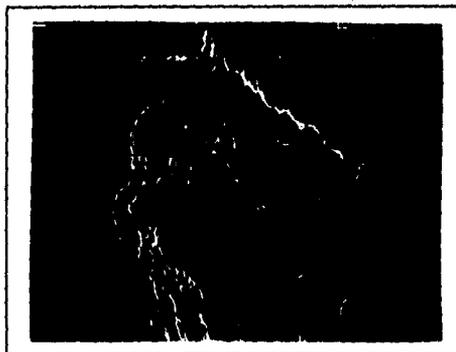
En cuanto a la forma del polvo, ésta resultó ser de forma angular, si observamos las fotografías que se tomaron por medio de microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido, se comprueba que el polvo final tiene una forma de hojuela, que es la forma típica angular que se forma al moler un material maleable.

La fotografía número 3 tomada por microscopía electrónica de barrido, muestra la forma típica que tiene el polvo obtenido por molienda en molino de bolas: es

importante observar que la partícula de polvo presenta unos surcos a lo largo de la misma.

Figura No. 3

750 X



Polvo de Zinalco obtenido por molienda.

La alúmina en polvo que se utilizó para los compuestos, es un polvo comercial de alúmina para metalografía con un tamaño de 0,05 mm. y de alta pureza. Pruebas de Rayos X que posteriormente se hicieron, nos dicen que esta alúmina tiene un patrón estructural que corresponde al de la alúmina gama. Para observar el tamaño y forma del polvo fue necesario dorar la alúmina, ya que ésta en su forma pura no conduce electricidad, y por lo tanto no puede ser fotografiada en el MEB, y si toman fotografías ópticas, éstas no logran tener un aumento suficiente como para lograrlo. La fotografía No 4. muestra los polvos de alúmina después de que éstos fueron dorados.

Figura No. 4

750 X



Polvo de alúmina dorada.

3. Mezcla.

Estudios anteriores sobre compuestos de Zinalco y alúmina, efectuados por medio de la técnica de reovaciado, lograron un máximo de aceptación de alúmina de un 5%, por lo que al producir nuevamente el compuesto, esta vez por medio de M/P, se trata de aumentar el porcentaje de retención de alúmina, para así revisar el efecto que produce sobre las propiedades mecánicas del mismo.

Durante el experimento, al tratar de homogeneizar la mezcla de polvos de Zinalco y alúmina, se presentaron diversos problemas por lo cual después de probar diversas metodologías, se establece el siguiente proceso que los elimina mayormente.

El primer paso es pesar los polvos de los componentes, en los porcentajes correspondientes para cada pastilla. En la siguiente tabla se muestran los porcentajes teóricos y reales para cada compuesto. Para esto se utiliza una balanza de precisión electrónica marca Precisa, que tiene un rango de operación que va desde .0001 a 200 g. Los valores que se manejan en el experimento, siempre se referirán al porcentaje teórico.

Tabla No. 1 Porcentajes reales y teóricos de las muestras utilizadas

Porcentaje de alúmina teórico	Alúmina (g)	Zinalco (g)	Porcentaje de alúmina real
5	0,4989	10,4501	4,5566
10	1,0987	9,9012	11,0966
20	1,8010	7,1994	20,0102

Debido a que conforme se aumenta el porcentaje de alúmina disminuye la densidad y aumenta el volumen de los polvos, es necesario variar el peso de las pastillas para que todo el material pueda entrar en la pastilladora.

Tabla No. 2 Peso de la muestra en gramos

Porcentaje de alumina	Peso de la pastilla (g)
5	2
10	2
20	1,6

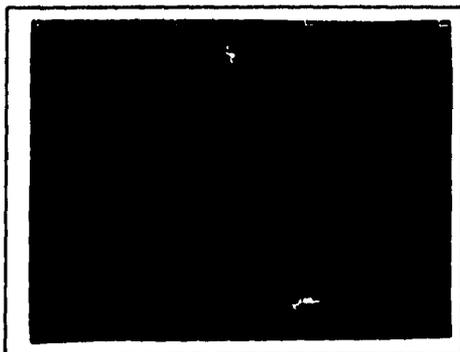
El segundo paso es mezclar manualmente los polvos de Zinalco y alumina, para así integrarlos, y evitar la posterior separación de los componentes durante la molienda, lo que provoca una dispersión en los valores de las propiedades físicas finales. Este mezclado manual hay que realizarlo hasta lograr una uniformidad en el color del compuesto.

El tercer paso es la mezcla del material en un molino de bolas durante un tiempo de 60 min. Este proceso es necesario realizarlo para lograr una mayor homogeneización.

Si se observa la fotografía No. 4 de polvo de Zinalco sin alumina, podemos notar fácilmente la presencia de surcos a la largo del mismo; en cambio, la siguiente secuencia de fotos muestra que la alumina añadida en la mezcla se integra a la partícula de Zinalco rellenando los huecos originales, y a medida que el porcentaje de alumina crece, la partícula adquiere una forma más lisa.

Aún con la integración de la alumina en los huecos de la partícula de Zinalco original, se observa también que existe una gran cantidad de alumina dispersa, que no se adhiere al Zinalco.

Figura No. 5 250 X



Polvos de Zinalco con 5 % de alumina.

Figura No. 6 250 X



Polvos de Zinalco con 10% de alumina.

Figura No. 7

250 X



Polvos de Zinalco con 20% de
alúmina

4. Compresión.

Para dar forma a la muestra, se utilizó una pastilladora de acero inoxidable que tiene las siguientes características: diámetro exterior 4 cm., diámetro interior 1.1 cm. y una longitud de 8 cm (Ver esquema 1).

Para el experimento se fabricaron 5 muestras de cada porcentaje, es decir, 15 en total, una para cada tiempo de sinterizado y otra para que quedara sin sinterizar como referencia. Para llenar la cavidad de la pastilladora, el material se surte inmediatamente después del pesado de la mezcla, para así minimizar pérdidas que pudieran existir durante el transporte o almacenaje del compuesto.

Estudios hechos con anterioridad sobre metalurgia de polvos de Zinalco ⁽²⁾ solo, demuestran que las mejores condiciones para comprimir es hacerlo durante 15 min. y 5 ton. de presión en atmósfera libre, así que se utilizaron las mismas condiciones para efectuar la compresión de los compuestos.

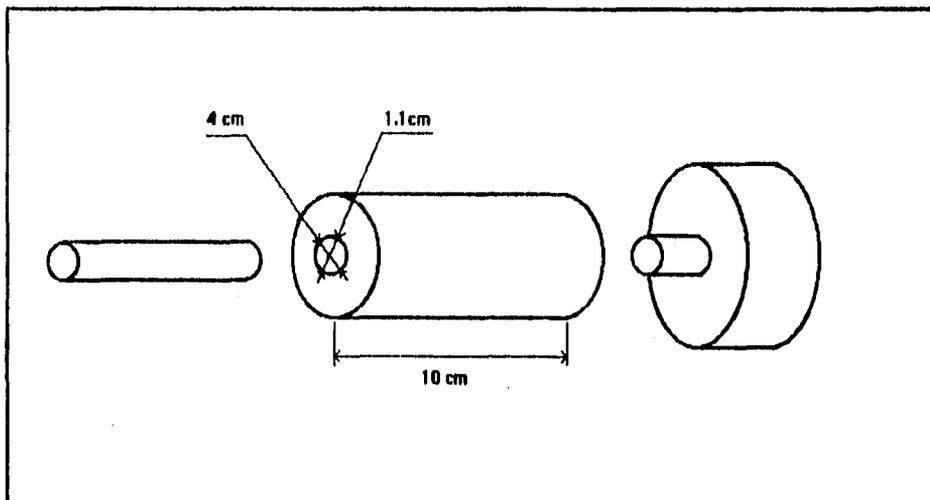
Durante la compresión hay que tomar en cuenta que los 15 min. que dura el proceso, son medidos a partir de que la presión se estabiliza, pues una vez alcanzada la presión de 5 ton. esta baja rápidamente debido a que el polvo se encuentra muy

disperso, y por lo tanto hay que subir la presión en varias ocasiones antes de que ésta se estabilice.

El largo de la pastilla variaba de acuerdo a los porcentajes de alúmina, ya que la de 20% resulta ser más larga que la de 5%. El diámetro se mantuvo constante en 1,038 cm. para todas las muestras.

Como se menciona en el capítulo anterior, la mejor manera de comprimir las muestras es usando una prensa bidireccional; en este caso se utilizó una prensa hidráulica horizontal unidireccional marca Ecko, que alcanza una presión máxima de 12 ton. Debido a que se utilizó una prensa unidireccional se observa que el lado en donde se recibe la presión tiene una porosidad mucho menor que el lado contrario, en donde no se recibe la fuerza, ya que éste presenta una aspecto rugoso.

Esquema No. 1



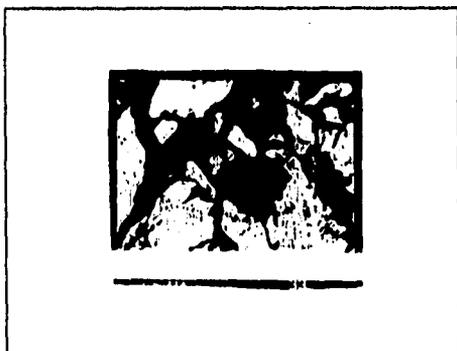
Pastilladora de Acero Inoxidable.

Para sacar la pastilla de la pastilladora es necesario aplicar presión por un extremo de ella, pues ésta se quedaba atorada dentro. Este problema puede ser reducido aplicando un lubricante en la pared de la pastilladora, para reducir la fricción que existe con el polvo.

Las fotografías 8 a 10 tomadas por microscopía óptica, muestran las diferentes maneras en que las partículas se acomodan al momento de la compresión. Podemos observar que en las fotografías con 5% de alúmina es relativamente fácil encontrar poros en el compuesto, y mientras que se aumenta el porcentaje de alúmina se forma una matriz oscura, que pudiera confundirse con un poro, en la cual se incrustan las partículas de alúmina.

Figura No. 8

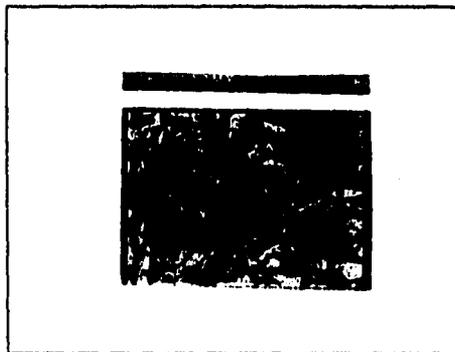
20 X



Zinalco con 5% de alúmina

Figura No. 9

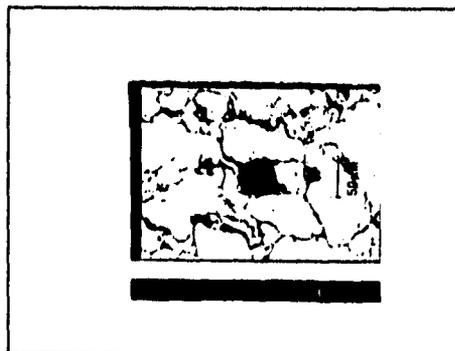
20 X



Zinalco con 10% de alúmina

Figura No. 10

20 X



Zinalco con 20% de alúmina

5. Sinterizado de los compuestos.

Para la sinterización del compuesto se utilizó una temperatura de 200 °C, aproximadamente igual a 0,6 T_f . Esta temperatura fue elegida debido a dos razones: la primera era debido a que para la sinterización no debe utilizarse una temperatura que fundiera el material, ya que de ser así el proceso no se consideraría como sinterización, y la temperatura elegida era menor que la temperatura de fusión del componente mayoritario (Zinalco), que es de aproximadamente 480 °C. La segunda razón es que existen estudios realizados con anterioridad de M/P de Zinalco puro, con los cuales me baso para comparar resultados.

La sinterización se efectúa en una atmósfera libre, en un horno eléctrico. Las pastillas fueron colocadas sobre recipientes de porcelana para poder manejarlos más fácilmente. Los tiempos de sinterizado fueron mayores a 10 h, puesto que se sabe que con un tiempo menor, no ocurren cambios considerables en los compuestos.

Las pastillas fueron sinterizadas de la siguiente manera:

Tabla No. 3 Tiempos de sinterizado de las muestras

Muestra	Porcentaje de alúmina	Tiempo de sinterizado (h)
5A	5	0
6A	5	10
7A	5	20
8A	5	80
9A	5	40
5B	10	0
6B	10	10
7B	10	20
8B	10	80
9B	10	40
5C	20	0
6C	20	10
7C	20	20
8C	20	80
9C	20	40

Una vez que se cumplió con el tiempo de sinterización, las piezas fueron sacadas inmediatamente y se dejaron enfriar a temperatura ambiente. Durante este proceso no se notó que existiera un rechazo de alúmina por parte del compuesto, a no ser por las pérdidas durante el manejo de los polvos, no existió mayor rechazo, como se pudiera esperar, debido a la incompatibilidad que habían mostrado los compuestos fabricados por otros métodos.

El análisis de los fenómenos que ocurrieron durante el sinterizado de los compuestos se deja para un inciso posterior, donde se revisan las fotos más representativas del experimento para analizar a su microestructura, y sólo al mencionar la dureza se hace la diferencia que existió antes y después de este proceso

6. Medición de la dureza

La dureza implica la resistencia a la deformación, en el caso de los metales, ésta es una medida de la resistencia a la deformación permanente o plástica. Existen varias teorías para la medición de la dureza, éstas pueden ser estáticas como Rockwell, Brinell, Knoop, Vickers o Dinámicas.

La prueba de Rockwell es una de las técnicas más utilizadas para medir dureza, ésta será usada por ser la más fácil de interpretar, y la que emplea el equipo más sencillo. El principio de la prueba de Rockwell, se basa en una relación inversa a la medición entre la profundidad a la cual un punzón penetra en el material, debido a una carga mayor, con la profundidad que inicialmente había producido una carga menor.

En el comienzo, una carga menor es aplicada y se establece un cero en la escala, después se aplica la carga mayor por un periodo, y se remueve, dejando la carga menor aplicada. El número de Rockwell que resulta, es la diferencia de la profundidad entre la aplicación de las 2 cargas. El uso de la carga menor es necesario, porque ayuda a la exactitud de la medición, ya que la carga pequeña rompe la rugosidad que pueda existir en el material. Los punzones que se utilizan pueden ser con la punta en forma de diamante o de esfera de 1/16, 1/8, 1/4 o 1/2 in. La carga que se utiliza depende si se utiliza Rockwell o Rockwell superficial, ya que el segundo necesita cargas menores a 3 Kg., mientras que el primero va desde 10, 60, 100 o 150 Kg. En cuanto a escalas, el valor de la dureza Rockwell es expresado como una combinación de un número de dureza y una escala que representa el punzón y las cargas. Existen 30 diferentes escalas definidas por la combinación de los punzones y las cargas aplicadas, para elegir la adecuada, depende del material con que se esté trabajando. En el caso del Zinalco, se utilizará la escala Rockwell F, que normalmente se utiliza para aleaciones de cobre y aluminio.

Una característica importante que debe cuidarse al momento de efectuar una medición de dureza, es el espesor, ya que éste debe ser cuando menos 10 veces mayor que la profundidad, a la cual el punzón va a penetrar, ya que de otra manera, el valor puede ser afectado por la dureza propia del aparato con que se esté realizando la medición. Existen tablas en donde nos indican el espesor del material, en este caso utilizando la escala Rockwell F, el espesor debe de ser mayor de 0,508 mm. Una vez determinado el espesor, se puede medir la dureza, teniendo cuidado de poner el punzón cerca de la orilla del material, ya que se puede doblar o fracturar, y si en la medición nos resulta un valor menor a 20, la escala debe cambiarse por una menor, ya que en esos valores no se encuentra calibrada.

Para la medición de la dureza se empleó un durómetro marca Misawaseki SeisaKushi, utilizando la escala de Rockwell F, que requiere de un peso de 60 Kg., y un punzón con punta de esfera de 1/16 in.

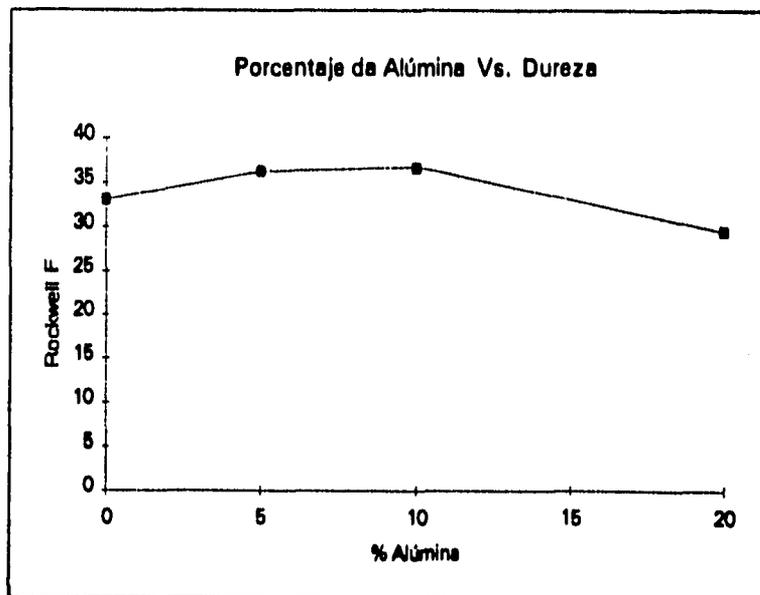
Los valores que se obtuvieron antes del sinterizado se pueden observar en la siguiente tabla:

Tabla No. 4 Dureza Rockwell en función del porcentaje de alúmina del compuesto sin sinterizar.

Muestra	Porcentaje de alúmina	Dureza Rockwell F*
5A	5	36
6A	5	36
7A	5	37
8A	5	36
9A	5	36,5
5B	10	38,5
6B	10	38
7B	10	37,5
8B	10	38,5
9B	10	35
5C	20	30,5
6C	20	28
7C	20	27,5
8C	20	31
9C	20	28.5
5R	0	33.1

(*) Los resultados de las durezas son un promedio de 2 mediciones que se tomaron en cada muestra, en la misma superficie.

Gráfica 1. Porcentaje de alúmina vs. Dureza Rockwell F sin sinterizar.



Medición de la dureza después de sinterizar.

Después del sinterizado se compara el incremento en la dureza que existió, debido a la consolidación de los polvos.

Los resultados se muestran en la tabla 5.

Tabla 5. Tiempo de Sinterizado vs. Dureza Rockwell F

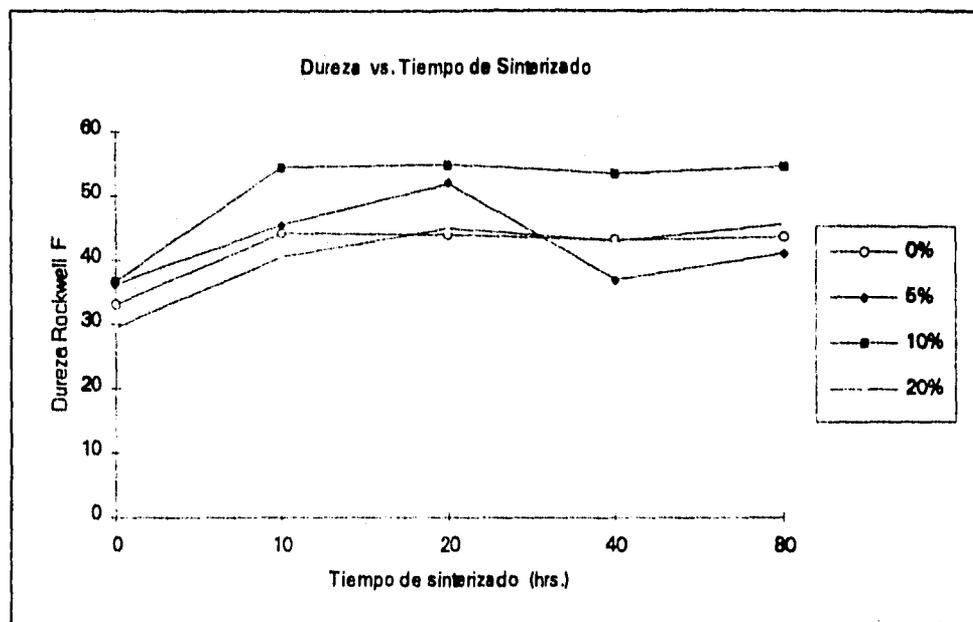
Muestra	Tiempo de Sinterizado (h.)	Dureza Rockwell F*
5A	0	36,3**
6A	10	45,5*
7A	20	52*
8A	80	41*
9A	40	37*
5B	0	36,7**
6B	10	54,5*
7B	20	55*
8B	80	54,5*
9B	40	53,5*
5C	0	29,5**
6C	10	40,5*
7C	20	45*
8C	80	45,5*
9C	40	43*
5R	0	33,1 ^r
6R	10	44,2 ^r
7R	20	44 ^r
8R	80	43,5 ^r
9R	40	43,2

(*) Los resultados son el promedio de dos medidas tomadas en la misma muestra.

(**) El resultado es el promedio de las cinco muestras antes de sinterizar.

(r) Los resultados fueron obtenidos por estudios hechos con anterioridad en Metalurgia de Zinalco Puro por M. Elizabeth Marínez

Gráfica 2. Dureza Rockwell F. contra Tiempo de Sinterizado.



7. Medición de la densidad.

Para medir la densidad de los compuestos, se utilizaron dos métodos para medir el volumen. El primero fue el medir las dimensiones por medio de un vernier, el segundo se utilizó un multiplicómetro de gases marca Quanta Chrome.

El Multiplicómetro de gases, es un instrumento diseñado para medir el volumen real de un polvo o un sólido. La técnica emplea el principio de Arquímedes del desplazamiento de los fluidos, para determinar el volumen. El fluido desplazado es un gas que penetra en los poros mas finos para asegurar una máxima exactitud; por esta razón, es que se utiliza helio, debido a su pequeña dimensión atómica, que garantiza la penetración en poros de 1 Å, y también por su comportamiento como gas ideal. El multiplicómetro determina la densidad de un sólido o un polvo, midiendo la diferencia de presión, cuando una cantidad conocida de helio a presión fluye a través de un

volumen de referencia dentro de un recipiente que contiene el sólido o el polvo. El volumen de referencia se presuriza a aproximadamente 17 psi, el valor exacto será medido en la carátula del aparato, y será sustituido por P_1 en la ecuación siguiente:

$$V_p = V_c - V_r * (P_1 * P_2 - 1)$$

Donde V_p es el volumen real del sólido o polvo, V_r es el valor de referencia que es dado cuando se calibra el aparato, que en este caso es 6.46, V_c también se da cuando se calibra el instrumento, y es 12.83. Por último P_2 es el otro valor que se lee en la carátula después de medir la presión de referencia.

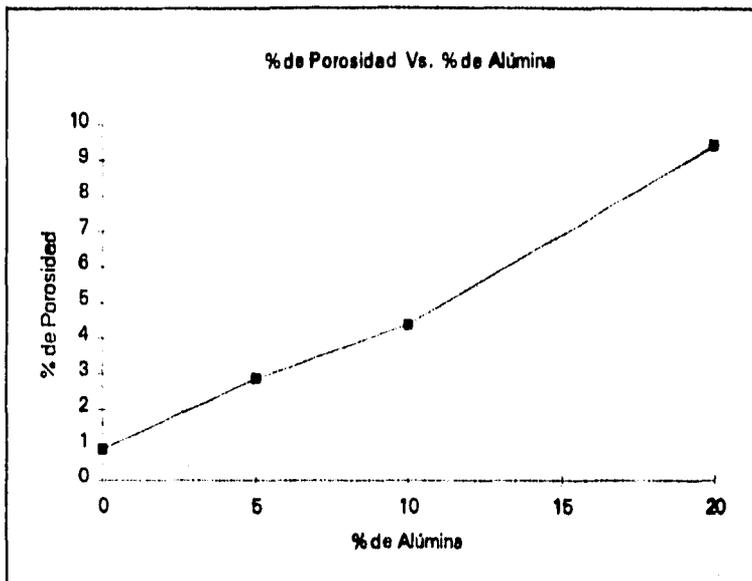
Para el pesado de la pastilla, se utilizó la misma balanza de presión empleada para la medición de los polvos. Se hace notar que como la medición de la dureza provoca que en la pastilla aparezca un cráter causado por el punzón, ésta tuvo que ser lijada y pulida de nuevo, para que la medición por medio del vernier fuera más exacta. Las mediciones que se obtuvieron fueron las siguientes:

Tabla 6. Densidades y porosidades antes de sinterizar (reales y aparentes).

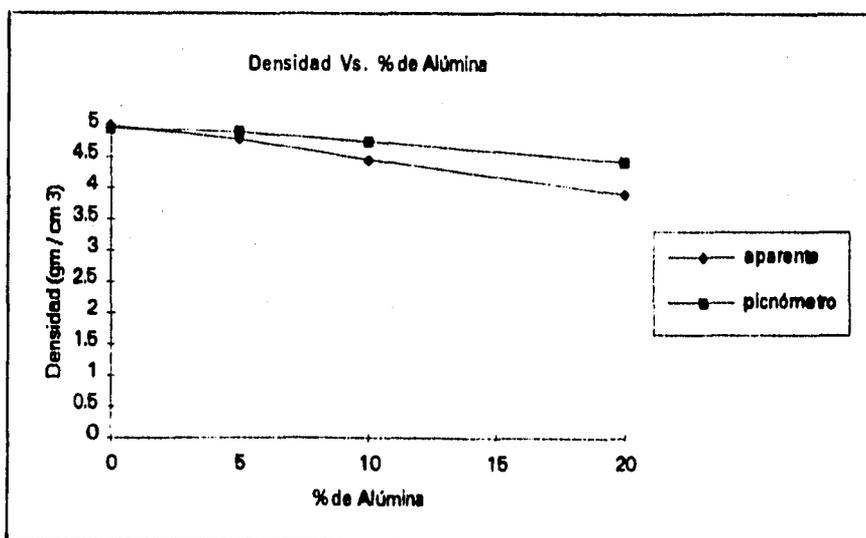
Muestra	Masa (g)	V_p (cm ³)	V_a (cm ³)	D_p (g/cm ³)	D_a (g/cm ³)	Porosidad (%)	Porosidad (g/cm ³)
5A	1,9250	0,3955	0,4045	4,8673	4,7590	2,2251	0,1083
6A	1,9100	0,4158	0,4020	4,5935	4,7512	3,4331	0,1577
7A	1,9800	0,4013	0,4146	4,9340	4,7757	3,2084	0,1583
8A	2,0026	0,4064	0,4189	4,9277	4,7806	2,9852	0,1471
9A	1,9852	0,4029	0,4130	4,9273	4,8067	2,4476	0,1206
5B	2,0041	0,4252	0,4485	4,7133	4,4685	5,1938	0,2448
6B	1,9846	0,4322	0,4451	4,5919	4,4588	2,8986	0,1331
7B	1,9531	0,4169	0,4367	4,6848	4,4724	4,5338	0,2124
8B	1,9050	0,4183	0,4282	4,5541	4,4489	2,3100	0,1052
9B	1,9367	0,4064	0,4367	4,7655	4,4349	6,9374	0,3306
5C	1,5744	0,3798	0,4035	4,1453	3,9019	5,8717	0,2434
6C	1,6276	0,3736	0,4197	4,3565	3,8780	10,9836	0,4785
7C	1,6648	0,3694	0,4417	4,5068	3,7691	13,3676	0,7377
8C	1,5392	0,3303	0,3850	4,6600	3,9979	14,2082	0,6621
9C	1,4614	0,3107	0,3738	4,7036	3,9096	16,8807	0,7940
SR				4,9553	4,9998	0,8980	0,0445

Dentro de la tabla No. 6, V_p es el volumen por picnómetro, V_a el volumen aparente; D_p densidad por picnómetro; y D_a es densidad aparente.

Gráfica 3 Porcentaje de porosidad contra Porcentaje de alúmina



Gráfica 4 Densidad en g/cm^3 contra Porcentaje de alúmina



Se midió la densidad de la barra original de Zinalco extruído, que dió como resultado un valor de 5.211 g/cm³, que muy similar a la que se tiene como referencia para el Zinalco, que es de 5.4 g/cm³.

Medición de la densidad después de sinterizar.

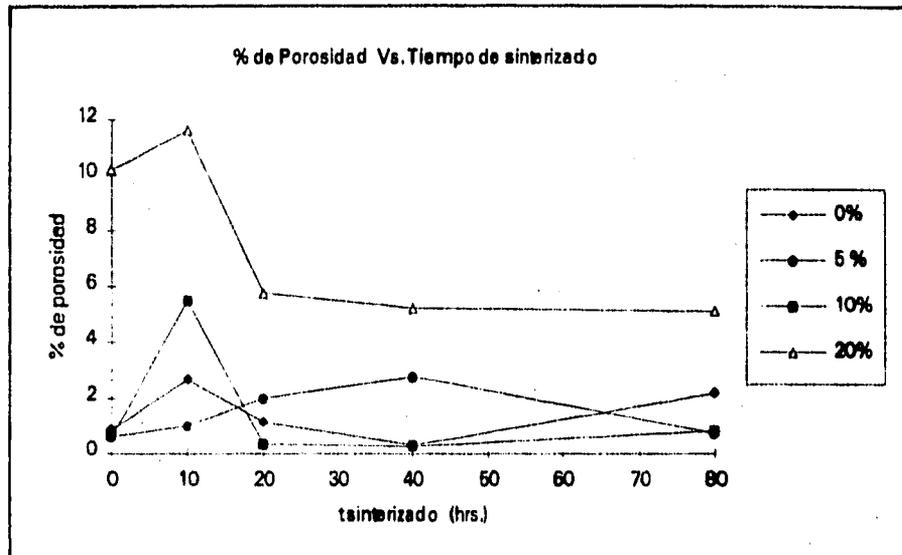
Después de sinterizar se midieron los volúmenes de los compuestos por las dos técnicas antes explicadas. En este paso también se tuvo que lijar y pulir las nuevas marcas dejadas por el punzón al momento de medir la dureza.

Los resultados fueron los siguientes:

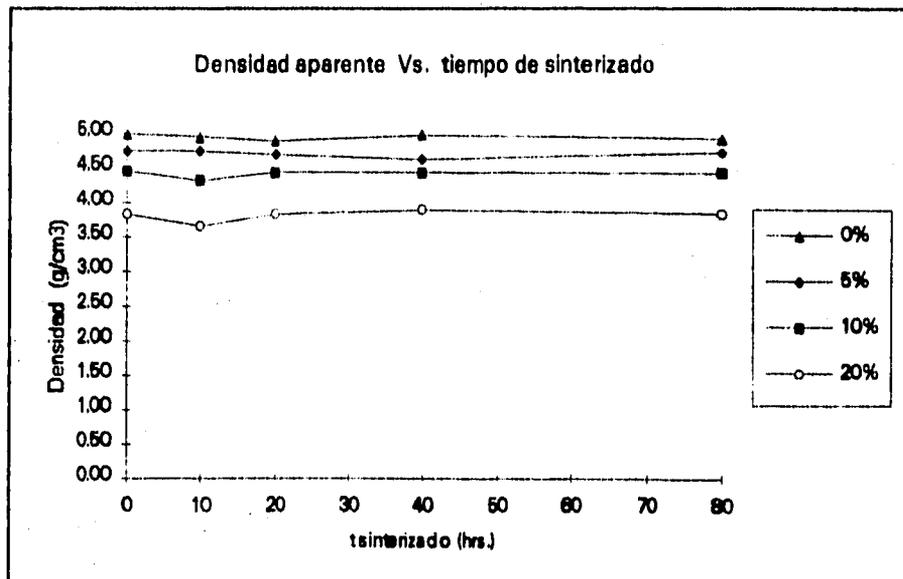
Tabla 7. Densidades y porosidades antes de sinterizar (reales y aparentes).

Muestra	t sinterizado (h.)	masa (g)	V _p (cm ³)	V _n (cm ³)	D _p (g/cm ³)	D _a (g/cm ³)	Porosidad (%)	Porosidad (g/cm ³)
5A	0	1,8186	0,3848	0,3824	4,7261	4,7558	0,6284	0,0297
6A	10	1,7677	0,3812	0,3723	4,6372	4,7480	1,0239	0,1108
7A	20	1,8249	0,3806	0,3884	4,7947	4,6985	2,0064	0,0362
9A	40	1,8497	0,3883	0,3994	4,7635	4,6312	2,7774	0,0357
8A	80	1,8938	0,3977	0,4004	4,7619	4,7262	0,7497	0,1323
5B	0	1,8665	0,4207	0,4180	4,4366	4,4653	0,6469	0,0287
6B	10	1,8344	0,4014	0,4248	4,5700	4,3133	5,5077	0,2517
7B	20	1,8047	0,4047	0,4061	4,4594	4,4439	0,3475	0,0155
9B	40	1,8126	0,4067	0,4078	4,4568	4,4448	0,2693	0,0363
8B	80	1,7724	0,4035	0,4002	4,3925	4,4288	0,8264	0,0120
5C	0	1,4629	0,3398	0,3784	4,2757	3,8396	10,1995	0,4361
6C	10	1,4716	0,3556	0,4023	4,1383	3,6579	11,6086	0,4804
7C	20	1,3687	0,3355	0,3571	4,0799	3,8328	5,7802	0,2471
9C	40	1,3985	0,3393	0,3398	4,1145	3,8991	5,2351	0,2154
8C	80	1,3249	0,3237	0,3638	4,0926	3,8841	5,0946	0,2485
5R	0				4,9553	4,9998	0,8980	0,0445
6R	10				5,0923	4,9559	2,6786	0,1364
7R	20				4,9514	4,8941	1,1572	0,0573
9R	40				4,9966	4,9811	0,3102	0,0155
8R	80				5,0412	4,9311	2,1840	0,1101

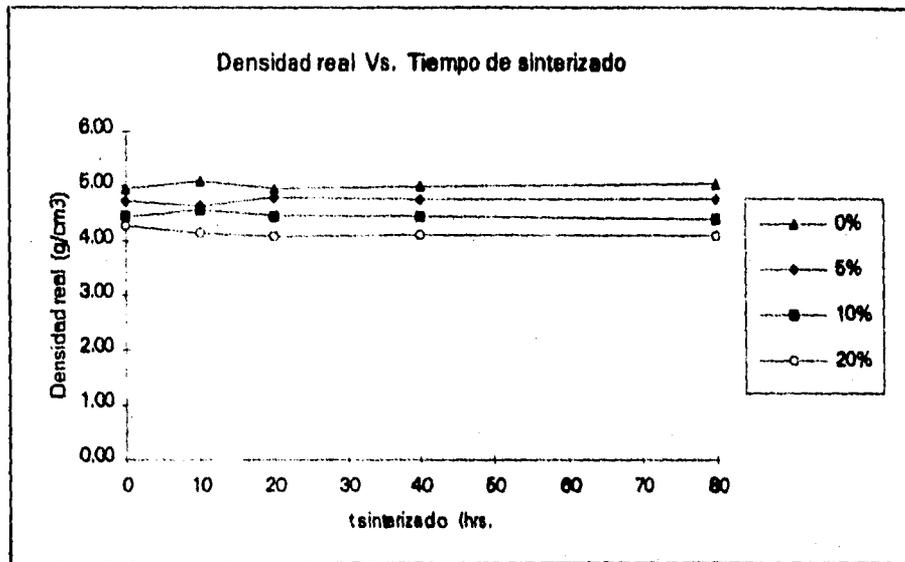
Gráfica 5 Porcentaje de porosidad Vs. Tiempo de sinterizado (hrs.)



Gráfica 6 Densidad aparente (g/cm³) Vs. Tiempo de sinterizado (hrs.)



Gráfica 7 Densidad Real Vs. Tiempo de sinterizado (hrs.)



8. Microestructura del Zinalco por M/P.

8.1 Microscopio Electrónico de Barrido.

Para obtener la microestructura del Zinalco se utilizó un microscopio electrónico de barrido, debido a que de él se obtiene un gran enfoque, una relativa fácil interpretación de la imagen, y una preparación de muestras relativamente sencilla.

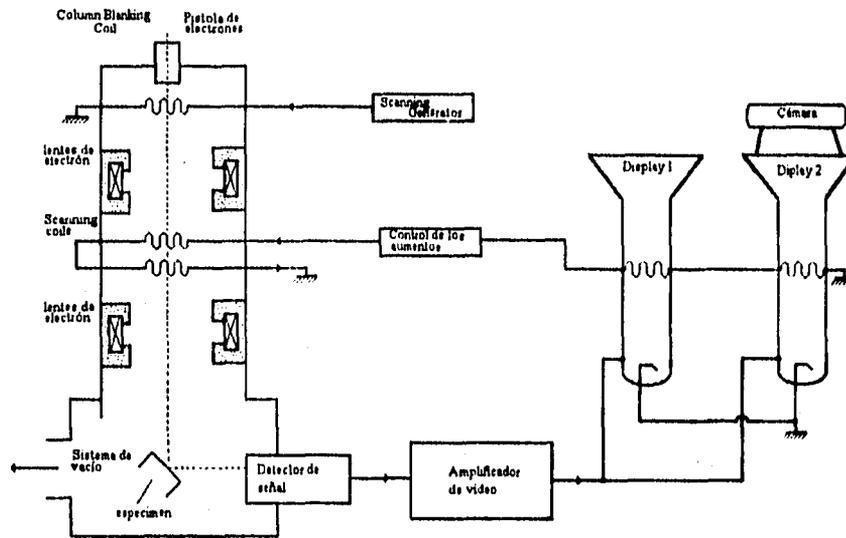
El Microscopio electrónico de barrido describe una imagen en tres dimensiones de la superficie del objeto en cuestión. Los principales componentes del Microscopio Electrónico de Barrido (MEB) se encuentran descritos en la esquema No. 2. El rayo de electrones es emitido por un cátodo de carburo de tungsteno caliente, y es enfocado por un sistema de lentes magnéticos (usualmente 2 lentes condensadores y un lente objetivo) a un diámetro menor (aproximadamente 100 Å). Los voltajes de aceleración son de 1,000 a 50,000 V, la corriente de electrones primarios desde 10^{-8} a 10^{-7} A.

Para generar el vacío es requerida una bomba, que usualmente es un bomba de difusión.

El rayo de electrones barre el espécimen como lo hace un cinescopio en una TV. Un generador de barrido controla la corriente de búsqueda (scannings coils) y desvía el rayo a lo largo de líneas paralelas muy juntas. La amplificación se controla ajustando los deflectores (deflection coils); el rango normal es de 10 a 50,000 X. Los electrones excitados por el rayo de electrones son emitidos de la superficie del espécimen y son recogidos por un detector de electrones. La corriente de electrones que golpea el detector es menor que la corriente primaria (aproximadamente 10-12 A) y debe ser amplificada. El amplificador controla el brillo. Para desplegar la imagen se utiliza un monitor de aproximadamente 1000 a 4000 líneas, el cual puede ser fotografiado por una cámara.

Esquema 2

Microscopio electrónico de barrido (MEB)



8.2 Preparación de muestras.

Aunque es relativamente fácil la preparación del espécimen para analizarse por MEB, existen pasos que deben de seguirse para lograr una imagen correcta de la estructura de ella.

Generalmente a la superficie a la que se tiene que investigar su estructura hay que prepararla para examinarla, ya sea a simple vista, microscopio óptico, microscopía electrónica, Rayos X. Todas estas técnicas involucran la reflexión de algún tipo de radiación de la superficie; la imagen de la superficie se forma a partir de la reflexión

que pueda llevar a variar la estructura a discutir; por tanto es necesario la preparación de la muestra, ya sea por algún medio químico o físico.

Los pasos que se siguieron para la preparación de la muestras fueron:

Lijado

Para lograr un acabado que pueda utilizarse para analizarse por MEB, se debe empezar por un lijado. El lijado es el primer paso para la preparación de las muestras; la lija es un tipo de arreglo ordenado de partículas abrasivas sujetas firmemente sobre un papel, que actúa en forma de una herramienta cortante sobre la superficie del material, desvastándola según el número de abrasivos que se utilicen.

Hay que empezar rebajando la superficie en diferentes lijas de agua, empezando con la lija de 320, luego se pasa a una lija de 360, lija de 400, y por último lija de 600. El proceso termina cuando se observa que las rayas que existen en la superficie del material tengan la misma dirección.

Pulido

Después del lijado, en la superficie de la pieza, todavía existe rugosidad que hay que eliminar en la mayor cantidad posible, para esto se usa el pulido. Para pulir utilizamos partículas abrasivas que no están sujetas, pero que se encuentran suspendidas en un líquido, el cual a su vez se encuentra entre las fibras de algún tipo de paño. El objetivo es producir un acabado que refleje muy bien la radiación, sin ningún tipo de rayado, conocido como un acabado espejo.

Existen diferentes tipos de paño para pulir: la selección se basa en el tipo de material que se quiera pulir, el líquido utilizado, y las partículas abrasivas. En este caso se utilizó un paño Leco Pan K de 8 in., y como abrasivo pasta de diamante de un tamaño de 0.5 μ m. Para el pulido se utilizó una pulidora centrífuga marca Leco GP-10.

El proceso de pulir duró aproximadamente 3 horas por muestra, y consiste en apoyar la pieza sobre el paño, la cual gira a un velocidad constante, tratando de apoyar la pieza lo más horizontalmente posible, y sin apoyar con demasiada fuerza, ya que puede producir ralladuras.

8.3 Analisis de las fotografias del MEB

Las muestras de Zinalco M/P fueron preparadas por el proceso descrito en la sección anterior, y observadas por medio del microscopio electrónico de barrido para analizar su microestructura.

Para poder hacer un análisis de las microestructuras de los compuestos Zinalco - alúmina, primero es necesario revisar las microestructuras del Zinalco extruído, y la del Zinalco sin alúmina preparado por medio de metalurgia de polvos, para poder establecer una comparación.

El Zinalco extruído (Figura 11), tiene una microestructura de perlita, formada por láminas alternadas de fase oscura α (solución sólida rica en Al) y láminas de fase clara η (solución sólida rica en Zn), también se observan dominios de fase α y dominios de fase η . Por otro lado, en el Zinalco M/P sin alúmina (figura 12) predomina la microestructura granular, con zonas que conservan la microestructura de perlita fina.

Figura No 11

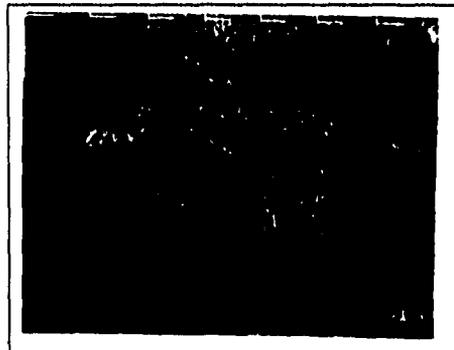
1500 X

Figura No 12

1500 X



Zinalco extruído



Zinalco M/P sin alumina sin sinterizar.

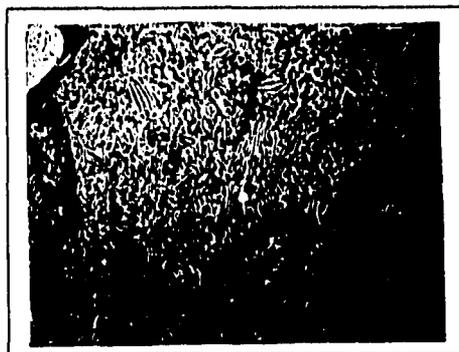
Durante el sinterizado del compuesto de Zinalco M/P sin alúmina, podemos observar que en las primeras 20 horas prácticamente todos los dominios de perlita fina se transforman en microestructura granular, después de 20 hrs se observa que continúa el crecimiento en los

granos y el proceso de unión entre las partículas de polvo. En 40 horas y 80 horas, el crecimiento de grano es más apreciable.

Se analizó primero la microestructura del compuesto con 5 % de alúmina sin sinterizar, en esta muestra se observó que la microestructura es similar a la del Zinalco M/P sin alúmina, es decir, se presentan dominios de perlita y dominios de grano fino, como se puede ver en la figura 13. Se observa también que los bordes entre partículas están más definidos que en la muestra sin alúmina, esto se debe a que en este compuesto la superficie de las partículas de Zinalco están completamente cubiertas por la alúmina, es decir todos los surcos y poros están llenos con ésta (Ver Figura 5), lo que provocó que al compactarse los polvos, los bordes quedaran más marcados.

Figura No. 13

1500 X



Zinalco M/P con 5% de alúmina sin sinterizar

Al sinterizar los compuestos podemos observar que las muestras con 5 % de alúmina (Figura 14) muestran un comportamiento similar al de las muestras sin alúmina, ya que también durante las primeras 20 hrs de sinterizado, en el compuesto se ha transformado la microestructura perlítica en microestructura de grano fino. En este caso se observan regiones grises dentro de las partículas sinterizadas, suponemos que éstas pueden formarse por difusión de alúmina hacia el interior de la partícula, debido a que tanto la alúmina como la fase α tienen coherencia en su estructura; sabemos que el tamaño de la alúmina dificultaría la difusión, pero estas zonas grises se localizan muy cerca de los bordes de las partículas lo que indica una difusión de corto alcance. Como en las muestras de Zinalco sin alúmina, el compuesto con 5%

de la cerámica, también presenta unión entre algunas de las partículas de polvo como consecuencia del proceso de difusión.

A partir de las 40 horas de sinterización continúa el proceso de difusión entre partículas y existe crecimiento en el tamaño de grano de la microestructura, como se puede observar en la figura 15.

Figura No 14

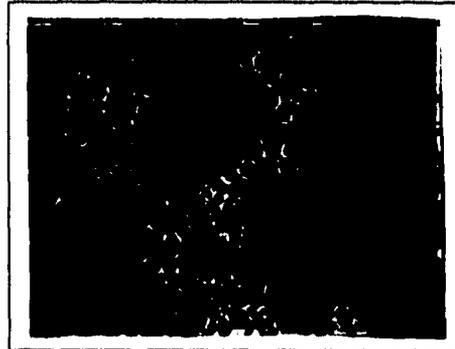
2000 X



Zinlco M/P con 5 % de alumina 20 hrs de sinterizado.

Figura No 15

2000 X



Zinlco M/P con 5 % de alumina 40 hrs de sinterizado.

En los compuestos con 10 y 20 % de alúmina surge el mismo comportamiento de cambio en la microestructura debido a la sinterización, ver figuras 16 y 17. El aumento en el porcentaje de alúmina produce una capa de la cerámica que rodea las partículas de zinlaco, lo que dificulta la difusión de material entre una partícula y otra, por lo que disminuyen las uniones entre ellas.

En la figura 16 podemos observar más claramente la formación de la "fase gris" en los bordes de las partículas de Zinlco en polvo, debido al aumento en el contenido de alúmina.

Figura No 16

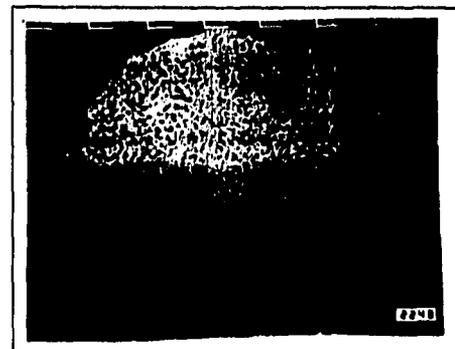
1500 X



Zinlco con 10% de alúmina sinterizado 80 hrs.

Figura No 17

1500 X



Zinlco con 20% de alumina sinterizado 20 hrs.

9. Difracción por Rayos X

9.1 Principios de la difracción por rayos X

El método de difracción por rayos X es de los más utilizados para estudiar la estructura de las muestras. El proceso consiste en hacer incidir un rayo de rayos X en la superficie del material; una parte se absorbe, otra se dispersa, y parte se transmite sin modificar. La dispersión de diferentes electrones de Rayos X interfiere entre ellas, y produce un patrón de difracción con un ángulo específico.

En el espectro electromagnético los rayos X se encuentran entre los rayos ultravioleta y los rayos gama. Los rayos X utilizados para el análisis estructural tienen una amplitud de onda entre 0.05 a 0.25 nm.

Los rayos X al incidir sobre los planos cristalinos van a ser difractados de acuerdo a la ley de Bragg.

$$2 \delta \sin \theta = \lambda$$

Donde λ es la longitud de onda de los rayos X, δ la distancia interplanar del cristal y θ el ángulo de incidencia. Por lo tanto, si conocemos λ de los rayos X y θ el ángulo de incidencia medido en un cuadrante del difractómetro, podemos determinar la δ del material, y por comparación con tablas de distancias interplanares podemos entonces determinar la estructura del material.

9.2 Análisis de los difractogramas de Rayos X de polvos.

Se analizaron por el método de difracción de rayos x de polvos, todas las muestras de este experimento. Se efectuaron pruebas de difracción sobre las muestras con 5, 10 y 20% de alúmina para poder determinar el efecto de la cantidad de alúmina agregada sobre las fases presentes en el Zinalco original. Por otro lado, se determina el efecto del tiempo de sinterizado en los patrones de difracción de los diferentes compuestos.

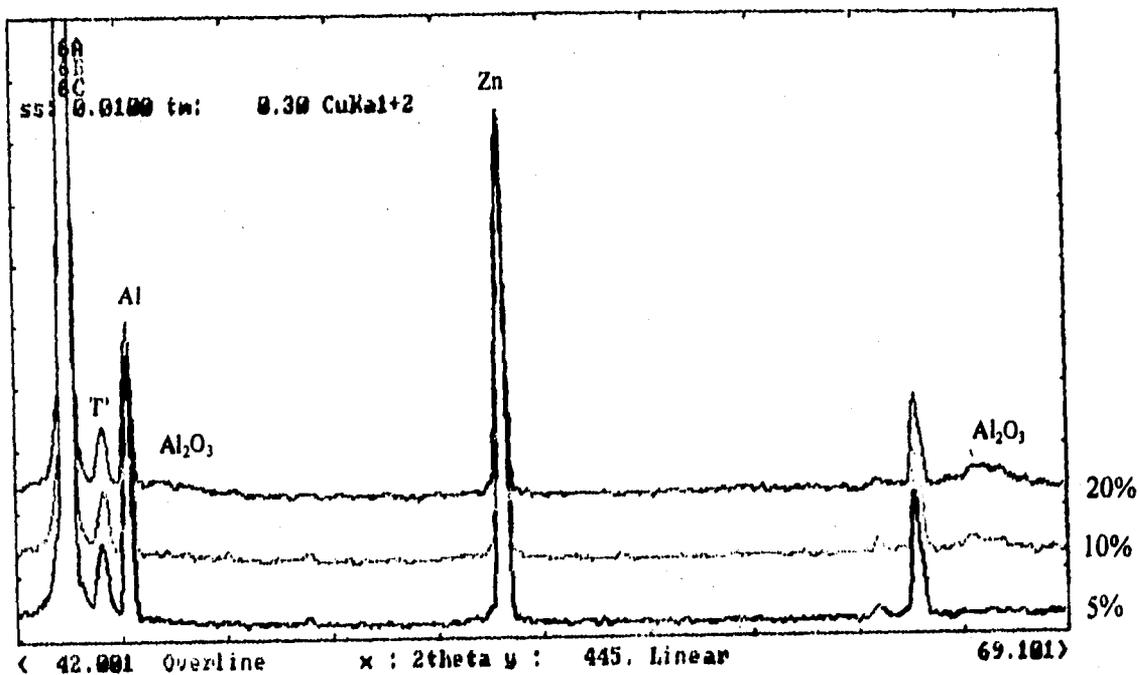
La gráfica No 8. muestra el comportamiento de los compuestos de Zinalco con 5, 10 y 20 % de Alúmina sinterizados durante 10 horas, en ella podemos observar los picos característicos de cada componente principal del Zinalco; fase α , fase η , y la fase intermetálica τ' . Se observa que a medida que se aumenta el porcentaje de alúmina en la muestra el pico característico de ésta aumenta ($2\theta \approx 65$).

En la gráfica No. 9 se muestra el comportamiento del compuesto de Zinalco con 10% de alúmina sinterizados a diferentes tiempos. No se muestran cambios apreciables en las reflexiones de los gases del compuesto sinterizado comparado con el material sin sinterizar.

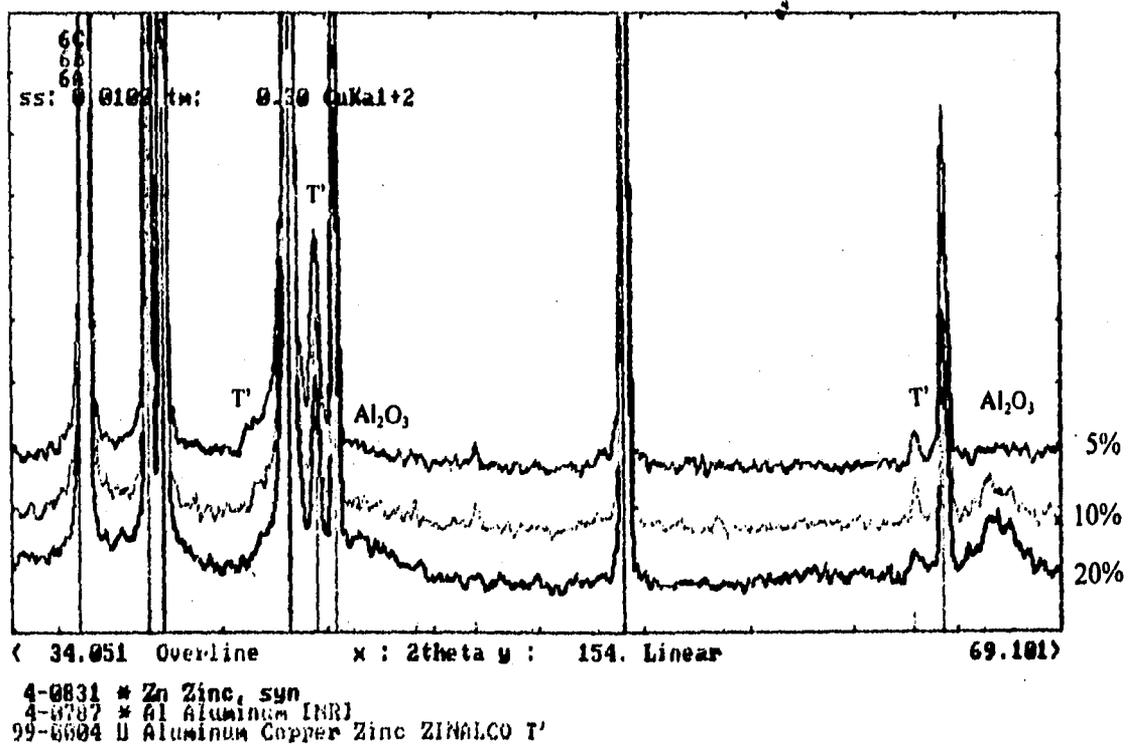
Difractogramas de las muestras con 5 y 20 % de alúmina también mostraron el mismo comportamiento, ya que en ellos tampoco fue posible observar un cambio apreciable

En las muestras con 20% de alúmina, al igual que en las muestras anteriores se observa que no existe un cambio debido a la sinterización. Si comparamos los compuestos con 20% de la cerámica con el Zinalco extruido, notamos que se dió una transformación de fase $\epsilon \rightarrow \tau'$, que se cree es ocasionada por el proceso de molienda. La transformación también se aprecia en las muestras con 5 y 10% de la cerámica.

Gráfica 8 Zinalco con 5, 10 y 20 % de alúmina sinterizado 10 hrs.



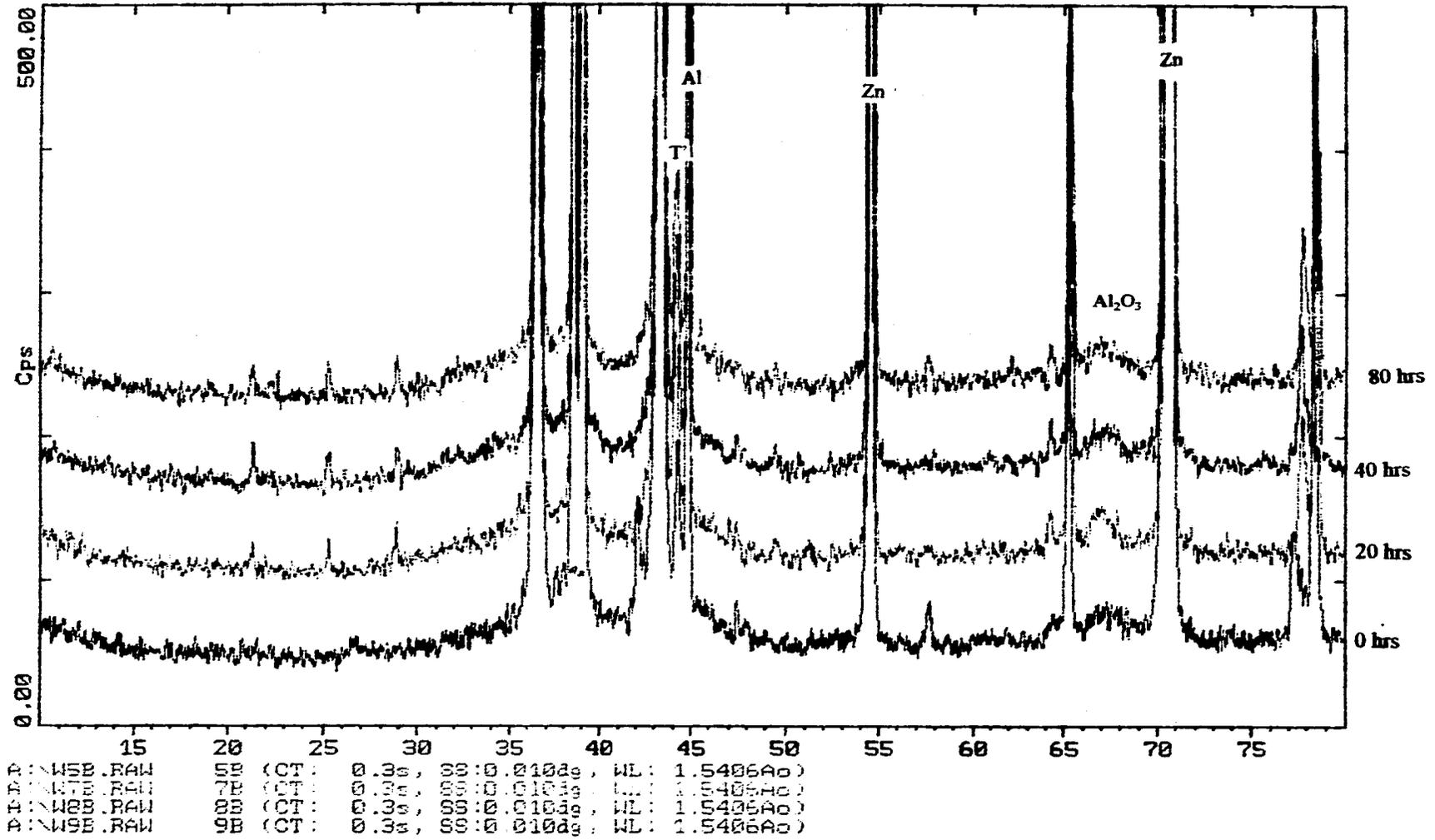
Gráfica 8a. Amplificación de la gráfica 8



2-Theta - Scale

INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES. 12-Apr-1994 11:42

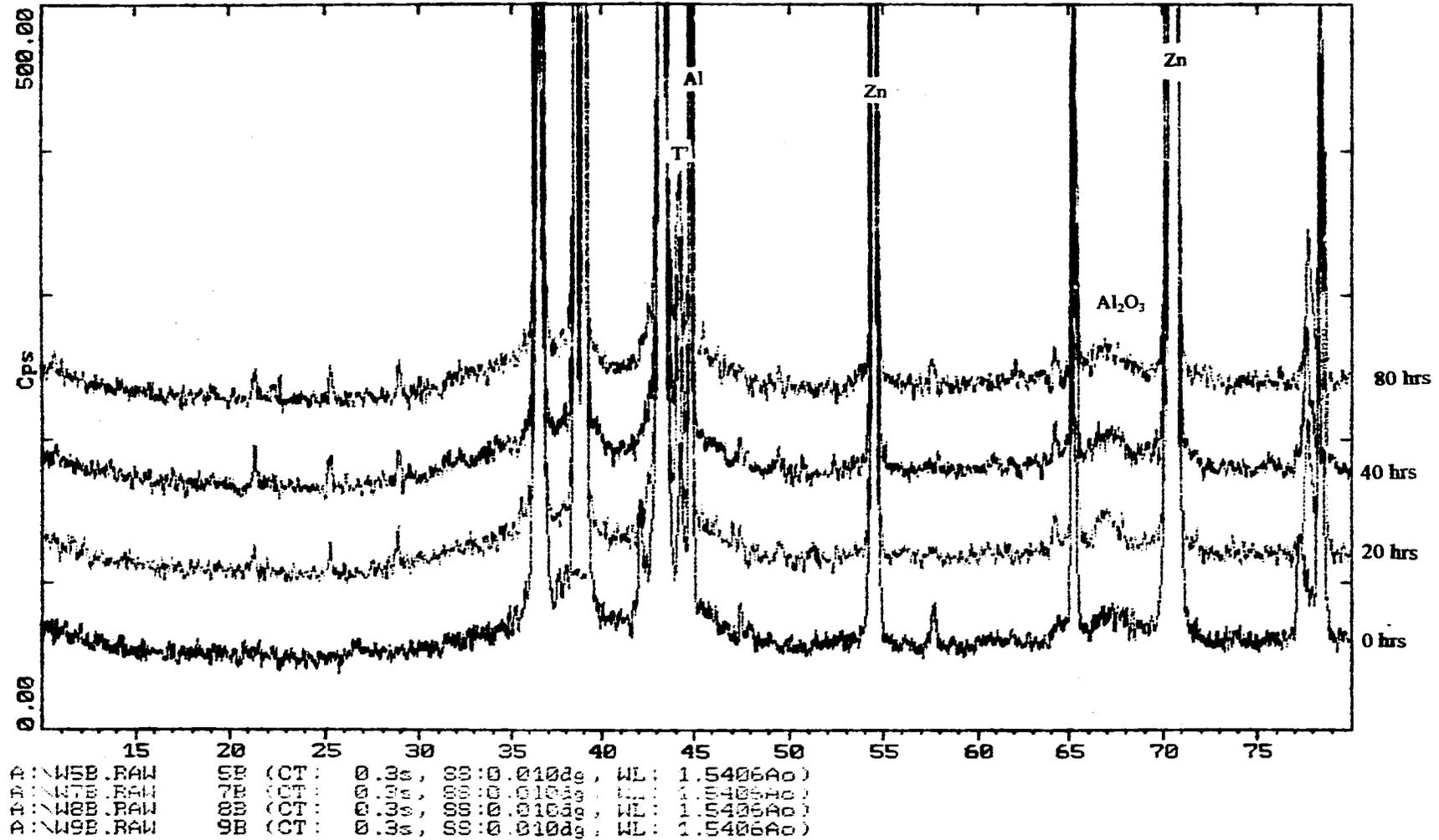
Gráfica 9. Zinalco con 10 % de alúmina sinterizado a diferentes tiempos



2-Theta - Scale

INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES. 12-Apr-1994 11:42

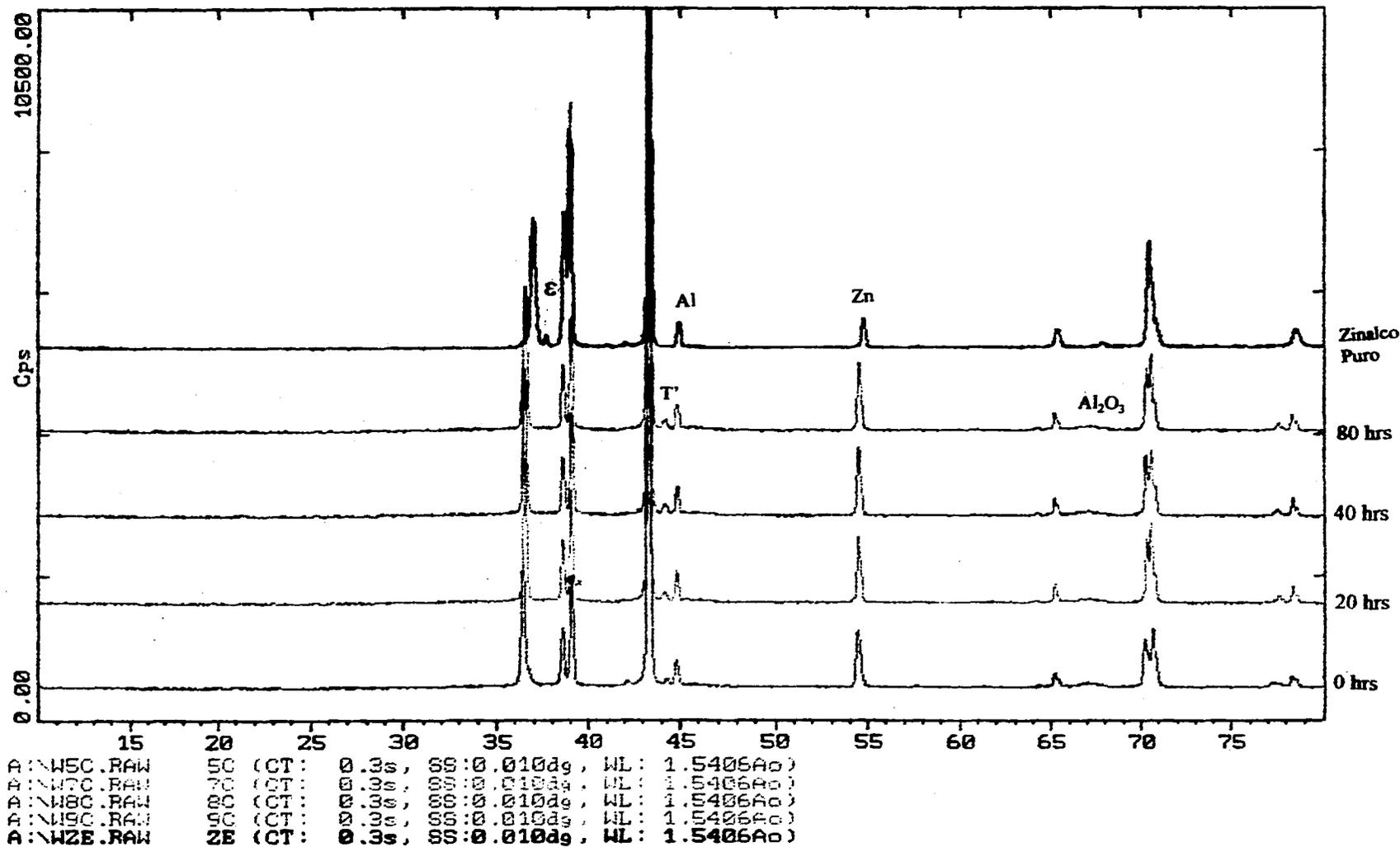
Gráfica 9. Zinalco con 10 % de alúmina sinterizado a diferentes tiempos



2-Theta - Scale

INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES. 12-Apr-1994 11:22

Gráfica 10. Zinalco con 20% de alúmina Vs. Zinalco puro



CAPÍTULO IV Conclusiones.

Los resultados que se obtuvieron durante el desarrollo de esta tesis son:

- Es posible preparar compuestos particulados Zinalco - alúmina utilizando procesos de metalurgia de polvos.
- Se estudiaron los compuestos con 5, 10 y 20% de alúmina sin sinterizar y sinterizados durante 10, 20, 40 y 80 horas. El compuesto que presentó mejores propiedades, en cuanto a dureza Rockwell F, es el compuesto con 10% de alúmina sinterizado 10 horas; esto se puede observar en la gráfica No.2 del capítulo 3.
- Se observa que al agregar alúmina al Zinalco para formar los compuestos, existe un incremento en la dureza de estos últimos, para los porcentajes con 5 y 10% de cerámica. Cuando se agrega 20% de alúmina la dureza disminuye como se observa en la gráfica No. 1.
Los estudios de microestructura, dureza, y difractogramas, realizados en este trabajo nos permiten sugerir que este incremento en la dureza se debe a la presencia de la cerámica, ya que ésta por sí misma tiene una mayor dureza que el Zinalco; además, la diferencia en el tamaño de las partículas entre el Zinalco y la alúmina permite que al compactarse la muestra exista un mejor empaquetamiento entre polvos. Cuando aumentamos el porcentaje de alúmina a un 20% en el compuesto, el empaquetamiento entre partículas ya no es muy bueno, ya que aumentan las interfaces de alúmina entre partículas de Zinalco, que dificultan el contacto entre ellas.

- Al sinterizar los compuestos, se observa que para todos los porcentajes de alúmina en el compuesto, existe un incremento en la dureza durante las primeras 10 horas, y después prácticamente se mantiene estable, ver gráfica No 2.

Tanto en las muestras de Zinalco sólo, y los compuestos con alúmina, el incremento en la dureza puede atribuirse a que durante las primeras 10 horas de sinterización, la perlita fina que aún existe en los compuestos sin sinterizar prácticamente desaparece durante este periodo, esto se ve en el inciso 8.3 del capítulo anterior, donde se analizan las microestructuras de los todos los compuestos. También se sugiere que el proceso de unión que existe entre las partículas de polvo de Zinalco debido a la sinterización, ayude al aumento en la dureza, ya que las partículas de polvo se consolidan más que en los compuestos sin sinterizar; también es posible que en los compuestos de Zinalco - alúmina, la difusión de la cerámica hacia el interior de la estructura granular de las partículas de Zinalco, las llamadas zonas "grises", ayuden al incremento en la dureza final.

Después de las 10 horas de sinterización, las fotografías del microscopio electrónico de barrido muestran que no existe un cambio apreciable, sólo un pequeño incremento en el tamaño de los granos de la microestructura, y continúa el proceso de unión entre partículas de polvos de Zinalco.

- La densidad de los compuestos disminuye con el aumento de la cerámica y la porosidad aumenta, ver gráficas 3 y 4. La disminución en la densidad como era de esperarse es debido a que la cerámica tiene menor densidad que la del Zinalco, y por lo tanto al añadir más porcentaje de un material con menor densidad, la densidad del compuesto disminuyó, la porosidad aumenta, debido a que aunque existen zonas con mejor empaquetamiento por la diferencia de tamaño entre las partículas de Zinalco y alúmina, la alúmina también produce fricción que provoca que las partículas de Zinalco no empaqueten bien, ya que durante la compactación la fuerza de fricción impide el deslizamiento entre los polvos.

- Con la sinterización la densidad no varía mucho, prácticamente permanece constante, ver gráfica 6., lo que indica que el proceso de unión entre partículas, aunque existe, no es muy significativo, ya que aunque es posible observar la fotografías obtenidas por medio del MEB un

uniones no fueron lo suficientemente grandes como para que se notara un cambio en la densidad del compuesto.

Sugerencias para continuar la investigación

- **Como el compuesto con 10% de alúmina sinterizado durante diez horas es el producto con mejores propiedades de dureza que presenta, se sugiere continuar con estudios de otras propiedades físicas.**

BIBLIOGRAFIA.

METALS HANDBOOK, Powder Metallurgy, Estados Unidos de Norteamérica, Editorial ASME Inc., 1989 Vol. 7.

DOWSON, Gordon, Powder Metallurgy, The Process and its Products, Estados Unidos de Norteamérica, Editorial Adam Hilier, Bristol and New York, 1990.

METALS HANDBOOK, Forming and Forging, Estados Unidos de Norteamérica, Editorial ASME Inc., 1989 Vol. 14.

DIETER, George E., Mechanical Metallurgy, Inglaterra, Editorial McGraw Hill Inc., 1988.

TORRES V., Gabriel, Zinalco, Once años de investigaciones sobre esta aleación, México, año 1, num. 2 Verano de 1990.

BRADY, George J., Materials Handbook, Estados Unidos de Norteamérica, Editorial Henry Clause, 1988, (12a. Edición).

ROSTOKER, William y DVORAK, James R., Interpretation of Metallographic Structures, Inglaterra, Editorial Academic Press. 1977, (2a. Edición).

VAN VLACK, Lawrence, Materiales para Ingeniería, México, Editorial CECSA, 1985.

FLINN Richard y TROJAN Paul, Materiales de Ingeniería y sus Aplicaciones, México, Editorial McGraw Hill Inc., 1985.

AVNER Sydney, Introducción a la Metalurgia Física, México, Editorial McGraw Hill Inc., 1992 (2a. Edición).

TIMOSHENKO Stephen y GERE James, Mecánica de Materiales, México, Editorial Grupo Editorial Iberoamérica, 1986, (2a. Edición).

TORRES V., Gabriel, Apuntes de Metalografía, México, 1990.