



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA
DE MEXICO

FACULTAD DE QUIMICA

OBTENCION Y CARACTERIZACION DE UN
COMPOSITO $Al-ZrO_2-SiO_2$ POR METALURGIA DE
POLVOS

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE
INGENIERO QUIMICO METALURGICO

P R E S E N T A :

CARLOS CASTAÑEDA HUITRON



México, D.F.

1994

TESIS CON
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.



EXAMENES PROFESIONALES
FAC. DE QUIMICA

JURADO ASIGNADO:

PRESIDENTE PROF. EUSEBIO CANDIDO ATLATENCO TLAPANCO
VOCAL PROF. IGNACIO BELTRAN PIÑA
SECRETARIO PROF. GERARDO ARAMBURO PEREZ
1er SUPLENTE PROF. MARIO ROMERO ROMO
2do SUPLENTE PROF. SERGIO GARCIA GALAN

TEMA DESARROLLADO EN EL
DEPARTAMENTO DE INGENIERIA QUIMICA METALURGICA
FACULTAD DE QUIMICA
UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

ASESOR DEL TEMA

I.Q.M. GERARDO ARAMBURO PEREZ

ASESOR TECNICO

I.Q.M. SERGIO GARCIA GALAN

SUSTENTANTE

CARLOS CASTAÑEDA HUITRON

DEDICATORIA

A mis padres:

Carlos Castañeda Velázquez, e

Isabel Huitrón de C.

Por haberme brindado

esta oportunidad.

Por forjar en mi el

espíritu de superación.

Por apoyarme y tener

confianza en cada paso

que doy.

Gracias por ser como son.

Con cariño

A mis hermanos:

Gabriela, Joel y Adriana.

Por el ímpetu y las ganas

con que hacen las cosas.

Por tener siempre una frase

con la que hacen bien a los

que los rodean.

AGRADECIMIENTOS

Al I.Q.M. Gerardo Aramburo Pérez por su incondicional apoyo a lo largo de la carrera y en especial a su valiosa asesoría en la elaboración de esta tesis.

Al I.Q.M. Sergio García Galán por compartir sus experiencias y conocimientos, por sus palabras de ánimo.

A los I.Q.M. E. Cándido Atlatenco Tlapanco e Ignacio Beltrán Piña por colaborar en la revisión del texto y por sus valiosos comentarios y sugerencias.

A los I.Q.M. Arturo Juárez Hernández y Héctor Vázquez Neri, a Miguel Ortiz Atilano, por su apoyo en la elaboración del texto.

A todos ellos, gracias por brindarme su amistad y sabios consejos.

INDICE

RESUMEN	2
INTRODUCCION	3
GENERALIDADES	
- Compósitos	5
- Metalurgia de polvos	9
DESARROLLO EXPERIMENTAL	
- Obtención	21
- Caracterización	25
RESULTADOS Y ANALISIS DE RESULTADOS	
- Resultados	34
- Análisis de resultados	62
CONCLUSIONES	
- Conclusiones	69
- Bibliografía	70

RESUMEN

En el presente trabajo se obtuvieron compósitos Al-ZrO₂-SiO₂ empleando la técnica de metalurgia de polvos.. Se trabajo con dos diferentes grados de aluminio en polvo, grado 104 (45-75 micras) y grado 120 (75-65 micras); partículas de refuerzo (ZrO₂-SiO₂) malla 200 y malla 250 (75 y 65 micras respectivamente), con 5, 10, 15 y 20 % en volumen. Se determinaron las condiciones óptimas de carga de compactación, tiempo y temperatura de sinterización.

Para la caracterización de estos compósitos se determinaron distribución de tamaño de partícula, distancia entre partículas, porcentaje de porosidad, dureza y resistencia al desgaste.

Los resultados de las pruebas realizadas muestran un incremento en la dureza al aumentar el porcentaje de partículas (ZrO₂-SiO₂) adicionadas. Así mismo, la resistencia al desgaste de los compósitos, hasta 10% en volumen de ZrO₂-SiO₂, aumenta en relación al aluminio puro.

INTRODUCCIÓN

Las microestructuras de las aleaciones que se utilizan en ingeniería, las cuales requieren buena resistencia a la abrasión, consisten en tener una fase dura (como carburos, nitruros, boruros, etc.) contenida en una matriz dúctil.

Una alternativa para obtener este tipo de materiales se presenta utilizando la fundición (metalurgia líquida). Mediante este proceso se cuenta con diferentes técnicas por las cuales se han elaborado materiales ligeros (aleaciones de aluminio) conteniendo partículas cerámicas duras (SiC , Al_2O_3 , SiO_2), así como partículas blandas (grafito, mica) para aplicaciones anti-abrasivas y anti-fricción respectivamente⁽⁷⁾.

Por otro lado, se cuenta con la pulvimetalurgia (metalurgia de polvos). Mediante este proceso se realiza la mezcla de partículas cerámicas duras con polvos metálicos que posteriormente, involucrando compactación y sinterización, darán la forma deseada al material.

En el transcurso de los últimos años, la producción de componentes a partir de polvos metálicos ha aumentado con rapidez y probablemente tendrá una expansión anual del 10 al 20 % en los años venideros⁽¹²⁾. Esto se debe, entre otros motivos, a que la producción de piezas con formas simples o complejas puede efectuarse en una sola operación y con alta precisión dimensional, además, la utilización del material es casi del 100 % y en muchas ocasiones, la pulvimetalurgia se presenta como un proceso rentable.

En el presente trabajo se obtuvieron compósitos $\text{Al-ZrO}_2\text{-SiO}_2$ (5, 10, 15 y 20 % de $\text{ZrO}_2\text{-SiO}_2$ en volumen) por metalurgia de polvos, y se determinaron la distribución de tamaño de partículas, distancia entre partículas, porcentaje de porosidad, dureza y resistencia al desgaste.

GENERALIDADES

COMPOSITOS

En años recientes se ha prestado atención especial al tema de los materiales compuestos (compósitos), por sus características y propiedades únicas.

Los compósitos de matriz metálica (CMM) son combinaciones de dos o mas materiales, uno de los cuales es un metal. Los CMM se constituyen por fibras o partículas continuas o discontinuas incorporadas en el metal⁽⁵⁾. El propósito en ambos casos es la optimización de las propiedades del material. Es común que dos o mas componentes puedan ser combinados para formar un compuesto haciendo el mejor uso de las propiedades de los componentes, mitigando simultáneamente los efectos de algunas de sus características menos deseables⁽²⁾.

Las propiedades mecánicas de un compuesto dependen de muchos factores. Fundamentalmente estos factores incluyen las propiedades específicas de la matriz y de la partícula de refuerzo; la fracción en volumen, la forma, el tamaño, la distribución, la orientación -en caso de fibras- de la partícula de refuerzo y del enlace entre las partículas reforzantes y la matriz⁽³⁾.

La unión entre la partícula de refuerzo y la matriz metálica contribuye de manera importante en los compósitos, viéndose afectada por la solubilidad y humectación que existe entre la partícula reforzante y el metal^(2,3).

El refuerzo con partículas se divide en dos tipos^(1,3):

- 1) Incremento de resistencia por dispersión y
- 2) Incremento de resistencia por partículas.

La matriz de los compósitos reforzados por dispersión es el principal soporte cuando se aplica una carga. Las partículas de refuerzo impiden el deslizamiento, con lo que se incrementa la resistencia a la deformación plástica, por este motivo, el grado de incremento

de resistencia de la matriz depende de que tan efectivo actúen las partículas dispersas como barrera contra el deslizamiento.

Parámetros del incremento de resistencia por dispersión:

- diámetro de partícula: < 0.1 micras
- distancia entre partículas: 0.01 a 1.0 micras
- Porcentaje en volumen: $< 15\%$

El refuerzo de partículas difiere del refuerzo por dispersión porque la matriz y las partículas comparten la carga aplicada, fundamentalmente el refuerzo con partículas es una extensión del refuerzo por dispersión pero el tamaño de las partículas y el porcentaje en volumen son mayores.

El incremento de resistencia en este tipo de compósitos (reforzados con partículas) es semejante a la de los materiales reforzados por dispersión porque inicialmente las partículas impiden la deformación de la matriz. Algunas partículas cerámicas en una matriz metálica, presentan este comportamiento debido a que son muy duras y no se deforman bajo carga, mas bien, estas partículas fallan cuando el esfuerzo aplicado excede su resistencia y el compósito fluye.

Parámetros del incremento de la resistencia por partículas:

- diámetro de partículas: > 1 micras
- distancia entre partículas: > 1 micras
- Porcentaje en volumen : $> 25\%$

Algunos de los materiales que se utilizan comúnmente en los compósitos de matriz metálica son aluminio, magnesio, níquel, cobre y titanio. Las matrices de aluminio son las que presentan el dominio de las aplicaciones comerciales en la actualidad debido a su ligereza, excelente conductividad y resistencia a la corrosión, buenas propiedades de

acabado, etc.

Estudios previos^(5,7) han mostrado que adiciones de partículas cerámicas, tales como SiC, Al₂O₃, SiO₂, pueden mejorar la resistencia a la abrasión y dureza del aluminio y lo mismo se espera que ocurra para la dispersión de partículas de zirconio. Dentro de las características importantes que presenta el zirconio se pueden mencionar su alta dureza y módulo de elasticidad, así como excelente estabilidad térmica.

Los métodos más usados para la obtención de los compósitos de matriz metálica son la metalurgia de polvos (pulvimetalurgia) y la fundición. Sin embargo, el método más común y más estudiado es la fundición, encontrándose en este diferentes técnicas⁽⁵⁾:

- a) inyección de la fase cerámica en el metal fundido,
- b) dispersión de las partículas cerámicas por medio de centrifugado en el metal líquido,
- c) dispersión de partículas por efecto de inyección de un gas inerte en el metal líquido,
- d) adición de partículas con una agitación vigorosa del metal.

Para la obtención de compósitos de matriz metálica mediante el proceso pulvimetalúrgico (metalurgia de polvos) se abarcan las siguientes etapas:

- producción o selección del polvo
- preparación, incluyendo la mezcla y combinación
- compactación
- sinterización

La figura 1 es un diagrama de flujo de las diferentes técnicas pulvimetalúrgicas aplicables a los compósitos de matriz metálica.

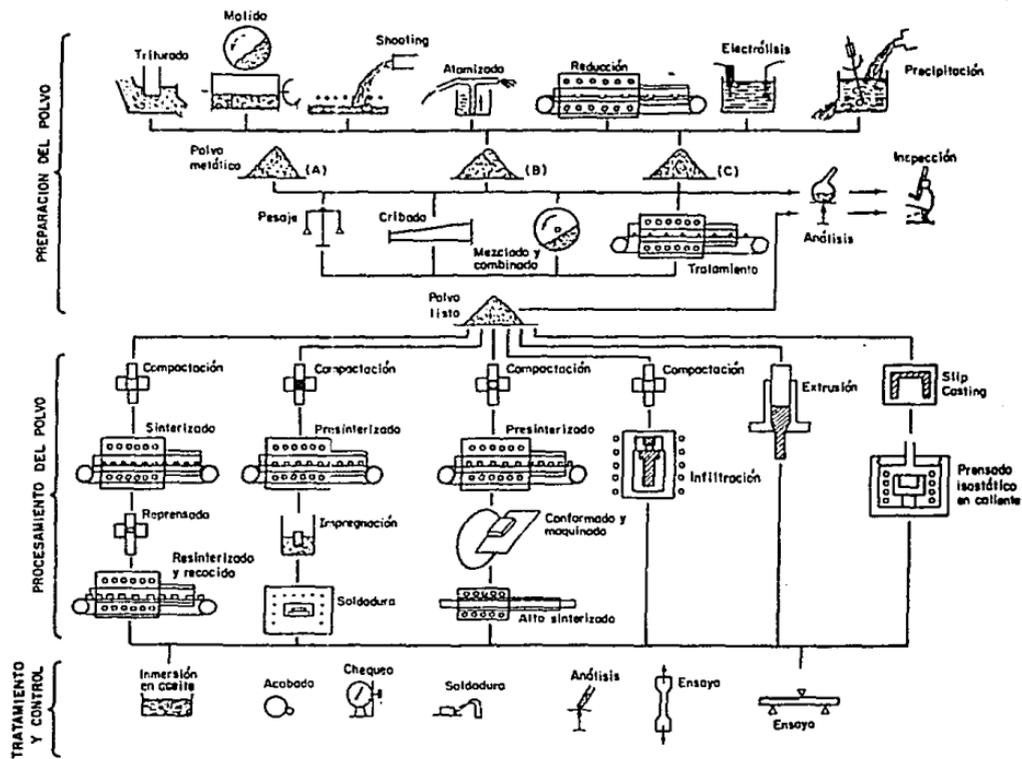


Fig 1 Diagrama de flujo de las diferentes técnicas pulvimetalúrgicas

METALURGIA DE POLVOS

La metalurgia de polvos es una de las actividades que se ha desarrollado de manera importante a nivel mundial, debido a que ofrece ciertas ventajas en la fabricación de piezas de alta precisión, abarcando una gran variedad de tamaños y la técnica es adecuada para la producción en serie.

En general, la metalurgia de polvos comprende los procesos para la fabricación de polvos que se usan como materia prima, así como los métodos que se utilizan para obtener piezas terminadas.

FABRICACIÓN DE POLVOS

Existen tres métodos principales para producir el metal base en polvo: atomización, trituración y electrólisis.

El método más apropiado para obtener polvos de aluminio es la atomización. La atomización consiste en proyectar un flujo de metal o aleación de Al fundido contra un fluido (gas, aire o agua). Durante la atomización se debe tener en cuenta variables importantes del proceso⁽¹³⁾: temperatura del metal fundido, naturaleza y presión del fluido, factores procedentes del diseño como las dimensiones de las toberas, altura de caída, etc.

Dentro de las características importantes que presenta un polvo metálico destacan las siguientes:

- Composición química; mediante ella se puede conocer el grado de pureza de los polvos. Generalmente el metal base tiene una pureza mínima de 97.5% y para la mayoría de las aplicaciones los rangos van desde 98.5 hasta 99.5% o más.

- Forma de la partícula; la forma de la partícula puede determinarse por medio de un examen microscópico o el uso de fotomicrografías. De esta propiedad depende su facilidad para la aglomeración, así como el grado de compactación. Las formas más comunes son: esféricas, aciculares, dendríticas, irregulares, en escamas, etc.

- Fluidez; determina la facilidad con que pueden ser llenados los moldes por la acción de la gravedad. Se determina midiendo el tiempo que tarda en pasar cierta cantidad de polvo por un orificio previamente determinado.

- Porosidad; los poros que se presentan pueden estar aislados o interconectados y ser internos o superficiales. La porosidad varía de acuerdo al proceso de obtención.

- Distribución de tamaños; esta característica es importante en el compactado e influirá en el comportamiento del sinterizado

- Naturaleza superficial; el carácter de la superficie influirá en las fuerzas de fricción entre las partículas, lo cual es importante cuando el polvo fluye o se deposita durante la compactación.

- Densidad aparente; se define como el peso de una cantidad de polvo sin compactar, necesaria para llenar completamente una cavidad de molde.

PREPARACIÓN DEL POLVO

Una etapa importante en la producción de piezas con polvos metálicos es la preparación del polvo para su compactación y sinterización. La preparación consiste principalmente en mezclar o combinar polvos que permitan la obtención de las características deseadas sin detrimento de otras. Las mezclas se pueden realizar entre:

- a) Polvos metálicos; para obtener una distribución uniforme del tamaño de las partículas.
- b) Polvos metálicos y lubricante; para disminuir las fuerzas de fricción entre

partícula-partícula y partícula-herramienta.

El proceso de mezclado debe llevarse a cabo cuidadosamente. Un mezclado excesivo puede ocasionar endurecimiento por deformación, desgaste de las partículas que chocan entre sí, formación de capas, adherencia del lubricante y otros inconvenientes.

COMPACTACION

Durante la compactación generalmente se somete el polvo a una presión determinada, dentro de un molde que dará la forma final a la pieza. Los métodos para la compactación de polvos metálicos son:

1.- Aplicando presión

- a) prensado unidireccional (acción simple o acción doble),
- b) prensado isostático,
- c) prensado de alta energía (explosivo),
- d) prensado por rolado, forja o extrusión.

2.- Sin aplicar presión

- a) compactado vibracional,
- b) sinterización de los polvos en el molde.

En la compactación el proceso más importante es la formación de áreas de contacto, las cuales pueden surgir ya sea por difusión, entrelazamiento de partículas o adhesión.

Entrelazamiento de partículas; las partículas sometidas a una presión y confinadas dentro de un molde se deslizan entre sí y se acomodan hasta ocupar el menor espacio disponible, formando puntos de contacto partícula-partícula, de manera que al relevar el

esfuerzo aplicado, la pieza posee una alta compactación.

La unión por fricción resulta de la compresión del polvo dentro del molde al generarse fuerzas de fricción provocadas por el deslizamiento entre los diferentes materiales que se involucran en el proceso, estas fricciones provocan la fusión del borde de grano, en estas zonas calientes las partículas se adhieren.

Durante la compactación la presión debe aplicarse en forma uniforme. Si la velocidad en la aplicación de la presión varía, provoca una estructura con capas de diferentes densidades. Si la velocidad es muy alta, se impide que el aire que se encuentra entre las partículas salga a la superficie originando porosidades. En muchos casos la aparición de porosidades no es del todo despreciable, como en el caso de la fabricación de filtros, por lo que más que eliminarla se desea controlar mediante el estudio de los mecanismos por los cuales se generan. Se suponen dos tipos de nucleación de poros, que son homogéneos y heterogéneos; los primeros crecen a partir del mismo material y los últimos a consecuencia de impurezas en el material. Los poros surgen durante la compactación y disminuyen durante el sinterizado, la porosidad resultante es llamada porosidad residual.

COMPACTACION DE POLVOS DE ALUMINIO

El aluminio tiene gran tendencia a adherirse en las paredes de las herramientas con las que se compacta, lo cual aumenta el riesgo de formar asperezas en la pieza, de aquí que sea necesaria la utilización de matrices hechas con metales muy duros y punzones de gran precisión dimensional para cerrar los espacios libres entre punzón-matriz. La curva presión - densidad en verde (fig.2) compara las características del compactado con otros polvos metálicos; nos indica que el aluminio se puede compactar de una manera más simple.

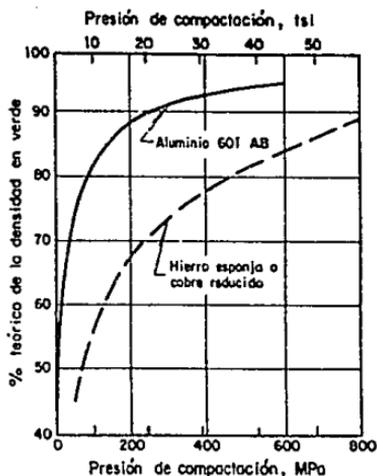


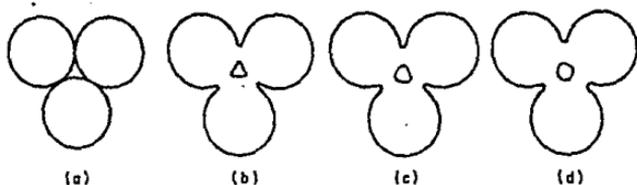
Fig 2 Debido a que el aluminio responde mejor a la compactación, y fluye con mayor facilidad en el dado, se pueden producir formas mas complejas y con precisión

SINTERIZADO

El sinterizado es un proceso que reduce el área superficial de las partículas de polvo. Esto ocurre cuando los polvos compactados en frío son calentados a una temperatura cercana a su punto de fusión y las partículas de polvo se unen unas con otras.

En el proceso de sinterizado se pueden distinguir dos etapas sobresalientes:

- En la primera etapa, las áreas (o puntos) de contacto entre las partículas crecen y forman cuellos redondos, pero la porosidad sigue presente en forma de canales de interconexión.
- En la segunda etapa, los cuellos crecen y la red de canales se reduce gradualmente a poros aislados. Con el tiempo, los poros tienden a hacerse esféricos, los poros pequeños desaparecen y los grandes aumentan de tamaño, de este modo el tamaño medio de los poros aumenta y la porosidad total solo disminuye parcialmente (fig. 3).



- a) Puntos originales de contacto
 b) Crecimiento de cuello
 c y d) Redondeamiento del poro

Fig 3 Ilustración esquemática de modelo de tres esferas de sinterización

Los posibles mecanismos que intervienen en la sinterización pueden darse de la siguiente forma:

1) Sin transferencia de masa

a) adherencia; tiene lugar al poner en contacto dos partículas bajo presión, lo cual ocurre en la compactación. Se trata de un enlace débil.

2) Con transferencia de masa

a) difusión; la difusión superficial ocurre cuando el compactado alcanza temperaturas del orden de $0.3T_f$ en esta condición los átomos superficiales tienen suficiente movilidad para desplazarse. El resultado de este mecanismo es un aumento en el espesor del puente de enlace sin que ocurra acercamiento de los centros de las partículas.

Cuando la temperatura de sinterización es la mitad de la temperatura de fusión del material, $0.5T_f$, el mecanismo que adquiere mayor relevancia es la difusión a través de la red. Esta difusión es posible debido a imperfecciones como vacancias y dislocaciones existentes en los polvos metálicos o generadas en las etapas de mezcla y compactación. La difusión de vacancias aumenta el espesor del puente de enlace y redondea los poros.

b) evaporación y condensación; ocurren a temperaturas mayores que las necesarias para la

difusión. El cambio de fase depende de la presión de vapor. No existe en este mecanismo acercamiento de los centros de las partículas (Fig. 4).

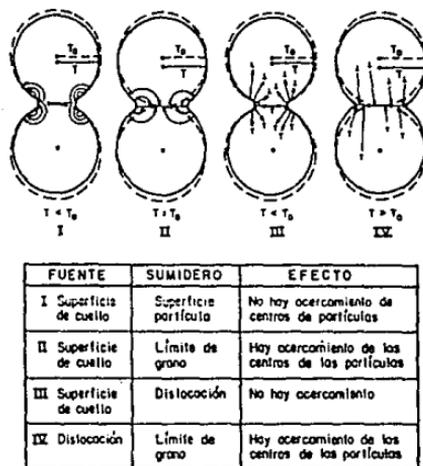


Fig 4 Dirección y efecto del desplazamiento de vacancias en la difusión de volumen

c) fluencia plástica; la fluencia es la deformación plástica que experimenta un material sometido a un esfuerzo y a una temperatura. La difusión de lugares vacantes produce fluencia si se lleva el material desde los límites de grano que están sometidos a un esfuerzo o a una temperatura.

d) recristalización; la recristalización es un fenómeno que se produce al calentar un metal deformado. Consiste en eliminar los defectos reticulares introducidos, formando una nueva red cristalina con menos defectos.

Las variables más importantes que controlan el proceso de sinterización son la temperatura y el tiempo.

- Temperatura; se puede indicar que un incremento de 10 grados, duplica la velocidad de sinterizado y aumenta los cambios que ocurren. Se ha encontrado que existe una temperatura óptima y que por encima o debajo de ella las propiedades del material son inferiores.

- Tiempo; aunque el grado de sinterización aumenta con el tiempo, su efecto es menos significativo comparado con el de la temperatura, se ha establecido que cualquier cambio tiene una relación con el tiempo de la forma t^n donde n es menor que la unidad. (fig 5).

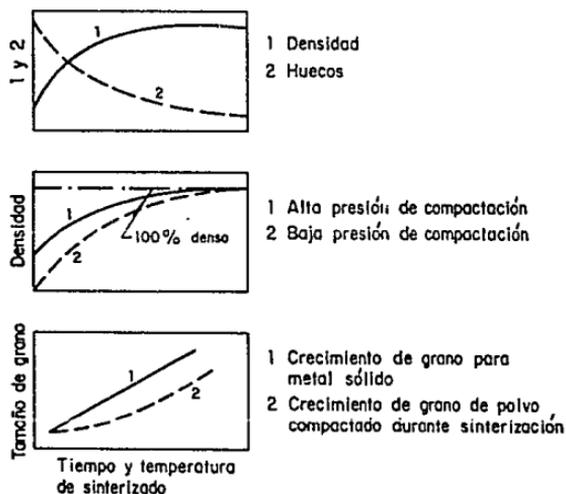


Fig 5 Efecto de la temperatura y tiempo de sinterizado

APLICACIONES

Los productos comúnmente producidos por metalurgia de polvos pueden clasificarse en cuatro grupos.

1) Productos porosos, tales como cojinetes, filtros y reguladores de presión y flujo. Un gran volumen de productos lo constituyen cojinetes impregnados de aceite hechos de aleaciones de hierro o cobre. Se aplican extensamente en electrodomésticos y automóviles. Los filtros pueden hacerse con poros de casi todas las medidas, algunos de hasta 0.0025mm.

2) Productos de formas complicadas que requieren un maquinado considerable fabricados por otros procedimientos. Por metalurgia de polvos se fabrican grandes cantidades de pequeños engranajes. Debido a la precisión y al fino acabado, muchas piezas no necesitan más elaboración y otras, sólo un ligero maquinado final. Piezas de formas complejas como levas y pequeñas palancas, que suponen elevados costos de maquinado, es frecuente obtenerlos económicamente por pulvimetalurgia.

3) Productos de maquinado muy difícil. Una de las primeras aplicaciones de la pulvimetalurgia fue la producción de herramientas de corte de carburo de tungsteno. Esta sigue siendo una aplicación importante a la que se ha incorporado el uso de otros carburos.

4) Productos en los que se reúnen las propiedades de dos metales o de metales y no metales. Esta característica singular de los procesos pulvimetalúrgicos se aprovecha en bastantes productos. En la industria eléctrica, se acostumbra combinar cobre y grafito en componentes tales como escobillas de convertidores, a las que el cobre aporta su aptitud para conducir corrientes de gran intensidad y el grafito la lubricación. De manera similar, se han construido cojinetes de grafito combinado con hierro y cobre, o de mezclas de dos metales, tales como estaño y cobre, en las que un metal más blando se dispersa en una matriz de otro más duro. En los contactos eléctricos se combinan muchas veces cobre o plata con tungsteno. níquel o

molibdeno. El cobre o la plata proporcionan una gran conductividad, mientras que el tungsteno, níquel o molibdeno proveen de resistencia a la fusión.

VENTAJAS Y DESVENTAJAS

Al igual que la mayoría de los procesos de manufactura, la metalurgia de polvos posee algunas ventajas e inconvenientes que deben tomarse en cuenta para aprovecharla acertada y económicamente.

Entre las ventajas tenemos:

1. Desaparición del maquinado. La precisión dimensional y el acabado obtenidos son tales que, en muchos casos, puede eliminarse todo maquinado.
2. Gran rapidez de producción. Las etapas del proceso son todas sencillas y puede lograrse una alta rapidez de producción.
3. Posibilidad de producir formas complicadas. Muchas veces pueden obtenerse piezas que no pueden maquinarse ni fundirse económicamente.
4. Se puede obtener una amplia gama de propiedades. Porosidad, auto-lubricación, densidad deseada, resistencia a la corrosión, etc.
5. Es posible conseguir un amplio rango de composiciones. Pueden obtenerse sin inconveniente piezas de una pureza muy alta, o combinarse materiales completamente distintos.
6. Desperdicio mínimo de material.

Los inconvenientes principales son:

- 1) Características mecánicas inferiores. En la mayoría de los casos, para un material dado, las piezas sinterizadas carecen de las propiedades de las forjadas o fundidas. Sin embargo, es

frecuente que pueda alcanzarse la resistencia mecánica necesaria recurriendo a materiales diferentes y habitualmente más caros.

2) Costos de matrices relativamente altos. Dado lo elevado de la presión y la gran abrasión que se dan en el proceso, las matrices deben construirse de materiales especiales incrementando con esto su costo.

3) Costo de materiales elevado. Por unidad de peso, los metales en polvo son considerablemente más caros que los laminados o fundidos. No obstante, la desaparición del maquinado y el desperdicio mínimo de material suelen compensar el costo de materia prima. Además, como la metalurgia de polvos se aplica generalmente a la obtención de piezas relativamente pequeñas, en la práctica dicho costo no es muy grande.

A continuación se presentan algunas piezas obtenidas comúnmente por metalurgia de polvos.

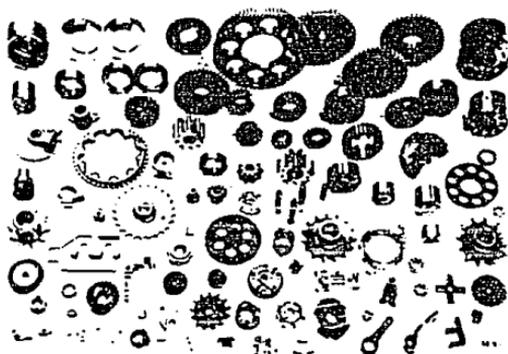


Fig 6 Piezas obtenidas por metalurgia de polvos

DESARROLLO EXPERIMENTAL

DESARROLLO EXPERIMENTAL

En el presente trabajo se obtuvieron y caracterizaron los compósitos Al-ZrO₂-SiO₂ con 5, 10, 15 y 20% en volumen de partículas reforzantes (ZrO₂-SiO₂) y dos diferentes tamaños, malla 200 y malla 250, (75 y 65 micras, respectivamente). Para esto, se dividió el trabajo en dos etapas.

La primera etapa (obtención), consiste en determinar las condiciones de operación, es decir, preparación de polvos, carga de compactación, tiempo y temperatura de sinterización.

En la segunda etapa, (caracterización), se realizaron análisis metalográficos, así como pruebas mecánicas y tribológicas al compuesto obtenido.

OBTENCIÓN

Para la obtención del compuesto Al-ZrO₂-SiO₂, se utilizaron dos diferentes grados de aluminio en polvo -proporcionados por ALMEXA- con las siguientes características:

	Tamaño de partícula	Forma de partícula
Polvo grado 104	45-75 micras	semi-esférica
Polvo grado 120	75-100 micras	irregular

Composición química:

Cu	Fe	Mg	Mn	Pb	Zn	Al
0.013	0.107	0.0017	0.031	0.0035	0.0051	RESTO

El polvo de partículas reforzantes (ZrO_2-SiO_2), se utilizo en dos diferentes tamaños, malla 200 y malla 250 (75 y 65 micras respectivamente), la forma de la partícula reforzante, en ambos casos, es irregular.

Composición química:

% ZrO_2	% SiO_2
94.65	5.35

Con el equipo con que se cuenta en el laboratorio (capacidad de prensa, dado o matriz para compactar) se pueden obtener probetas cilíndricas de 1.9 cm de diámetro por 0.71 cm de altura con peso aproximado de 6 g.

Para determinar las condiciones óptimas de compactación y sinterización se procedió de la siguiente manera:

Se mezclaron polvos de aluminio conteniendo 50% polvo grado 104 y 50% polvo grado 120. Se pesaron por separado las partes respectivas de aluminio y partículas reforzantes. La mezcla se realizo en forma manual.

Realizado el mezclado, se vacían los polvos al sistema de compactación. Para conocer la carga a aplicar en la compactación se trazaron gráficas carga vs desplazamiento observándose que con cargas entre 10,400 - 16,000 Kg el desplazamiento que se observa en el sistema es mínimo, por lo tanto se decidió trabajar con 10,700 Kg.

La compactación se realizo simulando doble acción, esto es, conociendo la carga a aplicar de 10,700 Kg, se aplica la carga hasta 7,700 Kg por un lado y se retira la carga, se da un giro de 180° al sistema de compactación y se aplica nuevamente la carga ahora hasta 10,700 Kg.

Esto tiene como objetivo lograr una mejor densificación. Una vez expulsada la probeta de la matriz se miden sus dimensiones (diámetro y altura) y se pesa para obtener la densidad en verde.

La siguiente formula es valida solo para probetas cilindricas:

$$\rho = \frac{1273 * M}{d^2 * h}$$

Donde:

ρ = Densidad en verde (g/cc)

h = Altura del compactado (cm)

M = Peso del compactado (g)

d = Diámetro del compactado (cm)

Durante la compactación se observa que el aluminio se adhiere a las paredes de la matriz, por lo cual es necesario utilizar lubricante. Debido a que el lubricante esta íntimamente ligado con la porosidad que puede presentar la pieza obtenida, se opto por lubricar solo las paredes de la matriz y los punzones con una fina capa de ácido esteárico en polvo (temperatura de fusión 69° C), esto para evitar deterioro de la pieza al expulsarla de la matriz y no tener problemas con la porosidad.

Después de una serie de pruebas para determinar las condiciones óptimas de temperatura y tiempo de sinterizado se eligió el siguiente ciclo:

- Eliminación del lubricante a 250° C durante 30 min.

Aunque la cantidad de lubricante utilizada es mínima, es necesario este paso para evitar cualquier interferencia de esté en la unión de las partículas.

- Elevar temperatura a 600° C y mantener las probetas en esta temperatura por un lapso de 60 min. Analizando las probetas metalográficamente se observa que a temperaturas menores y tiempos menores de permanencia la unión entre las partículas es bastante deficiente

observándose incluso la frontera entre varias partículas. A temperaturas mayores se alcanza una fusión parcial de las probetas observándose un rechupe en dirección a la carga aplicada.

- Sacar probetas del horno y enfriar al aire.

En la figura 7 se esquematiza el ciclo utilizado para realizar la sinterización. Una vez completado este ciclo se miden las dimensiones de las probetas y se registra su peso para obtener la densidad de las piezas sinterizadas.

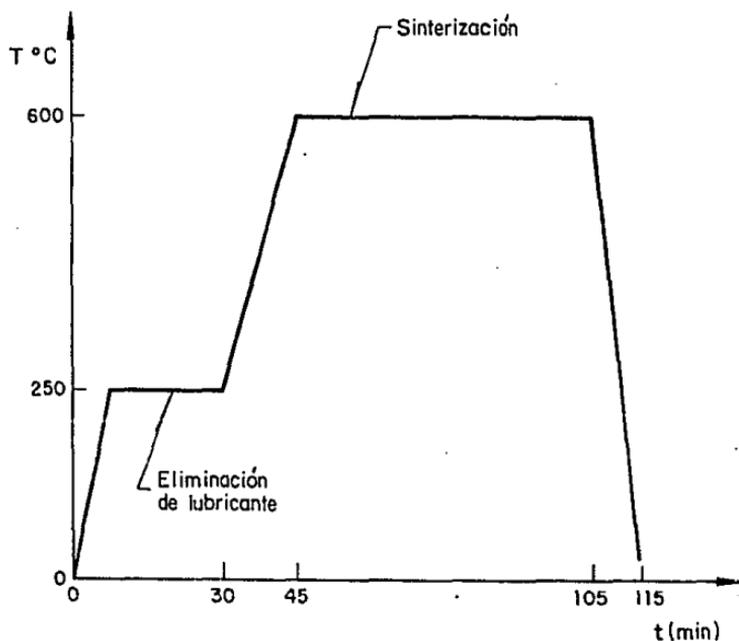


Fig 7 Ciclo de sinterización

CARACTERIZACIÓN

Para la caracterización del composito se requiere hacer pruebas de dureza y desgaste, así como análisis metalográficos para determinar distribución de tamaño de partículas, distancia entre partículas y porosidad. Con esto se pudo establecer el siguiente diseño experimental:

Tamaño ZrO_2-SiO_2	% Vol. ZrO_2-SiO_2	Probetas
Malla 200 (75 micras)	5	1A, 1B, 1C
	10	2A, 2B, 2C
	15	3A, 3B, 3C
	20	4A, 4B, 4C
Malla 250 (65 micras)	5	5A, 5B, 5C
	10	6A, 6B, 6C
	15	7A, 7B, 7C
	20	8A, 8B, 8C
Aluminio		0A, 0B, 0C

Así se tienen 12 probetas para cada tamaño de partícula reforzante y 3 probetas para cada fracción en volumen.

Una vez conocidas las condiciones de operación y obtenidos los compositos, se procedió a caracterizarlos de la siguiente manera:

- Dureza: antes de determinar la dureza es necesario desbastar ligeramente las caras de las

probetas asegurándonos de que estas quedan paralelas. Una vez hecho esto, se determino la dureza en escala brinell, con una carga de 300 Kg, indentador de bola de 10 mm de diámetro y tiempo de aplicación de carga de 30 seg. La dureza se determino a dos probetas de cada serie de tres, registrándose el promedio de las lecturas.

- Pruebas de desgaste: las probetas que se utilizaron para las pruebas de desgaste se maquinaron hasta tener forma cilíndrica de 6.35 mm de diámetro por 15 mm de largo. La máquina de desgaste consta de motor eléctrico de 1/4 HP conectado a un sistema de engranes de transmisión que hace girar el disco de acero norma SAE 4140, templado y revenido a una dureza homogénea de 53 HRC cuya superficie esta pulida. La velocidad del motor se regula por medio de un reostato. Para esta prueba se utilizaron dos velocidades, 160 y 56 rpm, la distancia del centro del disco a la probeta fue de 6.2cm, así se tienen velocidades lineales de 1.038 m/s (160 rpm) y 0.363 m/s (56 rpm). La carga empleada fue de 1.25 Kg. El dispositivo para la prueba de desgaste se ilustra en la figura 12.

Antes de iniciar la prueba se pesan las probetas. Se desgastan las muestras en el disco, no se remueven los fragmentos debidos al desgaste hasta concluido el intervalo de tiempo correspondiente. Se pesan las probetas a intervalos de 15, 30, 60, 90 y 120 min., registrando la diferencia de peso una vez concluido el período de tiempo. El tiempo total de desgaste es de 2 horas por probeta. No se utilizo ninguna sustancia como lubricante y se trabajo a temperatura ambiente.

Para determinar la distribución de tamaño de partículas y distancia entre partículas, las probetas se cortan longitudinalmente por la mitad y se preparan metalográficamente.

- Distribución de tamaño de partículas: se determina con ayuda del analizador de imágenes.

En él se obtienen las mediciones por la diferencia de grises (blanco y negro) que presentan las muestras. Se hace un barrido en la probeta de la siguiente manera:



Fig 8

Una vez marcada la muestra y ubicandonos en esta zona, se comienzan a detectar las partículas (con el analizador de imágenes) cuidando no sobredetectarlas para no obtener lecturas erróneas, se determina el porcentaje de área que ocupan las partículas de refuerzo (ZrO_2-SiO_2), se registra la distribución de tamaños y la cantidad de partículas presentes en la zona visualizada, así hasta completar la zona marcada.

- Distancia entre partículas: se determina utilizando el estereomicroscopio. La probeta se divide en tres secciones de la siguiente manera:

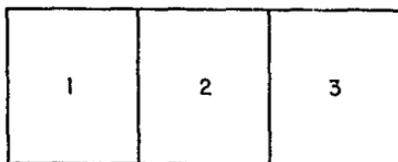


Fig 9

Se toman fotografías (12x) a cada zona. Se mide la distancia que hay entre una partícula con

sus "vecinas" más cercanas, una vez realizada esta medición se toma otra partícula y se hace lo mismo sin volver a tomar la distancia con la partícula anterior.

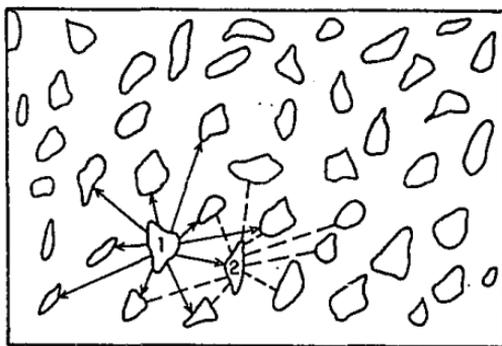


Fig 10

Se midió la distancia entre la partícula 1 y sus vecinas más cercanas. Al escoger una partícula 2 se miden también las distancias con sus vecinas, pero ya no con la partícula 1 debido a que ya fue cuantificada. Con los datos obtenidos de distancia entre partículas y cantidad de partículas en un intervalo de distancia (frecuencia), es posible trazar gráficas distancia vs frecuencia, las cuales nos indican la distribución de partículas en las probetas. Para obtener más información de estas gráficas es necesario calcular la media y la varianza, lo cual se puede realizar aplicando las siguientes ecuaciones (válidas para intervalos):

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n f_i m_i}{n}$$

$$S^2 = \frac{\sum_{i=1}^n f_i m_i^2 - \frac{(\sum_{i=1}^n f_i m_i)^2}{n}}{(n-1)}$$

Donde:

X = Media muestral

S^2 = Varianza muestral

c = No. de intervalos

f = Frecuencia

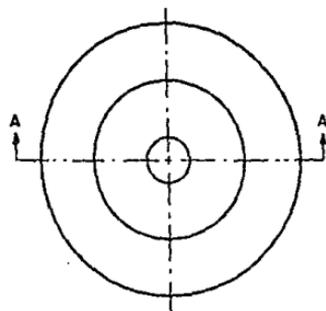
m = Valor medio del intervalo

n = No. de mediciones

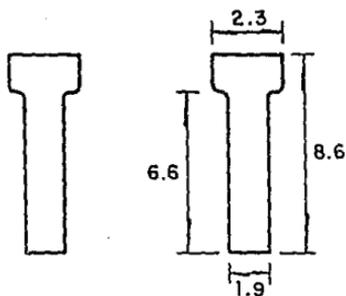
- Porosidad: se determina en base a la diferencia de densidades. Primero se calcula la densidad teórica de las probetas para los diferentes porcentajes en volumen utilizados en la obtención, así la densidad reportada para el aluminio es de 2.7 g/cc y para las partículas de refuerzo (ZrO_2-SiO_2) es de 4.6 g/cc. Con las dimensiones y peso de las probetas obtenidas después de sinterizar se determina la densidad real de las muestras. El cociente entre la densidad real y la densidad teórica nos indican la porosidad presente en la probeta.

EQUIPO UTILIZADO

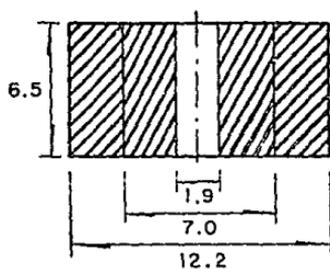
1. Balanza analítica, Mettler
2. Maquina universal, Mohr & Federhaff A.G.
3. Matriz y punzones para compactación (fig. 11).
4. Calibrador Vernier.
5. Horno tipo tubo, Lindberg.
6. Termopar tipo K (chromel-alumel).
7. Maquina de dureza Brinell, Shimadzu.
8. Equipo para preparación metalográfica.
9. Equipo para análisis metalográfico.
10. Equipo para prueba de desgaste (fig. 12).
11. Estereomicroscopio, Zeiss.
12. Analizador de imágenes, Omnimet.



Planta



b) Punzones para compactación



Corte A-A

a) Matriz para compactación

-  Acero al carbono
-  Acero O1

Dimensiones, en cm

Fig 11 Matriz y punzones para compactación

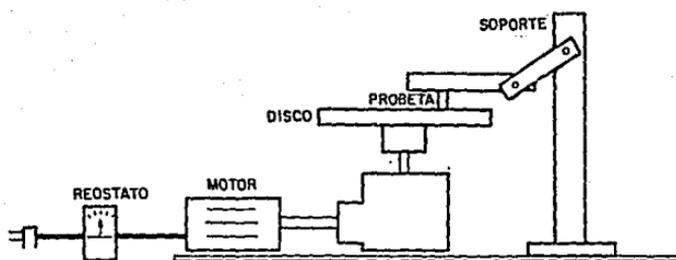


Fig 12 Dispositivos utilizado para la prueba de desgaste

RESULTADOS

Y

ANALISIS DE RESULTADOS

RESULTADOS

MEZCLADO

Para obtener las muestras con los porcentajes deseados, se mezclan los polvos de aluminio y partículas reforzantes (ZrO_2-SiO_2) como lo muestra la tabla 1.

TAMANO DE PARTICULA ZrO_2-SiO_2	% EN VOLUMEN ZrO_2-SiO_2	% EN VOLUMEN AIG 120 *	% EN VOLUMEN AIG 104 *	PROBETA +
MALLA 200 75 MICRAS	5	47.5	47.5	1A, 1B, 1C
	10	45	45	2A, 2B, 2C
	15	42.5	42.5	3A, 3B, 3C
	20	40	40	4A, 4B, 4C
MALLA 250 65 MICRAS	5	47.5	47.5	5A, 5B, 5C
	10	45	45	6A, 6B, 6C
	15	42.5	42.5	7A, 7B, 7C
	20	40	40	8A, 8B, 8C
	0	50	50	9A, 9B, 9C

TABLA 1

* AIG nomenclatura para identificar el grado de aluminio. Así AIG 120 corresponde al aluminio grado 120 y AIG 104 corresponde al aluminio grado 104.

+ Nomenclatura que se utilizara para identificar las probetas, p.ej. 1A corresponde a la probeta con 5% en volumen ZrO_2-SiO_2 malla 200.

COMPACTACION

Los resultados obtenidos de la compactación se muestran en la tabla 2.

TAMANO DE PARTICULA ZrO_2-SiO_2	% EN VOLUMEN ZrO_2-SiO_2	PROBETA	PESO (g)	DIAMETRO (cm)	ALTURA (cm)	DENSIDAD VERDE (g/cc)
MALLA 200 75 MICRAS	5 %	1A	5.9663	1.92	0.769	2.68
		1B	5.9752	1.92	0.769	2.68
		1C	6.0142	1.92	0.770	2.69
	10 %	2A	6.1381	1.92	0.771	2.75
		2B	6.0618	1.92	0.767	2.73
		2C	6.0167	1.92	0.770	2.70
	15 %	3A	6.1527	1.92	0.772	2.75
		3B	6.1907	1.92	0.772	2.77
		3C	6.2821	1.92	0.775	2.80
	20 %	4A	6.2839	1.92	0.770	2.82
		4B	6.2912	1.92	0.771	2.82
		4C	6.2416	1.92	0.770	2.80
MALLA 250 65 MICRAS	5 %	5A	5.9619	1.92	0.767	2.68
		5B	6.0686	1.92	0.769	2.70
		5C	5.9341	1.92	0.775	2.67
	10 %	6A	6.0409	1.92	0.775	2.71
		6B	6.0160	1.92	0.773	2.70
		6C	6.1250	1.92	0.775	2.73
	15 %	7A	6.1879	1.92	0.775	2.76
		7B	6.2659	1.92	0.773	2.80
		7C	6.2597	1.92	0.775	2.80
	20 %	8A	6.2677	1.92	0.773	2.80
		8B	6.2733	1.92	0.776	2.79
		8C	6.2430	1.92	0.770	2.80
ALUMINIO		0A	6.0124	1.92	0.777	2.67
		0B	5.9982	1.92	0.775	2.67
		0C	5.9741	1.92	0.775	2.66

TABLA 2

SINTERIZACION

Los resultados obtenidos en la sinterización se presentan en la tabla 3.

TAMANO DE PARTICULA ZrO_2-SiO_2	X EN VOLUMEN ZrO_2-SiO_2	PROBETA	PESO (g)	DIAMETRO (cm)	ALTURA (cm)	DENSIDAD (g/cc)
MALLA 200 75 MICRAS	5 X	1A	5.9701	1.92	0.770	2.68
		1B	5.9760	1.92	0.770	2.60
		1C	6.0142	1.92	0.770	2.69
	10 X	2A	6.1381	1.92	0.771	2.75
		2B	6.0618	1.92	0.767	2.73
		2C	6.0187	1.92	0.771	2.73
	15 X	3A	6.1327	1.92	0.772	2.75
		3B	6.1924	1.92	0.773	2.77
		3C	6.2872	1.92	0.776	2.80
	20 X	4A	6.2854	1.92	0.770	2.82
		4B	6.2932	1.92	0.771	2.82
		4C	6.2422	1.92	0.770	2.80
MALLA 250 65 MICRAS	5 X	5A	5.9628	1.92	0.768	2.68
		5B	6.0122	1.92	0.770	2.70
		5C	5.9368	1.92	0.768	2.67
	10 X	6A	6.0419	1.92	0.775	2.71
		6B	6.0202	1.92	0.770	2.70
		6C	6.1271	1.92	0.775	2.73
	15 X	7A	6.1094	1.92	0.775	2.76
		7B	6.2660	1.92	0.774	2.80
		7C	6.264	1.92	0.775	2.80
	20 X	8A	6.2677	1.92	0.773	2.80
		8B	6.2758	1.92	0.776	2.79
		8C	6.2476	1.92	0.776	2.80
ALUMINIO		9A	6.0150	1.92	0.778	2.67
		9B	5.9992	1.92	0.776	2.67
		9C	5.9758	1.92	0.776	2.66

TABLA 3

DUREZA

Se determino la dureza de los compósitos en escala Brinell. Para obtener los valores de dureza en esta escala es necesario aplicar la ecuación:

$$HB = \frac{P}{\frac{(\pi * D)}{2} (D - (D^2 - d^2)^{\frac{1}{2}})}$$

Donde:

HB = Dureza Brinell

P = Carga aplicada = 300 Kg

D = Diámetro de bola = 10 mm

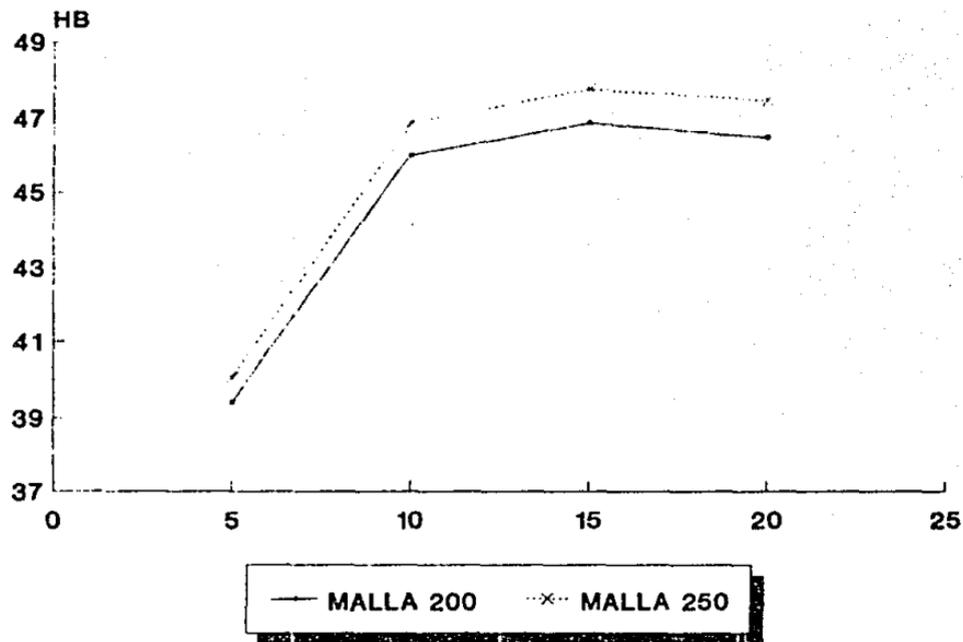
d = Diámetro de la impresión medida (mm)

Los resultados obtenidos se muestran en la tabla 4.

PROBETA	HB 10/300 /30 (Kg/mm ²)
1A	39.41
2A	46.05
3A	46.88
4A	46.52
5A	40.05
6A	46.88
7A	47.74
8A	47.45
0A	34.63

TABLA 4

DUREZA



GRAFICA 2. Dureza vs % en volumen de ZrO_2-SiO_2

PRUEBAS DE DESGASTE

Las tablas 5 y 6 presentan las pérdidas de peso a diferentes tiempos variando la velocidad de desgaste.

PRUEBA DE DESGASTE
VELOCIDAD DE PRUEBA 0.363 m/s (56 rpm)

PROBETA	PESO INICIAL (g)	PERDIDA DE PESO				
		15 min (mg)	30 min (mg)	60 min (mg)	90 min (mg)	120 min (mg)
1B	1.4322	0.7	1.8	4.4	6.7	8.5
2B	1.4952	0.8	1.3	4.4	6.7	10
3B	1.4900	0.7	3.3	6.7	10.6	14
4B	1.3309	1.5	2.6	9.4	13.3	16.6
5B	1.4144	2.2	2.9	6.2	8.7	12.3
6B	1.4463	1.5	2.6	5.8	8.7	10.8
7B	1.4192	2.4	3.6	8.4	11.2	13.5
8B	1.3264	2.2	4.8	9.1	13.3	21
0B	1.4585	12	2.9	5.6	8.0	10.5

TABLA 5.

PRUEBA DE DESGASTE
VELOCIDAD DE PRUEBA 1.038 m/s (160 rpm)

PROBETA	PESO INICIAL (g)	PERDIDA DE PESO				
		15 min (mg)	30 min (mg)	60 min (mg)	90 min (mg)	120 min (mg)
1B	1.4628	4.0	7.6	14.6	22.7	29.9
2B	1.5239	1.7	5.9	13.9	22.1	31
3B	1.5430	7.1	15.8	30.5	39.9	58.6
4B	1.4301	6.8	2.3	43	66.2	94.9
5B	1.5031	14.9	32.6	58.2	73.6	88.5
6B	1.5280	6.2	13.4	34.1	57.9	81.7
7B	1.5169	18.1	33.5	56.6	77.3	100.6
8B	1.4865	21.1	49.4	82.1	126.1	162.5
0B	1.4922	4.4	9.9	20.4	26.7	33.6

TABLA 6.

En las tablas 7 y 8 se presentan los datos necesarios para obtener los coeficientes de desgaste a las dos diferentes velocidades utilizadas en las pruebas de desgaste. La ecuación utilizada para obtener el coeficiente de desgaste es la siguiente:

$$K = \frac{V * Hm}{P * S}$$

Donde:

K = Coeficiente de desgaste

Hm = Dureza Knoop del material (Kg/mm²)

S = Distancia recorrida (mm)

P = Carga aplicada (kg)

V = Volumen desgastado (mm³)

COEFICIENTE DE DESGASTE
VELOCIDAD 0.363 m/s

PROBETA	Hm kg/mm	S (mm)					F Kg	V (mm ² /s)					K*10 ⁻⁵				
		15 min	30 min	60 min	90 min	120 min		15 min	30 min	60 min	90 min	120 min	15 min	30 min	60 min	90 min	120 min
1B	54.41	327228	654456	1308912	1963363	2617824	1.25	0.26	0.67	1.64	2.5	3.17	3.45	4.45	5.45	5.54	5.27
2B	61.20						1.25	0.29	0.47	1.61	2.45	3.66	4.33	3.51	6.02	6.11	6.84
3B	62.38						1.25	0.61	1.19	2.41	3.82	5.05	9.3	9.07	9.18	9.70	9.62
4B	61.8						1.25	0.53	0.92	3.33	4.71	5.60	6.00	6.95	12.57	11.96	11.10
5B	55.05						1.25	0.84	1.07	2.29	3.22	4.55	11.30	7.20	7.70	7.32	7.85
6B	62.38						1.25	0.55	0.96	2.14	3.22	4.00	8.38	7.32	8.15	8.18	7.62
7B	63.45						1.25	0.65	1.28	3.00	4.00	4.62	13.18	9.92	11.63	10.34	9.34
8B	62.95						1.25	0.78	1.72	3.28	4.78	7.52	12.00	13.23	12.54	12.20	14.46
9B	49.65						1.25	0.44	1.08	2.09	3.0	3.93	5.34	6.56	6.34	6.07	6.98

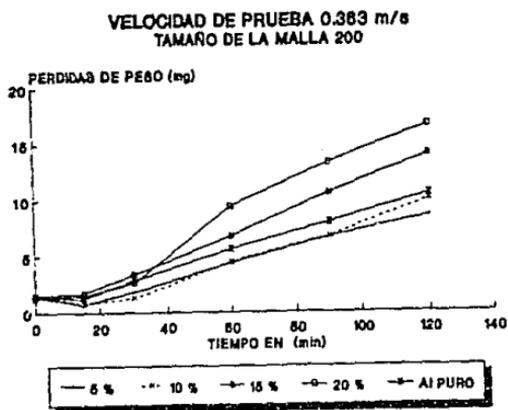
TABLA 7

COEFICIENTE DE DESGASTE
VELOCIDAD 1.038 m/s

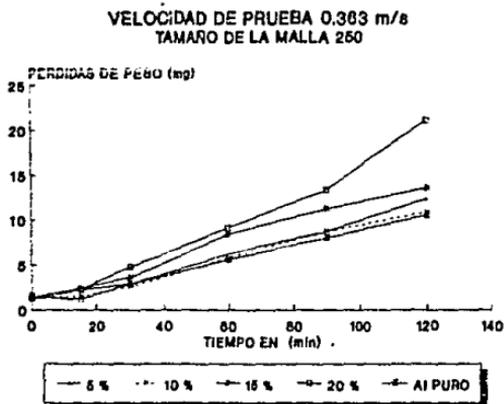
PROBETA	Hm kg/mm	S (mm)					F Kg	V (mm ² /s)					K*10 ⁻⁵				
		15 min	30 min	60 min	90 min	120 min		15 min	30 min	60 min	90 min	120 min	15 min	30 min	60 min	90 min	120 min
1B	54.41	934800	1869600	3739200	5608800	7478400	1.25	1.49	2.83	5.44	8.47	11.15	6.93	6.59	6.33	6.57	6.49
2B	61.20						1.25	0.62	2.16	5.09	8.09	11.35	3.25	5.66	6.66	7.06	7.43
3B	62.38						1.25	2.56	5.7	11.01	14.40	21.15	13.66	15.21	14.69	12.61	14.11
4B	61.80						1.25	2.41	6.26	15.24	23.47	33.65	12.75	21.84	20.15	20.69	22.25
5B	55.05						1.25	5.51	12.07	21.55	27.25	32.77	25.66	28.02	25.38	21.39	19.29
6B	62.38						1.25	2.29	4.96	12.63	21.44	30.26	12.29	13.24	16.86	19.08	20.19
7B	63.45						1.25	6.46	11.96	20.21	27.60	35.92	35.06	32.47	27.44	24.96	24.38
8B	62.95						1.25	7.56	17.7	29.42	45.19	58.24	40.73	47.68	39.62	40.57	59.22
9B	49.65						1.25	1.64	3.7	7.64	10	12.58	6.96	7.66	8.12	7.06	6.68

TABLA 8

A continuación se presentan las gráficas de las pruebas de desgaste.

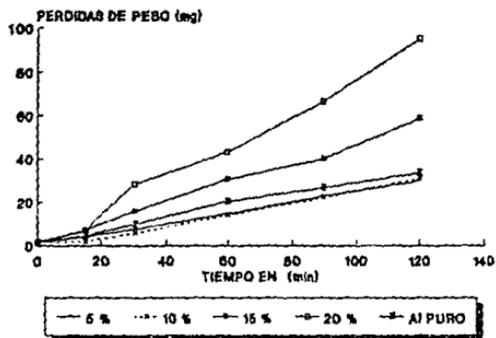


GRÁFICA 2



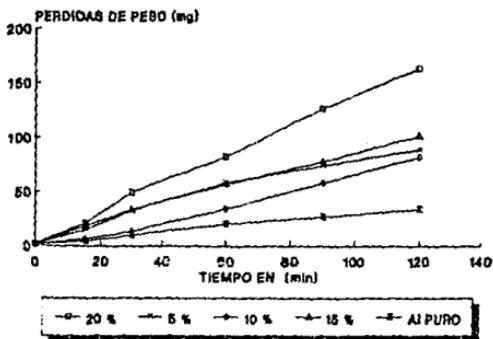
GRÁFICA 3

VELOCIDAD DE PRUEBA 1.038 m/s
TAMARO DE LA MALLA 200



GRÁFICA 4

VELOCIDAD DE PRUEBA 1.038 m/s
TAMARO DE LA MALLA 250



GRÁFICA 5

DISTRIBUCION DE TAMAÑO DE PARTÍCULA

En las tablas 9 y 10 se presentan las distribuciones de tamaño de partículas.

MALLA 200

INTERVALO DE TAMAÑO (MICRAS)	5 %		10 %		15 %		20 %	
	PART. Σ	X	PART. Σ	X	PART. Σ	X	PART. Σ	X
0 - 4.7	24	8.83	44	7.67	65	8.46	81	8.24
4.8 - 9.4	32	11.76	58	8.72	89	11.58	114	11.59
9.5 - 14.1	29	10.66	82	14.31	116	15.10	208	21.15
14.2 - 18.8	54	19.85	124	21.64	166	21.62	183	18.61
18.9 - 23.6	20	7.35	89	15.53	72	9.37	84	8.55
23.7 - 28.3	25	9.49	71	12.39	67	8.72	85	8.64
28.4 - 33.0	17	6.25	49	8.55	58	7.55	63	6.40
33.1 - 37.8	12	4.47	25	4.36	54	7.03	51	5.19
37.9 - 42.5	14	5.14	12	2.89	31	4.03	38	3.86
42.6 - 47.2	13	4.77	9	1.57	19	2.47	24	2.44
47.3 - 51.9	8	2.94	6	1.84	11	1.43	18	1.83
52.0 - 56.6	6	2.20	5	0.87	8	1.04	17	1.73
56.7 - 61.3	4	1.47	3	0.52	6	0.70	7	0.71
61.4 - 66.0	4	1.47	1	0.17	3	1.39	5	2.50
66.1 - 70.7	5	1.83	2	0.35	2	0.26	3	0.30
70.8 - 75.4	3	1.19	1	0.17	1	0.13	1	0.10
75.5 - 80.1	2	0.73	-	-	-	-	1	0.10
80.2 - 84.8	0	-	-	-	-	-	-	-
84.9 - 89.5	0	-	-	-	-	-	-	-
89.6 - 94.2	0	-	-	-	-	-	-	-
94.3 - 98.9	0	-	-	-	-	-	-	-
	272	99.95	573	99.95	768	99.96	983	99.95

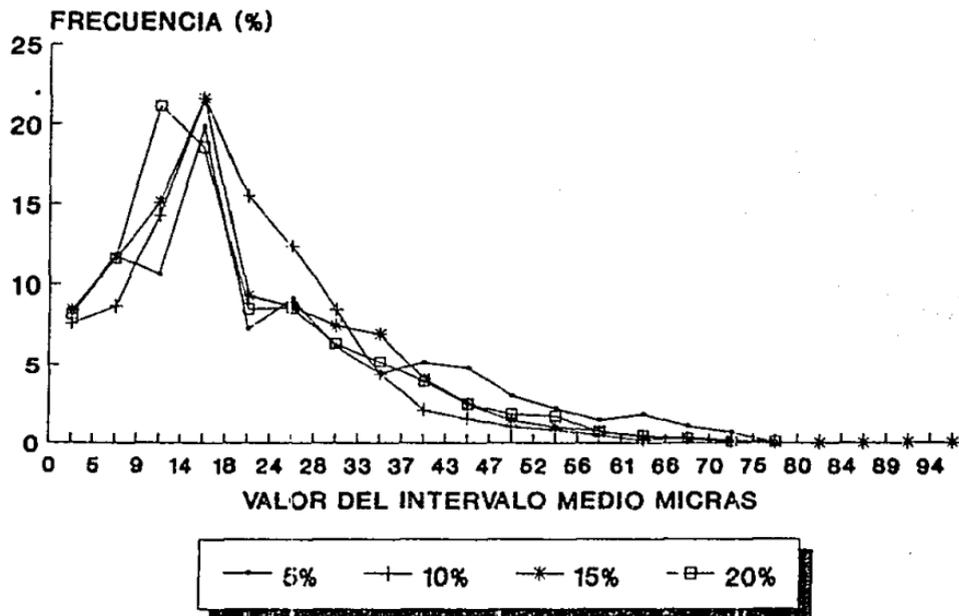
TABLA 9. Distribución de tamaño de partícula de las probetas obtenidas con ZrO_2-SiO_2 malla 200.

MALLA 250

INTERVALO DE TAMAÑO (MICRAS)	5 %		10 %		15 %		20 %	
	PART. Σ	%	PART. Σ	%	PART. Σ	%	PART. Σ	%
0 - 4.7	78	16.22	77	8.23	121	9.18	198	10.5
4.8 - 9.4	117	24.32	123	13.15	194	14.17	242	12.83
9.5 - 14.1	97	20.17	165	17.75	297	18.75	309	16.38
14.2 - 18.8	64	13.31	213	22.78	309	23.52	392	20.78
18.9 - 23.6	35	7.28	151	16.15	139	10.35	244	12.93
23.7 - 28.3	23	4.78	87	9.30	87	6.64	154	8.17
28.4 - 33.0	17	3.54	58	5.34	58	4.38	102	5.40
33.1 - 37.8	10	2.07	25	2.66	47	3.47	69	4.72
37.9 - 42.5	8	1.66	15	1.39	42	3.21	66	3.50
42.6 - 47.2	8	1.66	10	1.06	31	2.35	35	1.85
47.3 - 51.9	7	1.46	8	0.85	17	1.30	18	0.95
52.0 - 56.6	5	1.04	5	0.53	12	0.91	17	0.90
56.7 - 61.3	6	1.24	3	0.32	7	0.53	11	0.58
61.4 - 66.0	4	0.83	2	0.21	3	0.26	7	0.37
66.1 - 70.7	2	0.41	1	0.10	2	0.15	2	0.10
70.8 - 75.4	-	-	1	0.10	1	0.07	-	-
75.5 - 80.1	-	-	-	-	-	-	-	-
80.2 - 84.8	-	-	-	-	-	-	-	-
84.9 - 89.5	-	-	-	-	-	-	-	-
89.6 - 94.2	-	-	-	-	-	-	-	-
94.3 - 98.9	-	-	-	-	-	-	-	-
	481	100	935	99.92	1317	99.98	1886	99.96

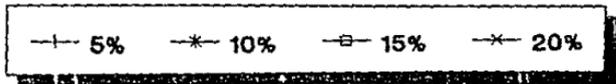
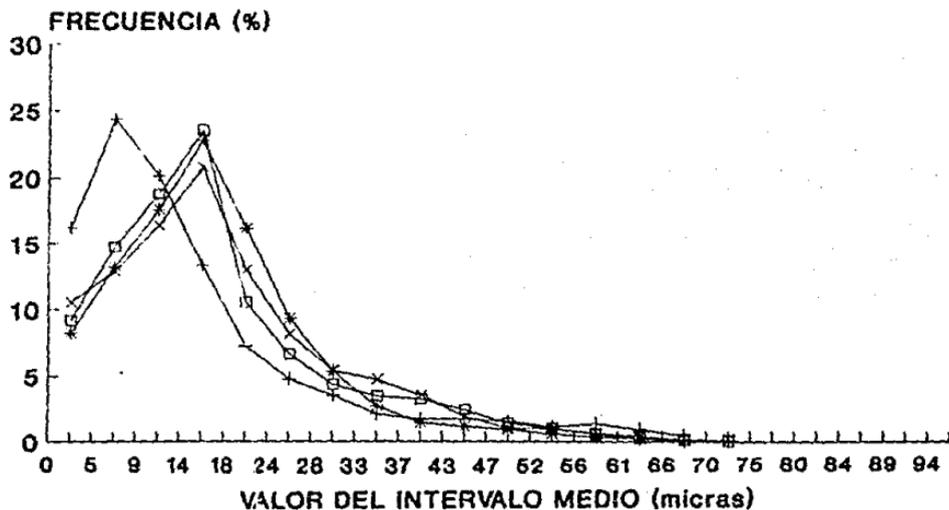
TABLA 10. Distribución de tamaño de partícula. Compósitos obtenidos con ZrO_2-SiO_2 malla 250.

DISTRIBUCION DE TAMAÑO DE PARTICULA MALLA 200



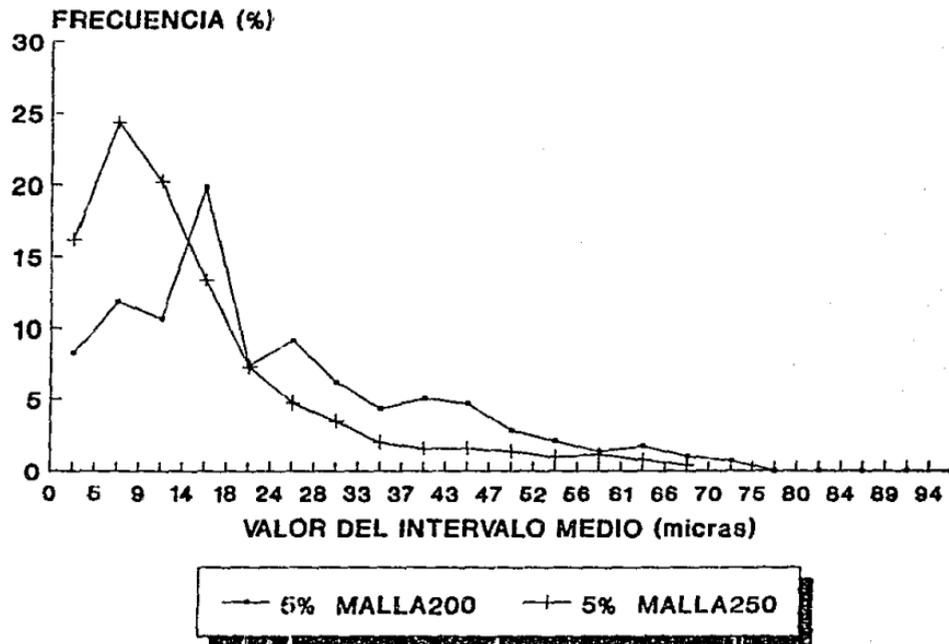
GRAFICA 6. Distribución de tamaño de partículas en los compósitos con ZrO_2-SiO_2 , malla 200.

DISTRIBUCION DE TAMAÑO DE PARTICULA MALLA 250



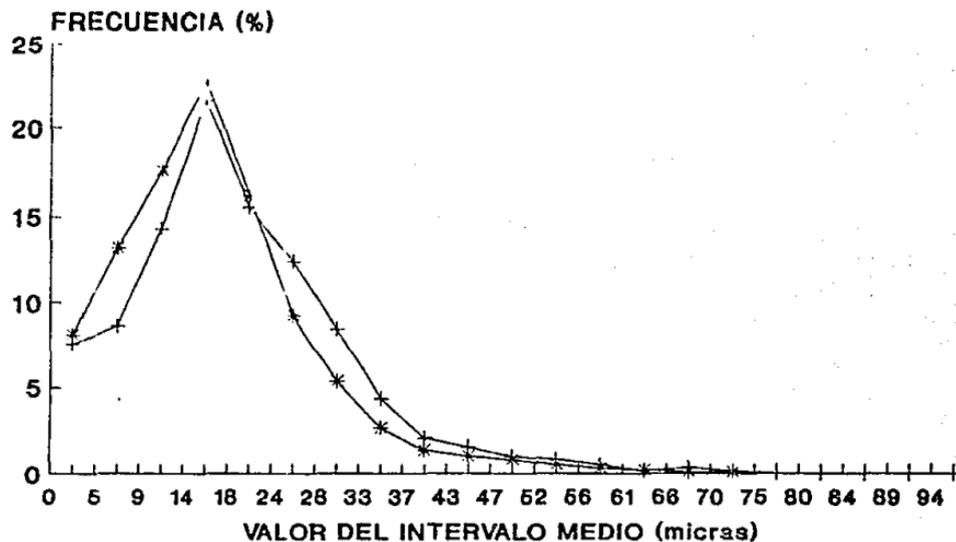
GRAFICA 7. Distribución de tamaño de partículas en los
compósitos con ZrO_2-SiO_2 , malla 250.

DISTRIBUCION DE TAMAÑO DE PARTICULA



GRAFICA 8. Comparación de la distribución de tamaño de partícula en los compósitos con 5% en volumen de ZrO_2-SiO_2 .

DISTRIBUCION DE TAMAÑO DE PARTICULA

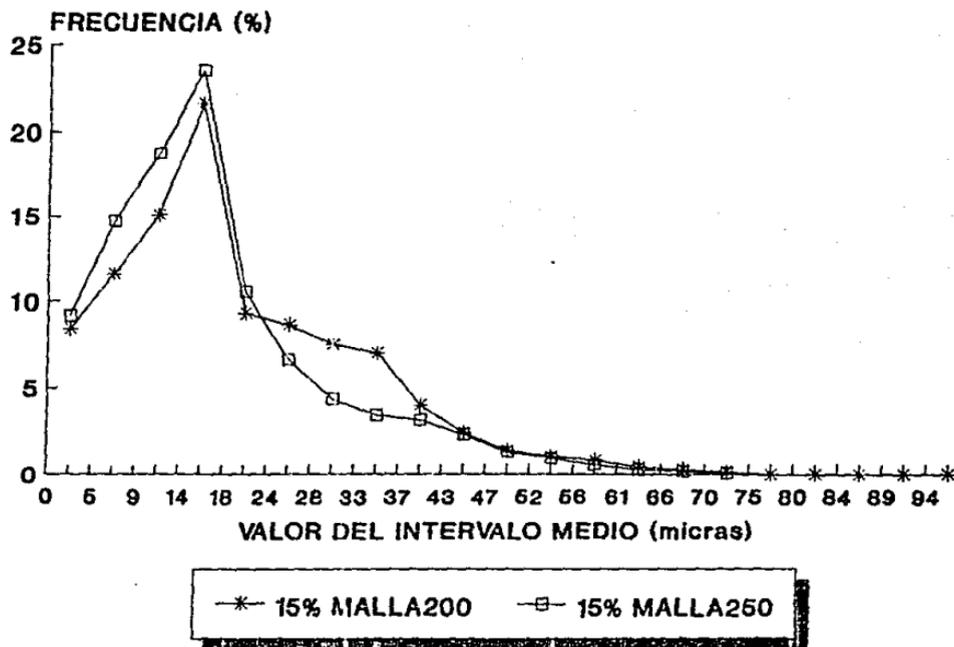


—+— 10% MALLA200 —*— 10% MALLA250

GRAFICA 9. Comparación de la distribución de tamaño de partícula en los compósitos con 10% en volumen de ZrO_2-SiO_2 .

DISTRIBUCION DE TAMAÑO DE PARTICULA

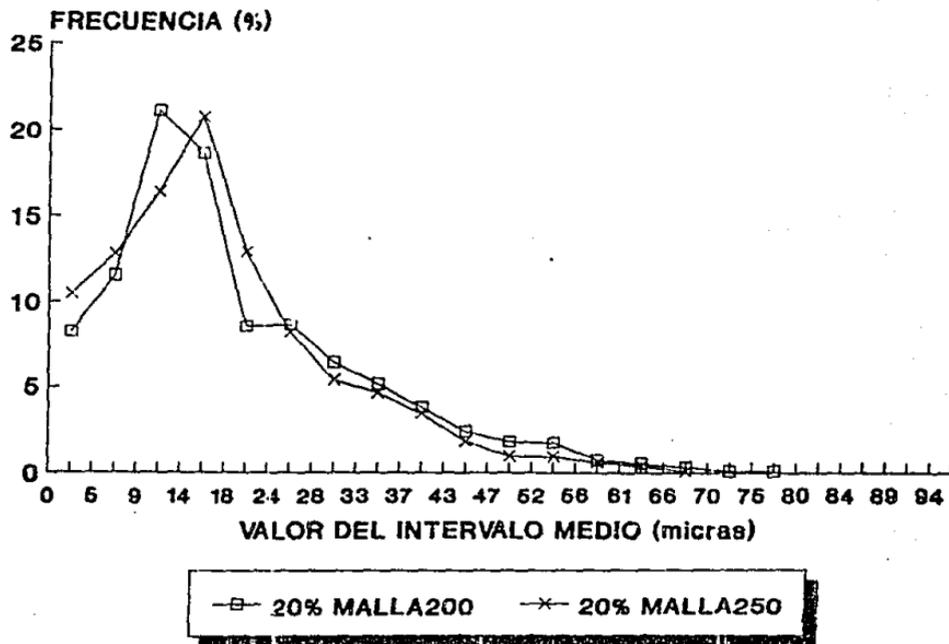
50



GRAFICA 10. Comparación de la distribución de tamaño de partícula en los compósitos con 15% en volumen de ZrO_2-SiO_2 .

DISTRIBUCION DE TAMAÑO DE PARTICULA

51



GRAFICA 11. Comparación de la distribución de tamaño de partícula en los compósitos con 20% en volumen de ZrO_2-SiO_2 .

DISTANCIA ENTRE PARTÍCULAS

A continuación se presentan tabulados los resultados de las mediciones de distancia entre partículas.

INTERVALO DE DIST. (mm)	FRECUENCIA			
	PROBETA 1C	PROBETA 4C	PROBETA 6C	PROBETA 4C
0.10 - 0.17	30	62	51	116
0.18 - 0.34	103	150	160	212
0.35 - 0.51	138	206	208	150
0.52 - 0.69	176	129	128	91
0.70 - 0.86	98	37	37	24
0.87 - 1.03	30	11	15	7
1.04 - 1.20	17	5	3	-

TABLA 11. Distancia entre partículas para los compósitos con partículas malla 200.

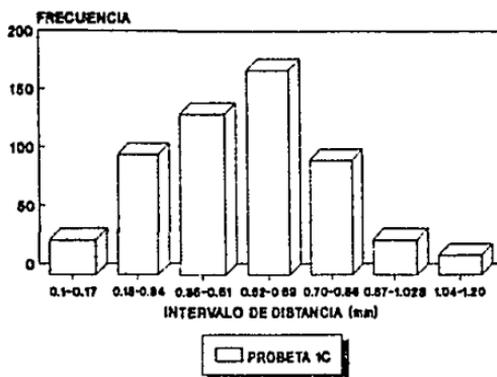
INTERVALO DE DIST. (mm)	FRECUENCIA			
	PROBETA 5C	PROBETA 6C	PROBETA 7C	PROBETA 8C
0.10 - 0.17	75	97	101	142
0.18 - 0.34	134	167	207	228
0.35 - 0.51	189	157	161	154
0.52 - 0.69	121	85	77	55
0.70 - 0.86	69	52	32	21
0.87 - 1.03	6	12	20	-
1.04 - 1.20	6	-	2	-

TABLA 12. Distancia entre partículas para los compósitos con partículas malla 250.

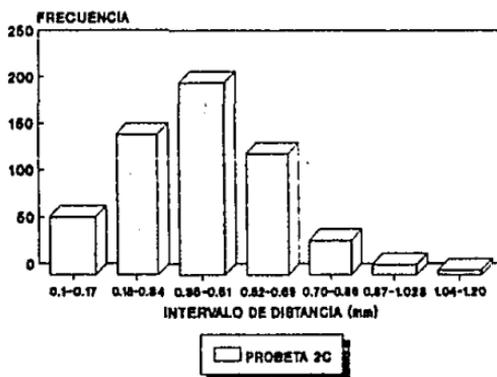
PROBETA	\bar{x}	$\hat{\sigma}$	$\hat{\sigma}$
1C	0.534	0.056	0.238
2C	0.434	0.038	0.196
3C	0.434	0.038	0.196
4C	0.380	0.034	0.185
5C	0.442	0.044	0.211
6C	0.392	0.042	0.206
7C	0.382	0.043	0.207
8C	0.324	0.027	0.164

TABLA 13. Media, varianza y desviación estándar de la distancia entre partículas de los compósitos obtenidos.

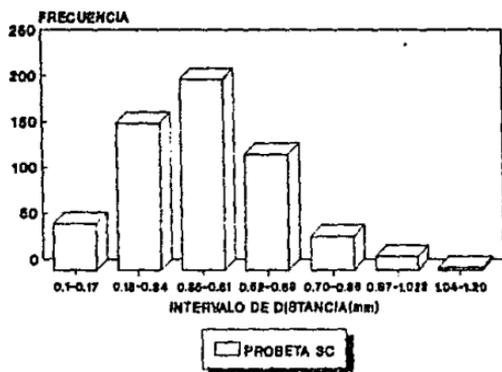
En las gráficas 12 a 19 se presenta la frecuencia con que ocurren las partículas en intervalos de distancia.



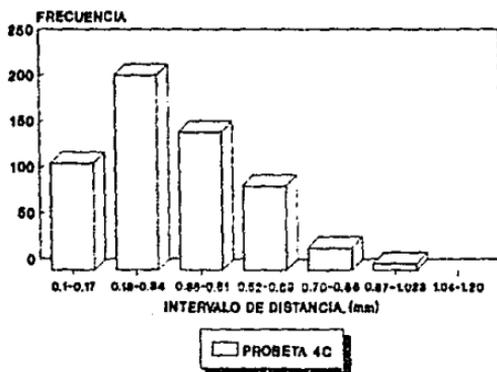
Gráfica 12. Distancia entre partículas para el compuesto obtenido con ZrO₂-SiO₂ malla 200, 5% en volumen.



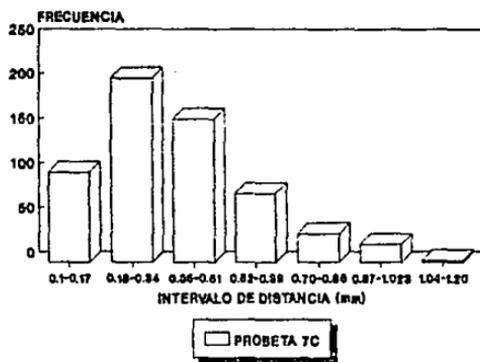
Gráfica 13. Frecuencia con que ocurren las partículas en un intervalo de distancia en el compuesto con ZrO₂-SiO₂ malla 200, 10% en volumen.



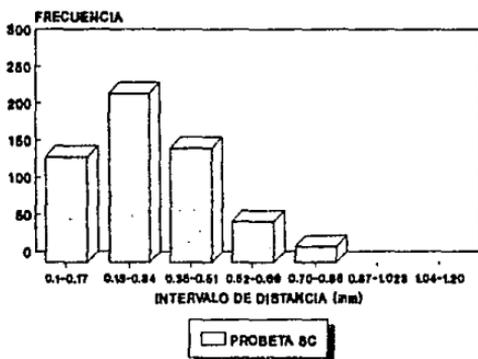
Gráfica 14. Distancia entre partículas ZrO_2-SiO_2 malla 200, 15% en volumen del compuesto.



Gráfica 15. Distancia entre partículas del compuesto obtenido con ZrO_2-SiO_2 malla 200, 20% en volumen.



Gráfica 18. Distancia entre partículas para el compuesto con ZrO_2-SiO_2 malla 250 15% en volumen.



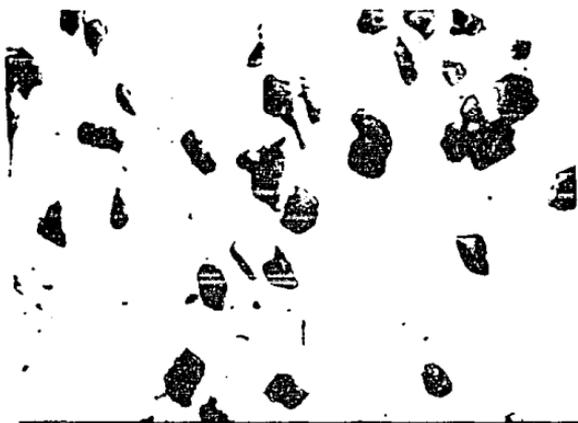
Gráfica 19. Distancia entre partículas para el compuesto con ZrO_2-SiO_2 malla 250, 20% en volumen.



Fotografía 1. Compósito con 5% vol ZrO_2-SiO_2 malla 200. (37.5 X).



Fotografía 2. Compósito con 5% vol. ZrO_2-SiO_2 malla 250. (37.5 X).



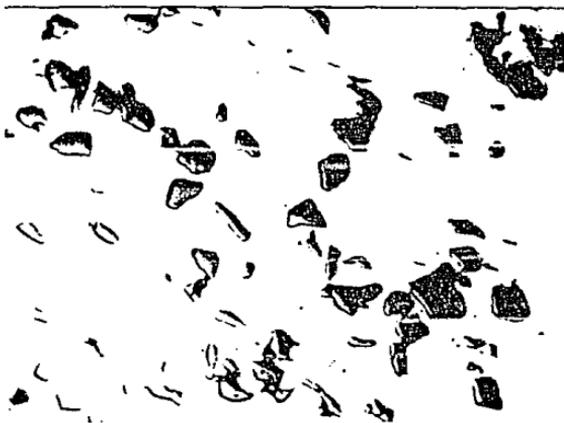
Fotografia 3. Composito con 10% vol. ZrO_2-SiO_2 malla 200.(37.5 X).



Fotografia 4. Composito con 10% vol. ZrO_2-SiO_2 malla 250.(37.5).



Fotografia 5. Composito con 15% vol ZrO_2-SiO_2 malla 200.(37.5 X).



Fotografia 6. Composito con 15% vol. ZrO_2-SiO_2 malla 250. (37.5 X).



Fotografía 7. Compósito con 20% vol. ZrO_2-SiO_2 malla 200. (37.5 X).



Fotografía 8. Compósito con 20% vol. ZrO_2-SiO_2 malla 250. (37.5 X).

POROSIDAD

En la tabla 14 se muestran los resultados del porcentaje de porosidad presente en los compósitos.

PROBETA	DENSIDAD TEORICA g/cm ³	DENSIDAD MEDIDA g/cm ³	POROSIDAD %
1A	2.8	2.68	4.2
1B	2.8	2.68	4.2
1C	2.8	2.69	3.9
2A	2.9	2.75	5.1
2B	2.9	2.73	5.8
2C	2.9	2.73	5.8
3A	3.0	2.75	8.3
3B	3.0	2.77	7.6
3C	3.0	2.80	6.6
4A	3.1	2.82	9.0
4B	3.1	2.82	9.0
4C	3.1	2.80	9.6
5A	2.8	2.68	4.2
5B	2.8	2.70	3.5
5C	2.8	2.67	4.6
6A	2.9	2.71	6.5
6B	2.9	2.70	6.8
6C	2.9	2.73	5.8
7A	3.0	2.76	8.0
7B	3.0	2.80	6.6
7C	3.0	2.80	6.6
8A	3.1	2.80	10.0
8B	3.1	2.79	10.3
8C	3.1	2.80	10.0
0A	2.7	2.67	1.1
0B	2.7	2.67	1.1
0C	2.7	2.67	1.1

TABLA 14.

ANÁLISIS DE RESULTADOS

COMPACTACION

Analizando la tabla 2 en la que se muestran los valores de diámetro, altura y densidad de las probetas compactadas, se observa que el diámetro de todas las probetas es el mismo y los valores de altura son similares.

Los valores de altura obtenidos después de compactar son mayores a los valores esperados, es decir, a los valores determinados teóricamente. El incremento en altura hace que difieran los valores de densidad en verde y densidad teórica, siendo menor la densidad en verde en todos los casos. Al aplicar mayor carga a las probetas no se observa disminución en la altura de las mismas siendo esto indicativo de la baja compactabilidad que se tiene en los compósitos obtenidos.

La diferencia de densidad en verde con respecto a la densidad teórica aumenta al incrementar el contenido de partículas de refuerzo (ZrO_2-SiO_2), obteniéndose valores similares para los dos tamaños de partículas (malla 200 y malla 250).

SINTERIZACION

Las dimensiones y peso de las probetas compactadas se mantienen constantes después de la sinterización. Las probetas compactadas, una vez sinterizadas, adquieren mayor resistencia, esto nos indica que durante el sinterizado se logra la cohesión entre partículas. Sin embargo, la densidad en verde y la densidad de las probetas sinterizadas es la misma, es decir, aún después del sinterizado la densidad de las probetas es menor a

la densidad teórica, la porosidad que se tiene inicialmente en las probetas se mantiene constante a lo largo del proceso.

DUREZA

La dureza de las probetas obtenidas aumenta con relación a las probetas de aluminio puro. Se observa que para los dos tamaños de partícula de refuerzo se alcanza un valor máximo de dureza hasta 15% vol. de ZrO_2-SiO_2 , el valor disminuye ligeramente al llegar a 20% vol. ZrO_2-SiO_2 , esto se debe tal vez a la porosidad presente en la pieza. Los compósitos con partículas ZrO_2-SiO_2 , 20% en volumen muestran los porcentajes de porosidad mas altos; al aplicar una carga la porosidad permite que el material se deforme mas fácilmente disminuyendo el efecto de las partículas ZrO_2-SiO_2 como refuerzo.

PRUEBAS DE DESGASTE

Las pruebas de desgaste se realizaron bajo una carga constante de 1.25 Kg. y dos velocidades de desgaste, 56 y 160 rpm.

Para una misma velocidad de desgaste se observa que las probetas con partículas reforzantes malla 250 presentan mayor perdida de peso que las probetas obtenidas con partículas malla 200, es decir, al disminuir el tamaño de ZrO_2-SiO_2 las perdidas aumentan.

Para las probetas con partículas reforzantes malla 200, se observa que para ambas velocidades de desgaste el comportamiento es similar (gráficas 2 y 4). Las probetas con 5 y 10% de ZrO_2-SiO_2 en volumen, presentan menor perdida de peso que

el aluminio puro, es decir, aumentan la resistencia al desgaste, mientras que para contenidos de 15 y 20%, son mayores que para aluminio puro.

En la prueba de desgaste a 160 rpm para los compósitos con ZrO_2-SiO_2 malla 250, se observa que las pérdidas de peso son mayores en todos los casos, que las pérdidas que se registran para el aluminio puro, esto se puede ver claramente en la gráfica 5.

Sin embargo a 56 rpm (0.363 m/s), vemos que tanto el aluminio puro como las probetas con 5 y 10% de ZrO_2-SiO_2 en volumen muestran pérdidas de peso similares (gráfica 3).

En las pruebas de desgaste realizadas se observa que debido al desgaste existe acumulación de material en el borde de la probeta, esta acumulación de material aumenta conforme se incrementa la velocidad de desgaste, el contenido de ZrO_2-SiO_2 en las probetas y al disminuir el tamaño de partícula reforzante. Con esto, las partículas provenientes del material desprendido quedaron atrapadas en la interfase deslizante. las partículas de ZrO_2-SiO_2 al ser demasiado abrasivas promovieron aun mas la remoción de material. Esto se puede apreciar en las gráficas 2 a 5. En ellas se observa que en todos los casos las probetas que sufrieron mayor desgaste fueron las que contienen 20% en volumen de ZrO_2-SiO_2 siguiendo las de 15%.

Los valores de coeficiente de desgaste obtenidos a 56 rpm (0.363 m/s), presentan un comportamiento fluctuante observándose que la probeta que presenta valores mas estables es la que contiene 15% ZrO_2-SiO_2 en volumen, malla 200.

En los coeficientes de desgaste obtenidos a 160 rpm (1.038 m/s) se observa también fluctuación en los valores obtenidos para un mismo porcentaje. El valor mas estable lo presenta la probeta con 5% ZrO_2-SiO_2 en vol., malla 200.

Para ambas velocidades de desgaste en el tiempo de 15 min. no se observa

ninguna tendencia en los valores del coeficiente de desgaste, sin embargo a 120 min. se observa que el coeficiente de desgaste tiende a aumentar conforme se incrementa el contenido de ZrO_2-SiO_2 . Esta tendencia a aumentar también se presenta al disminuir el tamaño de partícula de refuerzo, así por ejemplo, a 120 min el valor de coeficiente de desgaste para 5% ZrO_2-SiO_2 malla 200 es menor que para 5% ZrO_2-SiO_2 malla 250.

DISTRIBUCIÓN DE TAMAÑO DE PARTÍCULA

De la gráfica frecuencia (%) vs tamaño (micras) para la distribución de tamaño de partícula en las probetas obtenidas con ZrO_2-SiO_2 malla 200, se observa que las curvas para los diferentes contenidos de partícula reforzante muestran un comportamiento similar. La curva para 5% presenta crestas y valles siendo esto indicativo de una distribución de tamaños no muy buena. Las probetas con 5, 10 y 15% ZrO_2-SiO_2 en vol. muestran una mayor cantidad de partículas en el intervalo de tamaño 14.2-18.8 micras, siendo incluso para 10 y 15%, el porcentaje de partículas prácticamente igual; mientras que con 20% en volumen la mayor cantidad de partículas se encuentra en el intervalo de 9.5-14.1 micras.

La gráfica 7, para las probetas obtenidas con partículas ZrO_2-SiO_2 malla 250, muestra que para los porcentajes 10, 15 y 20% en volumen, la mayor cantidad de partículas se concentra en el intervalo de 14.2-18.8 micras y para 5% en el intervalo de 9.5-14.1 micras. De las gráficas anteriores (6-11) se aprecian claramente valores de tamaño de partículas menores a los que corresponden las mallas utilizadas (malla 200, 75 micras y malla 250, 65 micras). Debido a que las partículas de ZrO_2-SiO_2 fueron cribadas antes de mezclar con los polvos de aluminio y los tamaños obtenidos en la distribución son menores que los esperados, nos llevan a pensar que las partículas

presentan una forma irregular y acicular, es decir, se tienen partículas con longitudes relativamente grandes (correspondientes a la malla) y con un ancho menor, con lo cual aparentemente se tienen demasiadas partículas finas.

Por otro lado, las gráficas 8 a 11 nos muestran que en las probetas con partículas malla 250 se tiene una mayor cantidad de partículas con tamaños menores.

La tendencia a incrementar el número de partículas conforme se aumenta el porcentaje en volumen de partículas adicionadas es casi de manera proporcional en ambas mallas.

DISTANCIA ENTRE PARTÍCULAS

De los resultados obtenidos se observa que la distancia entre partículas disminuye al incrementar el porcentaje de partículas adicionadas, así tenemos que para ambos tamaños de malla con 5% en volumen el valor de distancia entre partículas es mayor al que se observa con 20%; la distancia entre partículas disminuye también al disminuir el tamaño de partícula, es decir, con 20% en volumen, para los dos tamaños de partícula (malla 200 y malla 250), la distancia entre partículas es menor para las probetas con partículas ZrO_2-SiO_2 malla 250.

En las probetas obtenidas con partículas malla 200; 5, 10 y 15% en vol. la máxima distancia entre partículas se encuentra en el intervalo de 1.04-1.20 mm (1040-1200 micras). El valor máximo de frecuencia ocurre cerca del valor promedio de distancia entre partículas. Para la probeta con 20% en volumen la máxima distancia entre partículas se presenta en el intervalo 0.87-1.03 mm (870-1030 micras). El valor de máxima frecuencia es ligeramente menor al valor promedio de distancia entre partículas.

Las probetas con partículas ZrO_2-SiO_2 malla 250; 5 y 15% en volumen, la

máxima distancia entre partículas se encuentra en el intervalo 1.04-1.20 mm (1040-1200 micras), para 10% en volumen en el rango 0.87-1.03 mm (870-1030 micras) y para 20% en el intervalo 0.70-0.86 mm (700-860 micras). Así mismo, para 5 y 20 % ZrO_2-SiO_2 en volumen la frecuencia máxima de partículas ocurre cerca del valor medio de distancia entre partículas y en las probetas con 10 y 15%, el valor de distancia entre partículas medio es ligeramente mayor al valor máximo de frecuencia.

Como se observa en todos los casos el valor máximo de frecuencia ocurre siempre cerca del valor medio de distancia entre partículas, además, los valores de varianza obtenidos son similares, con esto se puede decir que se tiene una distribución homogénea de partículas en el compósito.

POROSIDAD

Los resultados obtenidos muestran que el porcentaje de porosidad aumenta al incrementar el contenido de ZrO_2-SiO_2 presentándose valores similares para los dos tamaños de partícula (malla 200 y malla 250). Así se tiene que las probetas con menor porcentaje de porosidad son las que contienen 5% ZrO_2-SiO_2 en volumen y las de mayor porcentaje son las que contienen 20% ZrO_2-SiO_2 en volumen.

Al analizar las probetas metalográficamente se observan poros de pequeño tamaño en la matriz y la presencia de porosidad circundando la partícula de refuerzo, esto se observa claramente en las fotografías 1 a 8. La forma de los poros es esférica, existen algunos huecos de forma irregular con lo que se piensa que estos fueron posibles lugares ocupados por partículas ZrO_2-SiO_2 . La porosidad circundando partículas de refuerzo nos indican la falta de adherencia que se tiene en el material.

CONCLUSIONES

CONCLUSIONES

Para los compósitos obtenidos, la dureza aumenta al incrementar el contenido de ZrO_2-SiO_2 .

Las probetas con ZrO_2-SiO_2 malla 250 presentan mayor dureza comparada con las probetas obtenidas con partículas de refuerzo malla 200.

La resistencia al desgaste de los compósitos con 5 y 10% de ZrO_2-SiO_2 en volumen, malla 200, es ligeramente superior a la del aluminio puro. La adición de altos contenidos de ZrO_2-SiO_2 así como la disminución de tamaño de partícula, disminuye la resistencia al desgaste, llegando a ser incluso menor a la de aluminio puro.

El comportamiento fluctuante en el coeficiente de desgaste se debe a la disminución en la retención del ZrO_2-SiO_2 , lo que provoca pérdidas repentinas de material, esto es mas notorio al incrementar el contenido de ZrO_2-SiO_2 .

El valor máximo de frecuencia en la distancia entre partículas ocurre siempre cerca del valor medio, el valor de varianza es similar en todos los casos, esto nos indica que se tiene una distribución homogénea de partículas en el compósito.

La porosidad de los compósitos aumenta al incrementar el contenido de ZrO_2-SiO_2 . Aunque el porcentaje de porosidad en los compósitos obtenidos esta dentro del intervalo aceptable para piezas sinterizadas no porosas, es necesario tratar de disminuir tal porcentaje para favorecer las propiedades del material.

BIBLIOGRAFIA

1. A.S.M., Engineers' Guide to Composite Materials, 1987.
2. Schwarts,M.M., Composite Materials Handbook, Mc Graw Hill, 1984.
3. Thorton,P.A., Colangelo,V.J., Fundamentals of Engineering Materials, Prentice Hall, 1985.
4. Harrys,B., Engineering Composite Materials, The Institute of Metals, 1986.
5. A.S.M., Metals Hanbook, vol 15, Casting, 9th. edition U.S.A., 1984.
6. Allison, J.S., Cole,G.S., Metal-Matrix Composite in the Automotive Industry: Opportunities and Challenges, Journal of Minerals, Metals and Materials Science, January 1993, vol. 45. No. 1.
7. Prasad,S.V., Rohatgi,P.K., Mechanisms of Material Removal During Low Stress and High Stress Abrasion of Aluminium Alloy-Zircon Particle Composites., Materials Science and Engineering, July 1986, vol. 80, No. 2.
8. A.S.M., Metals Hanbook, vol. 15, Powder Metallurgy, 9th edition, U.S.A., 1984.
9. De Garmo,E.P., Materiales y Procesos de Fabricación, Ed. Reverte, España, 1988.
10. Hausner, H.H., Handbook of Powder Metallurgy, 2nd edition, Chemical Publishing Co., 1982.
11. A.S.M., Source Book on Powder Metallurgy, U.S.A. 1979.
12. Alting,L., Manufacturing Engineering Processes, Mercel Decker, U.S.A., 1990.
13. Zavala Olivares G., Obtencion de un Compósito Aluminio-Carburo de Silicio a partir de Polvos Metálicos., Tesis U.N.A.M. Facultad de Química, México, 1992.
14. Ortega Rodríguez A., Metalurgia de Polvos del Cobre, Bronce, Latón y Aluminio, Tesis U.N.A.M. Facultad de Química, México, 1986.

15. Mondolfo, L.F., *Aluminium Alloys: Structure and Properties*, 1st edition, U.S.A., 1984.
16. A.S.M., *Engineered Material Reference Book*, 1989.