

18
Ej.



UNIVERSIDAD NACIONAL
AUTONOMA DE MEXICO

Facultad de Química

CARACTERIZACION DE POLVOS DE
BRONCE USADOS EN LA FABRICA-
CION DE PIEZAS SINTERIZADAS.



FACULTAD DE QUÍMICAS
UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

TRABAJO ESCRITO

Que para obtener el Título de

Ingeniero Químico Metalúrgico

p r e s e n t a

Jesús Adolfo Ramos Cordero

México, D. F.

1992

FALLA DE ORIGEN



Universidad Nacional
Autónoma de México



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 está 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.

I N D I C E

	Pág.
Capítulo I. Introducción	1
I.1 Importancia de la Metalurgia de Polvos ...	1
I.2 Objetivos del trabajo escrito	2
Capítulo II. Revisión de la Literatura	3
II.1 Descripción general de la metalurgia de - polvos	3
II.2 Un bosquejo histórico de la metalurgia de polvos	4
II.3 Aplicaciones de la metalurgia de polvos ..	5
II.4 Productos sinterizados porosos	10
II.5 Ventajas y desventajas de la Metalurgia de polvos	12
II.6 Métodos de producción de polvos	13
II.7 Preparación de polvos	24
II.8 Compactación	26
II.9 Sinterizado	45
Capítulo III. Caracterización de polvos metálicos	61
III.1 Introducción	61
III.2 Generalidades	62
III.3 Caracterización del tamaño de la partícula	66
III.4 Caracterización de la distribución del ta- maño	68
III.5 Caracterización de la forma de la partícu- la	72

	Pág.	
III.6	Densidad aparente	86
III.7	Fluidez	96
III.8	Area de superficie especifica	111
III.9	Caracterización química de la superficie..	117
III.10	Compresibilidad.....	123
Capítulo IV.	Desarrollo experimental	128
IV.1	Introducción	128
IV.2	Descripción de los procedimientos de prueba	129
Capítulo V.	Resultados	133
V.1	Análisis químico	133
V.2	Análisis granulométrico	134
V.3	Medición del tamaño de partícula	142
V.4	Identificación de la forma de partícula ..	152
V.5	Identificación de la morfología de la partícula	158
V.6	Determinación de la densidad aparente	166
V.7	Determinación de la fluidez	171
Capítulo VI.	Discusión de los resultados	175
Capítulo VII.	Conclusiones	183
	Apéndice A	185
	Apéndice B	186
	Bibliografía	187

CAPITULO I INTRODUCCION

I.1 IMPORTANCIA DE LA METALURGIA DE POLVOS

La metalurgia de polvos ha tenido un creciente desarrollo y aplicabilidad, extendiéndose en muchas áreas tales como; la industria automotriz, eléctrica, soldadura, electrodoméstica, médica, aeroespacial, nuclear, etc.

El desarrollo del gran potencial de la metalurgia de polvos lo ha tenido por muchas razones, como son; la producción de grandes cantidades de piezas mucho más alta que por otras tecnologías convencionales, la obtención de mezclas y aleaciones que por métodos comunes no es posible obtener, el desarrollo de nuevos materiales P/M* que compiten o superan a los materiales convencionales, el poder obtener piezas porosas sinterizadas, siendo la porosidad una propiedad que ha tenido relevancia en muchas aplicaciones, como son; la auto-lubricación, el control de fluidos, etc.

La materia prima para la fabricación de un producto P/M*, es el polvo, el cual reviste la mayor importancia, no cualquier polvo metálico puede usarse, ni cualquier método de producción es adecuado para la fabricación de un producto sinterizado específico, pues es en las características del polvo metálico en donde radican las propiedades óptimas y requeridas para el servicio que debe tener el producto sinterizado, por lo cual es de mucha importancia, el control y conocimiento del comportamiento e influencia de las características de los polvos metálicos sobre el producto final P/M*.

I.2 OBJETIVOS DEL TRABAJO ESCRITO

Los objetivos del presente trabajo son: el caracterizar polvos metálicos mediante la conducción de estudios y/o pruebas, en base a una relación o concordancia de los resultados con respecto a una revisión de la literatura que es presentada, además el de adquirir un mayor conocimiento y estimación de los posibles efectos y expectativas que pueden presentar las características estudiadas de los polvos metálicos en la manufactura y propiedades de un producto P/M*, para llevar a cabo lo anterior, es presentado un estudio experimental para caracterizar las partículas de diferentes polvos de bronce que son utilizados en la fabricación de productos sinterizados porosos.

* P/M: Siglas o abreviaturas de Powder Metallurgy, es un término muy usado en el área, que relaciona a materiales producidos por técnicas de metalurgia de polvos.

CAPITULO II REVISION DE LA LITERATURA

II.1 DESCRIPCION GENERAL DE LA METALURGIA DE POLVOS

La metalurgia de polvos, también es conocida como pulvimetalurgia y se define como; ⁽¹⁾⁽²⁾ La tecnología y el arte de producir polvos metálicos y de la utilización de polvos metálicos para la producción de materiales densos y objetos formados.

Se muestra en figura 1, un diagrama de flujo modificado, ⁽³⁾ de los procesos de la metalurgia de polvos en general.

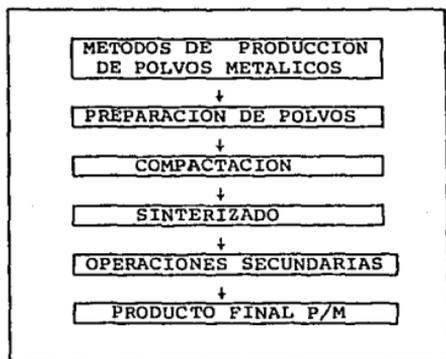


Figura 1. Diagrama de flujo de los procesos de la metalurgia de polvos en general.

Por otro lado, Arnhold⁽⁴⁾, describe las etapas de varios procesos de metalurgia de polvos de distintos productos, tales como:

- a) Prensado + sinterizado + estampado.
- b) Prensado + sinterizado al vacío.
- c) Prensado + sinterizado + forjado.
- d) Prensado isostático en caliente.
- e) Inyección de moldeo.

El desarrollo del proceso de atomización por espray térmico⁽⁵⁾ fué motivado por severos problemas de contaminación asociados con polvos metálicos en otros métodos. Y por la necesidad de minimizar o eliminar numerosos pasos del proceso y así, pasar directamente del metal líquido a productos totalmente densos.

II.2 UN BOSQUEJO HISTORICO DE LA METALURGIA DE POLVOS

En antiguas civilizaciones se encontró evidencias de aplicación de los principios de la metalurgia de polvos, desde los egipcios con implementos de hierro (por el año 3000 a.C.) y en artículos de metales preciosos hechos por los Incas⁽⁶⁾, la columna Delhi en la India, con un peso de 6.5 Ton., hecha de hierro reducido⁽⁷⁾.

Se produjeron lingotes de platino a partir de polvo de platino reducido, los compactos fueron sinterizados por ahí del año 1826 a 1829 por Wollaston en Inglaterra y Sobolevski en Rusia. Por los años 1900, Coolidge produce compactos sinterizados de polvo de tungsteno en lingotes como materia prima para fabricar

filamentos para lámpara de bulbo incandescente⁽⁸⁾, alrededor de 1908, Löwendhal fabrica las primeras piezas porosas.

El fierro carbonilo aparece por 1930, útil en la manufactura de magnetos sinterizados de ALNI y ALNICO, durante la 2a. guerra mundial, la metalurgia de polvos se desarrolló rápidamente, especialmente en Alemania⁽⁷⁾.

II.3 APLICACIONES DE LA METALURGIA DE POLVOS

A continuación se mencionan un conjunto de algunos compuestos y aleaciones, aplicaciones y algunos nuevos materiales P/M, que por su importancia son relevantes.

Se reporta al detalle un crecimiento de numerosas partes P/M producidos por⁽⁴⁾; polvos y aleaciones de base Fierro, usados como aceros de baja aleación, polvos de acero grado herramienta de alta velocidad (ej. 512-1-5-5, 510-4-3-10, T 42, 56-5.3, M 3), polvos de aceros inoxidable (ej. 1.4404), polvos de materiales magnéticos blandos.

Otro reporte describe los polvos de base Cobalto para aplicaciones de recubrimientos du ros y polvos de acero de alta aleación y resistentes al desgaste con un contenido alto de Carbono⁽⁹⁾.

Por otro lado, se ha estudiado el desarrollo de un producto de carburo cementado WC-9Co⁽¹⁰⁾, materiales hechos de polvos de W/Cu⁽¹¹⁾, también la preparación y propiedades de compuestos hechos de una mezcla de materiales cerámicos-metales (cermet)⁽¹²⁾.

Varios trabajos se han reportado en la fabricación de polvos de acero de alta velocidad⁽¹³⁾, tales como: M-2, T-15; compactos de Ti-6Al-4V por presión isostática en caliente⁽¹⁴⁾, compuestos aleados de Al-9Fe-7Ce-0.4W⁽¹⁵⁾.

Con las técnicas de atomización por espray térmico son aplicados numerosos productos como; Mg, Ni, aleaciones de base hierro, así como las de aluminio (7075, Al-Li-Cu, 7090, 2024, 2020)⁽⁵⁾.

Las aplicaciones de partes P/M en la industria automotriz han sido significativas⁽¹⁶⁾⁽¹⁷⁾, como por ejemplo en la figura 2, se muestra la incorporación de piezas de hierro P/M en un automóvil.

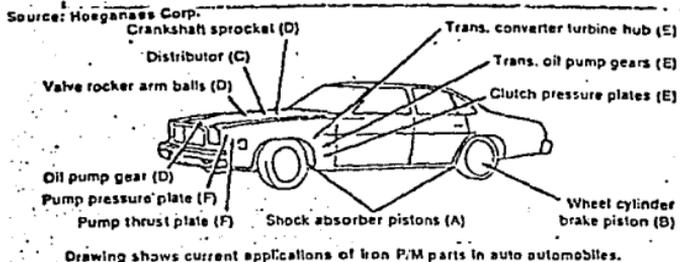


Figura 2. Aplicaciones de partes de Fe P/M en automóviles.

De la descripción de la figura, se estima el peso (en libras) de las partes incorporadas de Fe P/M en las áreas señaladas en: (A) amortiguador, 0.432 lb (pistones del amortiguador); (B) frenos, 0.347 lb (cilindro del pistón de frenos de la rueda); (C) sistema de ignición, 0.122 lb (distribuidor); (D) motor, 1.242 lb (engrane de distribución, bomba de engrane para aceite, balancines); (E) transmisión automática, 4.254 lb (plato opresor del embrage (clutch), transmisión del tambor del convertidor y de la bomba de engrane); (F) sistema direccional, 1.376 lb (placa de presión de la bomba, componentes de la bomba de dirección hidráulica); Peso total 7.683 lb por automóvil.

La siguiente figura 3, ilustra una serie de productos obtenidos por polvos en general, así por ejemplo ⁽¹⁸⁾ :

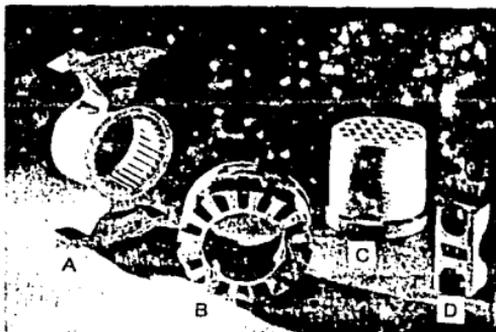


Figura 3. De izquierda a derecha se describe:

- A. Un acero forjado utilizado para un eje convertidor-torque de alta densidad, arriba del 99% de la teórica, de una re-

- sistencia a la tensión de 630 MPa. y 20% de elongación.
- B. Un acero mezclado con Cu fabricado para un conmutador o colector, con tolerancias muy cerradas, con buena maquinabilidad para operaciones de torneado y desbaste.
 - C. Un acero inoxidable que se fabricó para un filtro de porosidad controlada, con una densidad de alrededor de 50% de la teórica, con agujeros profundos ocultos, no requiere de operaciones secundarias de acabado.
 - D. Un bronce impregnado de aceite para la fabricación de tapa de cojinete cabrestante, con tolerancias de una concentricidad y redondez de 0.02 a 0.07 mm. en los radios.

La NASA ha impulsado fuertemente la investigación en materiales P/M para alta temperatura⁽¹⁹⁾, los siguientes materiales son los más relevantes: Superaleaciones de metalurgia de polvos, superaleaciones de cristal simple, superaleaciones de fibra reforzada, recubrimientos metálicos y cerámicos, materiales resistentes a la oxidación y corrosión en caliente y componentes de superaleación P/M para turbinas (IN 100, RENE 95 y Astroloy).

Superconductores para alta temperatura crítica⁽²⁰⁾ prometen ventajas en sistemas electrónicos, éstos han sido hechos de una mezcla de polvo de Ag con polvo de Y-Ba-Cu-O, se muestra un ejemplo en la figura 4.



Figura 4. Un superconductor para alta temperatura crítica de polvos de Ag y Y-Ba-Cu-O.

Las siguientes aleaciones P/M de base Al⁽²¹⁾ mostradas en la Tabla 1, se encuentran en etapa de prueba para aplicaciones aeroespaciales a alta temperatura y además compiten con el titanio, la combinación de propiedades de resistencia a altas temperaturas, módulo de diseño alto y baja densidad de las aleaciones P/M de base Al, sólo pueden ser alcanzadas por técnicas de polvos.

Tabla 1. Aleaciones P/M de base Al para altas temperaturas.

Aleación	Fabricante	Método de Producción	Composición.
CU78	Alcoa	Air atomization	Al-8.3Fe-4.0Ce
CZ42	Alcoa	Air atomization	Al-7.0Fe-6.0Ce
FVS0812	Allied-Signal	Planar flow casting	Al-8.5Fe-1.3V-1.7Si
FVS1212	Allied-Signal	Planar flow casting	Al-12.4Fe-1.2V-2.3Si
Al-Fe-Mo	Pratt and Whitney	Centrifugal atomization	Al-8.0Fe-2.0Mo
DispAl	Eckart-Werke	Reaction milling	Al-2.0C-1.4O
Al-Ti	Inco	Mechanical alloying	—
Al-Ti	Marko Materials	Melt spinning	—
Al-Cr-Zr	Alcan	Atomization	Al-1.5Zr-4.5Cr-1.2Mn

En la figura 5, se compara el límite elástico con respecto a temperaturas de prueba para tres aleaciones P/M de base Al y una aleación convencional 7075-T6.

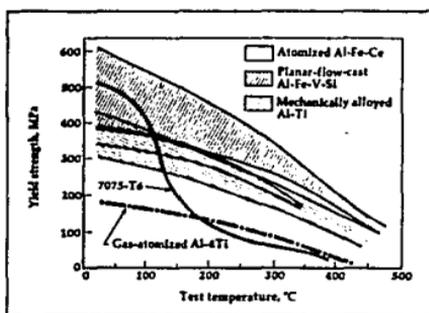


Figura 5. Límite elástico vs. temperaturas de prueba para tres aleaciones P/M de base Al y una aleación convencional 7075-T6.

II.4 PRODUCTOS SINTERIZADOS POROSOS

En un producto poroso P/M, la porosidad depende del tamaño y forma de la partícula, de la densidad del polvo metálico, así como también del compactado y sinterizado⁽²²⁾. También genera porosidad, la eliminación de una sustancia volátil (lubricante) dejando poros⁽²³⁾, cuando el producto es sinterizado.

Las piezas porosas pueden fluctuar desde piezas de baja densidad y alto volumen de porosidad, hasta piezas de alta densidad con un porcentaje mínimo de poros⁽²⁴⁾, por ejemplo; Cu sinterizado para servicios de fricción, ej. freno, clutch, utilizables en operaciones silenciosas y en aceite. La pieza sinterizada porosa puede tener un volumen hueco de menos del 30% del volumen total, con un tipo de polvo de Cu de forma dendrítica y una densidad aparente de más de 1.3 gr/cm^3 .

En las operaciones secundarias⁽²³⁾, además de requerir un ajuste dimensional final (recalibrado), las piezas sinterizadas porosas pueden impregnarse en aceite u otro fluido (infiltración)

Muchas aplicaciones de partes P/M porosas (ej. aceros inoxidable, bronce, titanio, Fe-grafito) las cuales involucran un control de fluidos, como son: Filtros que separan fluidos, restrictores que miden y regulan el flujo de fluidos, topes de flama, en bujes de bronce infiltrados en aceite le provee una auto-lubricación con una superficie de no contacto metal con metal, flotando en una película de aceite en un sistema de producción (ej. en un motor fraccionario)⁽²⁵⁾.

Se ha desarrollado un nuevo material tipo buje de Cu-Sn-P-MoS₂ infiltrado en aceite⁽²⁶⁾ con un buen comportamiento en condiciones de un intervalo de $2-6 \text{ kg/cm}^2$ de carga y altas velocidades de revolución mayores a 20 000 rpm. Por otro lado, Yousset y Comté⁽²⁷⁾ realizaron estudios sobre un polvo predifundido dando un cambio dimensional cercano a cero, los cuales describen la influencia de la temperatura de pre-difusión, densidad y temperatura de sinterizado sobre cambios dimensionales. El uso de polvos de bronce pre-difundidos dan cambios dimensionales cercanos a cero durante el sinterizado, pues es bien conocido que durante el sin-

terizado de bujes de bronce (90% Cu-10% Sn), los cambios dimensionales son algo más del 3%.

II.5 VENTAJAS Y DESVENTAJAS DE LA METALURGIA DE POLVOS⁽³⁾.

II.5.1 A continuación se mencionan algunas ventajas que tienen las técnicas de la pulvimetalurgia:

- * Alta producción en serie, se pueden fabricar piezas desde 100 hasta miles por hora.
- * Se obtienen piezas con precisión dimensional.
- * Buen acabado superficial.
- * Desperdicio mínimo de material.
- * Reducción de operaciones de acabado.
- * Alto nivel de reproducción.
- * Obtención de diversas propiedades: Porosidad, auto-lubricación, densidad deseada, resistencia a la corrosión, etc.
- * Es aplicable al tratamiento térmico; desde ablandar un polvo suelto mediante un recocido hasta un carbonitrurado o carburizado a piezas (ej. sinterizados de polvos de Fe).
- * Menor dependencia de personal calificado.

II.5.2 Y en cuanto a sus desventajas podemos mencionar lo siguiente:

- * Limitaciones en el tamaño de la pieza, generalmente se obtienen piezas con un máximo de peso de 1-2 Kg., se han llegado a fabricar hasta unos 30 kg. de peso.
- * Alto costo de herramental (moldes o dados, mantenimiento de prensas y hornos).

- * Dificultades en ciertos diseños de productos P/M de geometría compleja, como ranuras muy angostas, secciones muy delgadas, etc.
- * Las propiedades mecánicas generalmente son un poco más bajas que en los materiales forjados.
- * El tratamiento térmico es más difícil de controlar⁽¹⁸⁾.

II.6 METODOS DE PRODUCCION DE POLVOS

II.6.1 ATOMIZACION⁽²⁸⁾.

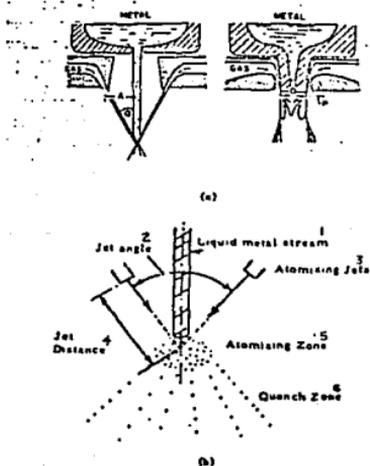
Es un método de producción de partículas o polvos, que se obtienen por la desintegración de una corriente de metal líquida vertida desde un crisol u olla, por medio de un chorro de aire, gas o agua.

Son variables importantes para la producción de la distribución de tamaño y forma de la partícula; la geometría del equipo atomizante, como es la boquilla, ángulo del chorro de gas o agua, la presión del gas o agua y su intercepción con el metal líquido, etc.

En la práctica industrial es muy común la utilización de la atomización con gas (ej. gas de Nitrógeno, Argón) y la atomización con agua.

II.6.1.1 ATOMIZACION CON GAS

Este sistema generalmente utiliza dos o más chorros de gas, o un anillo anular el cual es colocado alrededor del eje del sistema del metal, ver figura 6, siendo las variables a controlar; la distancia y presión del chorro de gas, la geometría del orificio, la velocidad del gas y metal así como también del metal supercalentado. Una alta presión y una distancia pequeña del chorro de gas, producen polvos finos. Generalmente los polvos atomizados por gas tienden a ser pequeños y esféricos o en formas de "lágrimas".

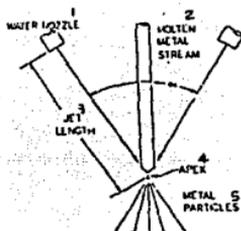


1. Metal líquido
2. Angulo de chorro
3. Chorro atomizante
4. Distancia del chorro
5. Zona atomizante
6. Zona de enfriamiento

Figura 6. Se describen dos posibles configuraciones (a) y (b) en la atomización por gas.

II.6.1.2 ATOMIZACION CON AGUA

Este es un sistema de alta presión de agua, que es forzada a través de orificios para así formar una fase dispersa de gotas al impacto del metal líquido, ver figura 7. Los polvos atomizados con agua, son de forma irregular con superficie rugosa y un mayor grado de oxidación (que por la atomización con gas), la forma y tamaño de partícula dependen del diseño del equipo atomizante.



1. Lanza o boquilla de agua
2. Metal fundido
3. Distancia del chorro
4. Vértice
5. Partículas metálicas

Figura 7. Se describe la geometría de un sistema atomizante con agua.

II.6.1.3 OTROS METODOS DE ATOMIZACION

Otros métodos utilizados son; la atomización ultrasónica y la atomización al vacío⁽²⁸⁾. La atomización centrífuga⁽²⁹⁾, la atomización por el método Neumo-acústico⁽³⁰⁾ y también la atomización de electrodo rotatorio⁽³¹⁾.

II.6.1.4 MECANISMOS DE ATOMIZACION

Johnston y See (32) consideran que todo mecanismo de desintegración involucra dos pasos y éstos son:

1. La iniciación o formación de una onda sinuosa que se incrementa en amplitud.
2. La separación de la onda del volumen del líquido y en esto se producen "ligamentos".

Dombroski y Johns (33) se acreditan con el primer intento para desarrollar un modelo físico de desintegración de una lámina líquida, la secuencia de la desintegración se ilustra en la figura 8.

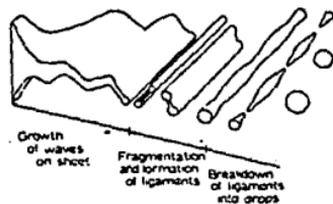


Figura 8. Modelo para la desintegración de una lámina líquida.

Mediante estudios experimentales, Johnston y See⁽³⁴⁾ (32) identificaron tres etapas de ciertos mecanismos en la atomización con gas, las cuales son descritas en la figura 9.

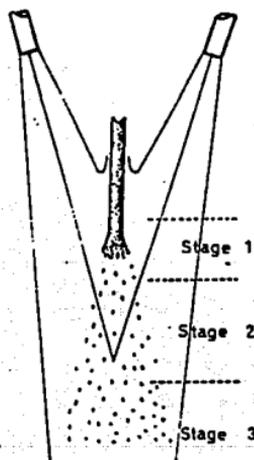


Figura 9. Es una representación esquemática de las tres etapas de desintegración y éstas son:

- Etapa 1. Es una desintegración primaria o iniciación.
- Etapa 2. Es una desintegración secundaria.
- Etapa 3. Es una solidificación.

Con respecto a la descripción esquemática de la figura 9, el esreado lateral del sistema ocurre antes a la desintegración, también el esreado ocurre arriba del punto del choque entre el gas y el metal, entonces son producidas gotas metálicas de la periferia de un cono metálico hueco, por un mecanismo de formación de ligamentos.

En atomización con agua, Grandzol y Tallmadge⁽³⁵⁾ concluyen en sus estudios lo siguiente:

- a) No hay evidencia de la formación de ligamentos.
- b) Los mecanismos de formación de gotas de metal, resultan del impacto (no cortante) de gotas de agua sobre la superficie del metal, ver figura 10a y 10b.

Klar y Shafer⁽³⁶⁾ sugirieron un modelo de mecanismos de atomización para gas y agua que muestra cinco etapas:

1. Formación de una onda sinuosa.
2. Fragmentación de la onda y formación de ligamentos.
3. Rompimiento de ligamentos y fragmentación de ondas.
4. Deformación en gotas y fragmentos de ondas.
5. Coalición y coalescencia de partículas.

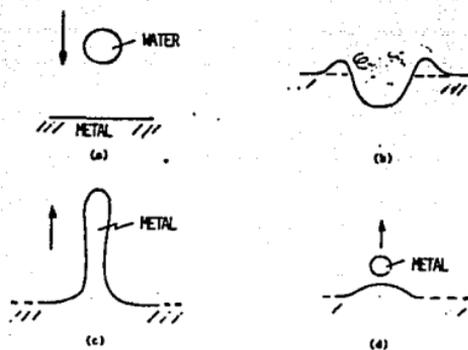


Figura 10a. Secuencia de la formación de la gota metálica por impacto del agua en la superficie del metal líquido.

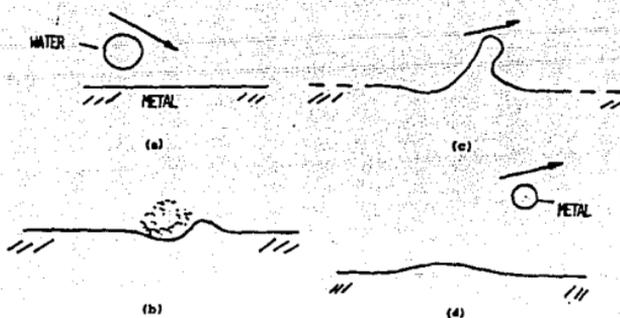


Figura 10 b. Otro mecanismo de la secuencia en la formación de la gota metálica por impacto del agua sobre la su perficie del metal líquido.

II.6.2 ELECTRODEPOSITACION DE POLVOS METALICOS

Es un proceso por el cual se producen polvos metálicos, que son electrodepositados en una celda electrolítica, de los polvos que son obtenidos están el Cu, Zn, Cd, Ag, Pb, Sn, etc.⁽³⁸⁾

Se muestra un diagrama de flujo modificado⁽²⁾, para la producción de polvos de Cu electrolítico, ver figura 11.

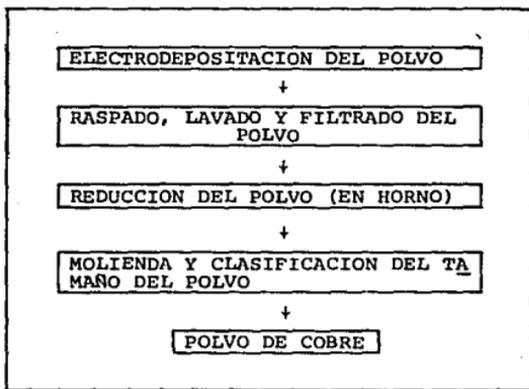


Figura 11. Diagrama de flujo en la producción de Cu electrolítico en forma de polvo.

II.6.2.1 Algunos estudios reportados sobre la electrodeposición de polvos de cobre son descritos a continuación:

Polvos de Cu producidos por electrodeposición de un electrolito⁽³⁹⁾, conteniendo sulfato de cobre y ácido sulfúrico en el baño, fueron estudiadas algunas variaciones en las condiciones que favorecen el depósito del polvo, encontrando las mejores condiciones en: alguna baja densidad de corriente, alta temperatura del baño, agitación de la solución, baja concentración del sulfato de cobre y finalmente adiciones de sulfato de sodio, cloruro cúprico y benzotriazol.

Murashova y et al⁽⁴⁰⁾ llevaron a cabo un estudio, sobre un crecimiento dinámico y estructura de Cu depositado en una solución de sulfato de cobre, bajo condiciones de electrólisis de potencial estático, los resultados muestran que el tamaño y forma de las dendritas prácticamente no cambiaron durante el período de electrólisis.

Kozhanov y et al⁽⁴¹⁾ colocaron un microscopio electrónico de barrido, directamente sobre el cátodo, para estudiar la topografía y ciertos crecimientos de la superficie del cobre electrodepositado de una solución acuosa de sulfato, durante un período de tiempo de 25 a 180 minutos con una densidad de corriente más alta que el límite, del estudio se estableció lo siguiente: un tiempo de electrodeposición de 30 a 40 minutos promueve la formación de una estructura mezclada, de un arbusto de empalmes de microdendritas y pequeñas partículas redondas.

Posteriores electrodeposiciones causan una transición, o sea una formación de empalmes de enormes esferolitas o una apretada unión de segmentos. El número de agregaciones de esferolitas

en el arbusto decrece con el tiempo de electrodeposición y un simultáneo engrandecimiento en tamaño se observa.

En condiciones de una natural convección a temperatura ambiente, ocurren laminaciones de electrolitos, como resultado dan una formación de una capa forjada la cual inicia sobre la parte más baja del cátodo.

II.6.3 Otros métodos de producción de polvos metálicos (42) además de los ya descritos, se muestran en Tabla 2 a continuación:

TABLA 2. RELACION DE OTROS METODOS DE PRODUCCION DE POLVOS

METODO DE PRODUCCION	POLVO TIPICO	FORMA DE PARTICULA	% PUREZA ¹
Pulverización	Fe, Mn, Ni	Densa, hojuela	media 99.0
Descomposición del carbonilo	Fe, Ni	esférica	alta 99.5
Reducción por gas de soluciones	Ni, Cu	irregular, esponja	alta 99.2 a 99.8
Reducción por gas de óxidos	Fe, Cu	irregular, esponja	media 98.5 a 99.0
Reducción por carbono	Fe, Cu	irregular, esponja	media 98.5 a 99.0

(1) La pureza varía con el polvo involucrado, los datos son estimaciones de purezas típicas.

II.7 PREPARACION DE POLVOS

Algunas operaciones previas en los polvos metálicos, antes de ser compactados y sinterizados, pueden consistir en lo siguiente⁽⁴³⁾:

- a) Una mezcla de polvos metálicos.
- b) Y/o una adición y mezcla de lubricante.
- c) Y/o una adición y mezcla de aditivos metálicos.

La adición y mezcla de lubricante al polvo metálico, es una operación frecuente y de importancia por las siguientes razones:

1. Se da una protección a las esquinas y paredes del dado durante la compactación del polvo y la subsecuente expulsión del polvo ya compactado fuera del dado.
2. Disminuir las fuerzas de fricción del polvo metálico y obtener la densidad aparente deseada en el polvo y producto final.

Es común en las plantas de producción el uso de mezcladores de doble cono (ver figura 12) para la mezcla de polvos metálicos y para la mezcla de lubricante con polvos metálicos, en un mezclador normalmente un tiempo de mezclado de 20 a 40 minutos son suficientes para alcanzar una buena mezcla uniforme.

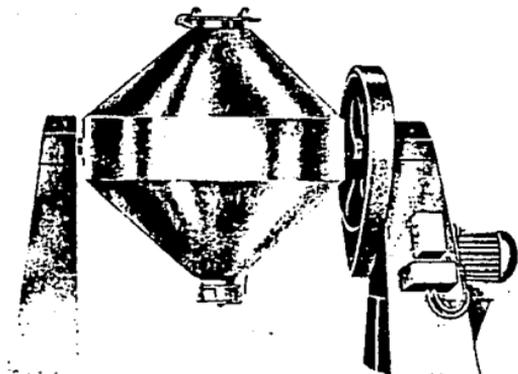


Figura 12. Un mezclador de doble cono, la parte cilíndrica no tiene una gran altura, esto le favorece para que no se produzcan movimientos paralelos de las partículas individuales, con objeto de obtener una mejor homogeneidad en la mezcla

Además la mezcla del lubricante con polvos metálicos tiene varios aspectos a considerar:

1. Para cada presión de compactación, hay una cantidad óptima de lubricante.
2. La cantidad óptima varía para diferentes polvos metálicos, puede ser de: 0.5%, 0.75%, 1.0%, 1.25% de lubricante (ej. en polvos de Fe una cantidad óptima es de 0.5%; en polvos de bronce, 0.75% de lubricante es adecuada⁽⁴⁴⁾).

3. El lubricante debe tener una temperatura de fusión muy baja.
4. Evitar el uso de lubricantes que puedan causar daños en los hornos, ni que afecte dimensionalmente al producto sinterizado.

Algunos lubricantes frecuentemente usados son: el estearato de Zinc, ácido esteárico, grafito, otros reportados son: Acrawax y el estearato de litio.

II.7.1 TRATAMIENTO TERMICO A LOS POLVOS METALICOS

Un tratamiento térmico es adecuado en la preparación de polvos, cuando se desea llevar a cabo una reducción de óxidos presentes en la superficie de las partículas⁽⁴⁶⁾ y también por otro lado cuando se desean mejorar otras propiedades, como lo reportado por Turestskii y et al⁽⁴⁷⁾, llevaron a cabo estudios con polvos de Fe (con 3.3% C) atomizados en aire con un posterior tratamiento térmico de recocido, indicando que se puede llegar a obtener buenas propiedades como una densidad aparente y una buena moldeabilidad, usando polvos finos como materia prima.

II.8 COMPACTACION

La compactación provee un fuerte contacto entre partículas, generalmente los polvos metálicos son consolidados por un mecanismo de deformación plástica, con un previo arreglo o reacomodo

de partículas que contribuyen el inicio de la densificación a bajas presiones de compactación, una final densificación ocurre a presiones altas, esencialmente por deformación plástica⁽⁴⁸⁾

En un estudio reportado⁽⁴⁹⁾, el comportamiento mostrado en pruebas de compactación con polvos de Cu electrolítico y Cu reducido, fué corroborado lo siguiente: el comportamiento de los polvos metálicos bajo una presión de compactado, aparecen ciertos mecanismos de consolidación a diferentes presiones de compactación y éstos son:

1. Un rearrreglo o reacomodo inicial de las partículas, al iniciarse una presión sobre el polvo.
2. Al incrementar la presión, ocurre una deformación elástica y plástica en las partículas.
3. Posteriores presiones ocasionan fracturas en las partes o regiones más sensibles de las partículas debido a un endurecimiento por deformación.

En las figuras 13a, b, c, se describe un polvo de Cu esférico en diferentes estados o condiciones, con el fin de observar las diferencias de un polvo sin compactar, con respecto a un polvo solo compactado y también con respecto a un polvo compactado y sinterizado⁽⁴⁸⁾.

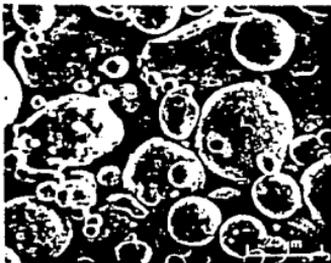


Figura 13a.

Se muestra un polvo de Cu antes de compactar.



Figura 13b.

Se muestra una fractura, en la que se observa la deformación de las partículas ocasionada por la compactación efectuada sobre un polvo de Cu.



Figura 13c.

Se muestra una fractura de un polvo de Cu compactado y luego sinterizado, en la que se observan evidencias de la deformación de las partículas por la compactación.

II.8.1 Una relación entre la densidad (ρ) del compactado y la presión de compactación (P), es descrita así⁽⁴⁸⁾:

$$\log \rho = N \log P + C$$

donde N y C son constantes.

N = relaciona el material deformado o trabajado.

C = depende de la forma, fricción en movimiento y densidad aparente inicial de las partículas del polvo.

En la figura 14, se muestra una relación de la presión de compactación con respecto a la densidad obtenida en polvos de Fe compactados, esta relación es graficada por medio de unas curvas⁽⁵⁰⁾. Y en seguida se muestra en la figura 15, una relación entre la densidad relativa (Dr) en verde y la presión de compactación, ésta fue obtenida en polvos de Cu esférico, la densidad en verde se expresa como es sugerida por Heckel, como:

$$\ln (1/(1-Dr))$$

y fué aproximadamente, linealmente proporcional a la presión de compactación⁽⁵¹⁾.

Las figuras 14 y 15 se muestran a continuación.

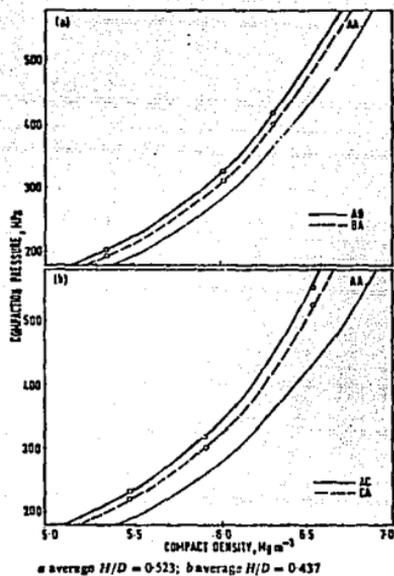


Figura 14. Curvas de presión de compactación-densidad, obtenidas en polvos de Fe compactados. Donde:
 H/D = Relación de altura/diámetro del compactado.
 AA = Compactos cilíndricos.
 AB, BA, AC, CA = Compactos de distintas formas.

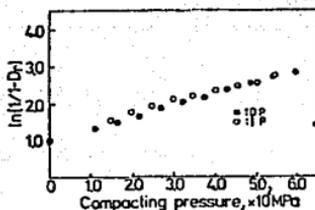


Figura 15. Se muestra una relación entre la densidad relativa (D_r) y presión de compactación para polvos de Cu esférico que fueron compactados. Donde:

- DP = Prensado bidireccional
- IP = Prensado isostático.

Por otro lado, se muestra en la figura 16 una variación de la resistencia en verde (sin sinterizar) de compactados con respecto al grado de porosidad (expresada como densidad fraccional), el estudio fue realizado en polvos compactados de Ta, 304L, Ti, Fe, Ni, Al y Cu⁽⁴⁸⁾.

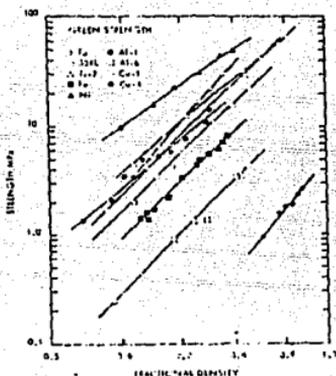


Figura 16. Gráfica que muestra la variación de la resistencia en verde con respecto a la densidad fraccional en varios polvos compactados.

Cuando el tamaño de la partícula decrece, los efectos de la fricción entre partículas dificultan el rearreglo inicial de éstas, resultando en la necesidad de aplicar altas presiones para compactar y alcanzar una densidad deseada, por otro lado un tamaño de partícula fina contribuye a una alta resistencia en el compacto verde, por lo cual se establece que, la resistencia es inversamente proporcional al tamaño de la partícula, la resistencia del compacto en verde se incrementa substancialmente con el sinterizado (48).

La densificación de polvos con incremento de la presión de compactación, frecuentemente se describe por medio de la ecuación de Heckel⁽⁵²⁾:

$$\ln \frac{1}{\epsilon} = k P + A \quad \dots \text{ec. (1)}$$

Siendo definida la porosidad como:

$$\epsilon = 1 - D = 1 - \frac{V_{\infty}}{V}$$

Donde:

A = es una constante

k = es una constante (alcance lineal de Heckel)

P = presión de compactación

V_{∞} = volumen real

V = volumen aparente.

D = Densidad relativa

En un estudio reportado⁽⁴⁹⁾, reporta las constantes A y k fueron sensitivas al tamaño y forma de las partículas de los polvos estudiados.

Además, la densidad relativa (D_r) también es definida como⁽⁵¹⁾:

$$D_r = \frac{\text{Densidad en verde}}{\text{Densidad teórica}}$$

Por lo que la ecuación (1), queda como⁽⁵²⁾:

$$\ln \left(\frac{1}{1 - D_r} \right) = k P + A \quad \dots \text{ec. (2)}$$

II.8.2 AREAS DE CONTACTO ENTRE PARTICULAS EN LA COMPACTACION

Durante la compactación, la deformación plástica incrementará el área de contacto entre partículas⁽⁴⁸⁾. Sheppard y Mc Shane⁽⁵³⁾, establecen que la resistencia en verde es directamente proporcional a las áreas de contacto.

También Strömgren y et al⁽⁵⁴⁾ mencionan que la resistencia en verde de un compacto es relacionada a el cubo del radio del área de contacto, finalmente Arzt⁽⁵⁵⁾ describe la densificación de polvos esféricos en términos de contracción dimensional de las celdas Voroni, asociadas con el empaque (volumen inicial de las partículas), introduciendo el concepto de coordinación.

II.8.2.1 MODELO O DEFINICION DE AREA DE CONTACTO⁽⁵¹⁾.

El área de contacto entre dos partículas esféricas se incrementa, si el centro a la distancia del centro de las partículas en contacto decrece con incremento de la presión (ver figura 17), en otras palabras, el contacto entre dos partículas se incrementará como los centros se aproximen por incremento de la presión. El flujo del material acumulado alrededor del cuello del área de contacto puede aparecer a ser parte del área de contacto, aunque éste, no puede contribuir efectivamente a la resistencia en verde.

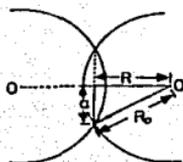


Figura 17. Relación geométrica entre dos partículas en contacto. Donde:

- a = es el radio del área de contacto
- R_0 = es el radio de la partícula original
- R = es la distancia del centro de una partícula a el área de contacto.
- O = es el centro de la partícula.

II.8.3 DISTRIBUCION DE LA DENSIDAD EN UN COMPACTO (50).

La distribución de la densidad dentro de un compactado de polvos metálicos es muy importantes debido a que éste, es un indicador de la resistencia del producto. En compactados de formas complejas y de componentes de varios niveles, la distribución de la densidad es particularmente crítica.

En la figura 18, se detalla una representación de los factores involucrados en el proceso de compactación y expulsión del compactado fuera del dado.

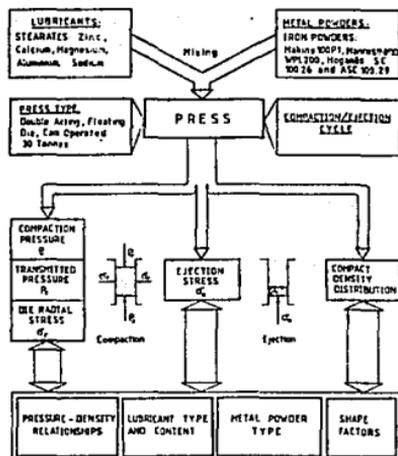


Figura 18. Representación de los factores involucrados en la compactación y expulsión del compactado.

La distribución de la densidad en compactados de polvos metálicos, obtenida por una compactación uniaxial es afectada por los siguientes factores .

Características del material:

- a. Características del polvo metálico, del lubricante y la naturaleza de las mezclas de los polvos.

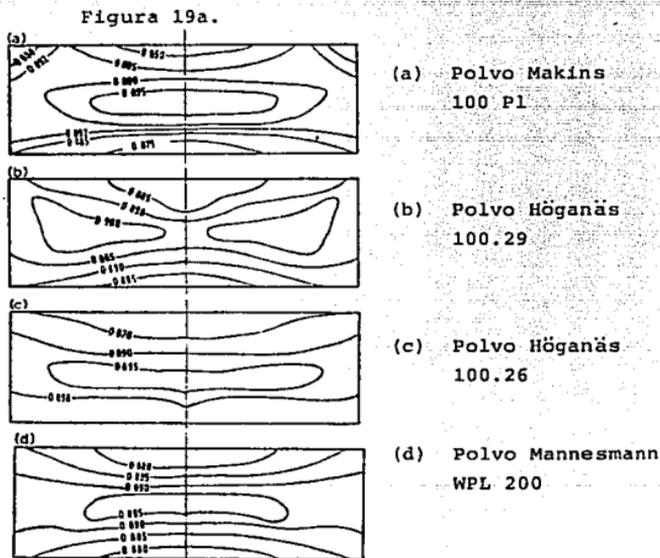
b. Contenido del lubricante.

Características de compactación:

- a. Presión usada y densidad alcanzada
- b. Tamaño del compactado o relación de altura/diámetro
- c. Forma del compactado (la orientación de la forma que debe tener el compactado es muy importante en las herramientas o dados de la prensa).

Algunas características antes mencionadas, se describen en figuras 19(a,b,c), las cuales representan algunos resultados que fueron obtenidos en un estudio llevado a cabo , las figuras se muestran a continuación:

Figura 19a. Variación en la distribución de la densidad en compactos cilíndricos de diferentes polvos de Fe, con 0.5% de estearato de Zinc, con una densidad = 7.05 Mg m^{-3} y una relación de altura/diámetro = 0.340

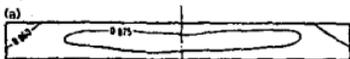


Nota 1.

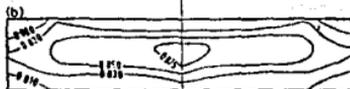
Los valores que se encuentran en el interior de las figuras, son densidades fraccionales, éstas fueron obtenidas de gráficas de equivalencia dureza-densidad, a partir de los datos iniciales obtenidos por medición de microdurezas Vickers.

Figura 19b. Variación de la distribución de la densidad en formas cilíndricas, con diferentes relaciones de altura/diámetro, hechos con polvo Makins 100 Pl y con 0.5% de estearato de Zinc.

Figura 19b.



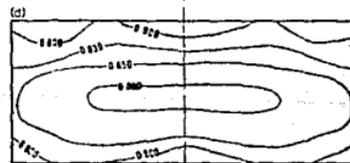
(a) Densidad = 6.724 Mg m^{-3}
A/D = 0.125



(b) Densidad = 6.587 Mg m^{-3}
A/D = 0.250



(c) Densidad = 6.877 Mg m^{-3}
A/D = 0.340

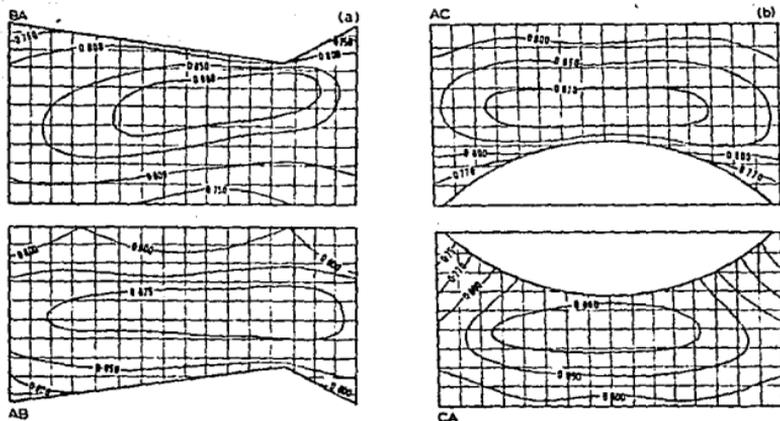


(d) Densidad = 6.631 Mg m^{-3}
A/D = 0.500

1. A = altura, D = diámetro.
2. Nota idem a Nota 1, de la figura 19a.

Figura 19c. Variación en la distribución de la densidad con respecto a la forma de los compactos, hechos con polvo Makins 100 P1 y con 0.5% de estearato de Zinc.

Figura 19c.



(a) = BA y AB

Densidad promedio = 6.336 Mg m^{-3}

Altura/Diámetro promedio =

0.523

(b) = AC y CA

Densidad promedio = 6.552 Mg m^{-3}

Altura/Diámetro promedio =

0.437

Nota: En figura 14, se muestran unas curvas de presión de compactación-densidad de los compactos considerados en la figura 19c.

II.8.4 OPERACIONES FUNDAMENTALES DEL PRENSADO O COMPACTADO

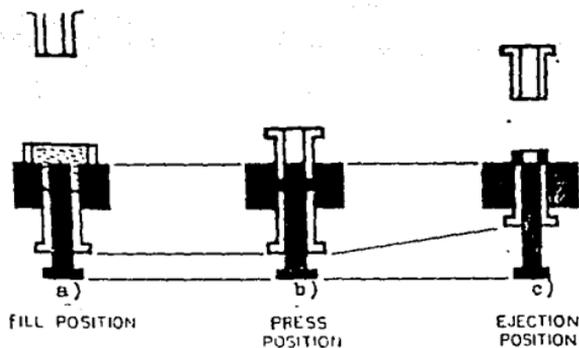
Una de las operaciones más sencillas para compactar un polvo, es el prensado para obtener una forma cilíndrica, el efecto de la fricción entre la pared del dado y el polvo, se puede disminuir recubriendo la pared con lubricante.

Cuando un molde o dado es llenado con el polvo, la relación de la altura de llenado inicial con respecto a la altura final del compactado se le conoce como; relación de compresión, se acostumbra tener una relación de compresión entre 2 y 3⁽⁵⁶⁾.

Un principio de compactación simple se muestra en: figura 20(a) se muestra un dado conteniendo un polvo, 20(b) el pistón superior realiza una presión de compactación sobre el polvo, 20(c) la forma compactada es expulsada o desalojada fuera del dado y se inicia un nuevo ciclo⁽⁵⁷⁾. Si el prensado se efectúa usando el principio del pistón de doble acción, se provee una densidad de prensado más uniforme⁽⁵⁶⁾. De los principios antes mencionados son derivados otros sistemas de compactación.

La figura 20 se muestra a continuación.

Figura 20. Sistema de prensado de acción simple

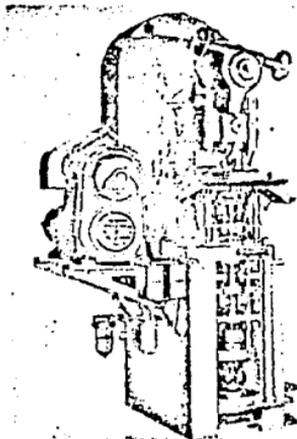


Posiciones:

- a) Llenado del dado con el polvo.
- b) El pistón superior baja, compactando el polvo mediante una presión.
- c) El compactado es expulsado o desalojado fuera del dado.

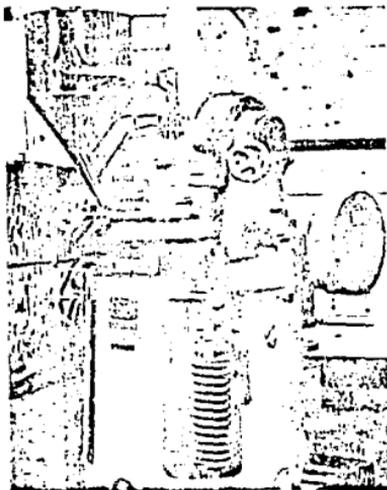
Prensas Mecánicas.

Figura 21a



Prensa mecánica de 20 ton. de acción múltiple⁽⁶⁾.

Figura 21b



Prensa rotatoria, opera mecánicamente, en producción normal puede fabricar hasta 1000 piezas por minuto, pero puede alcanzar hasta 10 000 por minuto⁽⁵⁷⁾.



Figura 22. Prensa hidráulica
La capacidad de estas prensas
varía de 40 a 2000 ton. de
presión (57).



Figura 23. Equipo para prensa
de isostático en caliente.
Compacta y sinteriza en un ciclo
hasta 2300°C y con 1500
PSIG. (100 bar).

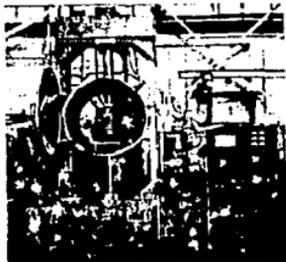


Figura 24. Prensa-horno.
Para compactación uniaxial
hasta 2300°C y 400 ton. de
presión.

II.9 SINTERIZADO

El sinterizado en fase líquida, es un proceso ampliamente usado para la consolidación de polvos metálicos y cerámicos en sus formas finales. Las principales ventajas de este proceso son: temperaturas bajas de sinterizado, una densificación sólida y homogeneización, altas densidades al final y las microestructuras resultantes, éstas proveen propiedades mecánicas y físicas al material compactado, inclusive llegan a ser superiores a los materiales convencionales en ciertos casos.

Durante las temperaturas de sinterizado, parte de los compactos forman una fase líquida, las áreas fundidas pueden consistir de partículas de bajo punto de fusión con respecto a las partículas en estado sólido, por ej. Níquel y Hierro en aleaciones de Tungsteno o partículas de Cobre en partes estructurales de base Hierro. Es importante la condición de un buen empape de la fase líquida en las partículas sólidas, ésta es forzada por fuerzas capilares a entrar en los cuellos de unión entre partículas y pequeños poros, los cambios dimensionales, las contracciones y una homogeneización son generados por un normal y anormal crecimiento de grano⁽⁵⁸⁾.

Numerosos estudios han sido realizados con el propósito de comprender los mecanismos de crecimiento en el sinterizado de los polvos compactados y también por la importancia de mantener una estabilidad dimensional de los productos P/M.

Se presentan a continuación unas teorías sobre el crecimiento de las partículas durante el sinterizado⁽⁵⁹⁾.

II.9.1 MECANISMOS DE CRECIMIENTO DE LAS PARTICULAS DURANTE EL SINTERIZADO EN FASE LIQUIDA

R. Warren⁽⁶⁰⁾ indica que los mecanismos de crecimiento son por:

1. Coalescencia de partículas vecinas en contacto.
2. Proceso de solución y reprecipitación.

En los modelos cualitativos de crecimiento de partícula propuestos por Grathwoll y Warren⁽⁶¹⁾ describen el efecto de las fracciones de volumen de las fases, estos principios se detallan en figura 25.

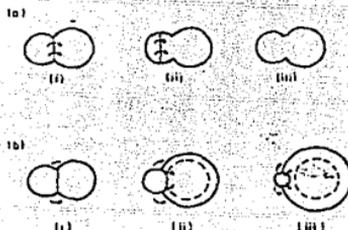


Figura 25. Procesos alternativos para el crecimiento en un sistema de dos partículas. Las flechas indican modelos de movimiento atómico.

Descripción de la figura 25a y 25b.

En la figura 25a: Para el sistema de dos partículas mostrado, el crecimiento de la partícula toma lugar por coalescencia, esto es, por movimiento de los límites de grano entre partículas.

La contribución de la coalescencia en el crecimiento, dependerá del grado de contacto y consecuentemente de la fracción de volumen de la fase sólida, un alto grado de contacto favorece la coalescencia, la presencia de inclusiones de partículas sólidas en fase líquida es una evidencia de coalescencia. La existencia de inclusiones de fase sólida entre los bordes de partículas sólida-sólida, fué observado en muchos sistemas por Zukas, Rogers y Rogers⁽⁶²⁾.

En la figura 25b: En el sistema de dos partículas, el crecimiento de partícula involucra una solución y una reprecipitación y movimiento de grano. El movimiento de fuerzas para la aparición de una curvatura final (un incremento) en el límite de grano, como resultado de una solución y reprecipitación en las interfases sólido-sólido.

El crecimiento cinético reflejado en la energía de activación y rapidez del crecimiento siempre será controlado por el proceso de solución-reprecipitación. En sistemas que exhiban un bajo grado de contacto, ej. VC-Co, es esperado que el crecimiento ocurrirá por mecanismos de solución-reprecipitación.

II.9.2 Phadke y Davies⁽⁵⁹⁾ en su estudio refieren dos teorías: una de difusión y la otra de penetración, para explicar los fenómenos de crecimiento en el sinterizado de compactos de mezclas de polvos de Fe-Cu, conduciendo el sinterizado de estudio a una temperatura arriba del punto de fusión del Cu.

II.9.2.1 MECANISMOS DE DIFUSION EN EL CRECIMIENTO

La expansión de la rejilla del Fe es debido a la solución sólida de Cu, generando un crecimiento. El crecimiento observado fué en tiempos muy cortos de 10 minutos durante el sinterizado, esta alta rapidez de crecimiento es explicado por la difusión en el borde de grano. Los bordes de grano actúan como canales para una rápida distribución de soluto, una fina homogeneización es controlada por el volumen de difusión.

El máximo crecimiento se alcanza, cuando se obtiene una máxima solubilidad de Cu en austenita (γ), la cual es alrededor del 8% Berner y et al⁽⁶³⁾, encontraron un máximo crecimiento a 1150°C correspondiendo a un ángulo dihedral mínimo, Phadke y Davies en su estudio experimental, encontraron un máximo crecimiento entre 1140°C y 1160°C, confirmando las conclusiones de Berner y et al.

Usando diferentes temperaturas de sinterizado, no se obtiene la misma cantidad de difusión, un tamaño de grano austenítico fino resultó ser esencial para reducir la distancia de difusión⁽⁵⁹⁾, Trudel y Angers⁽⁶⁴⁾ encontraron que la difusión de Cu durante el sinterizado, ocurre una contracción dimensional

a los 30 minutos y a una temperatura de 1120°C, una alta concentración de soluto puede también ocasionar una restricción en el crecimiento de grano (65).

En figura 26, se muestran los crecimientos y cambios dimensionales en función de la temperatura de sinterizado para dos diferentes densidades de una aleación de Fe-6% Cu.

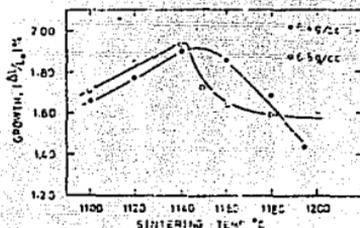


Figura 26. Crecimiento lineal de una aleación de Fe-6%Cu en función de la temperatura de sinterizado.

Es propuesta una relación para obtener una distancia de difusión aproximada y ésta es (59):

$$x = \sqrt{Dt}$$

Donde:

x = Distancia de difusión

D = Coeficiente de difusión apropiado del Cu en Fe.

t = Temperatura de sinterizado.

II.9.2.2 MECANISMOS DE PENETRACION EN EL CRECIMIENTO

Smith⁽⁶⁶⁾, demostró que si la energía libre interfacial sólido líquido (γ_{sl}) es menor a la mitad de la energía libre del borde de grano (γ_{bg}), entonces una fase líquida penetrará en el borde de grano, esto fué observado en el sistema Fe-Cu.

Cuando $2\gamma_{sl} < \gamma_{bg}$, Cu líquido penetrará a lo largo del borde de grano, separando así las partículas de Fe. La magnitud de crecimiento puede ser explicado en función del grado de penetración y de la cantidad de fase líquida.

La adición de otros elementos de aleación pueden tener efecto sobre el ángulo dihedral, reduciendo el grado de penetración y crecimiento.

II.9.3 Kaysser y Petzow⁽⁵⁸⁾, en su estudio sobre sinterización en fase líquida, explican como la densificación ocurre a través de rearrreglos y cambios de forma de los constituyentes sólidos, estos son descritos brevemente así:

II.9.3.1 REARREGLOS

El rearrreglo de partículas, es un requisito necesario para una efectiva densificación durante el sinterizado⁽⁶⁷⁾, el rearrreglo es controlado por los movimientos producidos por las fuerzas capilares y otros rearrreglos⁽⁶⁸⁾ que son descritos como rearrreglos primarios y secundarios, una importancia de rearrreglo secundario, es la desintegración de una partícula debido a

que los bordes de grano son atacados y substituidos por una capa líquida.

II.9.3.2 MECANISMOS DE SOLUCION Y REPRECIPITACION (58)

Los mecanismos básicos en el sinterizado generan cambios en el tamaño, forma y continuidad de las partículas, estos son asociados con la disolución de material disuelto en las interfases sólido-líquido de alto potencial químico y es reprecipitado a otros sitios de bajo potencial químico.

II.9.3.3 En Tabla 3, se describen las contribuciones de mecanismos básicos del sinterizado en fase líquida en los rearrreglos y cambios de forma de las partículas. La tabla se muestra a continuación.

Tabla 3. Contribuciones de los mecanismos básicos del sinterizado en fase líquida al rearrreglo y cambio de forma (58).

Mechanism	Denatification contribution*	
	Rearrangement	Shape change
Ostwald ripening	O	-
Ostwald ripening with shape accommodation	O	+
Contact flattening	-	+
Pore elimination by liquid flow	O	+
Pore elimination by grain-liquid mixture flow	+	O
Directional grain growth	O	O
Particle disintegration	+	-
Coalescence	O	-

* + = essential; O = modest; - = negligible.

Los mecanismos básicos, terminación Ostwald, desintegración de la partícula y coalescencia son causados por fuerzas impulsoras que resultan de las reducciones en sólido/líquido y áreas interfaciales.

La terminación Ostwald es asociado con un cambio de forma (acomodación de forma) de las partículas sólidas en la presencia de poros (fuerzas capilares), también una difusión combinada controla la terminación Ostwald.

Esfuerzos cercanos a la interfase que pueden resultar de esfuerzos externos transmitidos por la fase líquida y la existencia de esfuerzos en la interfase sólido/líquido de las áreas del cuello de partícula son las bases físicas de la teoría del aplanamiento por contacto.

El aplanamiento por contacto y eliminación del poro por flujo líquido y flujo de una mezcla de grano/líquido son un resultado de la presencia de fuerzas capilares.

La desintegración de partículas facilita un rearrreglo secundario y la coalescencia provee poca contribución al arreglo secundario a través de solución de partículas.

La coalescencia de partículas es descrita por la formación de contacto entre partículas que proviene de un borde de grano de baja energía (alto ángulo dihedral) y crecimiento de cuello, la coalescencia es completada por migración de los bordes de grano, alejándose del cuello de la partícula, la formación de grandes partículas es causada principalmente por este mecanismo.

El crecimiento direccional de grano es determinado por cambios en la energía libre del constituyente sólido cuando éste es disuelto y reprecipitado, este mecanismo contribuye a una rápida homogeneización.

Las principales causas de una contracción de volumen o reducción dimensional son: la eliminación de poros y flujo de mezclas de grano/líquido, en menor grado contribuye el crecimiento direccional de grano.

II.9.3.4 DESCRIPCION DE ALGUNOS REARREGLOS Y CAMBIOS MICROESTRUCTURALES.

En la figura 27, se muestra una microestructura, la cual denota un poro grande (mancha negra en el centro (P)), fué formado en un sitio que originalmente ocupaba una partícula de Níquel, cuando el Níquel fluyó entre la periferia de las partículas de Molibdeno⁽⁶⁹⁾.

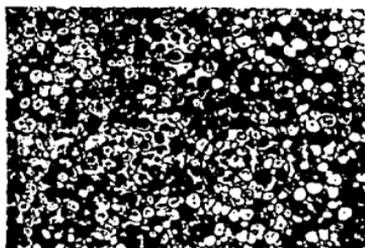


Figura 27. Aleación 96Mo-4Ni que fué sinterizada, la microestructura rodea a un poro (P).

La eliminación de tres grandes poros son mostrados en la figura 28, los poros fueron formados justo después de fundirse partículas de Níquel a un minuto de sinterizado, pero fueron llenados nuevamente por un flujo de mezcla de grano/fase líquida a los tres minutos de sinterizado⁽⁶⁹⁾.



(a)



(b)

Figura 28. Microestructura de 96Mo (7 μm)-5Ni (1.5 μm)-3Ni (100 μm , tamaño del polvo), fué sinterizado a 1460°C.
 a) Microestructura a un minuto de sinterizado.
 b) Microestructura a tres minutos de sinterizado.

Un proceso de solución y precipitación es mostrado esquemáticamente en la figura 29, Fe puro es tomado por la solución en la dirección del avance del líquido (indicado por B en la figura) esto es que el Hierro es transportado a través de una fase líquida y reprecipitado como una solución sólida (β) sobre la partícula opuesta a el borde de grano, el material reprecipitado en áreas de contacto impulsa la separación entre partículas⁽⁷⁰⁾.

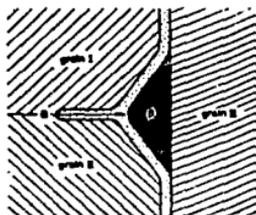


Figura 29. Modelo de penetración en el borde de grano y formación de una solución sólida (β) en las áreas de contacto.

Figura 30. se muestran microestructuras que denotan ciertas áreas de crecimiento direccional (de tono oscuro, contienen $\approx 7\%$ Cu), las áreas blancas son Cu libre⁽⁵⁸⁾.

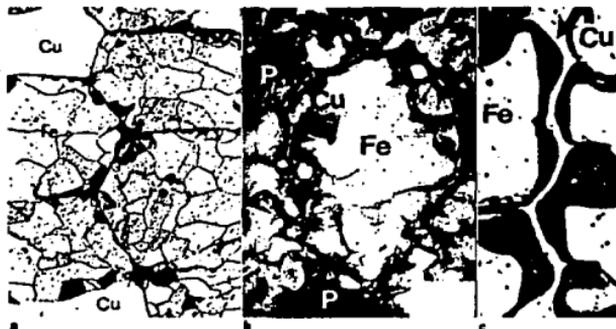


- a) aleación Fe-10Cu-0.4C, después de sinterizar a 1150°C por 20 minutos.



- b) Aleación Fe-10Cu, después de sinterizar a 1165°C por 3 minutos.

En figura 31, se muestran unos cambios microestructurales en un contacto inicial plano, en una aleación Fe-Cu⁽⁷⁰⁾, durante el sinterizado en fase líquida.



- a) Estado inicial después de compactar en frío y luego recocido a 850°C por 30 minutos.
- b) Después de 8 minutos a 1165°C.
- c) Vista amplificada de una área de contacto; a 780X (aumentos).

Figura 31. Cambio microestructural en un contacto inicial plano, en una aleación Fe-10Cu durante el sinterizado en fase líquida.

II.9.4 HORNOS PARA SINTERIZAR

Generalmente los hornos utilizados en la industria, para el sinterizado de compactos P/M, son del tipo para producción continua (ver figura 32a y 32b), otro tipo de horno para sinterizado al vacío se muestra en figura 33.

Las atmósferas utilizadas en los hornos de sinterizado, tienen una importante función como es, la reducción de óxidos de las partículas de un compacto, el control de la carburización y des carburización, etc. Las atmósferas frecuentemente usadas son: endotérmicas, exotérmicas, amoníaco disociado, hidrógeno, etc. (2)

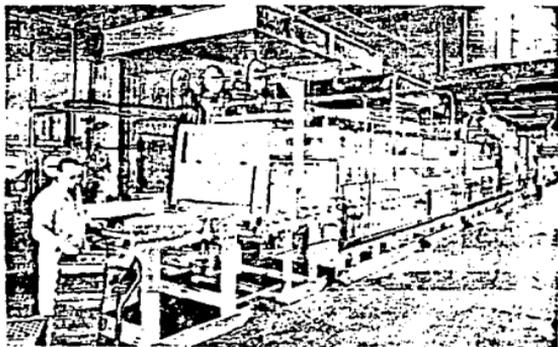


Figura 32a. Horno continuo (57)
Para el sinterizado de partes de acero al Carbono
P/M en atmósfera de gas endotérmica.

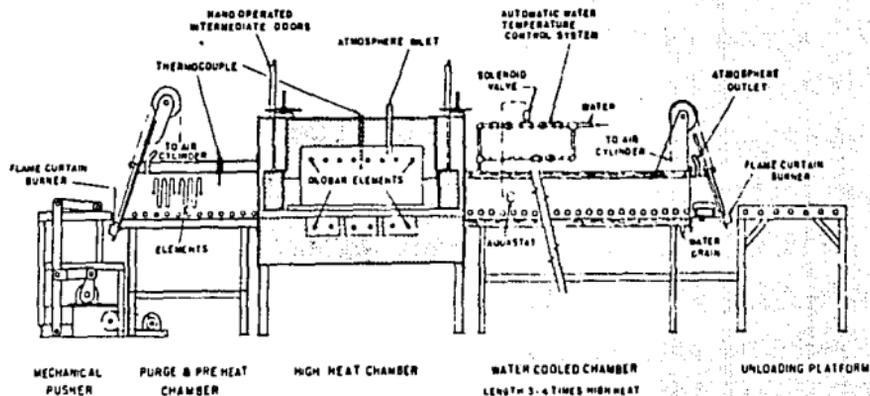


Figura 32b. Esquema de una sección longitudinal de un horno continuo para sinterizado, con sistema de avance mecánico (71).

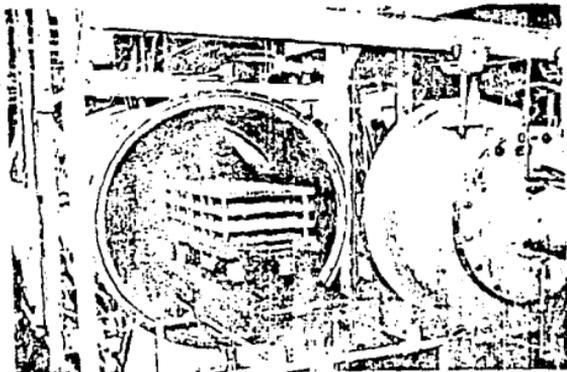


Figura 33. Horno para sinterizado al vacío, muestra unos contenedores con partes de acero inoxidable P/M⁽⁵⁷⁾.

CAPITULO III

CARACTERIZACION DE POLVOS METALICOS

III.1 INTRODUCCION

Las características de los polvos metálicos de una mezcla, aleación o compuesto P/M, tienen un gran efecto en los mecanismos de transformación de los procesos pulvimetalúrgicos.

Para comprender el propósito de una parte sinterizada (siendo esta definida como una pieza terminada y con sus propiedades finales tales como: porosidad, propiedades mecánicas y metalúrgicas, cambios dimensionales, etc.), es importante entender la influencia tan grande que ejercen las características de las partículas de los polvos metálicos, que se usan como materia prima.

Para caracterizar un polvo metálico, se requiere de la conducción de pruebas, con equipos, criterios, métodos y/o modelos apropiados con el propósito de asegurar la calidad que requieren las piezas producidas⁽⁷²⁾.

Las características principales de un polvo metálico son: el tamaño de la partícula, la distribución del tamaño, la forma de la partícula, otras características que dependen de las antes descritas, son: la densidad aparente, la fluidez, la compresibilidad, en cuanto a características inherentes a la superficie de la partícula tenemos: el área de superficie específica y la caracterización química de la superficie, finalmente hay otras características tales como: el ángulo de reposo, la pureza, etc.

En muchos casos la información sobre una característica de un polvo, es insuficiente para predecir y/o estimar el comportamiento de un polvo ya sea en la compactación, el sinterizado e inclusive como polvo suelto para lo cuál, es necesario llevar a cabo el estudio de otras características por la interrelación que tienen⁽⁷³⁾.

III.1.1 REVISION A LA LITERATURA

El presente capítulo menciona lo reportado por muchos investigadores y estudiosos sobre los métodos, pruebas, trabajos, efectos, comportamientos en cuanto a las características de los polvos metálicos principalmente de ciertos compuestos y/o aleaciones P/M en general y en bronces.

III.2 GENERALIDADES

Arunachalam y et al⁽⁷⁴⁾ determinaron que el tamaño de la partícula y la forma, eran las características primarias de un polvo metálico y además la distribución del tamaño⁽⁷⁵⁾ es tal vez, la característica más fundamental de un polvo metálico.

Es también un aspecto importante para el producto final P/M, la selección idónea del polvo metálico con un apropiado tamaño y forma de la partícula, así como también la distribución del tamaño⁽⁷⁶⁾, en la figura 34, se ilustra una apreciación de las características de las partículas antes mencionadas.

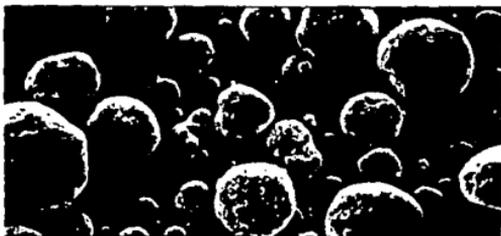


Figura 34. Las partículas de un polvo metálico denotan, tamaño forma y una distribución del tamaño⁽²¹⁾.

Las consideraciones que pueden tomarse en cuenta en la medición del tamaño, forma y distribución de las partículas se describen brevemente a continuación.

Las mediciones del tamaño de la partícula pueden ser⁽⁷⁵⁾:

- a) Indirectas vía: velocidad de sedimentación, separación por mallas, permeabilidad, proyección de imagen, etc.
- b) Directas mediante: microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido.

G. Citran⁽⁷⁷⁾ refiere que la medición de la forma de la partícula y distribución del tamaño, es un proceso probabilístico el cuál presenta problemas prácticos y teóricos que dependen de:

- a) El tamaño de las partículas no es homogéneo en un polvo metálico, inclusive el tamaño clasificado de partículas de un polvo retenido en un tamiz, tampoco es homogéneo.
- b) Las partículas presentan una enorme variedad de formas en la mayoría de los polvos.

- c) Las condiciones de operación, alcance del método y equipo de medición.

En tabla 4, se presentan algunos de los métodos y equipos utilizados para el estudio o medición del tamaño, forma y distribución del tamaño de las partículas de los polvos metálicos.

Tabla 4. Relación de algunos métodos y equipos usados en el estudio de polvos metálicos (2) (73) (75) (77) (78) (79).

Método	Equipo	Alcance
Mecánico	Mallas o tamices	400-800 μm 5-800 μm
Permeabilidad	Sub-mallas Fisher	.2-50 μm
Aire	Analizador de aire circulado	5-40 μm
Sedimentación	Sedígrafo	.1-100 μm
Resistividad eléctrica	Contador Coulter	.1-2000 μm
Microscopía	Microscopio Optico Microscopio electrónico de barrido (ver fig. 35)	.5-100 μm .2-100 μm
Difracción de luz	Difractómetro, con sistema de cómputo.	----
Difracción de trayectoria de Neutrones	Difractómetro	----
Difracción de Rayos X	Difractómetro	----
Proyección de imagen por luz	Analizador de imagen automático con sistema de cómputo estadístico.	2-100 μm 2-25 μm

Por otro lado, Taube y et al⁽⁸⁰⁾ reportan un estudio sobre un método fotoeléctrico para medir el tamaño de partícula, los polvos que estudiaron eran de Fe, Cu, W, Ni y Ti; con un alcance de 2-100 μm y en muestras suspendidas en 30% de glicerol.

En la figura 35, se muestra un microscopio electrónico de barrido, el cual se ha constituido como un método o herramienta poderosa para el estudio de los polvos metálicos⁽⁷⁴⁾.

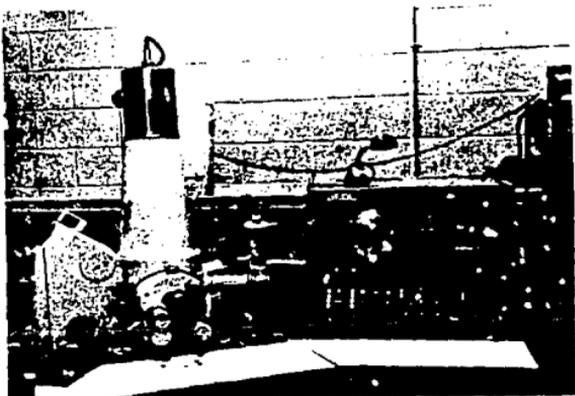


Figura 35. Microscopio electrónico de barrido (SEM).

III.3 CARACTERIZACION DEL TAMAÑO DE LA PARTICULA

III.3.1 CIERTOS CRITERIOS PARA LA MEDICION DEL TAMAÑO DE PARTICULA QUE SE HAN UTILIZADO SON:

Para partículas de formas, aciculares, en barras, hojuelas y dendríticas; se mide la longitud más grande⁽⁸⁾.

Para partículas de formas tales como: esféricas, redondas, porosas, angulares, irregulares, se han reportado criterios tales como: el diámetro de Feret (D_F)*, se mide la longitud máxima de la partícula en direcciones fijas; además el diámetro del círculo, esto es, que contenga casi toda el área de la partícula o el perímetro de la partícula⁽⁷⁵⁾, por otro lado, se reporta una lista de 13 definiciones diferentes⁽⁸¹⁾ para el tamaño de partículas irregulares. Sin embargo, se llega a usar el criterio de los cuatro diámetros⁽⁸²⁾ en mediciones de partículas irregulares un poco anguladas en donde son descritos a continuación:

- a) El diámetro de Heywood (D_H) = $\sqrt{4 A/\pi}$
- b) El diámetro fijo (D_R) = se mide en una misma dirección, (sin girar)
- c) El diámetro del círculo de igual perímetro (D_L) = L/π
- d) El diámetro de Feret (D_F)*

en donde: A = área

L = Longitud del diámetro.

Algunos criterios para las mediciones promedio de una muestra de partículas fueron usados en la producción de polvos por el método de atomización⁽²⁸⁾, tales como: el diámetro medio de la masa de la partícula⁽¹⁰⁶⁾, además el diámetro Sauter medio y que es igual al diámetro promedio de una esfera⁽⁸³⁾.

Cuando se utilizan los analizadores de imagen (ver figura 36), algunas de las mediciones que se llegan a usar son: el área de sección transversal, la longitud al azar, el diámetro máximo de la sección de la partícula (en un plano)⁽⁷⁵⁾.



Figura 36. Muestra un analizador de imagen automático con programa de computación, para construir una distribución del tamaño de partícula a partir de las mediciones hechas a las partículas de una muestra de polvo.

III.4 CARACTERIZACION DE LA DISTRIBUCION DEL TAMAÑO

La distribución del tamaño (o granulometría) es definida como: El porcentaje por peso o por número de cada fracción de una muestra de polvo que ha sido clasificada con respecto a un número de mallas o micrones, también es definida como: La distribución del tamaño de partícula por frecuencia⁽¹⁾.

Es común utilizar gráficas de las curvas de distribución del porcentaje en peso, en la figura 37a, b, c, se pueden apreciar diferentes tipos de distribución de tamaño de partículas⁽⁸⁸⁾ (8), también se llegan a usar gráficas de las curvas de distribución del tamaño de las partículas por frecuencia, como las elaboradas en los analizadores de imagen⁽⁷⁵⁾. La figura 37a, b, c, se muestra a continuación.

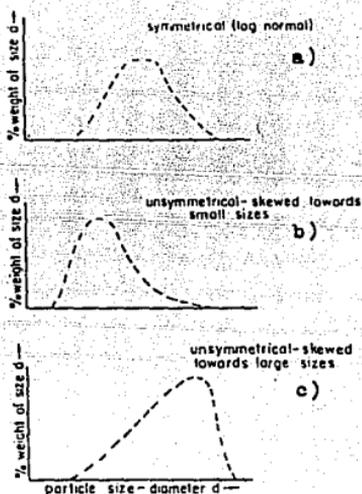


Figura 37a. Es una curva ideal, que muestra una perfecta distribución simétrica unimodal o logarítmica normal.

Figura 37b. Es una curva, que muestra una distribución asimétrica unimodal, en un polvo el tamaño de partículas finas representa el mayor % en peso.

Figura 37c. Es una curva, que representa una distribución asimétrica unimodal, en un polvo el tamaño de partículas gruesas representa el mayor % en peso.

II.4.1 ANALISIS GRANULOMETRICO

El análisis de mallas es un método ampliamente usado en la industria ⁽⁷⁶⁾ el cual utiliza una clasificación de tamices o mallas acordes con estándares tales como: U.S. Standard y Tyler. En figuras 38a y 38b, se muestran algunos equipos usados en el análisis de mallas o prueba de tamizado, estos producen movimientos circulares y verticales durante la prueba, a la cual son sometidos un juego de tamices que contienen el polvo a analizar ⁽⁸⁴⁾ (2), una clasificación de mallas es referida en apéndice A.

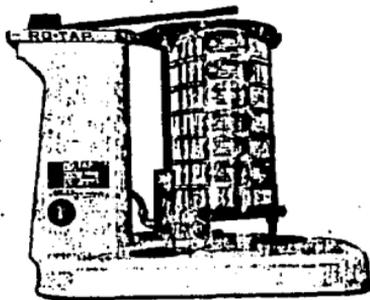


Figura 38a. Describe a un vibrador RO-TAP.



Figura 38b. Describe a un vibrador Tyler

II.4.1 UN ESTUDIO SOBRE LA DISTRIBUCION DE TAMAÑO Y NUMERO DE COORDINACION

Un estudio sobre la relación entre la distribución de tamaño y el número de coordinación, fué realizado por Suzuki y Oshima⁽⁸⁵⁾ en esferas de diferente tamaño, contenidas con una distribución de tamaño de tipo, log-uniforme, Rosin-Rammler y Andreasen (Gaudin-Schuhmann), todas estas se hicieron por simulaciones en computadora. La relación entre el número de coordinación y la distribución del tamaño también fué investigado.

Siendo el número de coordinación, el número de puntos de contacto sobre una partícula en una distribución de tamaño, obtenido por Arakawa y Nishino⁽⁸⁶⁾ y Powell⁽⁸⁷⁾. Encontrándose que en esferas de tamaño uniforme, el número de coordinación promedio fué de 6, el cual es independiente del tipo y expansión de la distribución del tamaño.

III.5 CARACTERIZACION DE LA FORMA DE LA PARTICULA

Se ha reportado que la forma de la partícula ejerce una fuerte influencia sobre ciertas propiedades tales como: la reactividad química⁽⁸²⁾, porosidad⁽²³⁾, densidad aparente, fluidez y sobre el producto final⁽⁸⁹⁾, además la forma de la partícula muestra ser dependiente de los métodos de producción⁽⁹⁰⁾.

El estudio del análisis cuantitativo de la forma es también un proceso probabilístico, pues se ha encontrado que la forma de la partícula es considerablemente más compleja de definir que el tamaño⁽⁸⁸⁾, debido a esta situación se han desarrollado diversos métodos, modelos y criterios con el objetivo de lograr una mejor medición de la forma, mediante la comparación de figuras geométricas patrón y además el definir una clasificación de la forma mediante índices y factores de forma.

En relación a la medición de la forma de la partícula, en algunos métodos se han propuesto figuras geométricas como modelos de las formas ideales, para así tener una referencia comparativa y medir el grado de desviación de la forma de la partícula. Para medir el grado de desviación en dos dimensiones se han usa

do algunas figuras como: el círculo, la elipse, el rectángulo, el triángulo, el rombo; para medir volúmenes se han utilizado ciertas figuras como: la esfera, el elipsoide, el cubo y otros polígonos⁽⁷⁵⁾.

Respecto a la clasificación de la forma, los índices y factores de forma generalmente son relaciones de: volumen/superficie, relaciones de criterios de medición como es la relación entre los cuatro círculos y además, relaciones de figuras geométricas, el factor de forma varía con la forma de la partícula, siendo un indicador muy sensible a las características de la forma.

Warren y Duran⁽⁹¹⁾ calcularon valores promedio de $4\pi A/U^2$ para un factor de forma de partículas de formas regulares, otro estudio refiere para partículas irregulares con esquinas angulosas, se determina un factor de forma promedio que tiene un intervalo de .60 a .66, definiéndose como⁽⁷⁵⁾:

$$\frac{4\pi A}{U^2} = .63$$

Donde:

A = área de una longitud al azar a través de una partícula.

U = es el perímetro de la sección.

Para determinar el factor de forma⁽⁸³⁾ se hizo uso de otro criterio conocido como el factor de esfericidad Wadell.

Se ha definido otro factor de forma de la partícula y que es: la no-redondez, ésta es definida matemáticamente como "la desviación estándar de la distribución radial del perfil de la partícula", Guo y et al⁽⁸⁹⁾ en su estudio determinaron cuantitati-

vamente la no-redondez en partículas modelo (hechas de polietileno de alta densidad), las partículas presentaban las formas ideales tales como: el círculo, hexágono, pentágono, cuadrado y triángulo. En tabla 5 se enlistan los resultados de la no-redondez de las partículas estudiadas.

	Círculo	Pentágono	Hexágono	Cuadrado	Triángulo
RDC _N (Cross-sectional view)	2.526 E-3	4.174 E-3	4.118 E-3	1.318 E-2	3.222 E-2
RDC _T (Tangential view) Length = diameter	9.952 E-3	8.987 E-3	9.180 E-3	1.249 E-2	1.637 E-2
RDC _T Length = 2 x Diameter	7.149 E-2	6.550 E-2	6.151 E-2	9.313 E-2	3.298 E-2
RDC _T Length = 3 x Diameter	1.518 E-2	1.398 E-1	1.427 E-1	1.919 E-1	9.055 E-2

Tabla 5. Valores encontrados de: no-redondez en las partículas ideales.

III.5.1 Y. Kuga y. et al ⁽⁸²⁾ realizan un estudio sobre la caracterización de la forma de la partícula, en el cual utilizan figuras geométricas básicas, índices y factores de desviación de la figura ideal, se describe lo sustancial de este trabajo.

Las partículas fueron registradas por microscopía óptica, en donde las coordenadas rectangulares de la perifería de las proyecciones de la partícula, fueron leídas en un digitador y luego ampliadas para obtener las coordenadas de más de 200 puntos determinándose el centro de gravedad (CAR) y las coordenadas rectangulares de la perifería se transformaron a coordenadas polares, posteriormente se midieron las áreas proyectadas de las partículas con referencia (por traslape) de las figuras geométricas básicas, para obtener los índices y factores del grado de desviación de las figuras geométricas básicas.

Los índices de forma utilizados en el estudio fueron propuestos en previos estudios por Tsubaki y Jimbo ⁽⁹²⁾ que están basados en los cuatro diámetros, éstos se relacionan para definir lo siguiente:

a) La circularidad (ψ) de las partículas y está dada por las siguientes relaciones:

$$\psi_{HL} = \frac{D_H}{D_L}, \quad \psi_{HF} = \frac{D_H}{D_F}, \quad \psi_{RF} = \frac{\bar{D}_R}{D_F}, \quad \psi_{RH} = \frac{\bar{D}_R}{D_H}, \quad \psi_{RL} = \frac{\bar{D}_R}{D_L}.$$

Donde: D_F , D_H , D_L son descritos en la página 66.

$$\bar{D}_R = \int_0^\pi D_R(\theta) d(\theta) / \pi$$

$$\bar{D}_F = \int_0^\pi D_F(\theta) d(\theta) / \pi$$

θ = Es la orientación de la partícula.

b) La elongación (Z) de las partículas es definida por:

$$Z = \frac{D_F \pi/2}{D_F \text{ min}}$$

donde:

$D_F \pi/2$ = Es el diámetro perpendicular a $D_F \text{ min}$.

$D_F \text{ min}$ = Valor mínimo del diámetro de Feret.

c) La relación del aspecto del centroide (CAR) es definida por:

$$\text{CAR} = \frac{D_R \text{ máx}}{D_R \pi/2}$$

donde:

$D_R \text{ máx}$ = Valor máximo del diámetro sin girar

$D_R \pi/2$ = Es el diámetro perpendicular a $D_R \text{ máx}$.

d) El factor de superficie rugosa lo relaciona (ψ_{FL}):

$$\psi_{FL} = \frac{\bar{D}_F}{D_L}$$

\bar{D}_F y D_L están definidos en (a) e inciso (c), pág. 66.

Además de los índices de forma, se utilizaron los factores del grado de desviación de las figuras básicas (ϕ) y estos son:

$$\begin{aligned} \phi_{CI} &= \frac{\Delta A_{CI}}{A} \text{ ----- (del círculo)} \\ \phi_{RE} &= \frac{\Delta A_{RE}}{A} \text{ ----- (del rectángulo)} \\ \phi_{TR} &= \frac{\Delta A_{TR}}{A} \text{ ----- (del triángulo)} \\ \phi_{EL} &= \frac{\Delta A_{EL}}{A} \text{ ----- (de la elipse)} \\ \phi_{RO} &= \frac{\Delta A_{RO}}{A} \text{ ----- (del rombo)} \\ \phi_{\min} &= \frac{\Delta A_{\min}}{A} \text{ ----- (valor mínimo de } \phi_1 \text{)} \end{aligned}$$

Donde:

ΔA = área mínima de desviación de la figura básica (1= círculo, elipse, rectángulo, rombo, triángulo).

A = área de proyección.

ϕ_1 = factor del grado de desviación de las figuras definidas en ϕ_{CIR} , ϕ_{RE} , ϕ_{TR} , ϕ_{EL} , ϕ_{RO} .

Posteriormente para caracterizar los factores de forma de las partículas, los índices y factores del grado de desviación de las figuras básicas, se clasificaron en cuatro grupos definidos como: $f(1)$, $f(2)$, $f(3)$, $f(4)$ y que están identificados en la figura 39a y 39b.

El 1er. factor $f(1)$, fué correlacionado con la circularidad utilizando (ψ_{RH} , ψ_{RL} , ψ_{HF} , ψ_{RF}) y la elongación utilizando Z y CAR y un coeficiente de variación.

El 2o. factor $f(2)$, fué correlacionado con el grado de desviación de la elipse (ϕ_{EL}) y el rombo (ϕ_{RO}).

El 3o. factor $f(3)$, fué correlacionado con el factor de rugosidad de la superficie con ψ_{FL} .

El 4o. factor $f(4)$, fué correlacionado con el grado de desviación del triángulo isósceles (en el lado (+) con ϕ_{TR} , y el lado (-) con ϕ_{EL} , ϕ_{min} y ϕ_{HF} .



Figura 39a. Gráfica de las proyecciones en la región de los factores característicos $f(1)$ y $f(2)$.

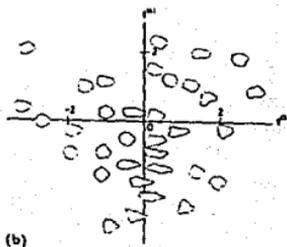


Figura 39b. Gráfica de las proyecciones en la región de los factores característicos $f(3)$ y $f(4)$.

Finalmente se encontraron cuatro factores de forma característicos de las partículas y fueron:

- a) Elongación (desviación del círculo)
- b) Rugosidad global (desviación de la elipse)
- c) Rugosidad de la superficie {desviación del triángulo}
- d) y Angularidad.

III.5.2 Ciertos efectos del tamaño de la partícula y distribución del tamaño se han reportado en lo siguiente:

En métodos de producción:

Dunkley y Palmer⁽³⁰⁾ en trabajos llevados a cabo en polvos de bronce atomizado por agua, los resultados experimentales obtenidos para la distribución del tamaño de partícula y con una muy baja relación agua/metal, indican que el tamaño de partícula disminuye con el incremento del fluido atomizante (agua), así mismo cuando es el caso de atomización con gas.

En propiedades físicas:

Otro estudio⁽⁹³⁾ en polvos de bronce: con polvo de Cu puro, grado electrolítico y con estaño (Sn) de alta pureza (Sn \geq 99.95%), utilizados en la manufactura de filtros, refiere: es importante un cerrado control sobre la distribución del tamaño de partícula con una limitada presencia de distintos tamaños de partícula (más grandes o más pequeñas).

Los efectos del tamaño de partícula en las propiedades físicas de la densidad aparente, fluidez y compresibilidad son descritos más adelante en los temas referidos a estas propiedades.

En compactación:

Radomysel'skii y et al⁽⁹⁴⁾ de su estudio con polvos de latón al ser compactados en frío, sus resultados indican que la compactabilidad es alta cuando se incrementa el tamaño de partícula, en compactos de partículas finas se encontró una menor compactabilidad o compresibilidad.

En el sinterizado:

Dessiex y et al⁽⁹⁵⁾ estudiaron la sinterización de polvos de Fe con Ni a 1400°C , por la distribución del tamaño de partícula se presentó un fuerte efecto Kirkendall, debido a la gran movilidad del Fe. Kim y Froes⁽¹⁵⁾ al estudiar un polvo aleado de Al-9Fe-7Ce-0.4W atomizado, se observa que la rapidez de solidificación y la microestructura, varían ampliamente dependiendo de la distribución de tamaño y de la propia partícula, obteniéndose también una oscilación en los valores de dureza.

Por otro lado, Kulkarni⁽¹³⁾ en trabajos llevados a cabo con polvos de acero de alta velocidad M-2, T-15 atomizados y recocidos, luego compactados y sinterizados al vacío, llevándose a cabo la sinterización; con fracciones de polvo grueso, obteniéndose grandes poros que dificultan el cierre de éstos en el sinterizado, por otro lado sinterizados llevados a cabo con fracciones de polvo fino (malla-400), se alcanzó una total densificación en el sinterizado.

En las propiedades del producto sinterizado:

En un estudio sobre sinterizados de polvo de latón⁽⁹⁴⁾, las muestras sinterizadas con polvos finos; las propiedades mecánicas tienden a ser altas y en las muestras sinterizadas con pol-

vos de partículas gruesas se presenta una relación inversa, las propiedades mecánicas disminuyen (resistencia a la tensión y ductilidad).

En otro estudio, H.C. Neubing⁽⁹³⁾ reporta que la resistencia al corte en los filtros sinterizados de bronce, es inversamente proporcional al tamaño de la partícula, finalmente un estudio⁽⁴⁸⁾ refiere sobre una dependencia de la resistencia del sinterizado sobre el tamaño medio de partícula de Cu y Al de forma esférica a una densidad fraccional de 0.8, tanto para el Cu y el Al, la resistencia es inversamente proporcional a el tamaño medio de partícula, esta relación se observa en figura 40. Similares resultados han sido reportados para polvos de Fe⁽⁹⁶⁾.

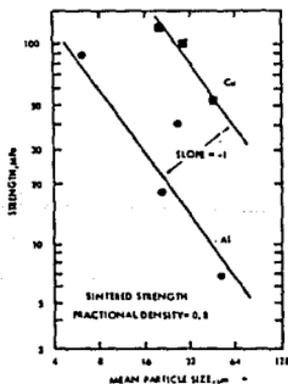


Figura 40. Dependencia de la resistencia del sinterizado sobre el tamaño medio de partícula para Cu y Al esférico.

III.5.4 La forma de partícula, generalmente manifiesta una dependencia de los métodos de producción, según algunos estudios que son descritos a continuación:

Hohmann y Biekehör⁽⁹⁷⁾ describen al método de atomización por gas inerte, como un método adecuado para la producción de polvos metálicos de alta calidad, obteniéndose una forma de partícula uniformemente esférica. En polvos de acero R6M5 atomizados por agua con presiones mayores de 5 MPa, Sanin y Nichiporenko⁽⁹⁸⁾ encuentran que: si se incrementaba la rapidez del flujo del agua es promovida una forma de partícula no-esférica, además se observó que las partículas aproximadamente 100 μm de tamaño son de forma no esférica, bajo presiones de agua de 11 MPa., y que las partículas de 50 μm en tamaño, serán no esféricas bajo presiones de 16 MPa. De los resultados se derivó una cierta dependencia y fué que la obtención de partículas de forma irregular está dada dentro de un intervalo de presiones de 10 a 16 MPa.

Otros estudios en el crecimiento y estructura de Cu depositado durante su electrodeposición en solución de sulfato, bajo unas condiciones de potencial estático de electrólisis, los resultados de Murashova y et al⁽⁴⁰⁾ muestran que el tamaño y forma de las dendritas prácticamente no cambian durante el período de electrólisis.

En otro estudio, Flis y et al⁽⁹⁰⁾ reportan que, polvos de Nb obtenidos por el método de Hidrogenación-Deshidrogenación las partículas presentan una forma fragmentaria.

III.5.5 Ciertos efectos de la forma de la partícula se han reportado en lo siguiente:

En propiedades físicas.

Los efectos de la forma de la partícula en las propiedades físicas de la densidad aparente y fluidez, son descritos más adelante en los temas referidos a estas propiedades.

En compactación.

En unos resultados reportados sobre la compactación de polvos de Cu electrolítico y Cu reducido, desde una presión cero hasta 1650 MPa, Paramanand y Ramakrishnan⁽⁴⁹⁾ resumieron que: la contribución de la forma de la partícula a los procesos de compactación y expulsión del compacto fuera del dado o molde, parece ser más dominante que el tamaño de la partícula.

En el sinterizado.

Los efectos de la forma de la partícula son descritos más adelante en la caracterización del área de superficie específica de la partícula.

En el producto en verde y/o sinterizado.

Kaptsevich y et al⁽⁹⁹⁾ encuentran ciertos efectos de la forma de la partícula en polvos de bronce obtenidos por atomización por agua, los resultados mostraron que la forma de la partícula afecta el grado de porosidad y a la superficie específica de los compactos porosos, resultados similares se obtuvieron en compactados de polvos de bronce esférico⁽¹⁰⁰⁾ y además se encontró que la porosidad por consecuencia afecta las características de filtrado y capilaridad del producto poroso P/M.

III.6 DENSIDAD APARENTE

La densidad aparente de un polvo metálico tiene importancia en las características del volumen que ocupe, así como también en las propiedades del volumen del producto final P/M.

La densidad aparente se ha definido como: El peso de una unidad de volumen del polvo, usualmente expresado en gr/cm^3 y es determinada por un método específico⁽¹⁾.

Un método estandarizado para determinar la densidad aparente de un polvo metálico con fluidez libre se encuentra en: ANSI/ASTM B212⁽¹⁰¹⁾, otros métodos se encuentran en ANSI/ASTM B417⁽¹⁰²⁾, ANSI/ASTM B329⁽¹⁰³⁾ y para la determinación de la densidad después de ser vibrado el polvo en ANSI/ASTM B527⁽¹⁰⁴⁾. Un aparato para medir la densidad aparente es ilustrado en apéndice B.

III.6.1 Los factores que afectan y determinan la densidad aparente en un polvo metálico son:

- a) Tamaño de partícula
- b) Distribución de tamaño
- c) Forma de partícula
- d) Tipo de polvo metálico y mezclas
- e) Adición de lubricante al polvo
- f) Fricción entre partículas

A continuación se describen brevemente estos factores.

III.6.1 a) Tamaño de partícula.

La densidad aparente decrece, cuando decrece el tamaño de partícula (en casos cuando el tamaño de partícula es menor a 20 μm).

Esto no sucede con ciertos polvos esféricos como algunos inoxidables, tampoco se presenta este caso en polvos de Fe carbonilo con tamaños de partículas pequeñas, porque son de alta densidad, en tabla 6, se describen otros casos (8).

Tabla 6. Densidad aparente de varios tamaños de partícula en varios polvos.

Material	Average Particle Diameter (microns) ⁽⁸⁾	Apparent Density (gm/cc)
Aluminum, atomized ⁽⁸⁾	5.8	0.62
	6.8	0.75
	15.5	0.98
	17.0	1.01
	18.0	1.09
	60% above 44 (+325 mesh) 75% above 44 (+325 mesh)	1.22 1.25
Nickel ⁽⁸⁾ carbonyl precipitation	3.2	0.61
	3.5	1.00
	3.8	1.07
	4.1	2.10
	4.1	2.09
	8.0 --40 + 325 mesh	2.60 3.60
Tungsten ⁽⁸⁾	1.20	2.16
	2.47	2.52
	3.08	3.67
	6.85	4.40
	26.00	10.29

Continúa (Tabla 6)

Stainless Steel, atomized, spherical ^(a)	- 325 mesh	4.3	
	- 270 + 325 mesh	4.5	
	- 200 + 270 mesh	4.1	
	- 150 + 200 mesh	4.5	
	- 100 + 150 mesh	4.5	
Iron ^(b)	reduced c	6	0.97
	carbonyl	7	3.10
	reduced	51	2.19
	electrolytic	53	2.05
	electrolytic	63	2.56
	reduced	68	3.03
	electrolytic	71	3.32

^(a) from Fisher sub-sieve sizer for single values and screens for size fractions.

^(b) from data for commercial powders in A. R. Poster, *Handbook of Metal Powders*, Reinhold, N.Y., 1966.

^(c) from H. H. Hauster, in above reference, p. 16-17.

III.6.1 b) Distribución del tamaño de partícula.

Adicionando o distribuyendo partículas finas a una distribución de partículas gruesas, se modifica la densidad aparente del polvo, a continuación se ejemplifica esta situación en la figura 41⁽⁸⁾.

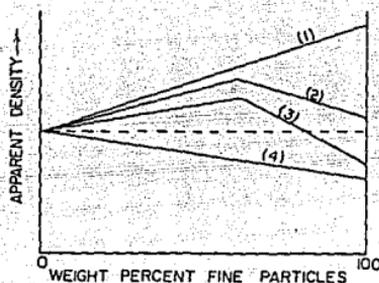


Figura 41. Ilustración esquemática de cuatro posibles efectos sobre la densidad aparente por adición de partículas finas a partículas gruesas.

Los números en la figura se interpretan como sigue:

- (1) Adiciones de partícula fina de mayor densidad que las partículas gruesas, llenando más efectivamente los espacios entre partículas.
- (2) Adición de partículas finas de mayor densidad, pero después de un porcentaje crítico de adición, decrece la densidad aparente, por el efecto de puenteo, o sea una mayor adición puede provocar obstrucciones a llenar espacios, resultando más espacios o huecos mayores entre partículas.
- (3) Adición de polvo fino de menor densidad que el polvo grueso.
- (4) Adición de polvo fino de muy baja densidad y un gran efecto de puenteo.

Wang y Zhang⁽¹⁰⁵⁾ estudiaron polvos de bronce atomizado, con adiciones de partículas finas (malla -325 +400), obteniéndose densidades óptimas.

Por otro lado, se reporta un estudio llevado a cabo por Itoh y et al⁽¹⁰⁶⁾ sobre el efecto de la distribución de tamaño de partícula sobre la densidad aparente.

Por simulación en computadora, se estudió el efecto de la densidad aparente de una mezcla de dos polvos con diferente distribución de tamaño Rosin-Rammler modificado.

La densidad aparente fué relacionada a el parámetro m (distribución constante) de la función distribución Rosin-Rammler modificada. En polvos con una distribución de tamaño Rosin-Rammler modificada; la densidad aparente decrece con incremento en el parámetro m .

III.6.1 c) Forma de partícula.

La densidad aparente (o fracción de volumen) de un polvo esta en función de la forma de la partícula⁽¹⁰⁷⁾. Guo y et al⁽⁸⁹⁾ mencionan que la densidad aparente decrece como el factor de la no-redondez de la partícula se incrementa, en otras palabras, cuando la partícula se desvía de la esfericidad a formas redondeadas, irregulares, rugosas, etc.

Además propusieron las siguientes ecuaciones (en modelos de partículas) para determinar la densidad aparente y la relación Hausner con respecto a la no-redondez de la partícula.

De una simple relación de la forma.

$$P \text{ (propiedad del volumen)} = P \text{ (ideal)} + KP \text{ (desviación)} \quad \dots \text{ ec. (1)}$$

Donde:

P = (propiedad como fluidez, densidad, etc.)

P (ideal) = Propiedad o valor para esferas perfectas.

P (desviación) = Desviación del estado ideal o grado de desviación por el efecto de la forma de la partícula.

K = constante de proporcionalidad.

De ec. (1) se propone:

$$V_f = 0.64 - K_1 \text{ RD } C_N^{k_3} \text{ RD } C_T^{k_4} \quad \dots \text{ ec. (2)}$$

$$\text{H.R.} = 1 + K_2 \text{ RD } C_N^{k_3} \text{ RD } C_T^{k_4} \quad \dots \text{ ec. (3)}$$

Donde:

en ec. (3), se introdujo el valor 1 porque físicamente la relación Hausner es mayor que 1.

V_f = Densidad aparente (fracción de volumen).

$\text{RD } C_N$ = No-redondez de la sección transversal de la partícula.

$\text{RD } C_T$ = No-redondez, vista longitudinal de la partícula.

0.64 = Fracción de volumen de partícula esférica ideal sin fricción.

H.R. = Relación Hausner

$K(1,2)$ = Constante de proporcionalidad

$K(3,4)$ = Constante que puede indicar la extensión de interacción de partículas que ocurren durante el proceso.

Resolviendo ec. (2) y ec. (3) se obtiene:

$$Vf = 0.64 - 0.446 RD C_N^{0.384} RD C_T^{0.149} \quad \dots \text{ec. (4)}$$

$$H.R. = 1 + 1.269 RD C_N^{0.834} RD C_T^{0.149} \quad \dots \text{ec. (5)}$$

Los datos de $RD C_N$ y $RD C_T$, se encuentran en tabla 5, en página 75. Con los cuales, se determinaron valores de densidad aparente y relación Hausner como son mostrados a continuación⁽⁸⁹⁾, en Tabla 7 y 8.

Tabla 7. Valores experimentales y calculados de la fracción de volumen (densidad aparente).

Prefix	Experimental value	Calculated value from eqn. 4
CRL1	0.6392	0.6174
PTN1	0.5955	0.6130
HXN1	0.5944	0.6131
SQR1	0.5856	0.5960
TRI1	0.5538	0.5754
CRL2	0.6272	0.6097
PTN2	0.5833	0.6038
HXN2	0.5784	0.6043
SQR2	0.5673	0.5806
TRI2	0.5504	0.5683
CRL3	0.6182	0.6061
PTN3	0.5727	0.5994
HXN3	0.5527	0.5995
SQR3	0.5693	0.5739
TRI3	0.5235	0.5567
Mean error		4.02×10^{-2}

Tabla 8. Valores experimentales y calculados de la relación Hausner.

Prefix	V_f	TV_f	H.R. = TV_f/V_f	Calculated value from eqn. 5
CRL1	0.6392	0.7030	1.100	1.064
PTN1	0.5955	0.6618	1.111	1.077
HXN1	0.5944	0.6568	1.105	1.076
SQR1	0.5850	0.8873	1.176	1.125
TRI1	0.5538	0.6348	1.146	1.184
CRL2	0.6272	0.6744	1.075	1.086
PTN2	0.5833	0.6393	1.096	1.103
HXN2	0.5784	0.6450	1.108	1.102
SQR2	0.5673	0.6450	1.137	1.169
TRI2	0.5504	0.6352	1.154	1.204
CRL3	0.6182	0.6704	1.084	1.096
PTN3	0.5727	0.6433	1.123	1.115
HXN3	0.5628	0.6039	1.093	1.115
SQR3	0.5693	0.6708	1.178	1.188
TRI3	0.5242	0.6202	1.183	1.237
Mean error				2.74×10^{-1}

III.6.1 d) Tipo de polvo metálico

Polvos metálicos obtenidos por diferentes métodos de producción de un mismo elemento, pueden presentar diferentes características en densidad aparente y en otros caracteres, ver tabla 9 a continuación⁽⁵⁰⁾.

Tabla 9. Especificaciones de polvos de Fierro.

Powder	Manufacturing method	Apparent density, Mg m ⁻³	Tapped density, Mg m ⁻³	Flow rate, 4/50 g	Surface area, m ² kg ⁻¹
Höganäs					
ASC 100.29	Atomized	3.035	4.06	34.8	21.2
Höganäs					
SC 100.26	Sponge	2.636	3.72	40.4	20.7
Mannesmann					
WPL 200	Atomized	2.508	3.40	45.6	20.7
Makins					
100 P1	Reduced	2.413	3.28	46.0	33.2

III.6.1 e) Adición de lubricante.

Lubricantes con diferentes características pueden obtener valores diferentes en densidad aparente en un mismo polvo metálico, la densidad aparente se modifica variando la relación polvo metálico-lubricante, esto es variando el contenido de lubricante (107).

Se han reportado varias mezclas con cinco diferentes lubricantes en un polvo de Fierro (Höganäs ASC 100.29) (50), los lubricantes usados en orden de tamaño de grueso a fino fueron:

Estearato de: Na, Al, Mg, Zn, Ca. El contenido de lubricante se varió de 0, 0.5, 1.0, 1.5 y 2.0% en peso, determinándose la densidad aparente en cada mezcla, ver figura 42.

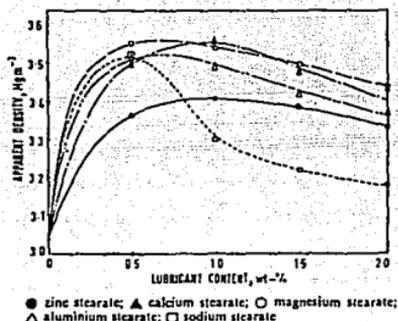


Figura 42. Variación de la densidad aparente en las mezclas estearato-pulvo Höganäs 100.29.

III.6.1 f) Fricción entre partículas (108)

La densidad aparente de un polvo metálico decrece con incremento de la fricción entre partículas.

Ahora bien, la relación Hausner (H.R) se define como la relación entre la densidad tap (D_t) (que es la densidad de un polvo después de ser vibrado un número de veces) y la densidad aparente (D_a). Esta relación $H.R. = D_t/D_a$ refleja la fricción en un polvo, la relación se incrementa con incremento de la fricción, este es un índice empírico propuesto por Hausner.

En un polvo conteniendo lubricante, la densidad aparente es el resultado de una reducción en la fricción entre partículas.

III.6.2 Otros efectos de la densidad aparente reportados sobre el producto sinterizado:

La densidad aparente tiene efecto en los procesos de compactación, Moon y Lee⁽¹⁰⁹⁾ investigaron la dependencia de algunas propiedades de un sinterizado, sobre la densidad aparente inicial de compactos verdes de polvo de Cu, encontraron que la resistencia a la fractura se incrementa con incremento de la densidad aparente, mientras la resistividad eléctrica disminuye.

III.7 FLUIDEZ

La fluidez, es una propiedad importante del polvo, que es requerida para el manejo de polvos, mezclas y en la producción de grandes cantidades de piezas que requieren de una buena rapidez del flujo del polvo para el llenado de los moldes⁽¹⁰⁸⁾.

Las características de fluidez de los polvos metálicos juegan un papel muy importante en los procesos de la metalurgia de polvos y esta influenciada principalmente por las características de los polvos⁽¹¹⁰⁾.

La fluidez se ha definido como: el tiempo requerido para que una muestra de polvo de peso estandarizado fluya a través de un orificio de un instrumento estándar de acuerdo a un procedimiento especificado⁽¹⁾. Un método estandarizado para determinar la fluidez se encuentra en ANSI/ASTM B213⁽¹¹¹⁾.

III.7.1 Los factores que afectan y determinan la fluidez en un polvo son:

1. Fricción entre partículas
2. Tamaño de partícula
3. Distribución de tamaño
4. Forma de partícula
5. Propiedades de la superficie de la partícula
6. Fuerzas magnéticas o de Van der Waals
7. Cohesividad
8. Lubricantes, aditivos
9. Temperatura, humedad
10. Densidad aparente, relación Hausner
11. Gases absorbidos.

A continuación se describen brevemente estos factores.

III.7.1 1. Fricción entre partículas

Es la oposición que presentan las partículas a que otras fluyan libremente por contacto directo o indirecto⁽¹¹²⁾.

Los factores enumerados antes mencionados (del 2 al 11) afectan la fricción entre partículas⁽¹⁰⁸⁾.

Por otro lado, Ficher⁽¹¹³⁾ reporta aplicaciones de energía vibracional para reducir la fricción entre partículas.

III.7.1 2. Tamaño de la partícula

En polvos de bronce atomizados (6-6-3) ⁽¹⁰⁵⁾, se estudió la influencia de un tamaño de partícula en fluidez. Encontrando lo siguiente: incrementando los tamaños de partícula gruesa, fué mayor la fluidez.

Ficher y Coleman ⁽¹¹³⁾, estudiaron la fricción entre partículas en polvos de bronce (con tamaños de 20-600 μm) de forma esférica, de baja densidad y de forma irregular. Encuentran que hay un incremento de la fricción en las partículas finas, debido a una mayor área de contacto.

III.7.1 3. Distribución de tamaño

Por adición o mezclas de polvos metálicos, Matei y Hausner ⁽¹¹⁴⁾, investigaron la relación entre fluidez y mezcla, en polvos de Fe y Cu electrolítico, usando un flujómetro Hall.

Hicieron mezclas en polvos de Fe, adicionándole desde 5% de Cu hasta 50% de Cu. La fluidez disminuyó cuando aumentaba el % de Cu, el comportamiento de la relación entre la fluidez y las mezclas de polvos metálicos está indicado y atribuido a la fricción entre partículas.

III.7.1 4. Forma de la partícula

Por sus resultados experimentales A. Guo⁽⁸⁹⁾, en modelos de partículas, determinó que las variaciones en la forma de la partícula tienen efectos marcados sobre la fluidez.

Al alejarse más la forma de la partícula de la esfericidad (esfera = partícula ideal), por efecto del factor de la no-redondez disminuye la fluidez en un polvo.

III.7.1 5. Propiedades de la superficie de la partícula.

Al incrementarse la angularidad y un mayor entrelazamiento a mi croescala por las condiciones de la superficie, daba como resultado un incremento en la fricción entre partículas, esto se observó en estudios realizados con: polvos de bronce esférico, de baja densidad y de forma irregular, también con polvos de Fe reducido y atomizado y además con polvos de Al en forma de hojuelas⁽¹¹³⁾.

III.7.1 6 y 7. Fuerzas magnéticas o Van der Waals y Cohesión⁽¹⁰⁸⁾

La cohesión en una masa de polvo es relacionada con la energía de superficie de las partículas, con fuerzas electrostáticas o fuerzas de London-Van der Waals.

También la cohesividad de un polvo es una función de la forma, tamaño de la partícula, etc. Además la cohesión es relacionada a fuerzas friccionales debidas a la forma de partícula, tales como el intercontacto físico ocasionado por ellas mismas, ciertos polvos por una alta cohesión tienden a formar agregados y el incrementarse la cohesión, la fluidez es retardada.

III.7.1 8 y 9. Lubricantes y temperatura

D. Yarton⁽¹⁰⁷⁾, estudió el efecto de las diferentes características de lubricantes y la variación de temperatura en la fluidez de polvos de Cobre atomizado, en un tamaño de malla -150 +200, siendo principalmente los siguientes:

- a) Polvos cubiertos con una monocapa (de 6 a 23×10^{-4} %) de lubricante (de la serie de ácidos grasos de: butírico, hexáico, octanóico, decóico, laúrico, mirfístico, palmítico, esteárico, behénico. La monocapa promedio fué medida por la técnica de evaporación repetida.
- b) Polvos cubiertos con 10 monocapas (de 6 a 23×10^{-3} %) de lubricante, representada por una película de múltiples capas.

Los efectos de la fluidez por el lubricante y la temperatura, se muestran en la figura 43a y 43b a continuación.

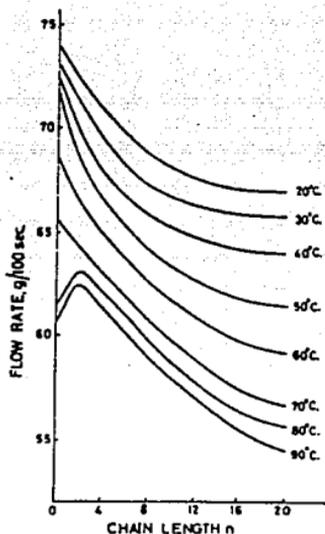


Figura 43a. Variación de la fluidez de polvo de Cobre atomizado a diferentes temperaturas, recubierto con una monocapa de lubricante de diferentes composiciones químicas (n).

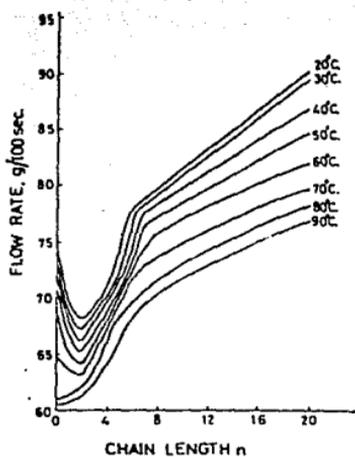


Figura 43b. Variación de la fluidez de polvo de Cobre atomizado a diferentes temperaturas, recubierto con 10 mg nocapas de lubricante de diferentes composiciones químicas (n).

III.7.1 9 y 11. Humedad y gases absorbidos.

Matei y et al⁽¹¹⁴⁾, estudiaron la fluidez en algunos polvos metálicos y cerámicos que requieren un intervalo usual de humedad de 30-70% en polvos de Cu, W, α -Al₂O₃ y γ -Al₂O₃. La ausencia de fluidez se observó con la disminución de la humedad relativa menores al 30%.

Sin embargo para polvos metálicos o cerámicos, la humedad es un factor adverso a la fluidez.

Se ha observado en polvos de Cobre, que éstos llegan a tener una acelerada oxidación por gases absorbidos en un cambiador de humedad⁽⁴⁶⁾.

III.7.1 10. Densidad aparente y relación Hausner

Los efectos ocasionados por la fricción entre partículas en la densidad aparente y relación Hausner son también reflejados en la fluidez⁽¹⁰⁸⁾.

III.7.2 DEPENDENCIA DE LA FLUIDEZ DE UN POLVO METALICO CON OTROS FACTORES

Existen otros factores que también afectan a la fluidez y son:

- a) El peso de la muestra (polvo a fluír)⁽¹¹²⁾.

- b) el orificio de descarga⁽⁸⁹⁾ (112) y
- c) Los efectos de pared y ángulo de inclinación del embudo⁽⁸⁹⁾.

También Kumagai y Okuda⁽¹¹⁶⁾, estudiaron la fluidez de un fundente para soldadura por arco sumergido, utilizando como fundente $\text{SiO}_2\text{-CaO-MgO}$, con un tamaño de grano medio del polvo-fundente de 1.980 a 0.089 mm; embudos cónicos de 60° , con orificios de descarga de 4 a 12 mm. de diámetro.

Los resultados obtenidos indican que la fluidez alcanzó valores máximos en tamaño de grano medio de 1.115 a 0.126 mm, independientemente del diámetro del orificio, además se estableció una relación de fluidez con respecto al tamaño de partícula y el diámetro del orificio.

Ramakrishnan y et al⁽¹¹⁰⁾, en su trabajo determinaron que la fluidez de los polvos esta influenciada también por: el recipiente o contenedor de pared y su diseño, por la carga del peso del polvo y por los flujómetros de diferente diámetro de orificio, con diferente ángulo de cono.

En sus estudios con polvos de Cobre atomizado en gas, reducidos y electrolíticos (de varias fracciones de mallas), encontrándose que el período de fluidez:

- a) Se incrementó linealmente con incremento de la carga del peso del polvo.
- b) Y que decrece exponencialmente con incremento del diámetro del orificio.

III.7.3 MEDICION DE LA FRICCION ENTRE PARTICULAS

La propiedad de fluidez es generada por un esfuerzo de corte, en un flujo gravitacional el esfuerzo es proporcional a el peso de carga ⁽¹¹²⁾.

Para la medición de la fricción entre partículas, Adeniyi y Mukherjee ⁽¹⁰⁸⁾, la determinaron, obteniendo el coeficiente de fricción con un aparato el cual mide la capacidad de carga torsional de polvos sin compactar, los resultados se encuentran en tabla 10.

Para determinar el coeficiente de fricción, se basaron en la ecuación lineal de Coulomb, para la resistencia al corte de partículas finas, y ésta es:

$$\tau = \sigma_N \text{ tang } \phi + C \quad \dots \text{ ec. (1)}$$

Donde:

τ = Esfuerzo de corte

σ_N = Esfuerzo normal (en la columna del polvo).

C = Resistencia al corte torsional debido a las fuerzas cohesivas en las partículas del polvo.

$\text{tang } \phi$ = Coeficiente promedio de fricción entre partículas.

C = (También depende de la fricción entre partículas (debido a la propia carga de la columna del polvo y fuerzas cohesivas).

En la figura 44, se muestra la ley lineal predicha, el coeficiente de fricción $\text{tang } \phi$ es determinada dentro del alcance de la gráfica, el componente de cohesividad es determinado por inter-

cepción del eje esfuerzo de corte con el eje (cero) de esfuerzo normal, la figura se muestra a continuación.

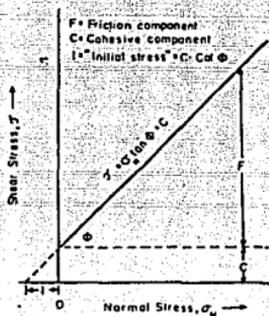


Figura 44. Una representación esquemática de la ecuación de Coulomb modificada. $\tan \phi$ es definida como el coeficiente de fricción, C es el componente cohesivo de la fricción y $C \cot \phi$ es definido como el esfuerzo inicial.

Tabla 10. Determinación de los coeficientes de fricción para varios polvos, usando un aparato de torsión. La relación Hausner y ángulo de reposo también fueron determinados, sus resultados se muestran para comparación.

Material	Mesh size	Coefficient of friction .		
		Present method ($\tan \phi$)	Angle of repose	Hausner ratio
Iron	-100; +325	1.15	0.80	1.22
Annealed, (electrolytic)				
Cobalt	-200; +325	1.14	0.80	1.19
Stainless steel (spherical)	-100; +325	1.11	0.77	1.10
Cobalt	-200; +250	1.04	0.78	1.12
Copper (unoxidized)	-100; +325	0.94	0.77	1.15
Copper (oxidized)	-250; +325	0.73	.75	1.20
Copper (oxidized)	-100; +325	0.66	0.68	1.17
Cenospheres	-100; +400	0.46	0.51	1.10

III.7.3.1 DETERMINACION DE UN COEFICIENTE DE FLUIDEZ EN POLVOS METALICOS (112)(131)

El período de fluidez es directamente proporcional al peso de la muestra y este es inversamente proporcional a la enésima potencia del radio (radio)ⁿ del orificio de descarga, obteniéndose la siguiente ecuación:

$$t = \frac{K W}{r^n} \quad \dots \text{ec. (1)}$$

De ec. (1), otros investigadores propusieron un coeficiente de fluidez que se describe a continuación:

De ec. (1):

$$K = \frac{t r^n}{W} \quad \dots \text{ec. (2)}$$

Donde:

- t = Período de fluidez en segundos
- r = radio de orificio en mm.
- W = peso de la muestra en gramos
- K = coeficiente de fluidez
- n = constante

Los valores de la constante n, variaban dependiendo del material en donde se realizaban las pruebas, como por ej: pruebas con fertilizantes dieron un valor de n= 2.51, pruebas con arena dieron n= 2.63, en polvos metálicos; sobre un rango de finura, tipo de material y densidad, se encontraron valores de n entre 2.46 y 2.79, dando un valor promedio de 2.54.

A la conclusión que se llegó es que el coeficiente de fluidez es un indicador del comportamiento del flujo de un polvo, así, un coeficiente de fluidez aproximado a un valor de 1.1, puede considerarse que el polvo tiene una excelente fluidez y un coeficiente de fluidez aproximado a un valor de 2.0, puede considerarse que el polvo tiene una pobre fluidez.

III.7.4 Para finalizar la caracterización de la densidad aparente y la fluidez se muestra en tabla 11, unos efectos en las características mencionadas al variar la distribución de tamaños en polvos de bronce atomizados en gas, la tabla se muestra a continuación.

Tabla 11. Efecto en la densidad aparente y fluidez al variar la distribución de tamaño de partícula, en polvos de bronce atomizados por gas⁽⁴⁴⁾*

	Malla				Densidad aparente (gr./cm ³)	Fluidez (seg/50 gr.)
	-100/+150	-150/+200	-200/+325	-325		
0.6	4.9	25.3	69.2	3.19	34	
1.2	8.4	29.5	60.9	3.21	32.1	
1.4	9.0	32.6	57.0	3.23	30.6	
2.1	10.7	33.5	53.8	3.26	29.4	
5.0	14.7	30.9	48.9	3.31	28.5	

* NOTA: De referencia, se tomaron los datos para elaborar la tabla.

III.8 AREA DE SUPERFICIE ESPECIFICA

Una definición que se ha considerado como la más adecuada es:
El área de superficie de un gramo de polvo, expresado en centímetros cuadrados⁽¹⁾.

La superficie específica puede caracterizar estructuras de volumen de compactos porosos de polvos y también en las partículas⁽¹¹⁷⁾.

El área de superficie específica de una partícula estará influenciada por las siguientes relaciones:

Poros interno/Límite del sólido (partícula) (S_P)

Espacio externo/Límite del sólido (partícula) (S_E)

El área de superficie específica total de un volumen poroso estará dado por la suma de la superficie interna de los poros y la superficie externa de los espacios, así que:

$$S_T = S_P + S_E \quad \dots \text{ec. (1)}$$

En cambio un volumen denso estará solo determinado por la superficie externa.

En la figura 45a y 45b se muestra la diferencia del área de superficie entre dos partículas, debido a una distinta morfología de la superficie, las figuras se muestran a continuación.



Figura 45a. Polvo de Níquel tipo 123, tiene un área de superficie de $0.4 \text{ m}^2/\text{gr.}$ medida por (BET), el tamaño de partícula es de $3-7 \text{ }\mu\text{m}$ de diámetro⁽¹¹⁸⁾.



Figura 45b. Polvo de Níquel tipo 42P, tiene un área de superficie de $0.15 \text{ m}^2/\text{gr.}$ con un tamaño de partícula Fisher de $8-9 \text{ }\mu\text{m.}$ y de forma esférica (118).

A medida que decrece el tamaño de partícula se incrementa la relación área de superficie a volumen, así⁽²³⁾:

$$\text{Tamaño de partícula} = f\left(\frac{\text{área de superficie}}{\text{volumen}}\right)$$

III.8.1 Unos estudios reportados, sobre la relación que se tiene entre el área de superficie y el sinterizado.

German y Lathrop⁽¹¹⁹⁾ estudiaron el crecimiento de cuello durante la difusión de superficie en el sinterizado, usando una simulación del proceso por computadora, el estudio fué basado sobre la relación: Transporte de masa, parámetros morfológicos de tamaño de cuello y área de superficie específica.

Encontrando que el crecimiento de cuello varió de acuerdo a su tamaño; así que la reducción en área de superficie fué dependiente del tamaño de cuello y densidad aparente del polvo.

Achari y Ramachander⁽¹²⁰⁾, realizaron un estudio sobre mecanismos de difusión en sinterizado por medición de la contracción dimensional.

La reducción del área de superficie es relacionada a la contracción dimensional, lo cual ayuda a comprender ciertos mecanismos a diferentes temperaturas.

III.8.2 METODOS PARA LA DETERMINACION DEL AREA DE SUPERFICIE

Un método ampliamente usado, es el BET (Brunauer-Emmet-Teller) basado en la determinación de la cantidad de gas que es absorbida sobre la superficie de un polvo ^{(121) (83) (122)}.

En tabla 12 se detallan otros métodos para determinar la superficie específica, en la cual, la permeabilidad (D_p) es dada por el producto de los datos de medición directos (Y) y una constante instrumental (C), así ⁽¹¹⁷⁾:

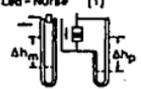
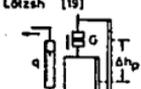
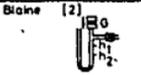
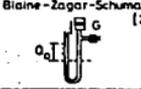
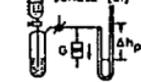
$$D_p = C Y$$

Y la permeabilidad es relacionada al área de superficie, también esta tabla contiene el área de superficie de una muestra estándar determinada por este método; un polvo de vidrio compuesto de partículas esféricas de 0.5 a 50 μm . de diámetro preparado por el proceso Milley-Wagner ⁽¹²³⁾ el área de superficie de este estándar calculado de la distribución de tamaño de grano fué de 165 m^2/kg ., la tabla 12 se muestra en la página 115.

Por otro lado, Chernukhin y Oleksenko ⁽¹²⁴⁾ sugirieron un método para determinar la superficie específica por nitruración en polvos de titanio.

Consiste en colocar la muestra a estudiar con uno de superficie específica conocida en un medio de Nitrogeno a alta temperatura y entonces su ganancia en peso es comparado. La ganancia específica en peso es estudiado por su efecto sobre las condiciones nitrurantes.

Tabla 12. Fundamentos de varios métodos para medición del área de superficie.

	Y	C	$\frac{A}{V}$
1 ₁  Carman - Kozeny [3]	$\frac{Q}{T} \frac{L}{\Delta h_p}$	$\frac{C_0 C_1}{A C_p}$	154
2 ₁  Lea - Nurse [1]	$\frac{\Delta h_m}{\Delta h_p} L$	$\frac{C_m C_1}{A C_p}$	150
3 ₁  Lötzsh [19]	$\frac{qL}{\Delta h_p}$	$\frac{C_0 C_1}{A C_p}$	155
4 ₁  Blaine [2]	$\frac{L}{T}$	$\frac{Q C_1}{A g_p g} \frac{h_1 (h_1/h_2)}{(h_1 - h_2)}$	155
5 ₁  Blaine - Zagar - Schumann [20]	$\frac{L}{T}$	$\frac{\ln Q_0 - Q - \ln Q_0 Q_0 (\ln Q_0 - Q) - \ln Q_0 C_1}{A C_h g_p g}$	154
6 ₁  Juhász [21]	$\frac{dQ}{dT} \frac{L}{\Delta h_p}$	$\frac{C_1 C_0}{A C_p}$	153

Donde:

A = Sección transversal de la muestra

C = Muestra

C₀ = Constante instrumental

$$C_1 = 10^3 \text{ mm/m.}$$

c_Q, c_p, c_m, c_c, c_n = Constantes de la presión (medida de referencia).

h_1, h_2 = Altura del líquido en el medidor Blaine

h_m = Lectura en el medidor de flujo

h_p = Lectura sobre la presión diferencial

L = Espesor de la capa de la muestra

Q = Volumen de gas que ha pasado

q = Rápidez de flujo (del gas)

τ = Tiempo del flujo del gas

III.9 CARACTERIZACION QUIMICA DE LA SUPERFICIE

Las propiedades mecánicas y químicas de un material P/M son determinadas en gran medida por la composición química de la superficie e influenciada también por su morfología de los polvos metálicos.

Por lo cual es importante conocer la composición de la superficie de los productos de la reacción que son capaces de controlar las propiedades mecánicas de los materiales P/M.

La atención ha sido enfocada a los estados de superficie formados tanto en los métodos de producción como durante la compactación.

La importancia del análisis de superficie antes descrita, esta comprendida en una investigación realizada por Olefjord y Nyborg⁽¹²⁵⁾, en la que estudiaron las reacciones de superficie

y fenómenos de segregación en polvos de acero inoxidable ferrítico (Fe-25 Cr), por el método de espectroscopía electrónica para análisis químico (ESCA) y por espectroscopía Auger.

Los resultados que encontraron indican que: en la atomización por gas, se forman partículas de óxido y carbonitruros sobre la superficie, los óxidos formados consisten de Cr_2O_3 , MnO y SiO_2 , cubriendo el 70% de la superficie y su espesor promedio de 15 nm., el carbonitruro (de Cromo) también es formado durante el enfriamiento del polvo.

Los carburos y nitruros ocurren como carbonitruros, estas partículas son gruesas de 3-100 nm más que las partículas de óxido y cubren un 15% de la superficie.

Durante el manejo del polvo (en el aire a temperatura ambiente) se forma una capa de óxido de Fe de 3 nm de espesor y esta se forma entre el óxido y los islotes de carbonitruro. El 60% del contenido total de oxígeno (150 ppm) es contenido en la superficie del óxido.

En la tabla 12, se muestran los tipos de óxidos presentes en la superficie de los polvos, así como también se muestra una foto de la superficie de la partícula en figura 46, y además una serie de gráficas que muestran los resultados de los distintos análisis efectuados (Auger y ESCA) en figuras 47, 48a y 48b.

Tabla 12. Oxidos presentes en la superficie del polvo.

Oxide	A_1	t_1 , nm	ρ , g cm ⁻³	X_1^O , wt-%
MnO	0-56	15	5.4	13.8
Cr ₂ O ₃	0-16	15	5.2	31.6
Fe ₂ O ₃	0-20	3	5.2	30.0
SiO ₂	0-08	3	2.2	53.2

A_1 = coverage; t_1 = average thickness; ρ = density; X_1^O = oxygen content.

NOTA: Los valores A_1 , representan un campo sobre una superficie sin ataque.



Figura 46. Se muestra una foto de la superficie de la partícula que es cubierta por protuberancias formadas por la reacción de productos que consisten principalmente de carburos y nitruros que tomaron forma por nucleación y crecimiento.

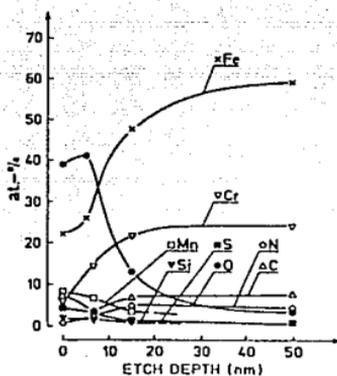


Figura 47. Se muestra el análisis Auger del polvo, en la cual se tiene una relación de: una distribución de elementos vs. profundidad del ataque.

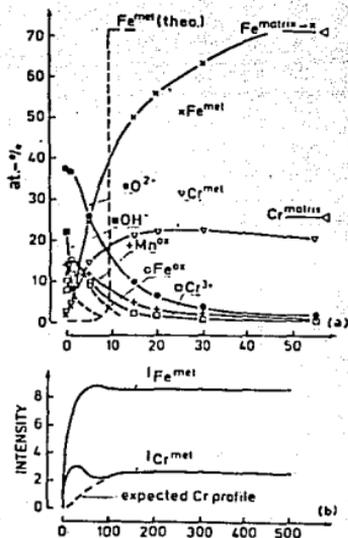


Figura 48a.

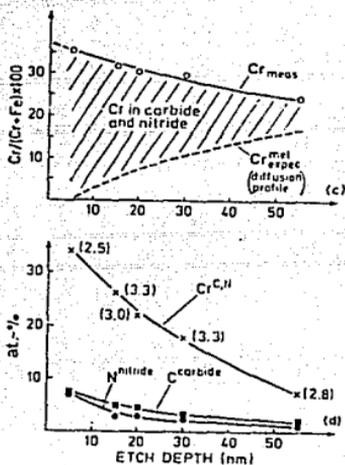


Figura 48b

Las figuras 48a, b, muestran gráficas de los análisis químicos mediante ESCA vs. profundidad de ataque, de los polvos. Donde:

- Concentración atómica de elementos: Fe, Cr, Mn y O.
- Intensidades de Fe y Cr (por ataque prolongado).
- La línea sólida es el contenido de Cr medido, la línea punteada es el Cr esperado, el área entre las dos líneas, es Cr como carburo y nitruro.
- Concentración atómica de C, N y Cr.

III.9.1 Otros estudios sobre la superficie de las partículas se describen a continuación:

Peterson y Small⁽⁷³⁾, al estudiar dos polvos con idéntico análisis químico y distribución de tamaño de partícula, concluyeron en que los polvos ya compactados, pueden presentar una dramática diferencia en propiedades mecánicas, debido a la presencia de impurezas entre cada partícula, además que las impurezas específicas son asociadas con la etapa de su proceso de cada tipo de polvo.

En un estudio sobre las propiedades de un compuesto aleado Al-9Fe-7Ce-0.4W atomizado⁽¹⁵⁾, se obtuvieron resultados bajos en las propiedades mecánicas, se encontró que fué debido a la presencia de hidróxidos residuales en la superficie de las partículas, esto ocasionó que la aleación resultara con una baja ductilidad, en pruebas mecánicas a alta temperatura la elongación disminuyó debido al rompimiento interno por la expansión del Hidrógeno, producto de la descomposición de los hidróxidos residuales durante la prueba.

Otros estudios fueron llevados a cabo en polvos de Cu y Sn⁽¹²⁶⁾ de la superficie (morfología) y su composición química (de las partículas y óxidos), utilizando técnicas similares (ESCA) y alternas como espectroscopía de rayos X (XPS).

III.10 COMPRESIBILIDAD

Esta se define como: la habilidad de un polvo a ser formado en un compuesto teniendo contornos de pared definida y estabi

lidad estructural a una temperatura dada y presión; es una medición de la plasticidad de partículas de polvos, la compresibilidad también es referida como compactabilidad⁽²⁾.

Al ejercer presión sobre una muestra de polvo, la densidad obtenida es considerada como una función de la presión de compactación o alternativamente, la presión de compactación se toma como una medición de compresibilidad⁽¹²⁷⁾.

Gasiorek y et al⁽¹²⁸⁾ establecieron una relación matemática entre presión y densidad relativa de compactos prensados en dados.

Esta dependencia la relacionaron a características de los polvos como son: densidad aparente, compresibilidad y coeficiente de fricción (deslizamiento sobre las paredes del polvo con el material del dado). La relación fue consistente en pruebas con polvos de Cu aleado y carburo de Tungsteno y puede servir de base para diseños más precisos.

Un método de referencia estandarizado para evaluar la compresibilidad esta en ANSI/ASTM B331, el método se basa en compactar una muestra de polvo metálico en un dado y se mide la densidad en verde después de la expulsión del compactado fuera del dado. El polvo es compactado bajo carga axial en un dado estandarizado.

III.10.1 Un estudio sobre compresibilidad en polvos de bronce se describe a continuación:

En pruebas realizadas con polvos de bronce atomizados por gas muestran en sus resultados obtenidos⁽¹⁰⁵⁾.

Cuando la distribución del tamaño de partícula es alrededor del 70% de polvos finos, la densidad de los compactos alcanzará valores máximos en la compresibilidad.

III.10.2 Algunos de los factores que afectan la compresibilidad son:

III.10.2.1 Dureza

Trudel y Gagné⁽¹²⁹⁾, mencionan que muchos polvos de acero de baja aleación contienen Ni y Mo para aumentar su dureza.

A pesar de que el Ni y Mo endurecen por solución sólida a la matriz de Fe, estos elementos pueden significativamente reducir la compresibilidad. Se discutió la optimización de estos aleantes y el dar un tratamiento térmico para mejorar la compresibilidad, para esto, se efectuaron pruebas con polvos Atomet 4201, 4601 de la Cfa. Quebec Metal Powders.

III.10.2.2 Lubricante

A partir de polvos de Fe, se obtuvieron compactos, cada uno con diferente contenido de lubricante, los resultados muestran que a una misma presión se tienen diferencias en la densidad en ver de entre ellos (50), esto se observa en la figura 49 a continuación.

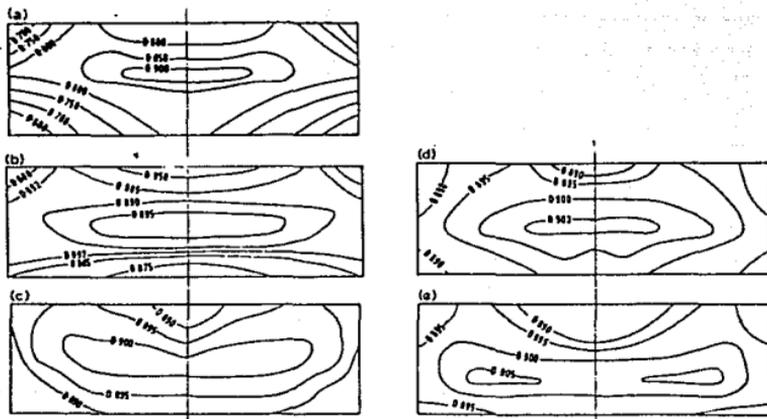


Figura 49. Variación en la distribución de la densidad fraccional en compactos hechos de polvo de Fe, tipo Makins 100 Pl, con diferente contenido de lubricante de estearato de Zinc; la densidad del compacto = 7.05 Mg m^{-3} y la relación altura/diámetro = 0.340.

Donde el contenido de lubricante es en:

- a) 0%
- b) 0.5%
- c) 1.0%
- d) 1.5%
- e) 2.0%

CAPITULO IV
DESARROLLO EXPERIMENTAL

IV.1 INTRODUCCION

Se llevaron a cabo una serie de pruebas para la caracterización de partículas, en tres polvos diferentes de bronce 90Cu-10Sn; los polvos fueron identificados y descritos de la siguiente manera:

<u>Polvo</u>	<u>Mezcla de:</u>
A	Cu electrolítico + Sn atomizado con agua + 0.75% de lubricante con estearato de Zn.
B	Cu atomizado con agua + Sn atomizado con agua + 0.85% de lubricante de estearato de Zn.
C	Cu atomizado con gas + Sn atomizado con gas + 0.75% de lubricante de estearato de Zn.

Cada uno de los polvos A, B, C, presentó de origen un mezclado en la proporción en peso de 90% de Cobre (Cu) + 10% de Estaño (Sn), con su correspondiente cantidad de lubricante de Estearato de Zinc. Estos tienen gran aplicación en la industria electrodoméstica y automotriz, en partes sinterizadas tales como: chumaceras y bujes autolubricados utilizados en motores de arranque, ventiladores, refrigeradores, máquinas de coser, en el motor del limpiaparabrisas y distribuidor de un automóvil, etc.

Se describen a continuación los procedimientos de prueba, que se llevaron a cabo para la caracterización de los polvos.

IV.2 DESCRIPCIÓN DE LOS PROCEDIMIENTOS DE PRUEBA

IV.2.1 ANÁLISIS QUÍMICO

Se determinó la composición química a los tres polvos de bronce (A,B,C), realizando el análisis químico por espectrofotometría de absorción atómica, siguiendo los procedimientos de prueba y especificaciones del equipo.

El equipo utilizado fue un espectrofotómetro de absorción atómica, marca Varian, modelo AA 575. El pesado de las muestras previo a su disolución fue realizado con una balanza analítica marca Sartorius, modelo H54.

IV.2.3 ANÁLISIS GRANULOMÉTRICO

Se efectuó el análisis de mallas a los tres polvos de bronce (A,B,C), siguiendo el procedimiento de prueba basado en la norma de ASTM B214-76; se utilizó para la prueba una balanza analítica marca Sauter y una balanza digital marca Sartorius, un juego de tamices con clasificación Tyler, marca Mont-inox de 8 pulgadas de diámetro y un vibrador o agitador mecánico de mallas de movimiento excéntrico (movimientos circulares y verticales), marca N.U. Tema, modelo S-Gravenhage/Holland lavib.

IV.2.3 MEDICION DEL TAMAÑO DE PARTICULA

La medición del tamaño de partícula se efectuó por medio de microscopía óptica en los tres polvos de bronce (A,B,C). Los cuales fueron clasificados previamente por análisis granulométrico y luego se tomó una muestra del polvo retenido en cada una de las mallas o tamices, para medir las partículas.

La muestra fue colocada sobre una escala de medición de 1 mm (con 100 divisiones) de un microscopio óptico, tipo analizador de imagen, marca Buehler Omnimet y la medición se realizó a 150X (aumentos) el criterio de medición fue la medida de la longitud mayor de la partícula en la misma dirección de la escala, situando un extremo de la partícula en un punto fijo de lectura y luego medirla, este procedimiento representó una cierta complejidad por la labor de orientar la partícula, así como el tiempo empleado para poder obtener una medida más confiable de acuerdo al criterio de medición.

Se midieron de 5 a 15 partículas (esto dependió de lo encontrado en Cobre, Estaño y lubricante) en cada muestra de una población estimada de 50 a 80 partículas, que representó un mínimo aproximado de un 10% a un 19% de partículas leídas por muestra. Posteriormente se calcularon la media y también el rango como una medida de dispersión o variabilidad en acuerdo a referencia (130).

IV.2.4 IDENTIFICACION DE LA FORMA DE LAS PARTICULAS

De las muestras utilizadas para la medición del tamaño en los tres polvos (A,B,C), se realizó además una exploración en cada muestra por medio del microscopio óptico (referido en la medi-

ción del tamaño), con la finalidad de identificar formas representativas de las partículas y también el identificar cierta relación de los factores de forma reportados con la forma de las partículas estudiadas y luego se tomaron fotomicrografías a 300X (aumentos) a las formas de partículas de interés.

IV.2.5 IDENTIFICACION DE LA MORFOLOGIA DE LA SUPERFICIE

Se llevó a cabo una exploración en las partículas de los polvos (A,B,C) por medio de un microscopio electrónico de barrido (SEM), modelo JEOL JSM, T-200, obteniéndose fotomicrografías a diferentes aumentos de las distintas morfologías de la superficie de las partículas de interés, así como de algunas formas representativas de las mismas y además el encontrar cierta relación de algunas formas de las partículas con los factores reportados, ampliando así con mayor detalle lo encontrado por microscopía óptica.

IV.2.6 DETERMINACION DE LA DENSIDAD APARENTE

A los tres polvos (A,B,C) se les determinó la densidad aparente, siguiendo un procedimiento de prueba referido en ASTM B212-76, se utilizó para la prueba una balanza analítica modelo Sauter y un flujómetro Hall (referido en apéndice B). Por otro lado, se determinó la densidad aparente en cada etapa de un proceso de mezclado, siendo de la siguiente manera:

Determinación de la densidad aparente en:

- a) En un polvo de Cu atomizado en agua.
- b) En un polvo de Sn atomizado en agua.

- c) A una mezcla de polvos referidos en (a) y (b) en una proporción en peso de 90% Cu + 10% Sn.
- d) Al polvo mezclado referido en (c), variando el contenido de lubricante Ceranil, con los resultados se elaboró una gráfica.

IV.2.7 DETERMINACION DE LA FLUIDEZ

A los tres polvos (A,B,C) se les determinó la fluidez siguiendo el procedimiento ASTM B213-77, se utilizó para la prueba una balanza analítica modelo Sauter, un flujometro Hall (referido en apéndice B) y un cronómetro modelo Breithing Geneve. De los resultados obtenidos se calculó un coeficiente de fluidez reportado.

CAPITULO V
RESULTADOS

V.1 ANALISIS QUIMICO DE LOS POLVOS

La composición química fué determinada en los polvos por espectrofotometría de absorción atómica y fué la siguiente:

Tabla I. Composición Química

Polvo	%Cu	%Sn	%Pb	%Fe	%Ni
A	90.610	9.140	0.072	0.130	0.018
B	88.660	11.080	0.041	0.180	0.020
C	90.140	9.750	0.020	0.060	0.009

Nota:

1. A. Polvo Cu electrolítico + Sn atomizado en agua.
 B. Polvo Cu atomizado en agua + Sn atomizado en agua.
 C. Polvo Cu atomizado en gas + Sn atomizado en gas.
2. Se analizaron elementos que mostraron ser mayores a 0.005, con respecto a trazas de otros elementos.
3. No se consideró la determinación de: pérdida por hidrógeno y de ácidos insolubles.

V.2 ANALISIS GRANULOMETRICO

Tabla II. Resultados del Análisis Granulométrico del Polvo A

Que pasa el tamiz	Retenido en el tamiz	% en peso retenido	% en peso acumulado (Σ peso)
	+ 80 (175 μ m)	0.0900 (trazas)	0.0900
- 80 (175 μ m)	+100 (149 μ m)	2.2805	2.3705
-100 (149 μ m)	+150 (104 μ m)	5.5809	7.9514
-150 (104 μ m)	+200 (74 μ m)	12.3859	20.3373
-200 (74 μ m)	+325 (44 μ m)	32.5554	52.8927
-325 (44 μ m)		46.9864	99.8791

Nota:

1. Polvo A. Cu electrolítico + Sn atomizado en agua + 0.75% de estearato de Zinc.
2. Para la prueba se pesó 100.0 gr de polvo.
3. Se siguió procedimiento de prueba según referencia⁽⁸⁴⁾.
4. Se representaron gráficamente los valores de % en peso retenido con respecto al número de malla en la figura 1, la cual se muestra a continuación.

Grafico .- 1

ANALISIS GRANULOMETRICO POLVO " A "

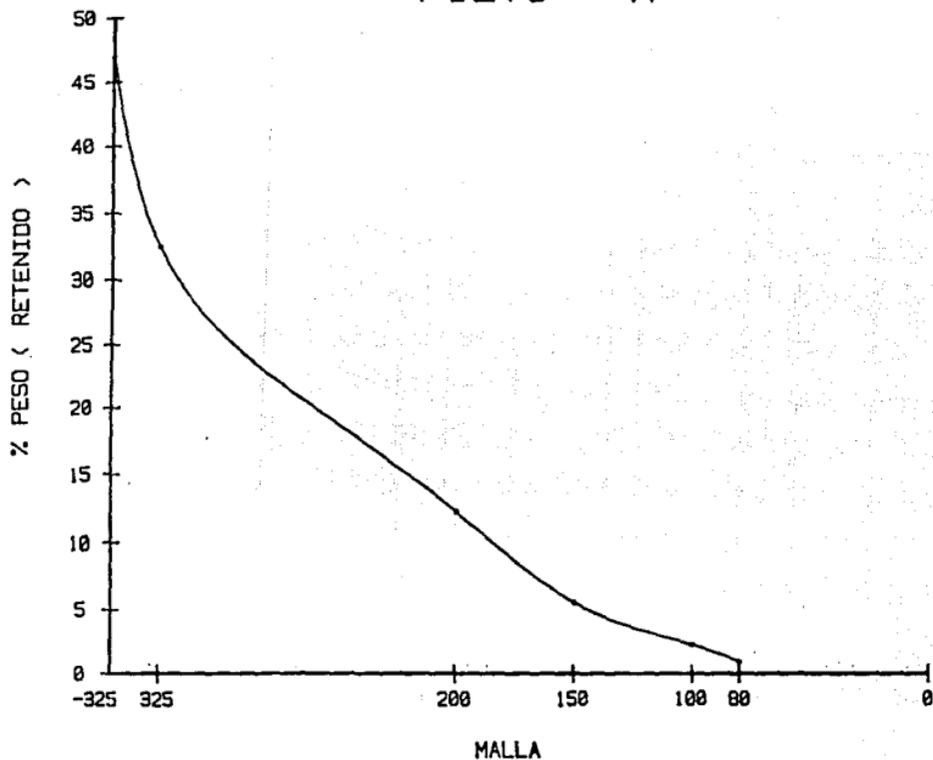


FIGURA 1

Tabla III. Resultados del análisis granulométrico del polvo B

Que pasa el tamiz	Retenido en el tamiz	% en peso retenido	% en peso acumulado (Σ peso)
	+ 80 (175 μm)	0.1357	0.1357
- 80 (175 μm)	+100 (149 μm)	1.8900	2.0257
-100 (149 μm)	+150 (104 μm)	6.3339	8.3596
-150 (104 μm)	+200 (74 μm)	13.6727	22.0323
-200 (74 μm)	+325 (44 μm)	29.7365	51.7688
-325 (44 μm)		47.9785	99.7473

Nota:

1. Polvo B. Cu atomizado en agua + Sn atomizado en agua + 0.85% en estearato de Zinc.
2. Para la prueba se pesó 100.0 gr. de polvo
3. Se siguió procedimiento de prueba según referencia⁽⁸⁴⁾.
4. Se representaron gráficamente los valores obtenidos del % en peso retenido con respecto al número de malla en Figura 2, la cual se muestra a continuación.

Grafica .- 2

ANALISIS GRANULOMETRICO POLVO " B "

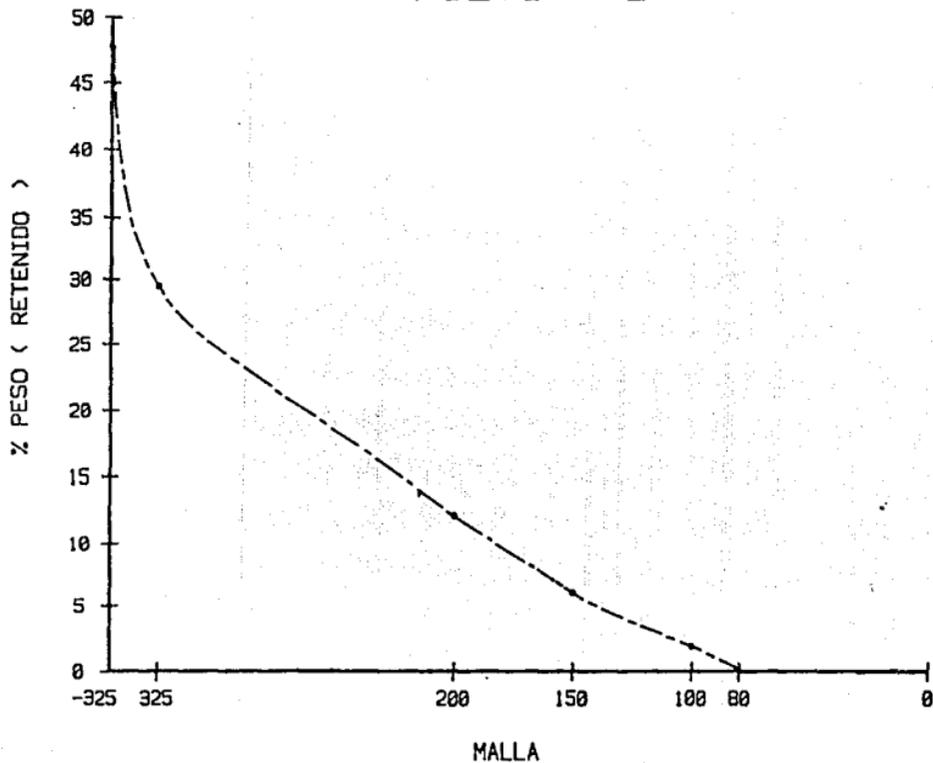


Figura 2

Tabla IV. Resultados del análisis granulométrico del polvo C

Que pasa el tamiz	Retenido en el tamiz	% en peso retenido	% en peso acumulado (E peso)
	+ 80 (175 μm)	0.0046 (trazas)	0.0046
- 80 (175 μm)	+100 (149 μm)	0.1084	0.1130
-100 (149 μm)	+150 (104 μm)	1.8853	1.9983
-150 (104 μm)	+200 (74 μm)	9.2373	11.2356
-200 (74 μm)	+325 (44 μm)	35.8622	47.0978
-325 (44 μm)		52.7931	99.8909

Nota:

1. Polvo C. Cu atomizado en gas + Sn atomizado en gas + 0.75% de estearato de Zinc.
2. Para la prueba se pesó 100.0 gr de polvo.
3. Se siguió procedimiento de prueba según referencia⁽⁸⁴⁾.
4. Se representaron gráficamente los valores obtenidos del % en peso retenido con respecto al número de malla en Figura 3, la cual se muestra a continuación.

Grafica .- 3

ANALISIS GRANULOMETRICO POLVO " C "

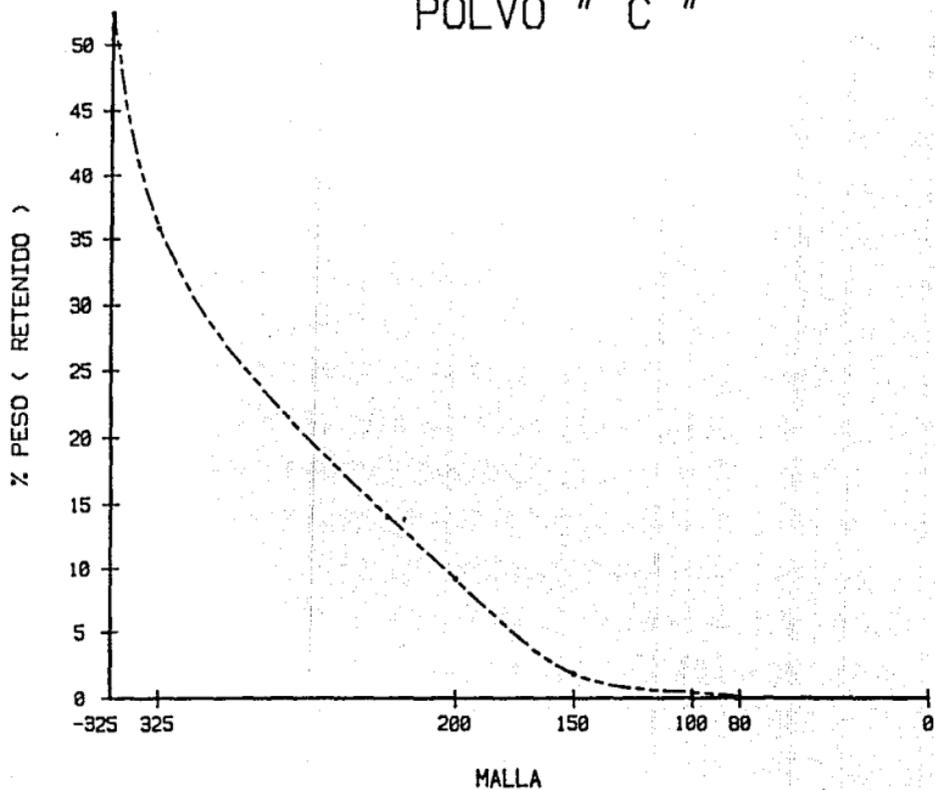


Figura 3

V.2.1 ANALISIS GRANULOMETRICO COMPARATIVO ENTRE LOS POLVOS A, B, C.

Finalmente, en Figura 4, se comparan los polvos A, B, C, mediante las curvas obtenidas por análisis granulométrico, estas fueron previamente elaboradas en Figuras 1, 2 y 3, la gráfica comparativa se muestra a continuación.

Grafica .- 4

ANALISIS GRANULOMETRICO COMPARATIVO DE LOS POLVOS A, B, C.

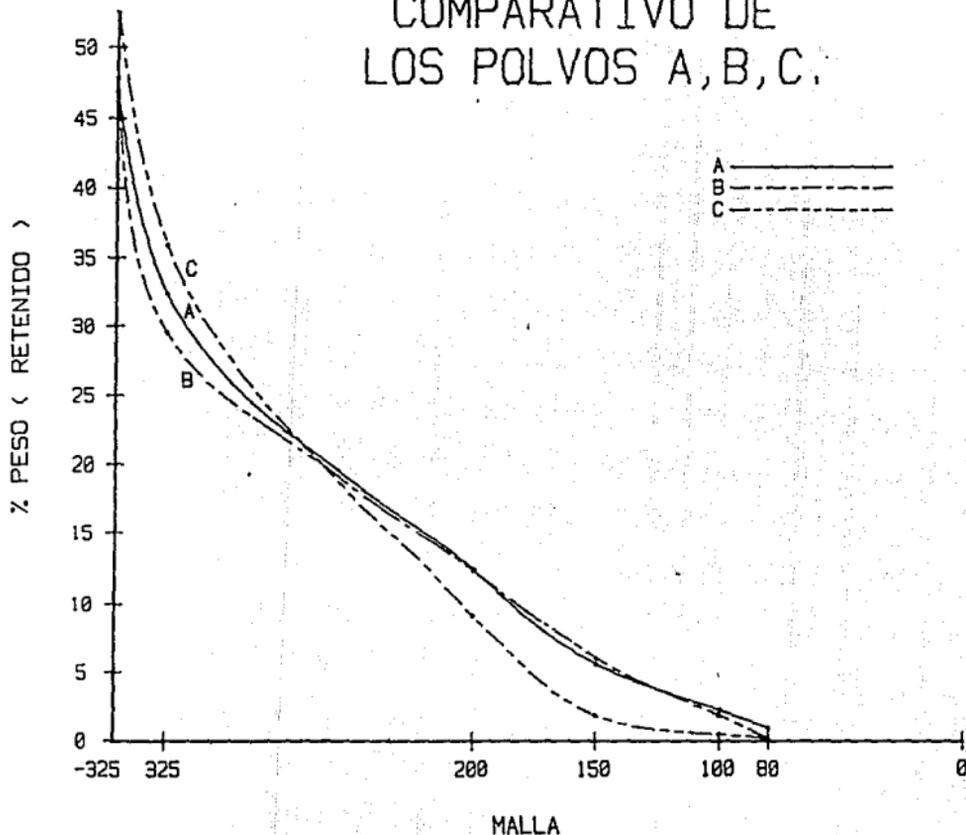


Figura 4

V.3 MEDICION DEL TAMAÑO DE PARTICULA

En cada polvo (A,B,C) mediante previo análisis granulométrico, se muestreo en el polvo retenido por cada tamiz en el siguiente orden:

Muestreo:	Del polvo retenido en malla:
Muestra 1	80 (179 μm)
Muestra 2	100 (149 μm)
Muestra 3	150 (104 μm)
Muestra 4	200 (74 μm)
Muestra 5	325 (44 μm)
Muestra 6	-325 (-44 μm)

Y luego en cada muestra se hizo la medición de las partículas (en mm), como se muestra a continuación.

Nota:

Polvo A. Cu electrolítico + Sn atomizado en agua + 0.75% de estearato de Zinc.

Polvo B. Cu atomizado en agua + Sn atomizado en agua + 0.85% de estearato de Zinc.

Polvo C. Cu atomizado en gas + Sn atomizado en gas + 0.75% de estearato de Zinc.

Tabla V. Medición del tamaño de partícula en el Polvo A

Muestra 1. Del polvo retenido en malla; 80 (179 μm).

Medición de partícula	Cu		Sn		Lubricante	
	mm	(μm)	mm	(μm)	mm	(μm)
1	0.30	300	>1.00	>1000	-	-
2	0.55	550	>1.00	>1000	-	-
3	0.46	460	-	-	-	-
4	0.37	370	-	-	-	-
5	0.42	420	-	-	-	-
Media (tamaño promedio)	0.420	420	>1.00	>1000	-	-
Rango	0.25	250	-	-	-	-

Muestra 2. Del polvo que pasa malla; 80 (179 μm)
y retenido en malla; 100 (149 μm).

Medición de partícula	Cu		Sn		Lubricante	
	mm	(μm)	mm	(μm)	mm	(μm)
1	0.37	370	0.57	570	-	-
2	0.17	170	-	-	-	-
3	0.36	360	-	-	-	-
4	0.18	180	-	-	-	-
5	0.21	210	-	-	-	-
Media (tamaño promedio)	0.258	258	0.570	570	-	-
Rango	0.19	190	-	-	-	-

Nota: (-) No se encontró.

Muestra 3. Del polvo que pasa malla; 100 (149 μm)
y retenido en malla; 150 (104 μm).

Medición de partícula	Cu		Sn		Lubricante	
	mm	(μm)	mm	(μm)	mm	(μm)
1	0.20	200	0.30	300	-	-
2	0.32	320	0.20	200	-	-
3	0.15	150	-	-	-	-
4	0.12	120	-	-	-	-
5	0.16	160	-	-	-	-
Media (tamaño promedio)	0.190	190	0.250	250	-	-
Rango	0.20	200	0.10	100	-	-

Muestra 4. Del polvo que pasa malla; 150 (104 μm)
y retenido en malla; 200 (74 μm)

Medición de partícula	Cu		Sn		Lubricante	
	mm	(μm)	mm	(μm)	mm	(μm)
1	0.20	200	0.19	190	-	-
2	0.15	150	0.17	170	-	-
3	0.22	220	0.18	180	-	-
4	0.10	100	-	-	-	-
5	0.11	110	-	-	-	-
Media (tamaño promedio)	0.156	156	0.180	180	-	-
Rango	0.10	100	0.03	30	-	-

Nota: (-) No se encontró.

Muestra 5. Del polvo que pasa malla; 200 (74 μm)
y retenido en malla; 325 (44 μm)

Medición de partícula	Cu		Sn		Lubricante	
	mm	(μm)	mm	(μm)	mm	(μm)
1	0.09	90	0.15	150	-	-
2	0.06	60	0.10	100	-	-
3	0.16	160	0.05	50	-	-
4	0.17	170	0.16	160	-	-
5	0.14	140	-	-	-	-
Media (tamaño promedio)	0.124	124	0.115	115	-	-
Rango	0.11	110	0.11	110	-	-

Muestra 6. Del polvo que pasa malla; 325 (44 μm)
(y retenido en el fondo)

Medición de partícula	Cu		Sn		Lubricante	
	mm	(μm)	mm	(μm)	mm	(μm)
1	0.06	60	0.015	15	0.03	30
2	0.04	40	0.01	10	0.01	10
3	0.03	30	0.04	40	0.03	30
4	0.01	10	0.07	70	0.02	20
5	0.03	30	0.05	50	-	-
Media (tamaño promedio)	0.034	34	0.037	37	0.022	22
Rango	0.05	50	0.06	60	0.02	20

Nota: (-) No se encontró.

Tabla VI. Medición del tamaño de partícula en el polvo B.

Muestra 1. Del polvo retenido en malla; 80 (179 μm)

Medición de partícula	Cu		Sn		Lubricante	
	mm	(μm)	mm	(μm)	mm	(μm)
1	0.24	240	-	-	-	-
2	0.25	250	-	-	-	-
3	0.31	310	-	-	-	-
4	0.27	270	-	-	-	-
5	0.29	290	-	-	-	-
Media (tamaño promedio)	0.272	272	-	-	-	-
Rango	0.06	60	-	-	-	-

Muestra 2. Del polvo que pasa malla; 80 (179 μm)
y retenido en malla; 100 (149 μm).

Medición de partícula	Cu		Sn		Lubricante	
	mm	(μm)	mm	(μm)	mm	(μm)
1	0.18	180	-	-	-	-
2	0.25	250	-	-	-	-
3	0.24	240	-	-	-	-
4	0.22	220	-	-	-	-
5	0.19	190	-	-	-	-
Media (tamaño promedio)	0.216	216	-	-	-	-
Rango	0.07	70	-	-	-	-

Nota: (-) No se encontró.

Muestra 3. Del polvo que pasa malla; 100 (149 μm)
y retenido en malla; 150 (104 μm).

Medición de partícula	Cu		Sn		Lubricante	
	mm	(μm)	mm	(μm)	mm	(μm)
1	0.22	220	-	-	-	-
2	0.23	230	-	-	-	-
3	0.12	120	-	-	-	-
4	0.07	70	-	-	-	-
5	0.15	150	-	-	-	-
Media (tamaño promedio)	0.158	158	-	-	-	-
Rango	0.16	160	-	-	-	-

Muestra 4. Del polvo que pasa malla; 150 (104 μm)
y retenido en malla; 200 (74 μm).

Medición de partícula	Cu		Sn		Lubricante	
	mm	(μm)	mm	(μm)	mm	(μm)
1	0.15	150	-	-	-	-
2	0.14	140	-	-	-	-
3	0.18	180	-	-	-	-
4	0.13	130	-	-	-	-
5	0.14	140	-	-	-	-
Media (tamaño promedio)	0.148	148	-	-	-	-
Rango	0.05	50	-	-	-	-

Nota: (-) No se encontró.

Muestra 5. Del polvo que pasa malla; 200 (74 μm)
y retenido en malla; 325 (44 μm).

Medición de partícula	Cu		Sn		Lubricante	
	mm	(μm)	mm	(μm)	mm	(μm)
1	0.11	110	0.05	50	-	-
2	0.12	120	-	-	-	-
3	0.07	70	-	-	-	-
4	0.17	170	-	-	-	-
5	0.10	100	-	-	-	-
Media (tamaño promedio)	0.114	114	0.05	50	-	-
Rango	0.10	100	-	-	-	-

Muestra 6. Del polvo que pasa malla; 325 (44 μm)
(y retenido en el fondo).

Medición de partícula	Cu		Sn		Lubricante	
	mm	(μm)	mm	(μm)	mm	(μm)
1	0.06	60	0.03	30	0.03	30
2	0.03	30	0.01	10	0.04	40
3	0.04	40	0.005	5	0.02	20
4	0.06	60	0.04	40	0.03	30
5	0.04	40	0.04	40	-	-
Media (tamaño promedio)	0.046	46	0.025	25	0.030	30
Rango	0.03	30	0.035	35	0.02	20

Nota: (-) No se encontró.

Tabla VII. Medición del tamaño de partícula en el polvo C.

Muestra 1. Del polvo retenido en malla; 80 (179 μm)

Medición de partícula	Cu		Sn		Lubricante	
	mm	(μm)	mm	(μm)	mm	(μm)
1	0.23	230	0.21	21	-	-
2	0.25	250	-	-	-	-
3	0.24	240	-	-	-	-
4	0.21	210	-	-	-	-
5	0.22	220	-	-	-	-
Media (tamaño promedio)	0.230	230	0.21	21	-	-
Rango	0.04	40	-	-	-	-

Muestra 2. Del polvo que pasa malla; 80 (179 μm)
y retenido en malla; 100 (149 μm)

Medición de partícula	Cu		Sn		Lubricante	
	mm	(μm)	mm	(μm)	mm	(μm)
1	0.15	150	0.19	190	-	-
2	0.18	180	0.18	180	-	-
3	0.17	170	-	-	-	-
4	0.16	160	-	-	-	-
5	0.18	180	-	-	-	-
Media (tamaño promedio)	0.168	168	0.185	185	-	-
Rango	0.03	30	0.01	10	-	-

Nota: (-) No se encontró.

Muestra 3. Del polvo que pasa malla; 100 (149 μm)
y retenido en malla; 150 (104 μm)

Medición de partícula	Cu		Sn		Lubricante	
	mm	(μm)	mm	(μm)	mm	(μm)
1	0.16	160	0.10	100	-	-
2	0.14	140	0.12	120	-	-
3	0.15	150	0.11	110	-	-
4	0.15	150	0.16	160	-	-
5	0.16	160	-	-	-	-
Media (tamaño promedio)	0.152	152	0.1225	122.5	-	-
Rango	0.02	20	0.06	60	-	-

Muestra 4. Del polvo que pasa malla; 150 (104 μm)
y retenido en malla; 200 (74 μm).

Medición de partícula	Cu		Sn		Lubricante	
	mm	(μm)	mm	(μm)	mm	(μm)
1	0.14	140	0.10	100	-	-
2	0.10	100	0.11	110	-	-
3	0.12	120	0.10	100	-	-
4	0.11	110	-	-	-	-
5	0.10	100	-	-	-	-
Media (tamaño promedio)	0.114	114	0.1033	103.3	-	-
Rango	0.04	40	0.01	10	-	-

Nota: (-) No se encontró.

Muestra 5. Del polvo que pasa malla; 200 (74 μm)
y retenido en malla; 325 (44 μm).

Medición de partícula	Cu		Sn		Lubricante	
	mm	(μm)	mm	(μm)	mm	(μm)
1	0.10	100	0.05	50	0.07	70
2	0.07	70	0.04	40	0.11	110
3	0.06	60	-	-	0.05	50
4	0.08	80	-	-	0.08	80
5	0.06	60	-	-	-	-
Media (tamaño promedio)	0.074	74	0.045	45	0.0775	77.5
Rango	0.04	40	0.01	10	0.06	60

Muestra 6. Del polvo que pasa malla; 325 (44 μm)
(y retenido en el fondo)

Medición de partícula	Cu		Sn		Lubricante	
	mm	(μm)	mm	(μm)	mm	(μm)
1	0.04	40	0.02	20	-	-
2	0.03	30	0.02	20	-	-
3	0.02	20	0.01	10	-	-
4	0.02	20	0.03	30	-	-
5	0.01	10	0.04	40	-	-
Media (tamaño promedio)	0.024	24	0.024	24	-	-
Rango	0.03	30	0.03	30	-	-

Nota: (-) No se encontró.

V.4 IDENTIFICACION DE LA FORMA DE PARTICULA

V.4.1 Los resultados del polvo A (Cu electrolítico + Sn atomizado en agua + 0.75% de estearato de Zinc), se muestran a continuación.

Descripción de la forma de partícula:

Figura 5. Muestra una partícula de Cu con una forma dendrítica (A), que detalla características de angularidad y rugosidad de superficie, tamaño 190 μm ; otra partícula de Cu, cuya forma detalla características de rugosidad global (B), tamaño 350 μm ; partícula de Sn con forma irregular (C), tamaño 140 μm ; partícula de Cu de forma irregular (D), tamaño 130 μm .

Figura 6. Describe a una partícula de Cu con características de rugosidad global (B), tamaño 250 μm ; otra partícula de Cu que presenta caracteres de angularidad (E), tamaño 120 μm ; una partícula de Cu de forma irregular (D), tamaño 200 μm .

Figura 7. Muestra una partícula de Sn de forma esférica (G), tamaño 20 μm - 50 μm .

Figura 8. Detalla una partícula de Sn de forma esferoide (H), cuya característica denota una elongación, tamaño 80 μm .

Las figuras se muestran a continuación, identificándose las partículas por la letra asignada en su descripción.



Fig. 5. Partículas de Cu elec
trofítico y Sn atomizado en
agua, 300X.

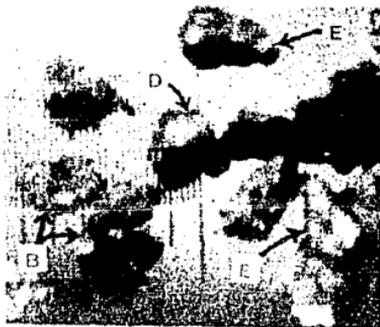


Fig. 6. Partículas de Cu elec
trofítico, 300X.

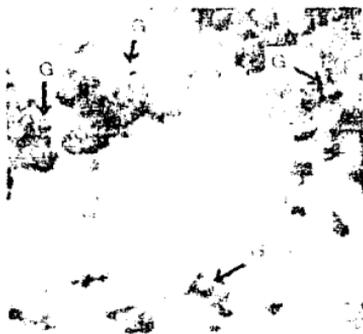


Fig. 7. Detalle, partículas de
Sn atomizado en agua, 300X.



Fig. 8. Vista, partículas de
de Sn atomizado en agua, 300X.

V.4.2 Los resultados del polvo B (Cu atomizado en agua + Sn atomizado en agua + 0.85% de estearato de Zinc), se muestran a continuación.

Descripción de la forma de la partícula:

Figura 9. Es una partícula de Cu de forma irregular (A), tamaño de 80 μm - 140 μm ; partícula de Cu donde la forma presenta características de angularidad (B), tamaño de 100 μm , 140 μm ; otra partícula de Cu, cuya forma detalla características de rugosidad global (C), tamaño 220 μm .

Figura 10. Muestra una partícula de forma irregular (A), tamaño 70 μm - 120 μm ; otra partícula con características de rugosidad global (C), tamaño 180 μm ; partícula de Cu, cuya forma tiene características de elongación (D), tamaño 120 a 160 μm .

Figura 11. Partícula de Cu de forma elongada (D), tamaño 170 μm ; otra partícula de Cu que detalla una forma elongada y además una rugosidad global (E), tamaño 120 μm ; partícula de Cu de forma irregular (A), tamaño 60 μm - 160 μm .

Figura 12. Partícula de Sn de forma esférica (F), tamaño de 20 μm - 30 μm ; partícula de Sn de forma elongada (G), tamaño 30 μm ; partícula de Cu de forma elongada (D), tamaño 60 μm .

Las figuras se muestran a continuación, identificándose las partículas por la letra asignada en su descripción.

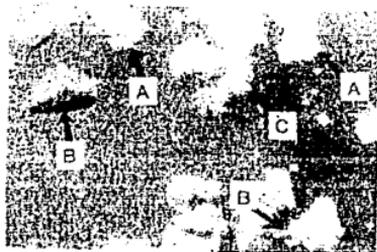


Fig. 9. Detalle, partículas -
de Cu atomizado en agua, 300X.

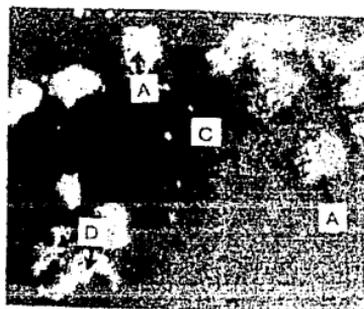


Fig. 10. Vista, partículas de
Cu atomizado en agua, 300X.

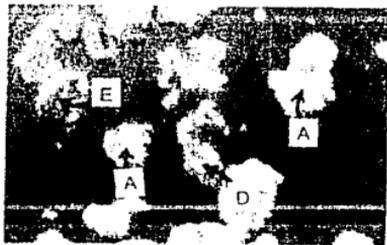


Fig. 11. Partículas de Cu ato-
mizado en agua, 300X.

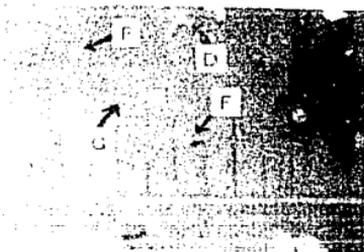


Fig. 12. Vista, partículas de
Cu y Sn atomizados en agua,
300X.

V.4.3 Los resultados del polvo C (Cu atomizado en gas + Sn atomizado en gas + 0.75% de estearato de Zinc), se muestran a continuación.

Descripción de la forma de la partícula:

Figura 13. Una partícula de Sn, cuya forma esta caracterizada por su elongación (A), tamaño 180 μm - 190 μm ; otra partícula de Sn, la cual presenta una forma esférica (B), tamaño 110 μm , 115 μm ; partícula de Cu de forma esférica (C), tamaño 110 μm .

Figura 14. Detalle de una partícula de Sn de forma elongada (A), tamaño 190 μm ; una partícula de Sn de forma esférica (B), tamaño 110 μm ; partícula de Cu de forma irregular (D), tamaño 110 μm , 150 μm .

Figura 15. Se resalta, detalle de una partícula de Sn de forma esférica (B), tamaño 60 μm .

Figura 16. Se muestra una partícula de Sn de forma esférica (B), tamaño 20 μm ; otra partícula de Cu de forma esférica (C), tamaño 15 μm - 20 μm .

Las figuras se muestran a continuación, identificándose las partículas por la letra asignada en su descripción.



Fig. 13. Vista, partículas -
de Cu y Sn atomizados en gas,
300X.



Fig. 14. Partículas de Cu y
Sn atomizados en gas, 300X.



Fig. 15. Resalte, partícula
de Sn atomizado en gas, 300X.



Fig. 16. Partículas finas de
Cu y Sn atomizados en gas,
300X.

V.5 IDENTIFICACION DE LA MORFOLOGIA DE LA PARTICULA

V.5.1 Los resultados del polvo A (Cu electrolítico + Sn atomizado en agua + 0.75% de estearato de Zinc), se muestran a continuación.

Descripción de la morfología de partícula:

Figura 17. Se muestra una partícula de Cu de forma dendrítica (A), cuya morfología de la superficie detalla una alta rugosidad (debido a un aparente empalme o unión de microdendritas con espacios o huecos entre ellas); otra partícula de Cu, también de forma dendrítica y elongada (B), denota alta rugosidad en la superficie caracterizada por los crecimientos microdendríticos; una partícula de Cu de forma irregular (C), cuya morfología de la superficie denota una agrupación o unión de protuberancias distintas a partículas (A) y (B).

Figura 18. Detalla una partícula de Sn de forma irregular (D), la superficie denota poca rugosidad; una partícula de Sn de forma elongada (E), donde la superficie denota muy poca rugosidad.

Figura 19. Se describe una partícula de Sn de forma irregular a mayor detalle (F), la morfología de la superficie muestra ciertas regiones con distintas características de rugosidad (regiones llanas o planas y regiones rugosas).

Las figuras se muestran a continuación, identificándose las partículas por la letra asignada en su descripción.

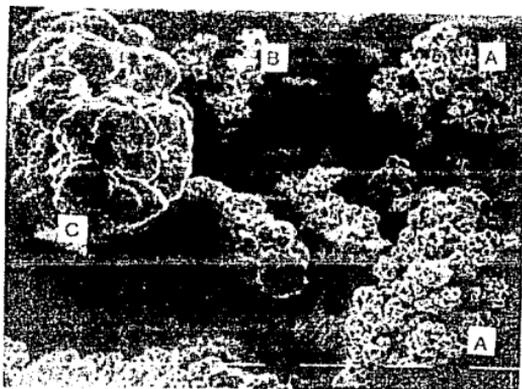


Figura 17. Vista de la morfología de las partículas de Cu electrolítico. 1000X

10 μ m

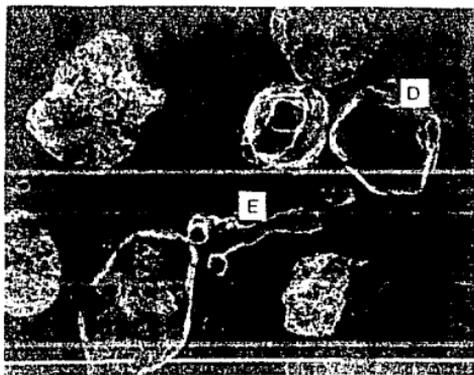


Figura 18. Morfología de partículas de Sn atomizado en agua. 350X

100 μ m



Figura 19. Vista a mayor detalle de la morfología de partículas de Sn atomizado en agua.

1000X

— 10 μ m

V.5.2 Los resultados del polvo B (Cu atomizado en agua + Sn atomizado en agua + 0.85% de estearato de Zinc), se muestran a continuación.

Descripción de la morfología de partícula:

Figura 20. Una partícula de Cu (A), que muestra grandes huecos que parecen ser profundos, cuya morfología detalla tres niveles (o escalones) en la superficie y además una gran cantidad de microporos distribuidos en toda la superficie, la cual se caracteriza por una alta rugosidad; una partícula de Sn de forma esférica (B), sin rugosidad aparente en la superficie; partícula elongada de Sn (C), sin rugosidad aparente en la superficie.

Figura 21. Se muestra una partícula de Cu (D), en la cual su forma se puede caracterizar por: 1d) de una angularidad y rugosidad de superficie, 2d) o de una alta rugosidad global, su morfología de la superficie detalla altas protuberancias, concavidades y microporosidades en toda la superficie.

Figura 22. La misma partícula de Cu (D), Figura 21, a mayor de talle, en la cual se observa una alta rugosidad en la superficie, la cual esta caracterizada por una gran cantidad de microprotuberancias de formas redondas, denotando una apariencia de agregados, además se observa una gran cantidad de microporosidad distribuida en toda la superficie.

Las figuras se muestran a continuación, identificándose las partículas por la letra asignada en su descripción.

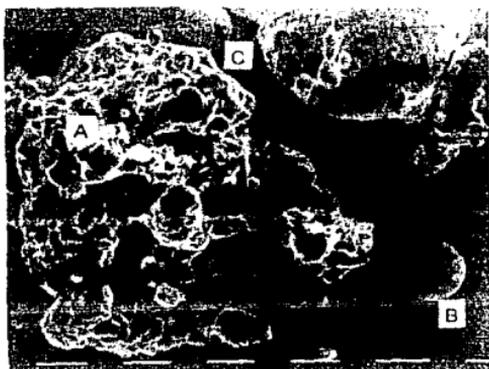


Figura 20. Morfología a detalle de una partícula de Cu y Sn atomizados en agua. 1000X (← 10 μ m)

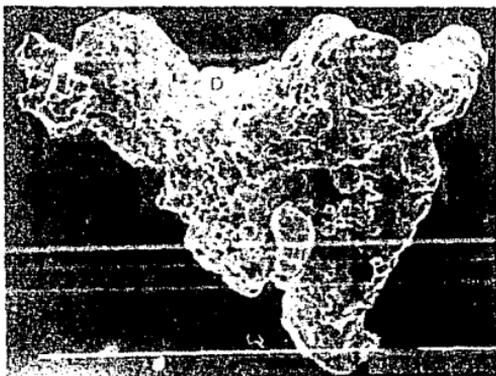


Figura 21. Resalte en la morfología de una partícula de Cu atomizado en agua. 750X (← 100 μ m)

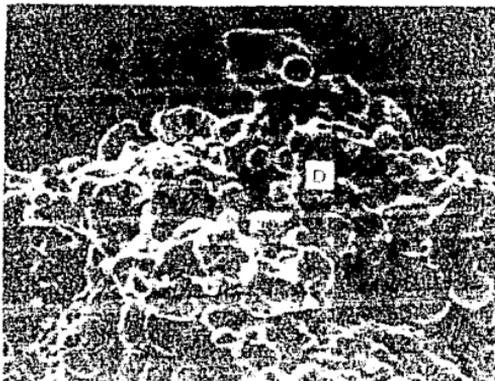


Figura 22. Morfología a mayor detalle de la partícula de la
Figura 21. 2000X

10 μm

V.5.3 Los resultados del polvo C (Cu atomizado en gas + Sn atomizado en gas + 0.75% de estearato de Zinc), se muestran a continuación.

Descripción de la morfología de partícula:

Figura 23. Se muestra una partícula de forma esférica (A) no se aprecia rugosidad visible en la superficie; otra partícula de una forma esferoide (B), no se aprecia rugosidad visible en la superficie; una partícula de forma elongada (C) no se aprecia rugosidad visible en la superficie; partícula (D) en la cual, su superficie muestra una concavidad y no se aprecia rugosidad visible.

Figura 24. Se muestra una partícula de forma esférica (A) no hay rugosidad visible en la superficie; otra partícula de una forma esferoide (B) sin rugosidad visible en la superficie; partícula de forma elongada (C) no presenta rugosidad visible en la superficie; otra partícula (D) que presenta una concavidad en la superficie y además no se observa rugosidad visible.

Las figuras se muestran a continuación, identificándose las partículas por la letra asignada en su descripción.

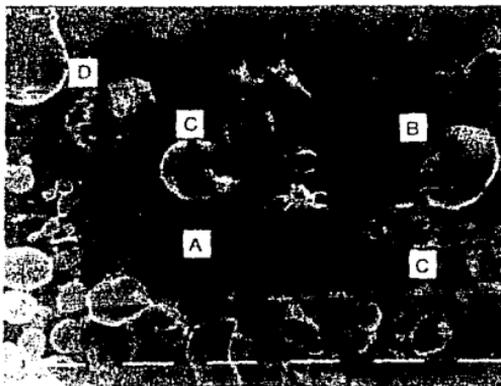


Figura 23. Vista de la morfología de partículas de Cu y Sn atomizados en gas. 1000X (— 10 μ m)

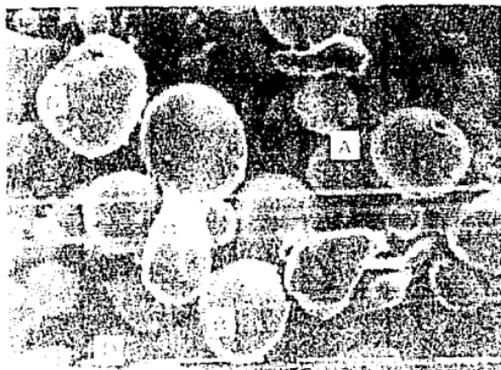


Figura 24. Vista a mayor detalle de la morfología de partículas de Cu y Sn atomizados en gas. 2000X (— 10 μ m)

V.6 DETERMINACION DE LA DENSIDAD APARENTE

V.6.1 Se determinó la densidad aparente (ρ_a) en tres muestras de cada polvo (A,B,C), los resultados se muestran a continuación.

Tabla VIII. Densidad aparente (ρ_a)

Polvo	Muestra 1 ρ_a (gr/cm ³)	Muestra 2 ρ_a (gr/cm ³)	Muestra 3 ρ_a (gr/cm ³)	ρ_a Promedio (gr/cm ³)
A	3.2140	3.2152	3.2184	3.2159
B	3.1420	3.1356	3.1368	3.1381
C	3.2092	3.2120	3.2096	3.2102

Nota:

1. Polvo A. Cu electrolítico + Sn atomizado en agua + 0.75% de estearato de Zinc.
Polvo B. Cu atomizado en agua + Sn atomizado en agua + 0.85% de estearato de Zinc.
Polvo C. Cu atomizado en gas + Sn atomizado en gas + 0.75% de estearato de Zinc.
2. Para cada prueba se pesó 50 gr.* de muestra.
3. La prueba se llevó a cabo según referencia⁽¹⁰¹⁾.
4. La densidad aparente (ρ_a) en gr/cm³ se puede calcular de la siguiente manera:

$$\rho_a = \left(\begin{array}{l} \text{Peso del polvo contenido} \\ \text{en la copa de densidad} \end{array} \right) \times 0.04$$

Donde:

0.04 = Es un factor que esta relacionado al inverso del volumen de la copa de densidad ($1/25 \text{ cm}^3$).

Otra forma de calcular la densidad aparente (ρ_a) es⁽²⁾:

$$\rho_a = \frac{\text{Peso del polvo contenido en la copa de densidad}}{\text{Volumen de la copa de densidad}}$$

V.6.2 DETERMINACION DE LA DENSIDAD APARENTE EN VARIAS ETAPAS DE UN PROCESO DE MEZCLADO EN POLVOS

Las pruebas se llevaron a cabo con polvos de*: Cu atomizado en agua, Sn atomizado en agua y lubricante de Ceranil. Se determinó la densidad aparente (ρ_a) como se muestra a continuación en la Tabla IX (a,b,c).

* Sin previo análisis granulométrico, ver nota 1, pág. 171

Tabla IX. (a,b,c). Mezclado de polvos

(a) En polvo de Cu atomizado en agua, la ρ_a fué:		(b) En polvo de Sn atomizado en agua, la ρ_a fué:	
Muestra	ρ_a (gr/cm ³)	Muestra	ρ_a (gr/cm ³)
1	2.8814	1	3.4051
2	2.8799	2	3.4043
3	2.8820	3	3.4059
Promedio	2.8811	Promedio	3.4051

(c) En una mezcla de polvos referidos en inciso (a) y (b) en una proporción en % en peso; 90% Cu + 10% Sn, la ρ_a fué:	
Muestra	ρ_a (gr/cm ³)
1	3.2232
2	3.2221
3	3.2229
Promedio	3.2227

- (d) En la mezcla de polvos indicados en la Tabla IX (c), se determinó la densidad aparente (ρ_a); en varias muestras a las cuales, se les adicionó diferentes cantidades de lubricante de Ceranil y los resultados fueron los siguientes:

Tabla X. Densidad aparente (ρ_a), variando el contenido de lubricante.

Mezcla de polvos 90% Cu + 10% Sn + lubricante Ceranil (% en peso)	Densidad aparente (ρ_a)			
	Muestra 1 (gr/cm ³)	Muestra 2 (gr/cm ³)	Muestra 3 (gr/cm ³)	Promedio (gr/cm ³)
0.25	2.9088	2.9080	2.9095	2.9088
0.50	2.9324	2.9344	2.9336	2.9335
0.75	3.0015	3.0025	3.0019	3.0020
1.00	2.9889	2.9878	2.9871	2.9879
1.50	2.9180	2.9171	2.9168	2.9173

V.6.3 Con los resultados obtenidos:

En la Figura 25. Se muestra una relación de la densidad aparente promedio, que fué obtenida de la mezcla del polvo (90% Cu + 10% Sn) con respecto a la variación en el contenido de lubricante de Ceranil, la Figura se muestra a continuación.

EFECTO EN LA DENSIDAD APARENTE POR VARIACION DEL CONTENIDO DE LUBRICANTE EN EL POLVO.

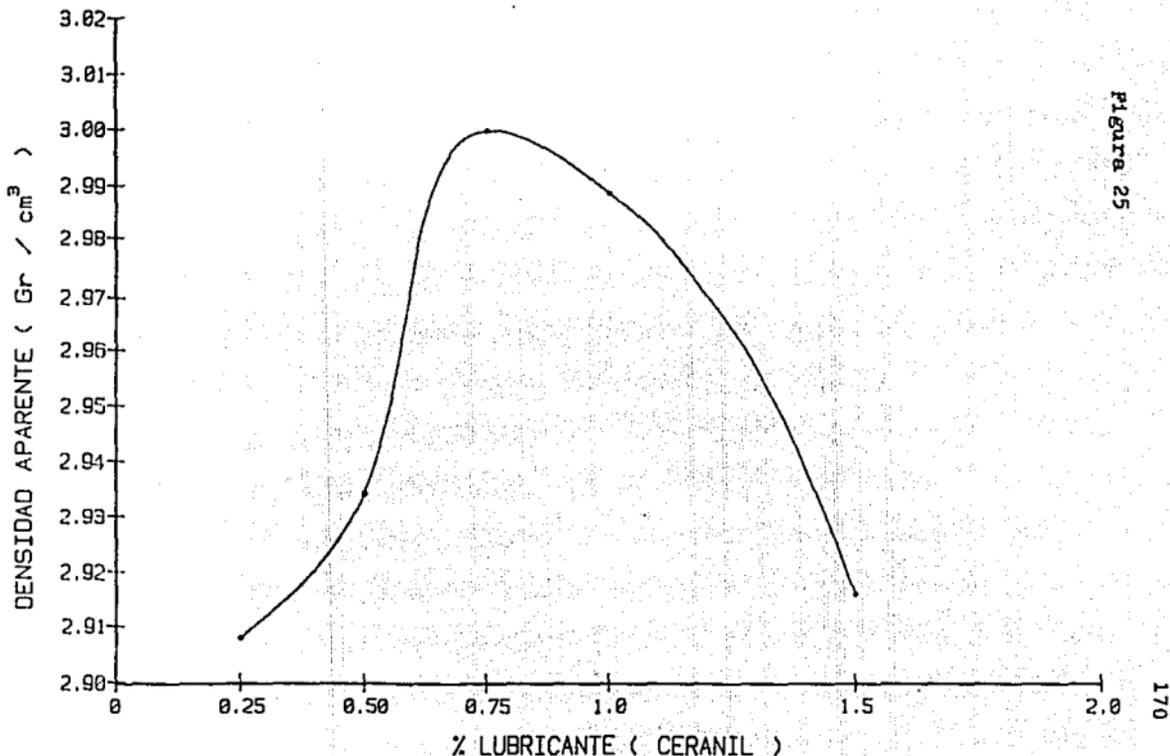


Figura 25

Nota:

1. Las características tales como: Distribución de tamaño (granulometría), forma, etc. de los polvos indicados en Tabla IX, incisos (a) y (b), son similares al polvo B (Cu atomizado en agua + Sn atomizado en agua + 0.75% de estearato de Zinc).
2. Para cada prueba se pesó 50 gr.** de muestra.
3. Se siguió procedimiento de prueba según referencia (101).
4. La mezcla total obtenida para las pruebas referidas en Tabla IX, inciso (c) y Tabla X, inciso (d) fué sobre una base de 1000 gr.

V.7 DETERMINACION DE LA FLUIDEZ

V.7.1 Se determinó la fluidez en los polvos (A,B,C) y los resultados se muestran a continuación.

Tabla XI Fluidez (tiempo en segundos)*

Polvo	Muestra 1 (seg.)	Muestra 2 (seg.)	Muestra 3 (seg.)	Promedio (seg.)
A	29.0	29.1	29.0	29.03
B	27.2	27.2	27.0	27.13
C	28.1	28.0	28.1	28.06

* Fluidez en: seg/50 gr.

** Ver Pág. 210

Nota:

1. Polvo A. Cu electrolítico + Sn atomizado en agua + 0.75% de estearato de Zinc.
 Polvo B. Cu atomizado en agua + Sn atomizado en agua + 0.85% de estearato de Zinc.
 Polvo C. Cu atomizado en gas + Sn atomizado en gas + 0.75% de estearato de Zinc.
2. Se pesó 50 gr. para cada muestra.
3. Se siguió procedimiento de prueba según referencia⁽¹¹¹⁾.

Con los valores obtenidos en fluidez, se determinó un coeficiente de fluidez que se proporciona a continuación.

V.7.2 Determinación de un coeficiente de fluidez reportado⁽¹¹²⁾ el cual se describe a continuación.

Coficiente de fluidez:

$$K = \frac{t r^n}{W}$$

Donde:

- t = Período de fluidez en segundos
 r = Radio del orificio del flujometro (en mm)
 W = Peso de la muestra en gramos
 K = Coeficiente de fluidez
 n = Constante, para polvos metálicos, se estableció entre los valores de 2.46 a 2.79, con n(promedio) = 2.54.

Con los resultados obtenidos en la prueba de fluidez (Tabla XI) de los polvos (A,B,C), se procedió a determinar el coeficiente de fluidez; con los tres valores antes referidos para la constante n , además los datos generales (de base) para el cálculo, fueron:

$$W = 50.00 \text{ gr.}$$

$$r = 1.27 \text{ mm.}$$

Los resultados obtenidos en los polvos (A,B,C), se muestran a continuación.

Tabla XII. Coeficiente de fluidez (K), obtenido en polvo A.

	t	Para n=2.46	Para n=2.54	Para n=2.79
	(seg)	K (seg mm/gr)	K (seg mm/gr)	K (seg mm/gr)
Muestra 1	29.0	1.0442	1.0643	1.1299
Muestra 2	29.1	1.0478	1.0680	1.1338
Muestra 3	29.0	1.0442	1.0643	1.1299
K Promedio		1.0454	1.0655	1.1312

Tabla XIII. Coeficiente de fluidez (K), obtenido en polvo B.

		Para n=2.46	Para n=2.54	Para n=.279
	t	K	K	K
	(seg)	(seg mm/gr)	(seg mm/gr)	(seg mm/gr)
Muestra 1	27.2	0.9794	0.9983	1.0598
Muestra 2	27.2	0.9794	0.9983	1.0598
Muestra 3	27.0	0.9722	0.9910	1.0520
K Promedio		0.9770	0.9959	1.0572

Tabla XIV. Coeficiente de fluidez (K), obtenido en polvo C.

		Para n=2.46	Para n=2.54	Para n=2.79
	t	K	K	K
	(seg)	(seg mm/gr)	(seg mm/gr)	(seg mm/gr)
Muestra 1	28.1	1.0118	1.0313	1.0948
Muestra 2	28.0	1.0082	1.0276	1.0909
Muestra 3	28.1	1.0118	1.0313	1.0948
K promedio		1.0106	1.0301	1.0935

CAPITULO VI DISCUSION DE LOS RESULTADOS

VI.1 ANALISIS QUIMICO

Se determinó la composición química de los polvos A,B,C, verificando así la proporción en peso de 90% Cu + 10% Sn en cada uno de ellos (ver Tabla I), además el polvo C (atomizado en gas), reportó la menor cantidad de elementos incidentales, considerando un polvo de buena calidad, así como también su método de producción.

En futuros estudios, sobre los distintos efectos de las partículas tales como bajas propiedades mecánicas en productos P/M, cobra cierta importancia el análisis de la pérdida de hidrógeno, la determinación de ácidos insolubles, el análisis químico de la superficie de las partículas por métodos especiales, según lo reportado⁽¹²⁵⁾.

VI.2 DISTRIBUCION GRANULOMETRICA

Los tres polvos A,B,C, presentaron una semejante distribución granulométrica (ver Figura comparativa 4, Cap. IV) en los cuales, el porcentaje en peso retenido en malla -325, fué la frecuencia más alta (valor modal), caracterizando a los polvos; una curva asimétrica ascendente hacia la izquierda, como la descrita en la Figura 37b.

El contenido alto de polvos finos, significa que los polvos A,

B,C, tienden a poseer buenas propiedades mecánicas al ser compactados y/o sinterizados, esto concuerda con estudios reportados que mencionan que el tamaño de partícula es inversamente proporcional a la resistencia ^{(48) (93)} esta relación es ilustrada en figura 40.

VI.3 MEDICION DEL TAMAÑO DE PARTICULA

En las muestras del polvo C, se encontró un conjunto de tamaño en las partículas más homogéneo, facilitando la medición cuando las partículas eran redondeadas y esféricas, cuando la forma de la partícula tiende a ser más irregular, el conjunto de partículas presentaba una heterogeneidad en los tamaños, esto se observó en el polvo B y en mayor grado en el polvo A. Por otro lado, en el polvo A, se encontraron tamaños de partículas grandes de $S_n > 1$ mm (ver Tabla V, muestra 1), según lo reportado no son recomendables ⁽⁹³⁾, pueden formar grandes poros en el producto P/M ^{(22) (69)}.

La medición y evaluación del tamaño de partícula se facilitó por la previa separación del polvo en fracciones por análisis granulométrico, además mediante microscopía óptica se pudo observar en los tres polvos A,B,C, una distinta distribución del S_n y lubricante en el Cu (ver Tabla V, VI y VII).

En futuros estudios se propone el uso de otras técnicas o sistemas en el equipo de medición, así como la incidencia de los criterios reportados tales como el diámetro de Feret, el diámetro de igual perímetro, etc. ^{(75) (82)}.

VI.4 IDENTIFICACION DE LA FORMA DE PARTICULA

En el polvo A, se encontró la forma dendrítica en las partículas de Cu electrolítico (Fig. 5, partícula A, Cap. IV) y que coincide con un estudio reportado⁽⁴⁰⁾.

En el polvo B, las partículas de Cu atomizado en agua en general presentaban formas irregulares (Fig. 10, partícula A, Cap. IV) y que se relacionan con lo reportado⁽²⁸⁾.

En el polvo C, las partículas de Cu atomizado en gas, presentaban una alta incidencia de formas esféricas (Fig. 13, partícula C, Cap. IV), las cuales concuerdan con lo reportado⁽²⁸⁾.

Tanto en las partículas de Cu electrolítico como en las partículas de Cu atomizado en agua, fué común encontrar en su forma una similar relación con ciertos factores de forma reportados⁽⁸²⁾, tales como: (a) rugosidad global, en polvo A (Fig. 5, partícula B, Cap. IV) y en polvo B (Fig. 10, partícula C, Cap. IV); (b) angularidad y rugosidad de superficie, en polvo A (Fig. 6, partícula E, Cap. IV) y en polvo B (Fig. 9, partícula B, Cap. IV).

En las partículas de Cu atomizado en agua, fué de interés encontrar la forma que mostraba cierta relación con el factor de forma; (c) elongación y además rugosidad global ej., en polvo B (Fig. 10, partícula D y Fig. 11, partícula E,D, Cap. IV).

En las partículas de Sn atomizado en agua y Sn atomizado en gas, de los polvos A,B,C, fué común encontrar la forma esférica; en polvo A (Fig. 7, partícula G, Cap. IV), en polvo B (Fig. 12, partícula F, Cap. IV), en polvo C (Fig. 15, partícula B, Cap. IV).

Además, en las partículas de Sn se encontró gran incidencia de formas que se relacionaban con el factor de forma; elongación, en polvo A (Fig. 8, partícula H, Cap. IV), en polvo B (Fig. 12, partícula G, Cap. IV) y en polvo C (Fig. 14, partícula A, Cap. IV).

VI.5 IDENTIFICACION DE LA MORFOLOGIA DE LA PARTICULA

En polvo A, fué notable la alta rugosidad y porosidad encontrada en la superficie de las partículas de Cu electrolítico (dendritas) (Fig. 17, partículas A, Cap. IV) y que se identifica con lo reportado⁽⁴¹⁾.

En polvo B, las partículas de Cu atomizado en agua, denotaron una alta rugosidad y porosidad (Fig. 20, partícula A y Fig. 22, partícula D, Cap. IV).

De lo encontrado en la superficie, tanto para el Cu electrolítico y Cu atomizado en agua, se ha reportado que tiende a disminuir; la densidad aparente⁽⁸⁹⁾⁽¹⁰⁷⁾, la fluidez⁽⁸⁹⁾, tiende a incrementar; fuerzas de fricción⁽¹¹³⁾, reactividad química⁽⁸²⁾ y el área de superficie específica⁽⁹⁹⁾.

En polvo C, en las partículas de Cu atomizado en gas, no se encontró rugosidad visible en la superficie (Fig. 24, partícula D, Cap. IV), caracterizándola como una partícula densa o sólida de superficie llana y de lo encontrado se ha reportado una buena; densidad aparente⁽⁸⁹⁾⁽¹⁰⁷⁾, fluidez⁽⁸⁹⁾, densificación en la compactación y sinterizado⁽¹⁰⁵⁾, homogeneidad en la distribución de la densidad del producto P/M⁽⁵⁰⁾.

Lo anterior es aplicable a lo encontrado en las partículas de Sn atomizado en gas del polvo C (Fig. 23, partícula B, Cap. IV) y Sn atomizado en agua del polvo B (Fig. 20, partícula B, Cap. IV), finalmente en las partículas de Sn atomizado en agua del polvo A (Fig. 19, partícula F, Cap. IV) se encontraban con una heterogeneidad en la superficie (regiones rugosas y otras llanas o lisas) de las cuales se esperan probabilidades de encontrar propiedades intermedias con respecto a las partículas de Cu y Sn estudiadas.

VI.6 DENSIDAD APARENTE

Los polvos A,B,C, presentaron resultados semejantes entre sí al medir su densidad aparente (Tabla VIII), pero tal parece ser que algunas causas sensibles denotaron lo siguiente:

El polvo A, reportó un ligero mayor valor en la densidad aparente que el polvo B y C, posiblemente fué debido a la adición del Sn en la incidencia de tamaños menores a $44 \mu\text{m}$ (Tabla V, muestra 6) y además por el efecto de la adición del lubricante con tamaños menores a $44 \mu\text{m}$ (efecto que es mostrado en pruebas realizadas con variación del lubricante en Fig. 25, Cap. IV) y también en Fig. 42.

El polvo B, mostró una densidad aparente más baja, esto parece ser que fué por efecto de la adición de lubricante más de lo óptimo (Fig. 25, Cap. IV) y Fig. 42 y además por la adición de Sn de tamaño menor a $44 \mu\text{m}$ (Tabla VI, muestra 6), siendo estas dos condiciones que pudieran favorecer el efecto puenteo⁽⁸⁾ pues una cantidad de finos mayor a lo óptimo puede decrecer la densi

dad aparente (Fig. 41, inciso 1 y 2) y finalmente lo encontrado en la morfología de partícula (Fig. 20, partícula A, Cap. IV) puede disminuir la densidad aparente⁽⁸⁹⁾⁽¹⁰⁷⁾.

El polvo C, reportó valores intermedios respecto al polvo A y B probablemente por la adición de lubricante con un tamaño mayor a 44 μm (Tabla VII, muestra 5).

Los datos mostrados en Tabla IX inciso (c) denotan que la densidad aparente del polvo de Cu (inciso (a)) se incrementó con la adición de polvo fino de Sn el cual tiene una mayor densidad aparente (inciso (b)) que el polvo de Cu, éstos resultados concuerdan con lo reportado, ver Fig. 41, inciso (1)⁽⁸⁾. Finalmente al variar el contenido de lubricante se modificaba la densidad aparente del polvo mezclado, ver Tabla X y que concuerda con lo reportado, ver Figura 42⁽⁵⁰⁾.

Para futuros estudios, es de interés ampliar el estudio de la densidad aparente en los polvos metálicos y su relación con otras características de las partículas, debido a la importancia que tiene el obtener ciertas características en el volumen y/o en la densificación deseada del producto P/M.

VI.7 FLUIDEZ

Los polvos A,B,C, mostraron valores muy cercanos entre sí al medir su fluidez (Tabla XI), pero algunas causas probables denotaron lo siguiente:

El polvo A reportó la menor fluidez (el más lento), debido al

probable efecto de la forma (Fig. 5, partícula A y B, Cap. IV) y a la morfología (Fig. 17, partícula A, Cap. IV) de las partículas de Cu de gran incidencia en irregularidad y porosidad, así como también de las partículas de Sn (Fig. 18, partícula D y E, Cap. IV), siendo estas características que pudieron incrementar las fuerzas de fricción⁽¹¹³⁾ comparativamente con respecto a polvos B y C.

El polvo B, reportó la mayor fluidez (el más rápido) por un probable efecto de disminución de las fuerzas de fricción⁽⁴³⁾⁽¹⁰⁸⁾ y debido a la adición de Sn con una alta incidencia de formas esféricas (Fig. 12, partícula F, Cap. IV) y de lubricante (Tabla VI, muestra 6).

El polvo C, reportó valores intermedios con respecto a polvo B y C, un probable efecto fué su comparativo porcentaje bajo en partículas gruesas (ver Fig. comparativa 4, Cap. IV), pues según lo reportado al incrementar las partículas gruesas puede incrementar su fluidez⁽¹⁰⁵⁾.

Finalmente, se calculó un coeficiente de fluidez K (ver Tabla XII, XIII, XIV) y en cada polvo los resultados (en seg mm/gr) oscilaban así; polvo A de 1.0442 a 1.1338; polvo B de 0.9722 a 1.0598; polvo C de 1.0082 a 1.0948.

Siendo los resultados cercanos al valor de 1.1, referido como un indicador de una buena fluidez y que además los resultados están muy alejados del valor de 2.0 el cual es un indicador de una pobre o mala fluidez, por lo que los resultados indican que los polvos de bronce A, B, C, tienen buena fluidez según lo reportado⁽¹¹²⁾.

Además de las pruebas antes mencionadas para futuros estudios, se puede llevar a cabo una caracterización de polvos metálicos más profunda con estudios tales como; determinación del área de superficie específica, caracterización química de la superficie, compresibilidad, etc.

CAPITULO VII
CONCLUSIONES

- a) Se encontró un alto contenido de partículas finas en los polvos de bronce, esto indica que el polvo posee buenas propiedades mecánicas.
- b) Aspectos tales como: (1b) al incrementar la irregularidad de la forma el tamaño en las partículas fué más heterogéneo (2b) una distinta distribución del Sn y lubricante fué denotada en los polvos de bronce estudiados. Estos se encontraron mediante el análisis del tamaño de partícula por microscopía óptica.
- c) Se encontró en las partículas la forma: esférica, irregular y dendrítica, las cuales manifiestan una dependencia de su método de producción. Además se identificaron formas de partícula que mostraban una concordancia con algunos factores de forma reportados tales como: elongación, rugosidad global, angularidad y rugosidad de superficie.
- d) Por medio de microscopía electrónica de barrido (SEM), se encontró a detalle una distinta morfología de las partículas en los polvos: electrolítico, atomizado en agua y atomizado en gas. Por la cual esta se relaciona a obtener diferencias en la reactividad química, en el área de superficie específica, homogeneidad en la densificación, áreas de contacto, crecimiento en el sinterizado, etc.
- e) En los polvos se encontró que la densidad aparente y fluidez fueron el resultado de varias características de las partículas.

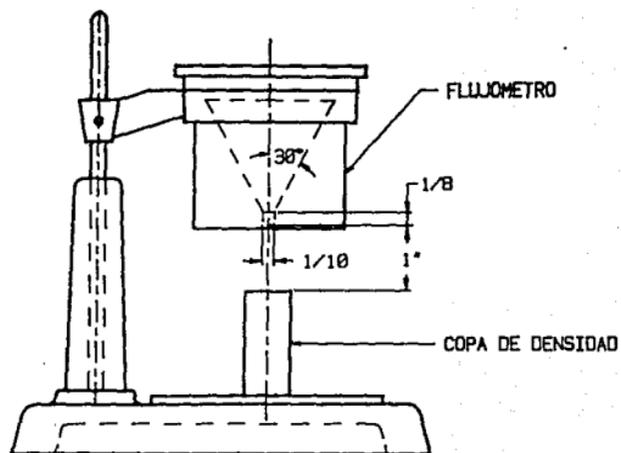
las, tales como: Tamaño, forma, morfología, distribución del tamaño y lubricante. Además la determinación de un coeficiente de fluidez en los polvos concuerda con lo reportado.

APENDICE A

Tabla A1. Clasificación de tamices y su equivalencia (84).

Clasificación U.S. Standard		Clasificación Tyler	
Tamices	Tamaño (μm)	Tamices	Tamaño (μm)
No. 80	180	mallá 80	175
No. 100	150	mallá 100	149
No. 140	106	mallá 150	104
No. 200	75	mallá 200	74
No. 325	45	mallá 325	44

APENDICE B



EQUIVALENCIA DE LAS MEDIDAS

PULGADAS	MILIMETROS
1/10	2.5
1/8	3.2
1	25.0

FLUJOMETRO DE EMBUDO HALL

BIBLIOGRAFIA

1. ASTM B243-76
Standard definitions of terms used in Powder Metallurgy.
2. American Society for Metals
Powder Metallurgy
Volume 7, Metals Handbook, Ninth Edition,
Metals Park, Ohio, 44073, USA, 1984.
3. Ing. Ronald Braun U., Ing. Enrique Medina R.,
Situación de la industria de Metalurgia de Polvos ferrosos
en México.
Ref. 6099, Infotec, México, D.F., Agosto 1980.
4. V. Arnhold
Optimized process technology provides new applications
for powder metallurgy materials.
Krebsoge Sintermetallwerke. Werkstatt Betr.,
Nov. 1990, 123 (11), 843-847
5. E.J. Lavernia, N.J. Grant
Spray deposition of metals: a review.
Massachusetts Institute of Technology. Sixth Internatio-
nal Conference on Rapidly Quenched Metals. (Proc. Conf.)
Montreal, Canada, 3-7 Aug. 1987, Mater. Sci. Eng., Feb.
1988, 98, (1-2), 381-394.
6. Sydney H. Avner
Introducción a la Metalurgia Física
2a. Edición, Mc Graw-Hill, 1979, USA.

7. Nils H. Brundin
History of Iron Powder
Hoganas Iron Powder Handbook; Fil. Lic. Hoganas-Billesholms
AB, Hoganas Sweden, Copyright Hoeganaes Sponge Iron Corp.
Riverton, N.J. USA.
8. Joel S. Hirschhorn.
Introduction to Powder Metallurgy.
American Powder Metallurgy Institute, 1969, N.J., USA.
9. H. Jäeger, J. Stamberger, F. Heinemann, B. Hribernik
Powder particle formation phenomena observed in Prep and
gas atomization.
Met. Powder Rep., Jan. 1987, 42(1), 46-48.
10. Grewe Hans
Effect of disorder in the carbide phase on the microstruc-
ture and performance of WC-9Co cemented carbide.
Krupp Forschungsinst., Fried. Krupp, G.M.B.H., Essen, Ger.
Metall. (Berlin), 1976, 30, (2), 1127-1133.
11. Imm Reinhard, Stempel Guenter
The effect of porosity on a few properties of W/Cu contact
materials.
Firma, Dr. E. Duerrwaechter Doducok.- G., Pforzheim, Ger.,
Z. Werkstofftech. 1976, 7, (10), 376-380.
12. Petzow Guenter, Claussen Nils
Preparation and properties of ceramic-metal eutectics.
Inst. Werkstoffwiss., Max Planck Inst. Metallforsch.

Stuttgart, Ger., Process., Kinet Prop. Electron. Magn. Ceram., Proc., U.S.-Jpn. Semin. Basic Sci. Ceram. 1975 (Pub. 1976), 81-91, Edited by Komatsu Waso; Fulrath, Richard M., Oischi Yasumichi. Japan Soc. Promot. Sci. Tokyo, Japan.

13. K.M. Kulkarni

Effect of particle size and shape on sintering of high speed steels.

Advanced Metalworking Practices. Modern Developments in Powder Metallurgy. Vol. 19 (Proc. Conf.) Orlando, Florida, USA, 5-10 June 1988, Metal Powder Industries Federation, American Powder Metallurgy Institute, 105, College Rd., East, Princeton, New Jersey 08540, USA, 1988.

14. C.M. Cooke, D. Eylon, F.H. Froes

Effect of Powder particle size on fatigue properties of Ti-6Al-4V compacts.

Welding, Failure Analysis and Metallography (Proc. Conf.) Denver, Colorado, USA, 21-24 July 1985, The American Society for Metals, Metals Park, Ohio 44073, USA, 1987.

15. Y.M. Kim, F.H. Froes

The effect of powder size distribution on the mechanical properties of an Al-Fe-Ce-W, P/M alloy.

Processing of Structural Metals by Rapid Solidification (Proc. Conf.), Orlando, Florida, USA, 6-9 Oct. 1986, ASTM International, Metals Park, Ohio 44073, USA, 1987.

16. D. Whittaker
Powder Metallurgy applications in the automotive industry.
PM'90 into the 1990's International Conference on Powder
Metallurgy. Student's Day (Proc. Conf.) London, UK, 4
July 1990, The Institute of Metals, Carlton House Terrace,
London Swiy SDB, UK, 1990.
17. S. Mocarski, D.W. Hall
PM Parts for automotive applications.
Ford Motor Met. Powder Rep., Nov. 1987, 42(11), 754-762.
18. Edward J. Kubel Jr.
Perfecting Powder Metallurgy.
Advanced Materials & Processes/incorporating Metal Pro-
gress, Vol. 132 ISSUE 3, September 1987, pp. 53(52-56).
19. R.V. Miner
NASA Scientific programs on high temperature alloys.
(retroactive coverage).
NASA Lewis Research Center Japan, U.S. Seminar on
Superalloys (Proc. Conf.), Susono, Japan, 7-11, Dec. 1984,
Japan Institute of Metals, Aoba Aramaki, Aoba-Ku, Sendai
980, Japan, 1985.
20. William C. Shumay Jr.
Superconductor materials engineering.
Advanced Materials & Processes/incorporating Metal Progress
Vol. 134, ISSUE 5, November 1988, pp. 49-58, Metals Park,
Ohio, 44073, USA.

21. W.E. Frazier
PM Al alloys: Hot prospects for aerospace applications.
Advanced Materials & Processes/incorporating Metal Progress
Vol. 134, ISSUE 5, November 1988, pp. 42-46, Metals Park,
Ohio, 44073, USA.
22. N.N. Acharya, P.G. Mukunda.
Influence of some parameters on properties of vacuum
sintered Bronze bearings.
Met. Powder Rep., Feb. 1987, 42(2), 104-109.
23. J.I. Farmer.
The metallography of Bronze P/M.
Precision Metal, the magazine of metal component design,
production, finishing -July 1973, Pg. 1-5/Greenback
Industries, Inc. 2527 West Maple Road, Birmingham,
Michigan 48009, USA.
24. R. Baker, S.N. Foulkes, Ferodo.
Sintered Copper friction facing sintered.
26 July 1989, Patent N° GB2212517(UK) Convention Date 19
Nov. 1987.
25. W.R. Johnson, M. Shenuski.
Controlling fluid flow with porous metals.
Mach. Des., 8 Jan. 1987, 59(1), 89-91.
26. T. Kohno.
Development of Bronze type sintered bearing for high speed
revolution applications.
J. Jpn. Soc. Powder, Metall., June 1989, 36(4), 345-351.

27. H. Yousset, C. Comte
Bronze bearings with near zero dimensional changes during Sintering.
Alliages Frittes Meta. Fram. PM'90. PM into the 1990's International Conference on Powder Metallurgy. Vol. 3 (Proc. Conf.), London, UK, 2-6 July 1990, the Institute of Metals, 1. Carlton House Terrace, London Swiy SDK, UK, 1990.
28. Alan Lawley
An overview of powder atomization processes and fundamentals.
The International Journal of Powder Metallurgy & Powder Technology, Vol. 13, N° 3, July 1977.
29. A. Lawley, R.D. Doherty
The particle metallurgy/Rapid solidification interphase; Atomization models and mechanisms.
Advanced High-Temperature Alloys: Processing and Properties (Proc. Conf.) Cambridge, Massachusetts, USA, 16-18 June 1985, American Society for Metals Park, Ohio, 44073, USA, 1986.
30. J.J. Dunkley, J.D. Palmer
Factor affecting particle size of atomized metal powders.
Powder Metall., 1986, 29(4), 287-290.
31. K. Bauckhage
Atomization as a unit process.
Universitat Bremen, Chem. Ing. Tech., Aug. 1990, 60(8), 613-625.

32. G.H. Johnston and J.B. See.
Unpublished work, Mit, 1974.
33. N. Dombroski and W.R. Johns.
Chem. Eng. Sci., 18, 203, 1963.
34. G.H. Johnston and J.B. See.
Formation of liquid Metal Droplets.
Paper presented at symposium on Process Engineering of
Pyrometallurgy, Imperial College, London, April 1974.
35. R.J. Grandzol, J.A. Tallmadge
Int. Journal of Powder Metallurgy and Powder Technology
11, N° 1, 103, 1975.
36. Klar E. and Shafer W.M.
High pressure Atomization of Metals, in Powder Metallurgy
for high - Performance Applications.
Bucke, J.J. and Weiss, V., Ed., Syracuse University Press.
1972, 57-68.
37. R.J. Grandzol
Water atomization of 4620 steel and other metals.
Ph. D. Thesis, Department of Chemical Engineering, Drexel
University, Philadelphia. Pa., June 1973.
38. K.V. Venkateswaran, K.I. Vasu.
Various methods of electrolytic of metal powders and the
future trends in the field.
Central Electrochemical Research Institute (India), PMA/
News/., Sept. 1987, 13, (4), 12-17.

39. R. Walker, S.J. Duncan
The morphology and properties of electrodeposited Copper Powder.
Surf. Technol., Dec. 1984, 23, (24), 301-321.
40. I.B. Murashova, O.A. Potapov, A.V. Pomosov
Electrodeposition of disperse Homogeneous Structure Copper.
Poroshk. Metall., 1988, (8), 5-11.
41. V.N. Kozhanov, B.N. Smirnov, A.B. Filosofova, O.V. Putina.
Change in the morphology of the copper electrodeposited surface in the process of its growth, formation of forged layer.
Ural NIPi Copper Industry Poroshk. Metall., 1989, (8), 12-18.
42. Arthur Adler, A.Q. Smith.
Powder production methods.
Powder metallurgy Annual Training Course,
Metal Powder Federation, American Powder Metallurgy Institute, N.Y., USA, 1981.
43. Sven I. Hulthem, Nils H. Brundin.
Lubrication; Hoganas Iron Powder Handbook.
Vol. 1; Basic information, Treatment of Iron powders, section C, Chapter 20, pg. 1-6.
Fil. Lic., Hoganas-Billesholms AB, Hoganas, Sweden.
Copyright Hoeganaes Sponge Iron Corp. Riverton, N.J. USA.

44. Glidden Metals; Technical Data.
1468 West 9th Street, Cleveland, Ohio 44113, USA., form
6015, printed 11/78.
45. Mc Graw J., Koczak M., Kao A.
Investigation in the delubrication of P/M compacts
(Alloy Tool Steel Group, Reading, Pa.) Int. J. Powder
Metall. Powder Technol. 1978, 14(4), 277-280, 283-285,
287-288.
46. W.D. Marks
The effects of oxygen on alloy formation, grain growth and
dimensional change in the Alpha microstructure of 90/10
Bronze.
SCM Metal Products, Modern Developments in Powder Metallurg
gy. Vol. 19 (Proc. Conf.), Orlando, Florida, USA, 5-10
June 1988, Metal Powder Industries Federation, American
Powder Metallurgy Institute, 105 College Rd. East, Princet
on, New Jersey 08540, USA, 1988.
47. Ya. M. Turetskii, I.A. Gulyaev, E.I. Dovgan, I.V. Zheltya-
kova, V.D. Pirog.
Influence of particle size composition of air-atomized
cast Iron powder on its properties after annealing.
Poroshk. Metall., 1985, (3), 83-86.
48. R.M. German
Strength dependence on porosity for P/M compacts.
The International Journal of Powder Metallurgy & Powder
Technology, Vol. 13, N° 4, 1977.

49. Paramanand, P. Ramakrishnan
Effect of powder characteristics on compaction parameters and ejection pressure of compacts.
Powder Metall., 1984, 27(3), 163-168.
50. M. Rajab, D.S. Coleman
Density distributions in complex shaped parts made from Iron powders.
Powder Metallurgy, 1985, Vol. 28, N° 4, 207-216.
51. In-Hyung Moon, Jin-Sung Choi.
Dependence of green strength on contact area between powder particles for spherical copper powder compacts.
Powder Metallurgy, 1985, Vol. 28, N° 1, 21-26.
52. R. Ramberger, A. Burger
On the application of the Heckel and Kawakita equations to powder compaction.
Powder Technology, Vol. 43, N° 1, July 1985, 1-9.
53. T. Sheppard, H.B. Mc Shane
Powder Metall., 1980, 23, 120.
54. M. Strömberg, H. Astrom, K.E. Easterling.
Powder Metall., 1973, 16, 155.
55. E. Arzt
Acta Metall., 1982, 30, 1983.
56. A.U. Seybolt, J.E. Burke
Técnicas de Metalurgia Experimental.
Ed. Limusa Wiley, S.A. México, 1a. ed. 1969.

57. Powder Metallurgy Equipment Manual.
Metal Powder Federation 1977, Princeton, New Jersey, 8546, USA.
58. W.A. Kaysser, G. Petzow.
Present state of Liquid phase sintering.
Powder Metallurgy, 1985, Vol. 28, N° 3, 145-150.
59. V.B. Phadke, B.L. Davies
Comparing Diffusion and penetration theories of growth in P/M Iron-Copper alloys.
The International Journal of Powder Metallurgy & Powder Technology., Vol. 13, N° 4, Oct. 1977.
60. R. Warren
Particle growth during liquid phase sintering.
The International Journal of Powder Metallurgy & Powder Technology., Vol. 13, N° 4, Oct. 1977.
61. G. Grathwohl, R. Warren
The effect of Cobalt content on the microstructure of liquid-phase sintered TaC-Co alloys.
Mat. Scie. and Eng., 14 (1974), pg. 55-65.
62. E.G. Zukas, P.S.Z. Rogers, R.S. Rogers
Unusual spheroid behaviour during liquid-phase sintering
Internat. Jnl. Powder Metall. and Powder Tech., 13, 1, 1977, pg. 27-38.

63. Berner D., Exner H.E., Petzow G.
Swelling of Iron-Copper mixtures during sintering and infiltration.
Modern Developments in Powder Metallurgy. Vol. 6, Eds. H.H. Hausner and W.E. Smith, Metal Powder Industries Federation, New York, 237 (1974).
64. Trudel Y., Angers R.
Comparative study of Fe-Cu-C alloys made from mixed and prealloyed powders.
65. Larsson L.E.
Homogenization during liquid-solid alloying of Fe-Cu-Mn-0.3C, Powder forged steel.
Materials Sc. and Eng. 19, 231 (1975).
66. Smith C.S.
Grains, phases and interphase: An interpretation of microstructure.
Trans. A.I.M.E., 175, 15 (1948).
67. W.A. Kaysser and G. Petzow
Emergent process methods for high technology ceramics, Material Science Research, Vol. 17, (ed. R.F. Davies et al), 216; 1984, New York, London, Plenum.
68. G. Petzow and W.A. Kaysser
Science of ceramics 10.
ed. H.H. Hausner, 264; 1980, Honnet, Deutsche. Keramische Gesellschaft.

69. S.-J.L. Kang, W.A. Kaysser, G. Petzow, D.N. Yoon.
Powder Metall., 1984, 27, 97.
70. W.A. Kaysser, W.J. Huppmann, G. Petzow.
Powder Metall., 1980, 23, 86.
71. Equipment Sintering Furnaces Manual and Atmospheres
Powder Metallurgy Part. 1.
for Powder Metallurgy Equipment Association, 60 East,
42 Zndr Street New York, 17, N.Y., USA.
72. G. Dowson
Testing of metal powders.
Met. Powder Rep. Jan. 1985, 40(1), 29-32.
73. J.E. Peterson, W.M. Small
Surface chemical analysis of Iron powder particles.
Pennsylvania State University. Synthesis & Analysis in
Materials Processing; Characterization & Diagnostics of
Ceramics & Metal Particulate Processing (Proc. Conf.),
Las Vegas, Nevada, USA, 28 Feb.-3 Mar. 1989, TMS/AIME,
420 Commonwealth Dr. Warrendale, Pennsylvania 15086, USA.
74. L.N. Arunachalam, C.V. Gokularathanam, L.M. Natarajam.
Morphological study analysis of metal powders by scanning
electron microscopy (SEM) an influence of particle size on
mechanical properties.
Indian Institute of Technology, 13th National P/M
Conference (Proc. Conf.) Bhopal, India, 2-3 Mar. 1987,
PM A/News/., June 1987, 13,(3), 27-32.

75. R.P. King
Measurement of particle size distribution by image analyser
Powder Technology, Vol. 39, N° 2, Sept: 1984, 279-289.
76. S.D. Cowley, S.J. Morris
Understanding and minimizing variation sources in dry
sieving tests.
Unimin. Powder Bulk Eng., Feb. 1991, 5, (2), 34-36, 38,
40-41.
77. G. Citran
Measurement of size distribution and shape of metal powders
Powder Metall., 1986, 29, (4), 277-280.
78. G.K. Potrebenikov
Assesment of the particle size of a powder with allowance
for its particle shape.
Sov. Powder Metall., Met. Ceram., June 1986, 25, (6), 446-
450.
79. A.C. Lawson, J.W. Conant, C.L. Talcott, M.A. David, J.
Vaninetti, J.A. Goldstone, A. Williams, R.B. Roof, R.B.
Von Dreele, R.L. Hiherman, J.W. Richardson Jr., J. Faber
Jr.
Strain and particle size of palladium metal powders by
time-of-flight neutron diffraction.
Los Alamos National Laboratory, Argonne National Laboratory
Advances in X-Ray Analysis. Vol. 33 (Proc. Conf.) Denver
Colorado, USA, 31 July-4 Aug. 1989, Plenum Publishing, 233
Spring St., New York 10013-1578, USA, 1990.

80. Taube P.R., Murav'eva L.G., Aisina N.A.
Photoelectric method for analysing the fineness of metal powders.
(Penz. Inzh-Stroit., Penza, USSR) Poroshk. Metall., 1976, (11), 95-97.
81. T. Allen
Particle size measurement
Chapman and Hall, London, 3rd. edn., 1981.
82. Y. Kuga, Xinghua Ma, J. Koga, S. Endoh, I. Inove
Measurement and Statistical analysis of shape particles comminuted by a screen mill.
Powder Technology, Vol. 44, (31), Oct. 1985, 281-290.
83. A. Unal
Surface area of inert gas atomized aluminium alloy powders
Imperial College of Science Technology and Medicine
Powder Metall., 1989, 32, (1), 31-34.
84. ASTM B 214-76
Standard test method for sieve analysis of granular metal powders.
85. M. Suzuki, T. Oshima
Co-ordination number of a multi-component randomly packed bed of spheres with size distribution.
Powder Technology, Vol. 44, (3), Oct. 1985, 213-218.
86. M. Arakawa, M. Nichino
J. Soc. Mat. Sci. Japan, 22 (1973), 658.

87. M.J. Powell
Powder Technol., 25 (1980), 45.
88. Johnston Gwyne H., See J. Bruce
Formation of liquid metal droplets
(Dep. Metall. Mater. Sci. Massachusetts, Inst. Technol.
Cambridge, Mass.) Process Eng. Pyrometallurgy, 1974, 1-7,
Edited by Jones, M.J. Inst. Min. Metall. London, Engl.
89. A. Guo, J.K. Beddow, A.F. Vetter
A simple relationship between particle shape effects and
density, flow rate and Hausner ratio.
Powder Technology, Vol. 43,(3), Aug. 1985, 279-284.
90. A.A. Flis, M. Sh. Goldberg, V.D. Valentinov, P.A. Verkho-
vodov.
Morphology of particles and Technological properties of
Niobium powders.
Porohsk. Metall., 1987, (9), 4-7.
91. R. Warren, M.-C. Durand
Proc. 3rd. European Symp. Stereology, Ljubljana, 1981.
pg. 145-151.
92. J. Tsubaki, G. Jimbo
Powder Technol., 22(1979), 161.
93. H.C. Neubing
Properties and sintering behavior of spherical tin Bronze
powders for the manufacture of filters.
Powder Metall. Int., Aug. 1986, 18, (4), 278, 283, 284,
285.

94. I.D. Radomysel'skii, G.E. Mazharova, G.A. Bagiyuk, S.P. Chernysheva, S.N. Voleinik.
Influence of particle-size composition of brass powder on the properties of hot-pressed parts.
Poroshk Metall., July 1984, 23, (7), 98-101.
95. Dessieux R., Pozarnik F., Cizeron G.
Effect of particle size distribution on the Kirkendall effect developed during sintering of powder mixtures.
(Lab. Struct. Mater. Met.; Univ. Paris-Sud, Orsay, Fr.)
Scr. Metall. 1976, 10(10), 875-880.
96. V. Gallina, G. Mannone
Powder Met., 11, 73 (1968).
97. M. Hohmann, G. Biekehör, M. Ertl
Inert-gas atomization, A cost effective method for the manufacture of high quality metal powder.
Sprechsaal, Int. Ceram. Glass Mag., June 1990, 123, (6), 610-613.
98. A.F. Sanin, O.S. Nichiporenko
Water pressure influence on the shape of powder particles during spraying/Prediction of powder particle shape during spraying by water with pressure higher than 5 MPa.
Poroshk Metall., 1988 (10), 1-6.
99. V.M. Kaptsevich, T.K. Sarkisyan, A.N. Sorokina, V.V. Savich V.V. Mazyuk, Vysheyshaya Shkola.
The effect of the shape of bronze particles on the service characteristics of porous P/M Materials.
Minsk, USSR, 1985, Powder Metallurgy (Poroshkovaya Metallurgiya), collection of articles, N° 9.

100. P.A. Vityas, V.K. Sheleg, V.M. Kapceovich, R.A. Kusun, A.A. Gurevich
Theory of plastic deformation of porous powder materials. International Conference on Powder Metallurgy in the GDR VIII (Internationale Pulvermetallurgische Tagung in der DDR, VIII), Vol. 2 (Proc. Conf.), Dresden, GDR, 24-26 Sept. 1985, Akademie der Wissenschaften der DDR, Otto Nasch. Ke Str. 22/23, Berlin 1080, GDR, 1985.
101. ASTM B 212-76
Standard test method for apparent density of free-flowing metal powders.
102. ASTM B 417-76
Standard test method for apparent density of non-free-flowing metal powders.
103. ASTM B 329-76
Standard test method for apparent density of powders of refractory metals and compounds by the Scott volumeter.
104. ASTM B 527-70
Standard test method for tap density of powders of refractory metals and compounds by tap-pak volumeter.
105. S. Wang, H. Zhang
The influence of particle size composition of 6-63 bronze powder, production by gas atomization upon apparent density and compressibility.
Shanghai Instrumental Powder Metallurgy Factory. Powder Metall. Technol. (China), Feb. 1988, 6, (1), 43-46.

106. T. Itoh, Y. Wanibe, H. Sakao
Relation between packing density and particle size distribution in random packing models of powders.
J. Jpn. Inst. Met., 1986, 50, (80), 740-746.
107. D. Yarton
Effect of lubricant chain length on flow and packing characteristics of atomized Copper Powder.
The International Journal of Powder Metallurgy & Powder Technology. Vol. 13, (3), July 1977, 189-196.
108. J.S. Adeniyi, K. Mukherjee
An apparatus for quantitative measurement of interparticle friction in a non-compacted powder mass.
Powder Technology, 39, 1984, 209-214.
109. I.H. Moon, J.K. Lee
The relation between sinterability and initial packing density in loosely sintered Copper sphere compact.
Hang Yang University, Sintering 87. Vol. (Proc. Conf.)
Tokyo, Japan, 4-6 Nov. 1987, Elsevier Applied Science Publishers, Crown House, Linton Road, Barking, Essex/G/8 JU, UK, 1988.
110. P. Ramakrishnan, Pa. Ramakrishnan
Influence of flow variables and powder characteristics on the flow of powder
Institute of Technology. Powder Metallurgy and Related High Temperature Materials. (Proc. Conf.) Bombay, India, 7-10 Dec. 1987, Key. Eng. Mater., 1989.

111. ASTM B 213-77
Standard test method for flow rate of metal powders.
112. Arthur Adler
Characterization of metal powders.
Powder Metallurgy Annual Training Course,
Metal Powder Federation, American Powder Metallurgy
Institute, N.Y., USA, 1981.
113. Fischer T.P., Coleman D.S.
Effect of vibrational energy on the interparticle friction
of metal powders.
(Dep. Mater. Technol., Loughborough Univ. Technol.,
Loughborough) Leics, Eng. Powder Metall. 1974, 17(34),
302-318.
114. Matei G., Hausner H.H.
Preliminary investigation into the correlation between
flowability and mixing of metal powders.
(Polytech. Inst., Cluj. Rom.) Powder Technol. Publ. Ser.
1972, 4, 13-16.
115. Matei G., Claussen N., Hausner H.H.
Influence of relative humidity on flow of metal and
ceramic powders.
Polytech. Inst. Cluj. Rom. Mod. Dev. Powder Metall.
1973 (Pub. 1974), 8, 9-11.
116. M. Kumagai, N. Okuda
Flow rate of flux for submerged arc welding from conical
Hoppers.
J. Soc. Mater. Sci. Jpn., Mar. 1987, 36(402), 292-295.

117. Z. Juhasz
A method for characterization of bulk structure and bulk stability of powders.
Powder Technology, 42 (1985), 123-129.
118. Guide to engineered materials 1988
Advanced Materials & Process/incorporating Metal Progress.
119. German R.M., Lathrop J.F.
Simulation of spherical powder sintering by surface diffusion.
(Sandia Lab., Albuquerque, N. Mex.) Report 1977, SAND-76-8513, 33 pp. (Eng.) Avail NTIS from Energy Res. Abstr. 1977, 2(24), Abstr. N° 60273.
120. K.M.R. Achari, R.B. Ramachander
A study of diffusion mechanisms in sintering by shrinkage measurements.
Bull. Mater. Sci. (India), June 1987, 9, (2), 97-101.
121. A.T. Kuhn, P. Neufeld, K. Young
The electrodeposition of Copper-Silver and Copper-Nickel alloy powders from aqueous amoniactal solutions.
J. Appl. Electrochem., Sept. 1984, 4, (5), 606-613.
122. K.M. Chen
Small surface area measurement by absorption of continuously flowing argon.
Powder Metall. Technol. (China)., May 1985, 3, (2), 34-38.

124. S.I. Chernukin, L.P. Oleksenko, V.D. Prisyazhny et al.
A method to determine specific surface by Nitriding of
Titanium powders and articles produced from them.
Poroshk. Metall., 1988, (11), 17-20.
125. I. Olefjord, L. Nyborg
Surface analysis of gas atomized ferritic steel powder.
Powder Metallurgy 1985, Vol. 28, N° 4, 237-243.
126. J.M. Tura, Traveria, M.D. de Castellar
Characterization of the surface of atomized Copper, Tin
and bronze dust by SEM, EDXA and XPS.
Instituto de Tecnología (Barcelona), Institut Jaume Almera
Deform. Met., Nov. 1989, 15, (156), 49-56.
127. ASTM B 331-79
Standard test method for compressibility of metal powders
in uniaxial compaction.
128. S. Gasiorek, K.Z. Korczak, K.K. Kaminski
Compressibility of Metal Powders.
Stackpole Carbon, Case Western Reserve University, Tribon
bearing 1989, Advances in Powder Metallurgy. Vol. 1
(Proc. Conf.) San Diego California, USA, 11-14 June 1989,
Metal Powder Industries Federation, 105, College Rd, East
Princeton, New Jersey 08540, USA, 1989.

129. Y. Trudel, M. Gagné.
Compaction behaviour of high compressibility low alloy
steel powders.
Quebec Metal Powders. 1989, Advances in Powder Metallurgy
Vol. 1 (Proc. Conf.), San Diego, California, USA, 11-14
June 1989, Metal Powder Industries Federation, 105, College
Rd., East, Princeton, New Jersey 08540, USA, 1989.
130. Bernard Ostle
Estadística aplicada.
Editorial Limusa, Noriega Editores, 1990, México, D.F.
131. Henry H. Hausner
Handbook of Powder Metallurgy.
Chemical Publishing Co. Inc.
New York, N.Y. 1973.

Fe de erratas.

*En página 166, Nota inciso 2, dice 50 gr.,
debe decir; 100 gr.

**En página 171, Nota inciso 2, dice 50 gr.,
debe decir; 100 gr.