



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLAN

CARACTERIZACION MICROSTRUCTURAL DE POLVOS ATOMIZADOS Al-Fe

296470

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE: INGENIERO MECANICO ELECTRICISTA

P R E S E N T A : LUIS DANIEL DE LA ROSA CANALES

ASESOR: DR. JULIO ALBERTO JUAREZ ISLAS



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 esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

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



ESTADOS UNIDOS MEXICANOS

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLAN
UNIDAD DE LA ADMINISTRACION ESCOLAR
DEPARTAMENTO DE EXAMENES PROFESIONALES

ASUNTO: VOTOS APROBATORIOS



DR. JUAN ANTONIO MONTARAZ CRESPO
DIRECTOR DE LA FES CUAUTITLAN
PRESENTE

ATN: Q. Ma. del Carmen Garcia Mijares
Jefe del Departamento de Exámenes
Profesionales de la FES Cuautitlán

Con base en el art. 28 del Reglamento General de Exámenes, nos permitimos comunicar a usted que revisamos la TESIS:

"Caracterización Microestructural de Polvos Atomizados Al-Fe".

que presenta el pasante: Luis Daniel de la Rosa Canales.
con número de cuenta: 09119239-6 para obtener el título de:
Ingeniero Mecánico Electricista.

Considerando que dicho trabajo reúne los requisitos necesarios para ser discutido en el EXAMEN PROFESIONAL correspondiente, otorgamos nuestro VOTO APROBATORIO.

ATENTAMENTE

"POR MI RAZA HABLARA EL ESPIRITU"

Cuautitlán Izcalli, Méx. a 19 de Abril de 2001

- PRESIDENTE Ing. José Antonio López González
VOCAL Ing. Noe García Lira
SECRETARIO Dr. Julio Alberto Juárez Islas
PRIMER SUPLENTE M. en I. Felipe Diaz del Castillo Rodríguez
SEGUNDO SUPLENTE Ing. Jesús García Lira

A MIS PADRES:

María Elena y Antonio.

Por el apoyo y cariño que me han dado a lo largo de mi vida y por que han estado conmigo en el momento que más los he necesitado, apoyando firmemente en mis decisiones.

A MIS HERMANOS:

José Gpe., Juan Manuel, María Antonieta y Mónica Maribel.

Por compartir conmigo tanto triunfos como derrotas, esperando que este trabajo sirva como motivación para que ellos consigan sus metas.

A MIS SOBRINOS:

Rodrigo, Mauricio, Carlos, Ana, Fernando, Stefani y Abigail.

A MIS PRIMOS:

Alejandro, Cuahutemoc, Joel, Tatiana, Vladimir, Bruno, Diana, Rene y Achi.

A MIS AMIGOS:

Rene, Raúl, Eduardo, Hilario, Lucia, Ivonne, Marcos, Armando, Noé, Hugo, Toño, Juan, Luis, Valente, Alfonso, Adrián, Alder, Sergio, Daniel, Jannet, etc.

AGRADECIMIENTOS:

Al Dr. Julio Alberto Juárez Islas.

Por el tiempo dedicado en mi para la realización de este trabajo.

A los investigadores:

Dr. Arturo Juárez Hernández.

M. en I Leopoldo González González.

Dra. Dora María de Grinberg.

Por sus comentarios en la realización de este trabajo.

A los profesores:

M. en I Felipe Díaz del Castillo Rodríguez.

Ing. José Antonio López González.

M. en C. Juan Manuel de la Rosa Canales.

Ing. Jesús García Lira.

Ing. Noe García Lira.

M. en C. José Gpe. de la Rosa Canales.

Por su amabilidad y el tiempo dedicado en la revisión de este trabajo.

INDICE

RESUMEN	1
INTRODUCCIÓN	2

CAPITULO I METALURGÍA DE POLVOS

1.1 INTRODUCCIÓN	5
1.2 MÉTODOS DE RÁPIDA SOLIDIFICACIÓN	9
1.2.1 ATOMIZACIÓN	
1.2.2 ATOMIZACIÓN CON GAS Y AGUA	11
1.2.3 PROCESO DEL ELECTRODO ROTATIVO	22
1.2.4 ATOMIZACIÓN AL VACIO	25
1.2.5 ATOMIZACIÓN POR DISCO ROTATORIO	27
1.2.6 PROCESOS DE SOLIDIFICACIÓN ULTRA-RÁPIDA	29

CAPITULO II PROPIEDADES Y CARACTERÍSTICAS DE LOS POLVOS METALURGICOS

2.1 INTRODUCCIÓN	31
2.2 TERMINOLOGÍA	31
2.3 DISTRIBUCION DEL TAMAÑO DE LA PARTÍCULA	
2.3.1 ASPECTOS GENERALES	34
2.3.2 TIPOS COMUNES DE FUNCIONES DE DISTRIBUCIÓN	39
2.4 MUESTRAS DE POLVOS	41

CAPITULO III MÉTODOS DE ANÁLISIS PARA LOS POLVOS METALURGICOS

3.1 INTRODUCCIÓN	44
3.2 ANÁLISIS DE CONTEO (SIEVE)	45
3.3 MICROSCOPIA	49
3.4 ANÁLISIS DE SEDIMENTACIÓN	
3.4.1 ANÁLISIS DE SEDIMENTACIÓN GRAVITACIONAL	53
3.4.2 ANÁLISIS DE SEDIMENTACIÓN DE CENTRÍFUGA	60
3.5 ANÁLISIS DE LA ZONA SENSIBLE (PRINCIPIO DE COULTER).	63

3.6 MÉTODO DE DIFRACCIÓN Y BARRIDO	68
3.6.1 FONDO TEÓRICO	69
3.7 OTROS MÉTODOS	80

CAPITULO IV
INTERPRETACIÓN DE LA FORMA EN QUE SOLIDIFICAN LOS POLVOS
Al-Fe (BOETTINGER).

4.1 INTRODUCCIÓN	81
4.2 INTERPRETACIÓN DE LAS MICROSTRUCTURAS CON EL TAMAÑO DEL POLVO	86
4.2.1 SOLIDIFICACIÓN SIN SUBENFRIAMIENTO INICIAL.	87
4.2.2 SOLIDIFICACIÓN CON SUBENFRIAMIENTO INICIAL	89
4.2.3 CRECIMIENTO DE LA DENTRITA.	90

4.2.4 CAPITULO V
PROCEDIMIENTOS EXPERIMENTALES

5.1 FABRICACIÓN DE LOS POLVOS.	94
5.1 PREPARACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE LAS MUESTRAS.	95

CAPITULO VI
RESULTADOS Y DISCUSION

6.1 TAMAÑO DE LAS PARTÍCULAS Y DISTRIBUCIÓN DE LOS POLVOS.	96
6.2. PORCENTAJE SUBENFRIADO Y COMPORTAMIENTO DE LOS POLVOS ATOMIZADOS.	97
6.3 MICROSTRUCTURAS Y COMPETICIÓN DE DIFERENTES FASES EN LOS POLVOS ATOMIZADOS.	99
6.4 SOLUBILIDAD Y MICROANÁLISIS DE Fe.	104
6.5 EL MODELO DISEÑADO POR LIPTON GLICKSMAN Y KURZ	105

CONCLUSIONES

BIBLIOGRAFÍA.

RESUMEN.

La solidificación rápida (SR) de materiales metálicos, intermetálicos y cerámicos han llamado la atención a científicos e ingenieros en materiales como una nueva ruta para producir materiales con excelentes propiedades mecánicas, eléctricas, y magnéticas.

Esta tecnología (SR) ha abierto una nueva visión a los científicos los cuales han realizado profundos estudios con el trabajo conjunto de físicos, químicos, matemáticos y metalurgistas para comprender los fenómenos complejos que envuelve a la solidificación rápida.

El método de atomización es una de las técnicas más representativa de los métodos (SR), debido en parte a la fácil producción de tonelaje y por otro lado la obtención de materiales metestables.

Este trabajo se enfoca a la caracterización microestructural de los polvos atomizados Al - Fe por medio de microscopía óptica, electrónica de barrido, con énfasis particular en la forma, tamaño de partícula, composición química y determinación de las fases presentes (estables y metestables).

Así el objetivo de esta investigación fue comprender los efectos de la solidificación en los resultados de la microestructura y la estabilidad de las fases en las aleaciones Al-Fe.

En las aleaciones de Al - 2.56 Fe (% en peso) se encontraron por lo menos cuatro fases dendrítica, celular, micro celular y predentrítica y adicionalmente se encontró el eutectico y la fase Al_6Fe en aleaciones Al - 6 Fe (% en peso).

INTRODUCCIÓN.

Los efectos en la historia de la solidificación en los resultados microestructurales en polvos atomizados Al - 2.56 Fe (% en peso) y Al - 6.0 Fe (% en peso), fueron estudiados por medio de microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido, para denotar la forma, el tamaño de la partícula, y las fases presentes.

La presencia de estas fases fue notada por la dependencia de la composición de la aleación y un mecanismo competitivo cinético para el crecimiento de la fase debido al subenfriamiento inicial experimentado por los polvos, y la formación de las estructuras predentritica, micro celular, celular, y/o dendrítica en una aleación fundida para el caso de grandes subenfriamientos.

Los procesos de solidificación rápida son tratados como una nueva ruta para producir materiales con fases metastables y precipitados extremadamente finos.

Los sistemas de Al-Fe son interesantes por las siguientes razones:

- I) En la presencia de un alto subenfriamiento la solidificación forma varios precipitados del tipo Al_m-Fe_n en el sistema.
- II) Este sistema constituye la base de una familia importante de aleaciones de Al sujetas a elevadas temperaturas debido al mismo equilibrio bajo de solubilidad del sólido y la baja difusión de Fe en Al.

La extensión del subenfriamiento durante la solidificación juega un rol crítico en la evolución de la microestructura para dictar la selección de las fases. Esta son dos aproximaciones generales que pueden utilizarse con efectividad para acrecentar el

grado de subenfriamiento, reduciendo la potencialidad de los núcleos heterogéneos o extrayendo la energía térmica en un porcentaje que sea suficientemente alto para retardar la cristalización del líquido subenfriado (10^5 - 10^6 °K/s). La primera aproximación envuelve la eliminación progresiva o la isolación del catalizador potencial. La segunda aproximación es generalmente asociada con conseguir un alto promedio de enfriamiento así como la rápida extracción de la energía térmica (super calor y calor latente de fusión). En medio de técnicas disponibles que pueden ser efectivas para realizar el grado de subenfriamiento durante la solidificación, la elección de la atomización es popular como resultado de su versatilidad y su potencial para la producción de tonelajes. Por ejemplo un simple experimento de atomización puede ser usado para generar un amplio rango de tamaños de polvos con variaciones en las condiciones de solidificación. Debido a su importancia en él capítulo I se mencionan las técnicas de atomización y su descripción física. En él capítulo II se describen las propiedades más importantes de los polvos metalúrgicos. En él capítulo III se describen los métodos de análisis para polvos de una manera amplia.

El control de la cantidad de subenfriamiento es prioritario para controlar el tamaño de la partícula para la solidificación puede ser efectiva utilizando un promotor para la formación de fase de nanoequilibrio como un alto refinador de la microestructura con grandes beneficios para el comportamiento mecánico. Incrementando la extensión de subenfriamiento puede extender el rango de fases disponibles para la competencia de nucleación de la aleación y crecimiento. Conforme, un entendimiento de los factores que controlan la extensión del subenfriamiento puede ser ayudado para diseñar la microestructura.

La microestructura y la estabilidad de la fase de las aleaciones Al-Fe son fuertemente influenciadas por la extensión del subenfriamiento durante la solidificación, así como por la concentración de Fe. Por ejemplo, Sobre una solidificación idéntica bajo el contenido de Fe puede resultar mas microestructuras homogéneas y finas partículas primarias Al -Fe.

En adición, el contenido de Fe tiene un efecto relativo con la estabilidad de la fase metaestable Al_6Fe y la fase estable Al_3Fe . Esta bien documentado que dos distintos tipos de microestructuras coexisten en polvos Al-Fe, los cuales han sido designadas como zona A y zona B, respectivamente. La zona A representa un microeutético o estructura microcelular, y la estructura B representa una estructura celular. El origen de la microestructura de estas dos zonas para una inicial estructura celular o dendrítica es interpretado en la base del crecimiento controlado primero por la redistribución del soluto, más la presencia de un alto subenfriamiento puede suprimir o minimizar, la formación de alguna de estas fases primarias. Así el objetivo de esta investigación fue acrecentar la comprensión de los efectos de la solidificación en los resultados de la microestructura y la estabilidad de las fases en las aleaciones Al-Fe.

CAPITULO 1

METALURGÍA DE POLVOS

1.1 INTRODUCCIÓN

El tamaño, la forma y la pureza de los polvos son importantes parámetros para determinar la calidad de los productos obtenidos por metalurgia de polvos. Por eso se han realizado grandes esfuerzos para desarrollar una gran variedad de técnicas para manufacturar los metales o sus aleaciones con las propiedades requeridas. Aunque es imposible fabricar productos en polvos, con un tamaño uniforme, prácticamente consideramos que los polvos tienen una medida pequeña y apropiada para empacar su volumen en una preforma eficientemente. El espacio en un aglomerado de polvo tiene una pequeña relación geométrica con el tamaño de la partícula: la finura del tamaño de partícula, y la pequeñez del espacio. Estos espacios son encintados durante el sinterizado y el compactado. Como el sinterizado es un proceso de difusión controlado se tienen pocos poros y es más fácil tener cintas. Por eso es atractivo hacer materiales por procesos de (MP). Así es también una adicional ventaja: que la energía específica de la superficie de la partícula fina es más grande que otra ordinaria. Y esto proviene de la fuerza tomada del sinterizado. Pero esto también en algunos instantes donde la gran superficie del área resulta una extensa formación de películas de óxido las cuales pueden afectar seriamente las propiedades resultantes de los productos (MP). Relativos polvos ordinarios de alrededor de 100-300 μm de diámetro son preferidos en tales casos.

La forma de los polvos también es un parámetro importante. Algunas aplicaciones tales como filtros porosos especifican una demanda de partículas esféricas donde las partículas irregulares son adecuadas para algunas otras aplicaciones.

Las partículas esféricas son difíciles de compactar y para este proceso se deben usar altas presiones, altas temperaturas, o ambas aplicadas simultáneamente.

En el capítulo II se abordan las propiedades más importantes de los polvos metalúrgicos y cerámicos.

Mientras que los procesos de fundición tienen caminos largos en que intervienen la fusión del metal para dar como resultado metales de alta pureza o aleaciones, seguido de procesos de colada en que se conforman directamente las piezas metálicas o bien en lingotes. En este último caso, siguen procesos de laminación, extruido, forja y cualquier otro tipo de procesamiento. En fin, se tiene una cadena muy larga de eventos y un costo alto de operación para poder llegar a un producto terminado. En la metalurgia de polvos, por el contrario solo se llevan a cabo unas pocas etapas para llegar a una pieza finamente acabada a partir de los polvos en bruto, como materia prima.

La secuencia más común en la consolidación (fusión parcial) de los polvos incluye su compactación dentro de matrices y la sinterización del compactado, la cual requiere un calentamiento a una temperatura inferior del punto de fusión del metal o aleación; se obtiene propiedades físicas, químicas, y mecánicas que pueden ser calculadas previamente con la certeza de que serán obtenidas. La metalurgia de polvos utiliza polvos metálicos que son usados además para elaborar barnices, pinturas y reactivos químicos en la industria, para la elaboración de explosivos y aditivos alimenticios. En el

trabajo pesado se usan para corte, limpieza y para recubrimiento metálico y electrodos de soldadura.

La producción de piezas metálicas por metalurgia de polvos no puede efectuarse a temperatura ambiente porque las piezas resultantes tienen ductilidad y resistencia muy por debajo de las necesarias. Se requiere de una sinterización, ésta puede efectuarse en hornos continuos. En este caso, se tiene ciclos controlados de precalentamiento, calentamiento a altas temperatura y enfriamiento.

El uso de la metalurgia de polvos para la producción de piezas elaboradas a partir de metales sin efectuar una fusión, ha sido importante para el desarrollo de la tecnología para metales refractarios como tantalio, niobio, titanio y zirconio.

La aplicación de la metalurgia de polvos se ha incrementado, se emplea ahora en la elaboración de carburos cementados, herramientas de corte con diamante, brochas metálicas y materiales altamente resistentes a la fricción. En ellos se tiene la conjunción del metal con cerámico, se les ha llamado cermets, son productos de alta temperatura de fusión, no metálicos y metálicos. Un tipo de estos son combustibles nucleares y consisten en una dispersión de un compuesto fisionable, como es el óxido de uranio, carburos y nitruros de uranio; dentro de una matriz metálica.

Las nuevas aplicaciones de la metalurgia de polvos son de gran importancia para el futuro de la tecnología. Por medio de la metalurgia de polvos se ha hecho posible producir estructuras y propiedades que no eran factibles por medio de los métodos convencionales de fusión.

Podríamos seguir hablando de las grandes ventajas que ha traído el desarrollo de este campo metalúrgico, pero como se verá más adelante, las características del proceso

deben ser revisados punto a punto (en este trabajo se hablará de los procesos de solidificación rápida, aunque existen otros medios para formar polvos los cuales se mencionan a continuación).

Los polvos de metal son producidos por una gran variedad de técnicas las cuales incluyen, Métodos Mecánicos, Síntesis Química, Reducción Química, Descomposición Química, Precipitación Química, Electroquímica y Métodos Físicos (Solidificación Rápida). Como se indica en la tabla 1.1.

La selección de la técnica a emplear es un factor determinante para obtener las propiedades deseadas del metal, la aplicación, la densidad de pureza y la economía.

Tabla 1.1.- Procesos usados en la manufactura de polvos (a) Métodos Mecánicos, (b) Reducción Química, (c) Descomposición, (d) Precipitación Química, (e) Electroquímicos, (f) Métodos Físicos

Material	proceso					
	(a)	(b)	(c)	(d)	(e)	(f)
aleaciones de Al						x
Be	x				x	
Co		x				
Cu		x		x	x	x
Aleaciones de Cu						x
Fe	x	x	x		x	x
Acero						x
Mo	x					
Ni		x	x	x		
Aleaciones de Ni						x
Ag					x	x
Ta		x			x	
Sn						x
Ti	x		x			x
Aleaciones de Ti		x				x
W		x				
Zn			x			

1.2 MÉTODOS DE SOLIDIFICACIÓN RÁPIDA.

1.2.1 ATOMIZACIÓN.

La tecnología de los procesos de atomización para la obtención de los polvos metálicos ha generado un alto grado de sofisticación, primero se produjeron polvos de hierro durante la segunda guerra mundial. Ahora se obtienen ya polvos de aluminio, bronce, aceros inoxidable, y aceros de herramientas, incluso polvos de superaleaciones.

La atomización puede definirse simplemente como el rompimiento de un líquido para formar gotas muy finas, típicamente tan pequeñas como de 150 micrómetros. Para partículas más grandes, los procesos se denominan shotting. Normalmente, cualquier líquido es susceptible de ser atomizado. El rompimiento de un flujo metálico líquido por una corriente de agua o gas se llama atomización con agua y gas. El uso de la fuerza centrífuga para producir el rompimiento del líquido se llama atomización centrífuga. Se tiene también la atomización al vacío y la atomización ultrasónica. En la figura 1. 1 se muestra esquemáticamente los diversos métodos de atomización. Las propiedades más importantes de un polvo atomizado, incluyen una distribución efectiva del tamaño de partícula y su distribución. Se puede controlar la forma de la partícula, su composición química y microestructura. Estas propiedades fundamentales determinan subsecuentemente las propiedades ingenieriles como son la densidad aparente, fluidez, resistencia en verde, comprensibilidad, rapidez de sinterización, forjabilidad y tenacidad. A través de ellas, las piezas resultan óptimas para su aplicación en particular.

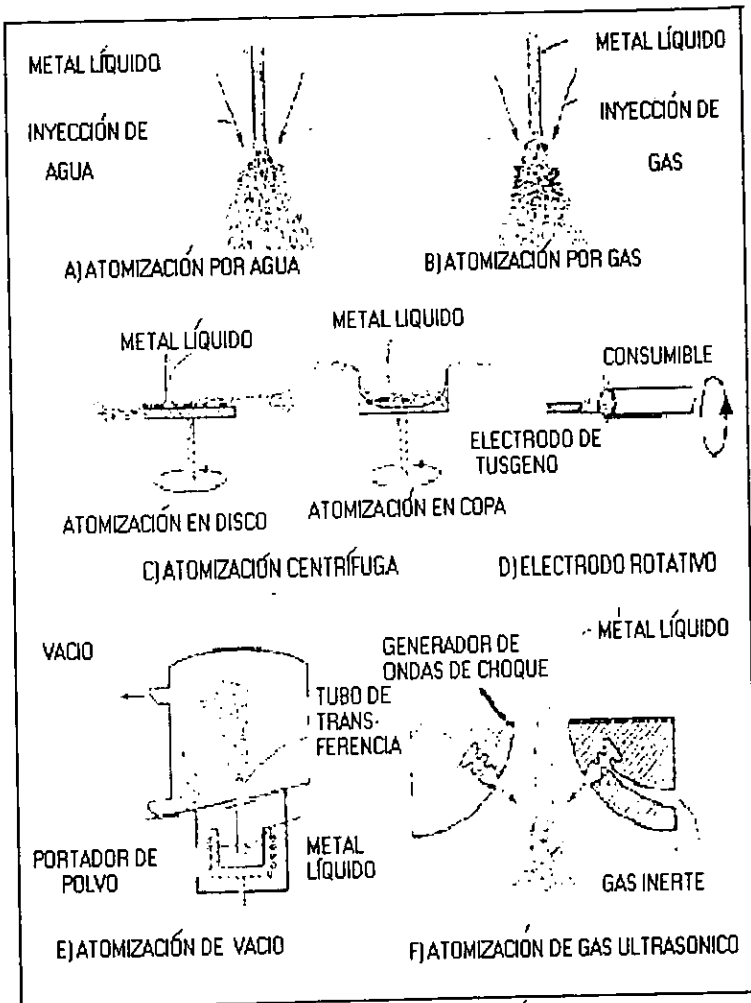


FIGURA 1.1 ESQUEMA DE LOS PROCESOS DE ATOMIZACIÓN

1.2.2 ATOMIZACIÓN CON GAS Y AGUA.

El proceso convencional de atomización con gas y agua se usa para una gran variedad de aleaciones y metales puros. Los polvos resultantes de la atomización con agua presentan ligeras irregularidades en la forma y tienen incluidos una cantidad relativamente alta de óxidos en su superficie. Por otra parte, los polvos atomizados con gas presentan formas más esféricas o de forma redondeada, y de ser atomizado con gas inerte presentan muy bajos contenidos de oxígeno en superficie. Existen obviamente excepciones a cada tipo descrito. Se prefiere normalmente la atomización con agua dados sus altos volúmenes de producción y por ello su menor costo. Los dos procesos son similares en muchos aspectos.

En la figura 1.2 se puede ver un esquema típico de un sistema de atomización por agua. Los componentes generalmente de esta instalación típica, incluyen una zona de fusión, una cámara de atomización y una sección de secado de polvos. En la figura 1.3 se muestra un esquema más detallado de una instalación de atomización para agua y gas. Típicamente, el metal fundido se vacía directamente en un corredor para caer en una distribución, éste asegura una reserva y un flujo uniforme y controlado de metal fundido hasta la tobera del distribuidor. La tobera o boquilla del distribuidor se localiza en la parte inferior, ésta controla la forma y el tamaño del flujo metálico que se desintegra en finas gotas por la alta velocidad del medio atomizante. Las gotas metálicas líquidas se enfrían y solidifican y asientan en la base del tanque de atomización. Este tanque puede ser purgado con un gas inerte para minimizar la oxidación del polvo. En atomización con gas, el polvo puede colectarse como partículas secas y entonces ser enfriadas con agua en la base del tanque. Para atomizar

grandes cantidades de polvo o para efectuar una operación continua, se debe usar un método de enfriamiento en el exterior del tanque de atomización, en su base. Puede implementarse una cámara o lecho fluidizado de enfriamiento de los polvos para prevenir la deformación o rompimiento de las partículas de polvo. En algunos procesos de atomización con gas, especialmente en la producción de polvos metálicos de bajo punto de fusión como el aluminio y el estaño, el metal fundido puede fluir a través de una tobera horizontal o puede ser conducido flujo arriba dentro de una tobera vertical.

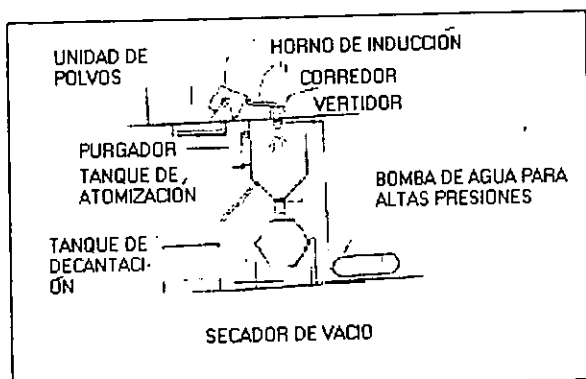


FIGURA 1.2 SISTEMA DE ATOMIZACIÓN DE AGUA

La función de las toberas es el control del flujo y contorno del medio atomizante para prevenir una desintegración eficiente del metal líquido y producir el polvo de propiedades deseadas. Para dar un ejemplo de las variables controladas dentro de la atomización vamos a revisar alguna al azar o mejor a un rango de operación para los polvos metálicos por este proceso.

En la atomización convencional de doble fluido, la rapidez de flujo típica del metal líquido a través de toberas de orificio sencillo alcanza valores de 4.5 a 9 kg/min, el flujo

de agua se encuentra entre 110 y 380 l/min a velocidades de 70 a 230 m/s, con presiones de 5.5 a 21 Mpa. El flujo típico de gas se mantiene en un rango 1 a 14 m³ por minuto, con presiones en el rango de 350 a 8400 kpa. Las velocidades del gas dependen del diseño de la tobera y van desde los 20 m/s hasta velocidades ultrasónicas. La diferencia de temperatura desde el punto de fusión del metal hasta la temperatura de atomización es generalmente de 75 a 150 °C. En atomización con gas usando argón o helio, el costo del gas consumido es bastante elevado.

En las figuras 1.4 y 1.5 se muestran algunos aspectos de diseño y configuración de las toberas para el flujo de metal de gas o agua. En contraste con el estudio profundo a que han sido sujetos los procesos de producción de polvos metálicos, la atomización con agua y gas aún no han sido completamente estudiadas. Aún así, existe una gran variedad de estudios y datos experimentales. Se ha encontrado relaciones empíricas para la imposición de condiciones. En las figuras 1.6 y 1.7 se muestra un modelo para la desintegración de una cortina de metal líquido por medio de un jet con gas a alta velocidad. El inicio de ondas sinuosas, o bien otras deformaciones del flujo, se incrementan rápidamente en su amplitud durante la etapa I; posteriormente sigue una fragmentación para formar ligamentos en la etapa II. El rompimiento de los ligamentos en gotas se presenta en la etapa III.

En datos recientes se sugiere que la atomización puede incluir la formación de partículas en forma de membrana altamente irregulares. Sin embargo, para la atomización por gas y agua se considera la existencia de cinco etapas o estados generales. En las figuras 1.6 y 1.7 se muestran tales etapas. En la primera etapa se

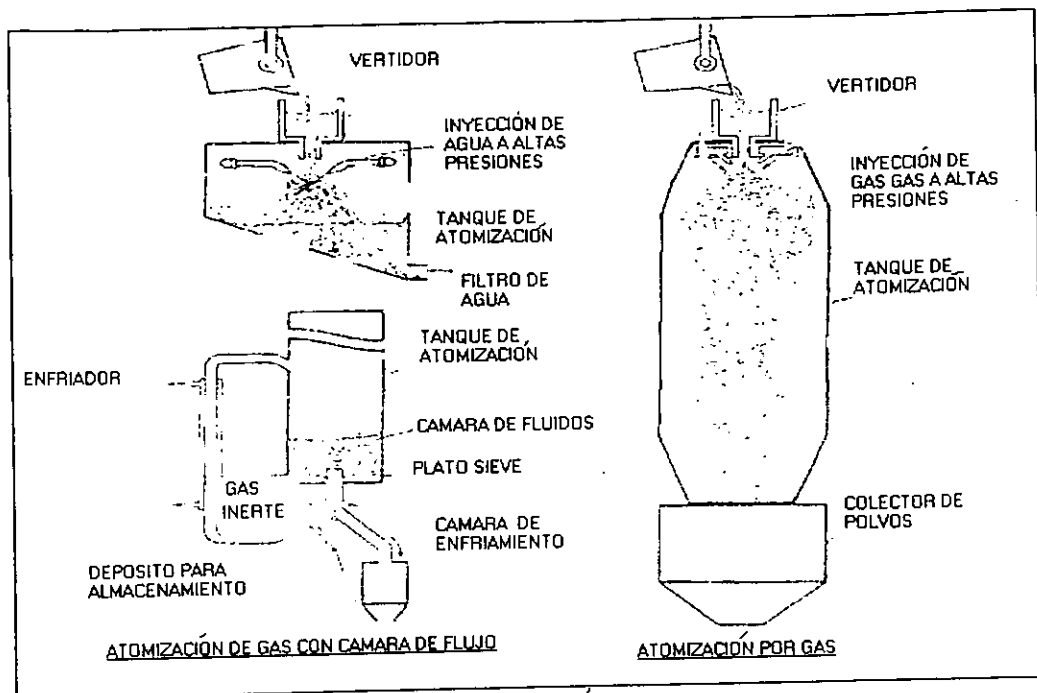


FIGURA 1.3 ESQUEMAS DE LOS PROCESOS PARA ATOMIZACIÓN DE GAS Y AGUA

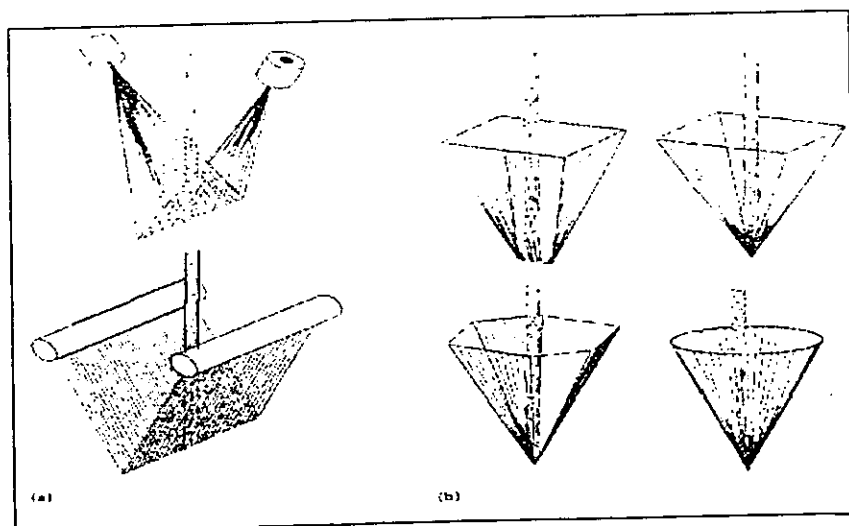


FIGURA 1.4 . CONFIGURACIÓN DE INYECCIÓN DE AGUA Y GAS

Gas atomization: (a) Mannesmann process design (Ref 2). (b) Thomson design (Ref 3).
 (c) Noeser design (Ref 4). (d) Probst design (Ref 5). Water atomization: (e) Batten design (Ref 6).
 (f) Winsatrom design (Ref 7)

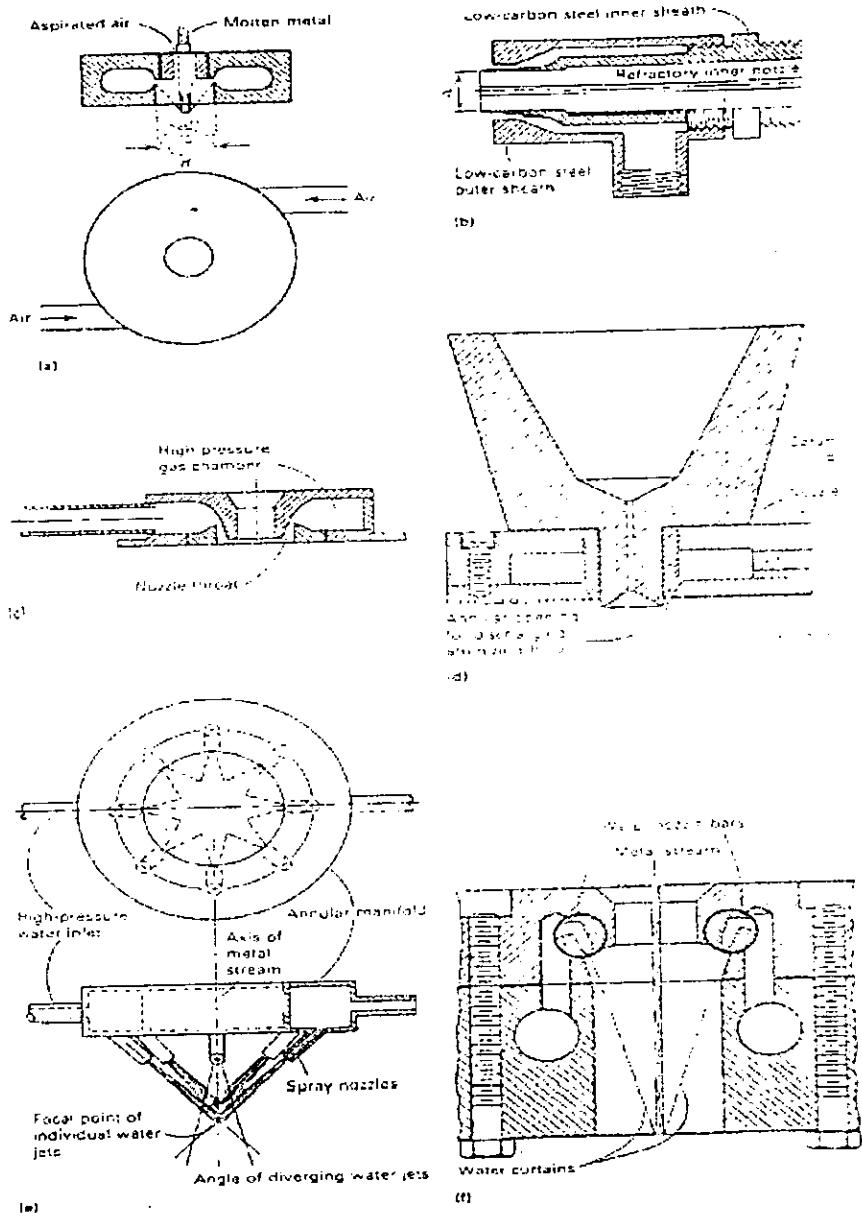


FIGURA 1.5.- DISEÑO DE TOBERAS PARA LOS PROCESOS DE ATOMIZACIÓN

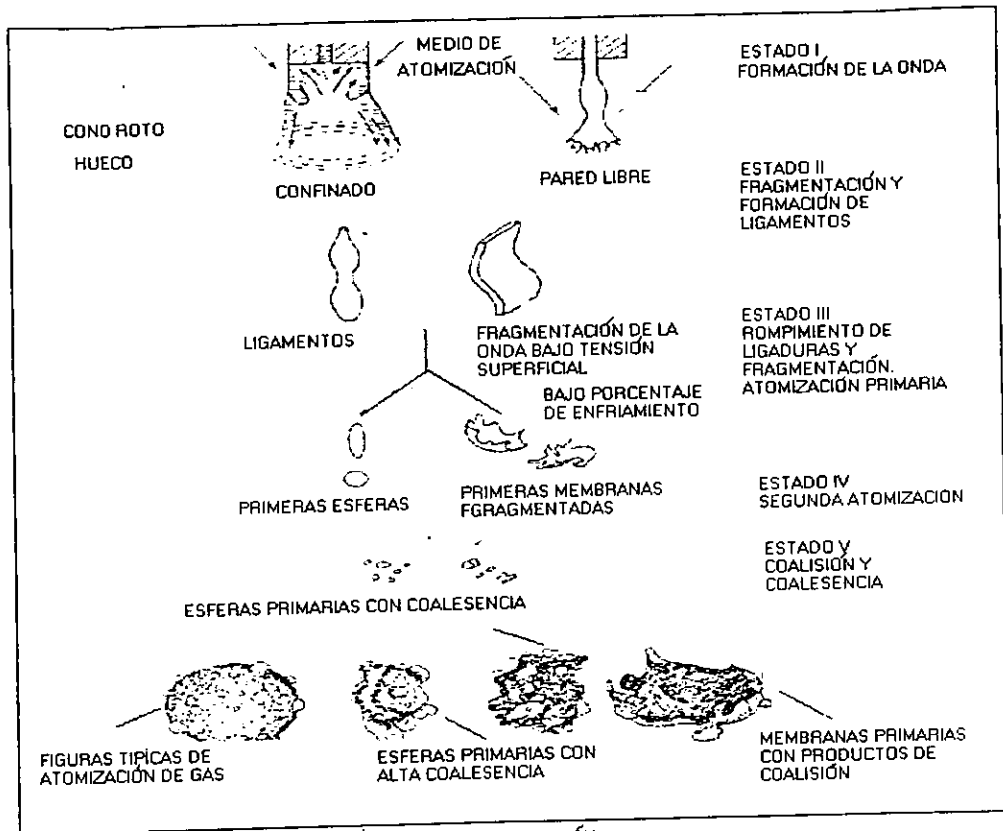


FIG 1.7 FORMACIÓN DE LAS PARTÍCULAS PARA ATOMIZACIÓN

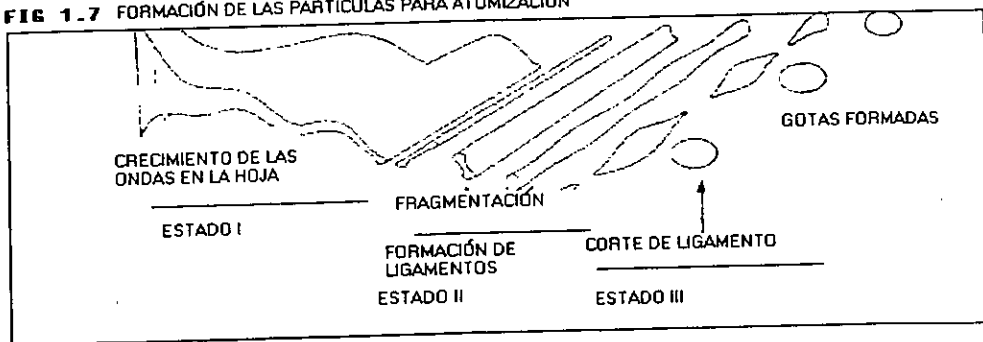


FIGURA 1.6 MODELO DE LA DESINTEGRACIÓN DE LA HOJA

forman ondas o imperfecciones en el flujo del metal líquido. En la segunda etapa se fragmentan las ondas en ligamentos debido a las fuerzas involucradas que iniciaron el desorden en la etapa inicial. En una tercera etapa se rompen los ligamentos en gotas (atomización primaria); se presentan partículas de forma regular de alta tensión superficial y baja velocidad de enfriamiento. Se forman a su vez partículas de forma irregular de baja tensión superficial y alta velocidad de enfriamiento. En la cuarta etapa se forman partículas de tamaño menor (atomización secundaria). En la etapa final las partículas sufren coaliciones.

Una de las primeras y más conocidas correlaciones empíricas para el tamaño promedio de las partículas es la siguiente:

$$d_o = 585 \cdot S^{0.5} / (V(P^{0.5})) + 597 \cdot u^{1/2} / (sp)^{1/2 \cdot 0.45} \cdot 1000 (Q_1/Q_a)^{1.5} \quad (1.1)$$

Donde:

d_o = Es el diámetro de las gotas en micrómetros.

ρ = Es la densidad del líquido en g/cm^3

s = Es la tensión superficial del líquido en dina /cm

u = Es el coeficiente de viscosidad del líquido en dina s/ cm^2

v = Es la velocidad relativa entre el aire y el líquido en m/s

Q_1 y Q_a = Son la rapidez del líquido y el aire respectivamente.

La validez de la ecuación anterior ha sido probada extensamente y es válida para velocidades ultrasónicas.

La ecuación de Lubanska es una típica correlación empírica común usada para la atomización de metales la cual presenta que la masa media de los polvos (D_M o d_{50}) es

inversamente proporcional al flujo del gas - liquido, J_g/J_l , como se muestra en la ecuación siguiente:

$$D_M/D_o = Ka (v_l / v_g We (1 + J_l / J_g))^{0.5} \quad (1.2)$$

$$We = V_g^2 \rho_l D_o / \gamma_l = \text{Número de Weber} \quad (1.3)$$

Donde:

D_o = Es el paso del diámetro del liquido

Ka = Constante experimental

v_l y v_g son la viscosidad cinemática del liquido y el gas atomizante

ρ_l = densidad del liquido

V_g = la velocidad del gas.

γ_l = Fuerza de tensión superficial

En la práctica, para un diseño dado de tobera de gas, y un tamaño considerado, el tamaño promedio de la partícula se controla mediante la presión de atomización del medio. La velocidad en la tobera alcanza velocidades normalmente de 300 m/s, en la región cercana a la tobera. Consecuentemente, la cantidad de gas o de flujo de gas depende de la presión y temperatura del gas mismo. Para condiciones ideales y una velocidad cero en el lado de la entrada de la tobera, el flujo de la tobera, el flujo del gas esta dado por la ecuación:

$$A = a \frac{2}{(K+1)^{K+1/2K-1}} p (2g)^{1/2} / (RT)^{1/2} \quad (1.4)$$

Donde:

A = Es la sección transversal de la salida de la tobera de gas

K = Es la relación de calores específicos del gas a presión constante

a = Es el volumen constante (C_p/C_v)

p = Es la presión del gas de reserva

T = Es la temperatura

R = Es la constante de los gases

g = Es la aceleración de la gravedad.

A = Es el flujo de gas.

Cuando un fluido comprensible pasa a través de una tobera, se presenta una caída de tensión y consecuentemente un incremento en su velocidad de flujo. Si la presión desciende suficientemente, el flujo puede diverger. Las toberas para velocidades ultrasónicas deben cubrir como requisito la mínima sección posible. En atomización por agua, la velocidad y el flujo son proporcionales a la raíz cuadrada de la presión del agua.

En la figura 1.8 se presentan datos experimentales referidos a la presión del agua (p) con el diámetro de la partícula (d_m) sobre un rango amplio de presiones. Algunos datos marcan una línea recta en una gráfica semilogarítmica del tamaño de partícula promedio contra la presión de atomización para polvos atomizados por gas o por agua. Además de las relaciones que se han presentado, se sabe que el tamaño de partícula decrece con el incremento en el ángulo de salida alfa, como el ángulo formado entre el eje de salida y los jets del aire.

El incremento en la temperatura produce un tamaño de partícula pequeño, algunas veces el efecto es insignificante. Se produce partículas muy pequeñas al minimizar las distancias de los jets y maximizando la presión del gas.

Con el estudio a partir de método matemático en la computadora, se ha elaborado nuevos estudios para el análisis cuantitativo del tamaño de partícula de forma más accesible y fidedigna el estudio de tamaño de partícula de los polvos metálicos requiere del conocimiento de las velocidades de enfriamiento que operan en la realidad. En la

figura 1.9 se muestran la relación entre la velocidad de enfriamiento para el tamaño de partícula a través de los brazos dendríticos para distintas formas de atomización. Usualmente, las velocidades de enfriamiento para la atomización con agua son dos órdenes de magnitud mayores que para la atomización con gas. La rapidez de enfriamiento puede ser calculada a partir de mediciones de los espaciamientos dendríticos secundarios, obviamente, a menor espaciamiento se tendrá una velocidad de enfriamiento más severa. En la atomización, las tensiones superficiales tienden a esferoidizar una gota de forma irregular. Una vez que la gota se aleja de la zona de máxima turbulencia, el efecto de la fuerza de tensión superficial empieza a funcionar para esferoidizar, a pesar que la viscosidad se va incrementando gradualmente conforme procede a la disminución de temperatura hasta la solidificación. El tiempo de esferoidización es mucho más pequeño que el tiempo de enfriamiento. Si el tiempo de esferoidización fuese largo, las partículas tenderían a adoptar formas irregulares.

La forma de la partícula de un polvo de cobre atomizado con agua se presenta en formas más irregulares se adiciona pequeñas cantidades de ciertos elementos como son el magnesio, titanio, litio o calcio. Estas tienden a disminuir la tensión superficial del cobre líquido, generalmente se adiciona antes de la atomización. En la figura 1.10 se presentan este efecto. De acuerdo con las ecuaciones que presentamos anteriormente, esta disminución en la tensión superficial de las partículas incrementan el tiempo de esferoidización y entonces, resulta en una mayor cantidad de partículas de forma irregular.

En muchos polvos obtenidos por atomización, la forma de la partícula tiende a ser esférica para tamaños menores.

Otro factor determinante es la presencia de coaliciones durante la atomización, particularmente durante la atomización con agua. Sin embargo, este fenómeno no ha sido considerado en la mayoría de las investigaciones acerca del comportamiento de los polvos.

Las altas velocidades de enfriamiento obtenidas por la atomización, combinando con las nuevas técnicas de consolidación o compactación, han desarrollado nuevas aleaciones. En ellas se ha reducido la segregación, se ha obtenido estructuras muy refinadas y se ha incrementado la solubilidad. Lo anterior redundará por ejemplo en la mejora de la resistencia a la fatiga y al impacto.

Durante la atomización con agua, muchos de los metales que reaccionan con ella tienden a formar óxidos y gas hidrógeno.

La oxidación se incrementa generalmente con la temperatura de la superficie del metal líquido y depende del tamaño de la partícula. Normalmente se encuentra que el 80 % del oxígeno perdido se encuentra en la superficie de la partícula. Normalmente se encuentra que el 80 % de oxígeno perdido se encuentra en la superficie de la partícula, mientras que el restante se introduce al seno de la partícula. Se presenta en forma de óxido o bien incluido. Es por ello que la atomización con agua y gas no se usan para metales muy reactivos, como son el titanio y superaleaciones. La atomización con agua puede ser usada para atomizar ciertos aceros inoxidables y aceros de herramientas de alta velocidad, por que las películas de óxido formadas pueden ser eliminadas durante su posterior sinterización.

Las características microestructurales para los polvos obtenidos por atomización con gas y agua varían en un rango desde las formas amorfas, cristalinas fina y dendrítica. La

colisión entre las gotas líquidas y las partículas solidificadas que les rodean pueden producir altas velocidades de enfriamiento.

En los casos en que se presentan precipitados durante el enfriamiento de ciertos metales, estos se encuentran distribuidos uniformemente y son pequeños en comparación a los mismos precipitados obtenidos por la fundición del mismo metal.

Los polvos que resultan de la atomización con gas, pueden contener pequeñas cantidades de gas atomizante dentro de las partículas individuales, lo cual causa microporosidades. Este gas se origina del atrapamiento mecánico que ocurre cuando las partículas se enfrían durante la atomización. Esta tendencia puede ser minimizada por la reducción del número de colisiones, o por el uso de método de atomización en los cuales el mecanismo de colisión no sea un factor significativo. Esto es por medio de la atomización centrífuga, al vacío o por el proceso de electrodo rotativo.

1.2.3 PROCESO DE ELECTRODO ROTATIVO.

El proceso de electrodo rotativo es un método para producir polvos metálicos, en el se funden una sección de una barra metálica y al ser girada sobre su eje, expelen gotas que solidifican en forma esférica. El proceso básico se muestra en la figura 1.11, en ella la fusión se efectúa por medio de un arco eléctrico. El proceso de electrodo rotatorio se ha desarrollado hasta un estándar que consiste en un tanque de 2440 mm de diámetro y en él que se genera los polvos. Este tanque se encuentra montado con su sección plana circular en posición vertical.

Es necesario sostener una rotación del ánodo exactamente controlada y sostenida, para obtener la distribución de tamaños de la partícula deseada. El diámetro de las gotas de

un metal fundido está determinado por parámetros como la tensión superficial del metal líquido, las fuerzas centrífugas, y la aerodinámica de la trayectoria de la gota a través de la atmósfera inerte. La ecuación siguiente se usa para obtener un valor aproximado de la media del tamaño de partícula. En la ecuación, la fuerza centrífuga de una gota, se balancea por la fuerza de tensión superficial, causando que la gota se adhiera sobre la cara del electrodo.

$$d = (3.464 / w)(g/pD)^{0.5} \quad (1.5)$$

Donde:

d = Es el diámetro de la gota

w = Es la rapidez de rotación en radianes/s

g = Es la tensión superficial;

p = Es la densidad de la aleación en forma de polvo

D = Es el diámetro del electrodo.

Una gráfica del % acumulado negativo contra tamaño de malla se ve en la figura 1.12

En dicha figura se observa el efecto sobre la velocidad de rotación, y el tamaño medio de la partícula d_{50} puede aproximarse como:

$$d_{50} = K / (w(D)^{0.5} \quad (1.6)$$

Donde :

w = Es la velocidad de rotación.

D = Es el diámetro del electrodo.

K = Es una constante que depende del tipo de aleación para un rango limitado de potencia del arco eléctrico.

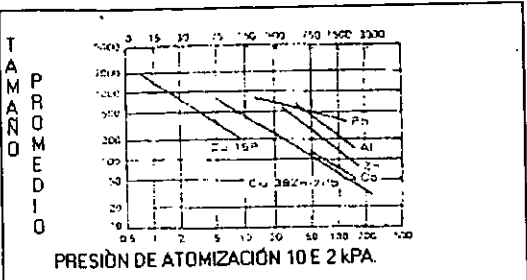


FIGURA 1.18 ESPACIADO DENTRITICO CONTRA PORCENTAJE ENFRIADO PARA ALEACIONES DE AL.

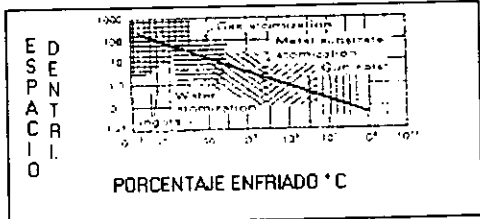


FIGURA 1.18 ESPACIADO DENTRITICO CONTRA PORCENTAJE DE ENFRIAMIENTO PARA ALEACIONES DE ALUMINIO

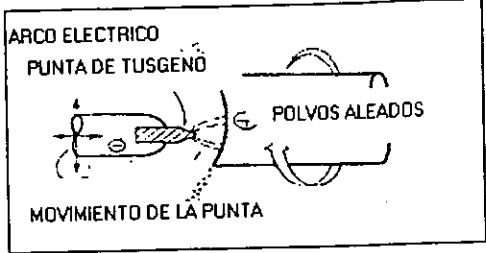


FIGURA 1.13 ESQUEMAS DE LOS PROCESOS DEL ELECTRODO ROTATIVO

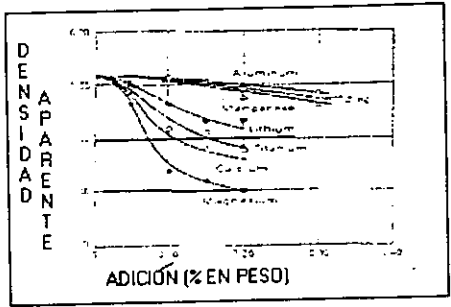


FIGURA 1.11 EFECTOS DE LA ADICIÓN EN LA DENSIDAD APARENTE DE METALES DE FUNDICIÓN DE COBRE

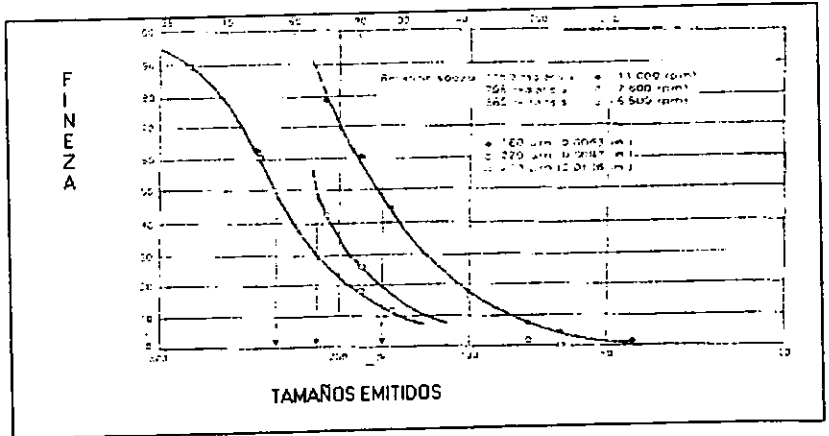


FIGURA 1.14 GRAFICO DE DISTRIBUCIÓN DE ACUMULADOS DE LOS TAMAÑOS DE PARTÍCULA

Es posible preseleccionar las condiciones de potencia para obtener la distribución del tamaño de partícula deseados para la mayoría de los materiales. De gran importancia viene a ser el comportamiento de las partículas ante la fuerza aerodinámicas que imperan dentro de la cámara. De estas fuerzas depende la forma de la partícula, que deseamos sea esférica. Algunos investigadores han demostrado que se puede obtener una distribución bimodal del tamaño de partícula cuando ocurre un mecanismo de separación de pequeñas gotas que se separan del electrodo en forma de cascada que finalmente rompe en finas gotas.

Los polvos metálicos de forma esférica pueden elaborarse por el proceso de electrodo rotatorio o por atomización con gas, pero no son convenientemente compactados por prensado en frío. De esta forma, los polvos esféricos son usados en aplicaciones especializadas donde la consolidación (de las partículas), se realizan por prensado isostático en caliente u otro procesamiento a alta temperatura, en los cuales las cavidades inter partícula sean más efectivamente cerrados. Estas partículas fluyen de mejor forma en moldes de forma compleja y puede ser dispuestos para asumir una densidad reproducible para estandarizar las condiciones que lleva a obtén las piezas terminadas.

Los procesos de electrodo rotatorio y plasma reúnen ciertas ventajas sobre otros procesos de elaboración de polvos. Por ejemplo, las aleaciones de titanio se producen óptimamente por este método, debido a la naturaleza corrosiva del titanio fundido y su dificultad de contención o resguardo. Otra característica es el lograr composiciones muy precisas y de una limpieza extrema. Las partículas ajenas al sistema son controladas de la mejor manera. Se obtiene una distribución de tamaños de partículas tan estrecho

como el obtenido por atomización con gas. Se obtiene partículas decididamente esféricas pero deben trabajarse en prensa isostática caliente.

1.2.4 ATOMIZACIÓN AL VACÍO.

La atomización al vacío consiste en la fusión del metal en presencia de una súper saturación de gas a presión y su súbita exposición al vacío; Entonces, el gas se expande saliendo de la solución causando que el metal líquido sea atomizado. Se pueden atomizar con hidrógeno aleaciones de níquel, cobre, cobalto y hierro, para formar polvos. Se obtienen partículas esféricas limpias y de alta pureza en comparación a otros métodos de obtención de polvos.

En la figura 1.13 se ve un esquema del equipo usado en atomización al vacío. Generalmente se tienen dos cámaras, una sección inferior de fusión inducida al vacío, y en una sección superior un tanque de recolección de los polvos. Como se mencionó anteriormente, el polvo se produce mediante la saturación de un gas inerte y soluble dentro del metal líquido. La concentración del gas inerte y soluble dentro del metal líquido. La concentración del gas en el líquido se incrementa con la presión del gas sobre él. Este fenómeno ofrece la energía requerida para dispersar al metal fundido y convertirlo en finas gotas.

El uso de un gas diatómico como el hidrógeno incrementa la atomización. Ya que al evolucionar el hidrógeno a partir de la solución en el metal fundido, se libera una gran cantidad de energía debido a la recombinación de los átomos de hidrógeno. Esta energía es suficiente para dispersar el flujo de metal y elevar la temperatura de atomización del plasma. El calentamiento de la interfase hidrógeno / metal disminuye

la tensión superficial de las gotas, produciendo así partículas finas de polvo. Una ventaja adicional es la disminución del contenido residual del gas no reactivo cuando se usa una combinación de argón e hidrógeno.

Generalmente se obtiene densidades aparentes del 65 % al 72 % dependiendo de la aleación y tamaño o número de malla.

La mezcla de gas y metal fundido durante la atomización da como resultado la solidificación y el enfriamiento rápido de las partículas. Las microestructuras obtenidas muestran un crecimiento celular o microcristalino debido a las altas velocidades en enfriamiento mencionadas.

Dentro de las ventajas del método se tiene una alta velocidad de flujo metálico que reduce la exposición al tubo de transferencia cerámico, es decir que se reduce la contaminación del polvo. Entre las aplicaciones, se encuentran aquellas en que se requiera superplasticidad o en formas complejas.

1.2.5 ATOMIZACIÓN POR DISCO ROTATORIO.

La atomización por disco rotatorio involucra la incidencia de un flujo de metal fundido sobre la superficie de un disco que rota a alta velocidad. El metal líquido se atomiza mecánicamente y lanzando fuera del disco. La solidificación ocurre instantáneamente y puede ser mejorada haciendo pasar un flujo de helio a contra corriente respecto a las partículas. Se obtienen polvos de forma esférica y su diámetro disminuye al incrementar la velocidad del disco. Las velocidades de solidificación son tan altas como de 1000 a 1000000 °C/s

Los polvos resultantes se usan frecuentemente en las piezas aeroespaciales, la operación se realiza al vacío o bajo una atmósfera inerte. La consolidación hasta la densidad teórica se realiza con extrusión en caliente.

Conforme la rapidez de solidificación se incrementa, el tiempo para que se efectúe disminuye. El grado de segregación química y la tendencia a formar precipitados masivos se reduce y por otra parte, el espaciamiento inter dendrítico y tamaño de grano se hace fino. La solubilidad de los elementos aleantes en estado sólido también se incrementa y se pueden formar nuevas fases.

La secuencia típica seguida consta de la fusión del metal bajo una atmósfera de vacío y por inducción. Cuando el grado de sobrecalentamiento se alcanza, se introduce helio y se hace girar el disco. La fuerza impartida sobre el fluido lo desintegra en gotas que se templan hasta el estado sólido. Durante la operación se sostiene un flujo cruzado de helio que actúa como variable que regula la velocidad de solidificación. El polvo resultante cae en un colector o bien es transportado por gas hasta ciclones que separan los polvos. En las figuras 1.14 y 1.15 se muestran esquemáticamente la operación.

La velocidad de enfriamiento obtenida bajo convección forzada depende de muchos factores como son, las propiedades térmicas del fundido y gas de enfriamiento, el tamaño de las gotas y la temperatura y velocidad relativas de las gotas y enfrente.

La rapidez de producción de polvos ha alcanzado ya los 1000 (kg / h).

1.2.6 PROCESO DE SOLIDIFICACIÓN ULTRA-RAPIDA.

Este proceso es nuevo ya ha hecho posibles una enorme flexibilidad en el control de las propiedades de los materiales gracias al control de micro estructuras y composiciones.

En este se alcanzan velocidades de enfriamiento de $1,000,000 \text{ } ^\circ \text{C} / \text{s}$ o mayores. Mediante estas velocidades, se suprime el efecto difusional permitiendo la obtención de fases metaestables, homogeneidad química y súper saturación en solución sólida; se forman fases microcristalinas metaestables y fases amorfas. Los equipos disponibles para obtener estas velocidades de enfriamiento, se basan en mecanismos de transferencia de calor por convección y/o conducción. Los sustratos aptos debido a su alta conductividad térmica señalan principalmente al cobre como óptimo. En el proceso de bloque - frío, un jet de metal líquido sale a través de un orificio circular y se produce una solidificación rápida cuando el jet incide sobre el borde de un sustrato sólido enfriado con agua. Se forman cintas de algunos milímetros y de 25 a 50 micrómetros de espesor. La producción de cintas de dimensión uniforme requiere de un buen control del flujo del metal líquido y la formación de un charco líquido estable en la superficie del sustrato móvil. Dentro de los procesos que usan la convección, los más usados son la atomización ultrasónica y la atomización centrífuga. En la primera, se fabrican o atomizan gotas fundidas que son enfriadas rápidamente por convección en un medio gaseoso. La desintegración del flujo de metal fundido se produce por un choque alcanzando velocidades de hasta Mach 2 a rangos de frecuencia de 60 a 120 Khz. Las partículas formadas son menores a 30 micrómetros. Las gotas finas solidifican convectivamente bajo altas velocidades de enfriamiento. Se usan comercialmente para la producción de aleaciones de bajo punto de fusión como las de aluminio. En cuanto a la atomización centrífuga, se usan flujos de gas a 1 Kg/s y transporta el atomizado que solidifica rápidamente en un ciclón de separación de polvos: Por este método se alcanzan propiedades como alta resistencia a la fatiga y a la corrosión.

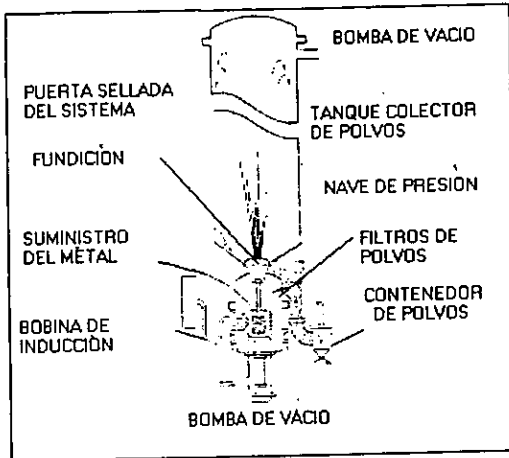


FIGURA 1.15 ESQUEMA DE LOS PROCESOS DE ATOMIZACIÓN AL VACÍO

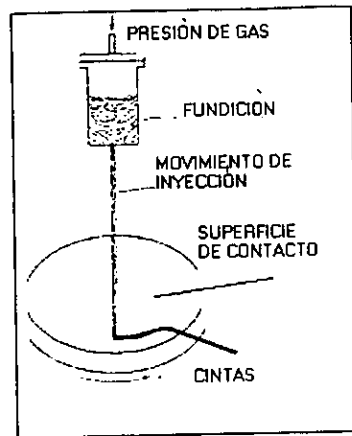


FIGURA 1.16 ESQUEMA DEL PROCESO DE DISCO ROTATORIO

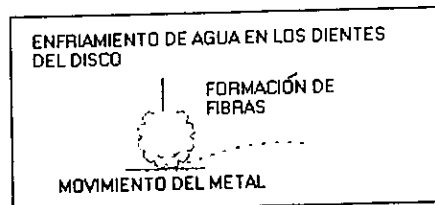


FIG 1.17 ESQUEMA DEL PROCESO DE EXTRACCIÓN DEL METAL PRESENTANDO LA FORMACIÓN DE FIBRAS BÁSICAS.

CAPITULO II.

PROPIEDADES Y CARACTERÍSTICAS DE LOS POLVOS METALURGICOS.

2.1 INTRODUCCIÓN

Las propiedades de los polvos en su forma inicial determinan en la mayoría de las ocasiones las propiedades de la utilización final de estos. Es esencial una comprensión apropiada del papel que juegan las propiedades de los polvos en los procesos de la pulvimetalurgia y aplicar métodos convenientes para una caracterización cuantitativa, por lo menos de las más importantes propiedades.

2.2 TERMINOLOGÍA.

Los polvos pertenecen a un sistema disperso, el cual es un arreglo de materia que consiste de por lo menos una fase dispersa y un medio continuo cercano. La fase dispersada consiste de un número de elementos individuales, las partículas. El sistema disperso es usualmente caracterizado por una descripción cualitativa de los elementos dispersos individuales, por la cualificación de la partícula y la caracterización estructural del sistema.

En los polvos metálicos o cerámicos, una variedad de la partícula o elementos dispersos puede aparecer. La terminología común de la metalurgia de polvos para la descripción de estos elementos se da en la figura 2.1. El término partícula del polvo siempre simboliza las partículas primarias, que no son desarrolladas por la aglomeración de otras partículas pero forman directamente partículas individuales

durante el proceso de la producción. Estas partículas pueden ser amorfas o cristalinas. Las partículas cristalinas son monocristalinas o consiste de varios cristales o granos (policristalinas). Los polvos policristalinos pueden ser simples o tener fases múltiples. Las partículas de polvo pueden formar partículas secundarias o aglomeradas, así desplegadas en la figura 2.1. En el proceso de metalurgia de polvo, la aglomeración frecuentemente ocurre inconscientemente, pero también puede producirse intencionalmente por fases controladas. Estos aglomerados se definen como partículas sólidas formadas de otras partículas. Esta definición es independiente de la naturaleza de las fuerzas atractivas que ocasionan el aglomerado de las partículas primarias. A veces el término aglomerado se restringe a la unión débil entre las partículas primarias. La aglomeración fuertemente unida se llama agregado.

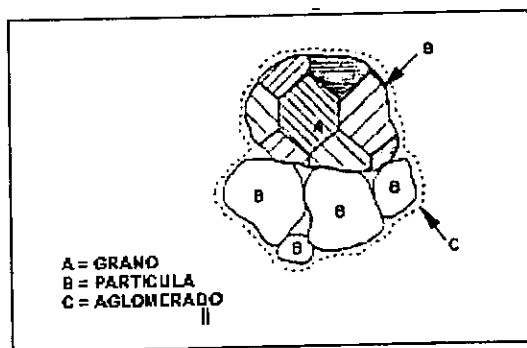


Figura. 2.1.-Terminología comúnmente utilizada para los elementos de los polvos.

Las características de la partícula son propiedades que se obtienen para los elementos dispersos los cuales tienen una secuencia acorde con estas. La característica de la partícula más importante es su fineza, además de la dimensión geométrica de la partícula y sus proyecciones. Cada propiedad física puede

relacionar las dimensiones por medio de una simple función que puede ser utilizada, algunos ejemplos son: la masa de la partícula, la velocidad, etc. El tamaño de la partícula es una característica, y siempre está relacionada con la dimensión de la longitud. El rango del tamaño de la partícula de polvos metálicos y cerámicos es de un μm hasta varios cientos de μm . El rango menor que $40\ \mu\text{m}$ es el rango por debajo del cual pequeñas partículas no pueden ser cuantificadas por el método sieving. El rango mayor que $40\ \mu\text{m}$ es por consiguiente el rango medible del sieving. Si las propiedades de las dimensiones físicas son medibles, las partículas son a menudo tomadas como esferas y el tamaño de la partícula se define como el diámetro equivalente de una esfera con las mismas propiedades físicas. Los ejemplos son el diámetro de volumen que representa el diámetro de una esfera con el mismo volumen que la partícula bajo consideración, el diámetro de la superficie (esfera con la misma superficie), el diámetro de Stokes (esfera con misma densidad y la proporción establecida en un campo fluido Stokes), y el diámetro del barrido electrónico (esfera con misma intensidad en el barrido electrónico). Aunque, semejantes diámetros ignoran la forma.

La forma de la partícula es por consiguiente importante. Según normas nacionales e internacional, términos como nodular, dentritica, acicular, fibrosa, escamosa, esferoidal, angular, irregular, y granular se usa para una caracterización cualitativa simples de la forma de partícula de los polvos. La figura 2.2 muestra algunos ejemplos típicos. Para la caracterización cuantitativa, se aplican normalmente los factores de forma y se representan por unas relaciones de características lineal, de dos o tres factores dimensionales o los parámetros tridimensionales (el aspecto del porcentaje).

La característica estructural describe los arreglos tridimensionales de los elementos dispersos en el sistema. Estos no son de importancia en el volumen del polvo pero

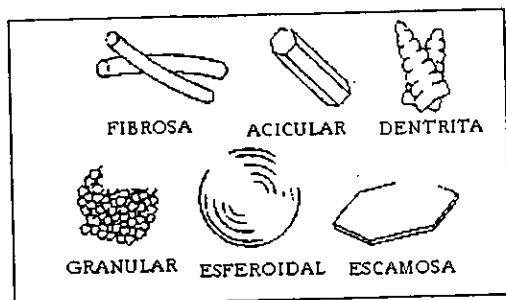


Figura. 2.2.- Caracterización cuantitativa de la forma de los polvos.

son de relevancia para las suspensiones que son dispersiones de polvo en un líquido.

2.3 DISTRIBUCIÓN DEL TAMAÑO DE LA PARTÍCULA.

2.3.1 ASPECTOS PRINCIPALES.

Para un número de igual tamaño de las partículas esféricas o cúbicas, las características del tamaño de la partícula simplemente son dadas a través de una medición. Las partículas individuales normalmente difieren en formas y dimensiones. Las partículas formadas se desvían significativamente de la geometría ideales arriba expresadas. Las características del tamaño de polvo tienen que ser tratadas por consiguiente bajo dos aspectos; primero, el significado real del parámetro del tamaño determinado, segundo la distribución estadística de estos parámetros que tiene que representar el número total de partículas en el polvo.

El parámetro del tamaño sólo es idéntico en casos excepcionales con una dimensión lineal real de las partículas. La mayoría de los métodos para medir el tamaño de la

partícula en campo dependen del tamaño de las propiedades físicas de la partícula. Esta propiedad se relaciona entonces con una dimensión lineal. Por ejemplo, el diámetro del sieving es la longitud de la abertura cuadrada mínima a través de la cual pasará una partícula. La partícula podría ser una esfera que corresponde al diámetro de esta apertura. La tabla 2.1 da una apreciación global de algunas definiciones importantes de tamaño de la partícula. Ampliamente usado es el diámetro esférico equivalente. El diámetro esférico equivalente es el diámetro de una esfera con las mismas características correspondiente con respecto a la propiedad dada de una partícula.

En algunos casos las propiedades, las cuales son estimadas por diferentes métodos de análisis del tamaño de partícula son directamente relacionadas con parámetros geométricos simples, (ancho, superficie, volumen). Aquí, la longitud, superficie o diámetro de volumen son parámetros convenientes. Para un cubo unitario, d_s se vuelve 1.38 y d_v se vuelve 1.24 veces la longitud del borde. En otros casos, la propiedad de medición depende de una combinación de estos parámetros geométricos que también puede formularse exactamente. Éste es el caso. Para el diámetro de Stoke, el cual representa el diámetro de una esfera de la misma densidad y la misma velocidad de caída libre en un número de fluido de Reynold debajo de 0.2. En muchos casos, no es posible una correlación cuantitativa exacta, como ya mencionó para el diámetro sieve. Los mismos principios son aplicados para el diámetro de caída libre, si el número de Reynolds excede 0.2, como el movimiento de la partícula ya no ocurre con orientación al azar bajo tales condiciones. Las características del tamaño de partícula estimadas por métodos analíticos diferentes pueden diferir por consiguiente substancialmente, por lo menos

en algunos parámetros.

En orden para calcular la distribución estadística del parámetro del tamaño, es necesario caracterizar estadísticamente las muestras representativas del polvo. Las características del tamaño pueden representarse entonces como función de la distribución. Estas funciones de la distribución representan el porcentaje de cantidad de partícula que pertenece a la clasificación según el tamaño del parámetro z_i . Se formulan proporciones de cantidad como la distribución acumulativa $Q(z_i)$, o distribución de frecuencia $q(z_i)$ (figura.2.3). La proporción de cantidad normalizada de partículas más pequeñas que el tamaño del parámetro z_i está dada por $Q(z_i)$, como sigue:

$$Q(z_i) = \frac{\text{cantidad proporcional } (z_{\min} \dots z_i)}{\text{cantidad total } (z_{\min} \dots z_{\max})} \quad (2.1)$$

La distribución de la frecuencia $q(z_i)$ se define como la fracción dentro de un tamaño de clase dividida por el ancho de clase.

$$q(z_{u,i}; z_{l,i}) = \frac{Q(z_{u,i}) - Q(z_{l,i})}{z_{u,i} - z_{l,i}} \quad (2.2)$$

Si se obtiene la diferenciada $Q(z)$, entonces:

$$q(z) = \frac{dQ(z)}{dz} \quad (2.3)$$

Generalmente en estadísticas, sólo se usa el número de distribución Q_o o q_o . En el análisis del tamaño de partícula, se utilizan grupos de clases y depende de los

datos medidos. El número de distribución es un método para medir los datos obtenidos por microscopía. Existen otros tres tipos de distribución, la longitud (Q_1, q_1); superficie (Q_2, q_2), y el volumen (Q_3, q_3). En el análisis sieving, por ejemplo, la cantidad medida es la masa de la partícula de una clase dada, que es proporcional a su volumen. Por consiguiente se presentan los resultados de sieving como distribuciones de masa.

Es posible una transformación matemática de una cantidad en otra. Para este propósito se requiere, el llamado Momento $M_{k,r}$ de las distribuciones. El índice de las posiciones de k para la dimensión del tamaño z característico. El índice que r corresponde al tipo de cantidad escogido Q_r o q_r . $M_{k,r}$ esta dado por:

$$M_{k,r} = \int_{Z_{\min}}^{Z_{\max}} z^k \times q_t(z) \quad (2.4)$$

Puede ser derivada cualquier distribución de frecuencias para una distribución $q_t(z)$ por medio de:

$$q_r(z) = \frac{z^{r-1} \times q_t(z)}{M_{(r-1),t}} \quad (2.5)$$

Por ejemplo, si tiene que calcularse el volumen distribución q_3 para el número de distribución q_0 , la ecuación (2.5) nos da:

$$q_3(z) = \frac{z^3 \times q_0(z)}{M_{3,0}} \quad (2.6)$$

El momento de una distribución también es un parámetro conveniente para otras operaciones matemáticas. El promedio del tamaño de la partícula z por ejemplo, simplemente puede calcularse por:

$$Z = \sqrt[k]{M_{(k-r)}} \quad (2.7)$$

Z representa el promedio aritmético del tamaño de la partícula. No es idéntico a la media del tamaño $z_{50, r}$ que se define como el tamaño de la partícula donde Q_r alcanza 50% (vea Fig. 2.3). Otra operación a menudo es requerida para el cálculo de la superficie específica de un tamaño de la partícula dada la distribución. La superficie específica es el volumen superficial (S_v) o proporción de la masa superficial (S_m) de un polvo.

$$S_v = \varphi \left(\frac{M_{2,0}}{M_{3,0}} \right) = \frac{\varphi}{M_{1,2}} = \frac{\varphi}{Z_{1,2}} \quad (2.8)$$

φ Es un factor de la forma que depende de la relación de la superficie real de una partícula irregular a la superficie de la esfera de volumen igual. S_m es derivado dividiendo S_v por la densidad del material ρ .

La presentación gráfica de la distribución del tamaño se ve en la figura 2.3. Se traza la distribución de frecuencia como un histograma de s o como la derivación de los continuos de la distribución acumulativa o se traza como un histograma o como la derivación de los continuos de la distribución acumulativa. Se utilizan varios tipos de sistemas coordinados trazando las distribuciones. Los sistemas básicos también se trazan en rejillas especiales en las que las funciones de la distribución se vuelven líneas rectas.

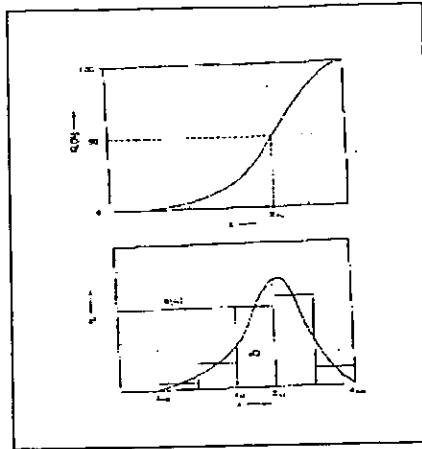


Figura 2.3.-Funciones del tamaño de distribución: distribución acumulada $Q(z)$ (arriba del diagrama); distribución de frecuencias $q(z)$ forma diferencial o discreta (gráfica de barras, en la parte inferior del dibujo).

2.3.2 TIPOS COMÚNES DE FUNCIONES DE DISTRIBUCIÓN.

Uno de la función más importante es la distribución de RRSB llamado (Rossin-Rammler-Sperling-Bennet), originalmente se derivó para carbón pulverizado y mostró buenos resultados al aplicarse a muchos productos de polvos.

Si esta distribución se aplica en el análisis del sieven (el tipo de cantidad $r = 3$), puede escribirse como:

$$1-Q_3(z)=R(Z) = \exp. (-z/z')^n \quad (2.9)$$

La ecuación (2.9) puede transformarse dentro de la ecuación (2.10) que representa una función lineal de $\lg(\lg(1/R))$ contra $\lg z$.

$$\lg(\lg(1/R)) = n \lg z - n \lg z' + \lg \lg e \quad (2.10)$$

$$= n \lg z + \text{constante}$$

La distribución es caracterizada totalmente por el parámetro n y z' , donde n representa la pendiente de la línea y z' es el tamaño de la partícula para el que el porcentaje retenido (arriba del tamaño) R toma el valor de 36.8% o $1/e$ (figura. 2.4).

La segunda distribución importante de la función es la distribución logarítmica normal. Mientras la distribución aritmética normal está basada en la probabilidad de diferencias de cantidades iguales y esta tiene exceso o déficit de un valor medio, en la distribución logaritmo normal de porcentajes es igualmente probable. En una distribución semejante, el logaritmo del tamaño de la partícula $\ln(z/z_{50})$, es normalizado como una distribución normal, con una desviación normal de s . En un dibujo con una escala logarítmica en la abscisa y una escala de probabilidad ordinaria, la función de la distribución se vuelve una línea recta (figura. 2.4). El parámetro característico de la distribución es la media del tamaño de partícula z_{50} y la desviación estándar s . Este último está dado por:

$$S = \ln \left(\frac{z_{50,r}}{z_{16,r}} \right) \quad (2.11)$$

z_{50} y z_{16} pueden derivarse para el dibujo como se presenta en la figura 2.4. La distribución normal se prefiere cuando no se conoce el tipo de distribución real. Esto es muy conveniente para la transformación de distribuciones de tipo de cantidad diferentes. La desviación normal permanece constante para cada tipo de cantidad. El parámetro de la media del tamaño se da por:

$$z_{50,b} = z_{50,a} \times \exp [(b-a)s^2] \quad (2.12)$$

Con b que es el tipo de cantidad original, y a la distribución derivada. Un volumen distribución Q_3 por ejemplo, se deriva de una distribución del número Q_0 como:

$$Z_{50,3} = Z_{50,00} \times \exp(3s^2) \tag{2.13}$$

$$s(Q_3) = s(Q_0)$$

Los gráficos de Q_3 y Q_0 son líneas paralelas (ver Figura 2.4). Otros tipos de la distribución de función son, funciones exponenciales. Las escalas logarítmicas de ambos ejes da como resultado un gráfico lineal para este tipo de distribución.

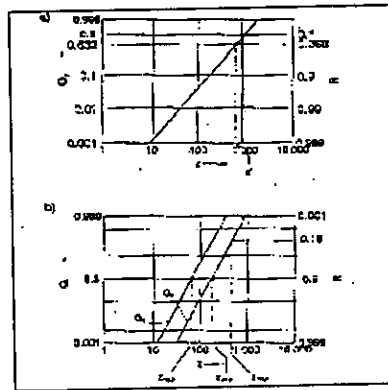


Figura 2.4.-Función de distribución en coordenadas especiales a)RRSB (Rosin Rammler-Sperling-Bennet) b) distribución logaritmo normal.

2.4 MUESTRAS DE POLVOS.

El polvo normalmente se produce y se procesa en cantidades grandes en kilogramos o en toneladas. La medida de tamaño de partícula se lleva a cabo con muestras de rango de gramos o de miligramos. El error total, f , en la distribución del tamaño acumulado está compuesto del error analítico f_a y el error de la muestra f_s .

. Si estos errores son de naturaleza estadística e independientes entre sí

$$f^2 = f_{s2} + f_{a2} \quad (2.14)$$

El error de la muestra siempre debe ser más pequeño que el error analítico, otra prueba controlará el error total. Si el f_s por ejemplo, es sólo la mitad de grande como f_a , esto contribuye sólo con un quinto de f^2 . En el rango usual de errores analíticos es de aproximadamente 2%, un error probado en el orden de sólo 1% es por consiguiente tolerable.

Por ningún medio se puede alcanzar un nivel de error nulo. Incluso con gran cuidado, un error estadístico es inevitable. El valor real $Q_0(z)$ de la población de la partícula total en un polvo siempre tiene un valor definido fijo. Por otro lado, el valor real $Q_0(z)$ de muestras diferentes de este polvo siguen una distribución estadística con una desviación estándar σ . Si el número de partículas n en la muestra es pequeño comparado al número de las partículas totales, σ es dado por:

$$\sigma^2 = \frac{Q_0(1-Q_0)}{n} \quad (2.15)$$

σ Define el error aproximadamente máximo dentro de un rango de probabilidad de 68%. El error máximo dentro de un rango de probabilidad de 95% es aproximadamente 4 veces más alta. La ecuación (2.15) puede usarse ahora para calcular los números de partículas mínimas que deben probarse para obtener un error de la muestra f_s , asumiendo una muestra ideal. La tabla 2.2 da un ejemplo de este número de partículas mínimas para $Q_{0.50}$ en el rango de probabilidad de 95%. Para un error probado de 1% como se mencionó antes, la muestra debe consistir en 10,000 partículas para los métodos contando prácticos, éste es un número

bastante grande que sólo puede ser manejado por un sistema automatizado. Para otros métodos de análisis de tamaño de partícula, el número de partículas es más grande, por lo menos para polvo fino. Está claro que el error probado puede reducirse a cualquier valor mínimo aumentando el tamaño de la muestra asumiendo una muestra ideal.

Si las partículas de la población son aparentemente distribuidas al azar. En la presencia de segregación, una sola muestra representativa de la población. En la presencia de segregación. La muestra representativa requiere separación o homogeneización de la población original. La separación de la muestra es el método preferido para el volumen del polvo, mientras la homogeneización se prefiere para la suspensión de polvo.

Tabla 2.1.- Parámetros del tamaño de partícula.

Símbolo	Nombre	definición
d_v	Diámetro del volumen	Diámetro de la esfera con el volumen.
d_s	Diámetro de la superficie	Diámetro de la esfera con la superficie.
d_{sv}	Diámetro de la superficie y el volumen	Diámetro de la esfera con alguna superficie con el porcentaje de volumen
d_f	Diámetro de caída libre	Diámetro de la esfera con la densidad y la velocidad de caída libre en un fluido Dado.
d_{st}	diámetro de Stoke	Diámetro de caída libre en un número de de Reynold < 0.02
d_A	Diámetro Sieve	Ancho mínimo de la apertura por la que pasa un número de partículas

Tabla 2.2.- Número mínimo de partículas requeridas para una error f_s de la muestra estática

$F_s(\%)$	0.5	1	2	5	10
n_{min}	40 000	10 000	2500	400	100

CAPITULO III

MÉTODOS DE ANÁLISIS PARA POLVOS METALURGICOS.

3.1 INTRODUCCIÓN.

En ingeniería química, hay una gran variedad de métodos para analizar el tamaño de partícula que puede aplicarse para polvos, suspensiones, aerosoles, etc. Sólo algunos métodos relevantes de caracterización en metalurgia de polvo o cerámicos serán tratados aquí.

Estos métodos pueden clasificarse como: métodos para contar (sieve), métodos de sedimentación, métodos de separación, y los métodos de difracción y barrido. Los métodos para contar (sieve), pueden subdividirse en métodos directos e indirectos, y pueden depender del tamaño de las partículas, de las imágenes de las partículas o proyecciones. Por ejemplo, la microscopía es un método indirecto para medir las partículas. Con métodos directos, las partículas directamente proporcionan las mediciones. El método de sedimentación utiliza la velocidad de caída libre de las partículas por la gravedad o campo centrífugo. La separación de las partículas en clases de diferentes tamaños esta comprendida en el análisis clásico del sieve (contador) y en los métodos de clasificación de fluidos. Los métodos de barrido y métodos de difracción analizan patrones de difracción de partículas. El uso de los métodos de difracción ha aumentado en años recientes y es importante en metalurgia de polvos y en cerámicos debido a su versatilidad ya que considera amplios rangos de tamaños mensurables, y su alta velocidad de operación.

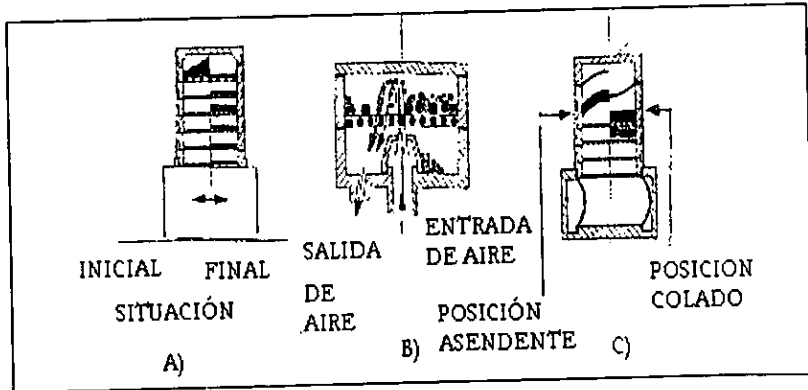
3.2 ANALISIS DE CONTEO (SIEVE).

El análisis de conteo clásico (sieve) es un método obvio de clasificación de polvo y uno de los más simple y ampliamente usado en el análisis del tamaño de la partícula. Cubre un rango aproximado de 20 μm -125 mm, y se usan normalmente mallas de alambre estandarizadas. Este rango puede extenderse a 5 μm usando micromallas. El tamaño de la abertura de conteo de la prueba esta normalizada. Estas sigue progresiones geométricas diferentes tales como $\sqrt[4]{2}$ o los llamados números de Renard $R\sqrt{10}$ ($R = 5,10,20$). Los sieve son caracterizados por su número de malla en mm o μm y se refiere al número de alambres por pulgada lineal. Un número de la malla alto implica una abertura pequeña, así, por ejemplo una malla 4000 corresponde a una abertura de 37 μm con un espesor del alambre de 26.5 μm .

Los sieve se hacen de varias formas: de tejidos, picos o electroformas en forma de platos. Se considera que la abertura de sieve de la malla es cuadrada, aunque estos se desvían un poco de esta forma, debido a que las estructura de la malla es tridimensional. La micromalla sieve de electroforma dispone de aberturas redondas y cuadradas.

El Sieve seco es aplicable a polvo no cohesivos de formas relativamente toscas. Se analiza la fineza y la cohesión de los polvos por sievening húmedo. El funcionamiento del sievening se realiza por una, o por varias pasadas en la máquina, es prácticamente normal usar un orden ascendente de tamaño de la abertura y colocar el polvo en la parte superior del sieve (figura 3.1). Los

sieve se sujetan a vibración simple o los modelos más complicados de movimiento. Aire – inyectado o el cernidor sónico (figura 3.1). Los cuales extienden el rango del tamaño para el sieve seco aproximadamente a $10\ \mu\text{m}$. En el sieve de reacción de Aire – inyectado, el material en el sieve es fluidizado por un flujo aéreo. Aplicado la fuerza a presión para que las partículas finas atraviesen la malla. En el cernidor sónico, una columna de las oscilaciones verticales se aplica a la muestra en un movimiento vertical. En la mayoría de los los métodos húmedos (sieve) se usa una pila llena de un líquido. La muestra se alimenta en la parte superior hacia el sieve. El sieve es acompañado de los siguientes pasos: enjuagado, vibraciones, vibraciones ultrasónicas, diferencias de presión y combinaciones de estas. El sievening húmedo es esencial para las micromallas y se requiere un paso adicional en el secado de las suspensiones residuales antes de que el peso del fragmento



pueda medirse.

Figura 3.1 Métodos Sieving. a) máquina de vibración b) máquina de aire inyectado
c) maquina de colador sónico.

El mecanismo de sieve se clasifica en dos categorías diferentes (figura 3.2). La

primera relaciona el paso de partículas mucho más finas que la abertura del sieve, la segunda relaciona el paso de las llamadas "nuevas micromallas" para partículas. En la categoría 1 el fragmento de peso acumulativo, P, que pasa a través de un sieve en el intervalo de tiempo t se da por:

$$P = at^b \tag{3.1}$$

Donde:

b = Es una constante igual a 1

a = Es principalmente una función de los dos parámetros dimensionales como se ve a continuación:

$$a = f\left(\frac{W}{\rho_s S A_o}, \frac{S}{d}\right) \tag{3.2}$$

Donde:

W = Es la carga total en el sieve

ρ_s = La densidad de la partícula

S = Es la abertura de la malla

d = Es el diámetro de las partículas

A_o = el área abierta del sieve.

a incrementa con S/d y decrece con el aumento de carga / (densidad – abertura – área abierta). Un conteo efectivo en la máquina sieve, requiere un tiempo corto, y una carga baja.

La disminución de la carga tolerable decrece rápidamente con decrecimiento de la abertura de la malla, cuando decrece S y A_o decrece. Para la protección del tejido, por ejemplo, el sieve relativo el área abierta es 41% para 1 mm abertura de la malla, y sólo 25% de la abertura para 20 μm . La disminución del área abierta más

allá para los sieve del micromallas decrece por abajo de 2.4% para una apertura de tamaño 5 μm . Es por consiguiente, esencial para prevenir 'deslumbramientos' de los sieve por partículas que son atrapadas en las aberturas de la malla individual.

Los diámetros del sieve prácticos no representan por consiguiente en absoluto las verdaderas dimensiones lineales de las partículas, sino sólo la habilidad de la mayoría de las partículas, para pasar a través de un arreglo (no - ideal) de las aberturas en un intervalo de tiempo dado para un movimiento dado de la muestra. Los factores principales que influyen en los resultados son la forma y tamaño de la abertura, la intensidad de agitación, el tiempo, las forma de partículas y la coherencia del polvo.

La proporción de cantidad medida en análisis del sieve es la masa del paso (P) o las partículas residuales (R) en una pantalla. Los resultados se presentan por consiguiente normalmente como una distribución Q3 o q3, respectivamente.

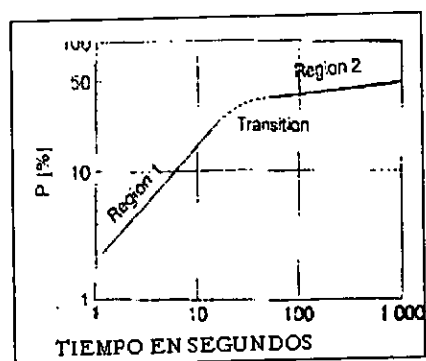


Figura 3.2 Dependencia del tiempo contra la fracción porcentual de los polvos al pasar a través de una máquina sieving

3.3 MICROSCOPIA.

La microscopía es uno de los métodos de caracterización en el que cada una de las partículas individuales se observan y se miden. Además del tamaño de la partícula, la microscopía puede también generar otra información como la forma de la partícula y el estado de aglomeración. El problema en el uso de microscopía es la representatividad de las muestras, en las mediciones de microscopía se necesitan tamaños de muestras muy pequeñas.

Pueden tratarse los métodos de microscopía bajo dos aspectos: la metodología y el análisis de la imagen.

Se emplea la microscopía óptica así como la microscopía electrónica para la medida del tamaño de partícula. La microscopía óptica puede usarse para las partículas en un rango aproximadamente de $0.8 \mu\text{m}$. En este rango de tamaños las dimensiones de la partícula alcanzan la longitud de onda de luz que causa la difracción. El modo de la reflexión es aplicable abajo de $5 \mu\text{m}$; para las partículas más pequeñas que $5 \mu\text{m}$ se usa el modo de transmisión. Un problema mayor es la pequeña profundidad del foco, que sólo es aproximadamente $0.5 \mu\text{m}$ en una amplificación de 1000X.

La microscopía electrónica habilita la medida de las partículas por abajo del rango de nm. La Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM), utiliza la energía de 200 Kev, el diámetro del haz de varios μm es aplicable para polvos del tamaño de rango $0.001\text{-}5 \mu\text{m}$. Las partículas de tamaños micrométricos son a menudo transparentes a altos voltajes de electrones, lo cual habilita información adicional

sobre la estructura cristalina y los defectos estructurales de las partículas. Claramente este acercamiento consume una gran cantidad de tiempo aunque brinda información adicional importante. Él (TEM) es un método que analiza una parte local de la muestra y puede complementar al estudio de los rayos X (análisis global) o viceversa.

La Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) utiliza energía electrónica (5-50 keV) y barre un área de observación menor a $0.01 \mu\text{m}$. El secundario (SE) y la dispersión inversa de electrones (BE) se mide por detectores adecuados. Los electrones secundarios se obtienen de las regiones cercanas a la superficie de las partículas y dan imágenes de alta resolución. Los electrones de dispersión inversa se obtienen del volumen más grande de las partículas cercano del haz del electrón, causando una reducción de resolución superficial. Esto depende del número atómico del elemento que los emite y producen un contraste material para las regiones de composición atómico diferente. Esto hace posible distinguir entre las composiciones diferentes en mezclas de polvo siempre y cuando exista una diferencia suficientemente grande en el número atómico entre los elementos. También la longitud de onda y la energía de rayos X son técnicas que pueden dar información más cuantitativa de la composición.

La preparación de la muestra es un problema difícil en todos los métodos de microscopía. Cada partícula al ser medida tiene que ser aislada de las partículas adyacentes. En la mayoría de las técnicas para la preparación de las muestras se usan suspensiones por consiguiente con concentraciones bajas de las partículas. Estas suspensiones se aplican a la diapositiva del microscopio, la reja del microscopio electrónico, o la tarjeta designada y se permiten la evaporación.

Estos son varios métodos que se usan para fijar las partículas en las muestras de SEM y TEM con una capa delgada de carbono en el metal para prevenir efectos. La caracterización de las partículas pueden cuantificarse directamente utilizando procedimientos en líneas o desde un número de micrografías tomadas desde los muestreos. El análisis de imagen puede efectuarse manualmente, semi ó totalmente automáticas, para dar el tamaño de número distribución o el factor de forma de la distribución de las partículas que se observan. En muchas ocasiones, los análisis se hacen para observar las imágenes proyectadas de las partículas. Esto por supuesto ignora porosidad interna y partes cóncavas de la superficie. Una técnica más precisa se basa en examinar secciones desde una sección aleatoria de las partículas. Esto puede usarse para partículas con un tamaño mayor a $10 \mu\text{m}$ por metalografía normal de molienda y métodos de pulido. La estimación del tamaño de partícula se realiza entonces para la proyección de las imágenes de sección. Los diámetros que usualmente se aprecia se pueden observar en la figura 3.3.

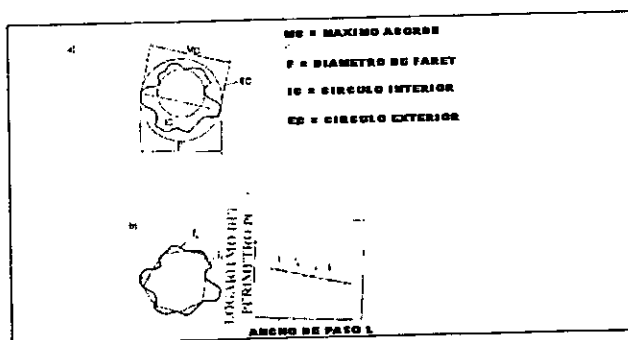


Figura 3.3 Caracterización de partículas por análisis de imagen a) parámetro del tamaño de la partícula b) caracterización tosca por dimensiones fractales.

- Diámetro de Feret, la distancia entre dos tangentes sobre lados opuestos de la partícula. Esta es una proyección - dimensional del perímetro del contorno de la partícula.
- La dimensión más larga, es el máximo valor del diámetro Feret.
- Acorde máximo, El ancho máximo de una línea paralela a alguna dirección fija y limitada por el contorno de la partícula.
- Perímetro de diámetro, el diámetro de un círculo con la misma zona como él. perímetro de la partícula
- Proyección del diámetro de la zona, el diámetro de un círculo con alguna área con la proyección descrita.
- Diámetro de o círculo escrito.

Un número de definiciones existe para el factor de la forma de la partícula Ψ :

$$\Psi = \text{Perímetro} / (4 \times \text{zona proyectada de})$$

$$\Psi = \text{máximo diámetro de Feret} / (\text{diámetro de Feret, en una dirección perpendicular})$$

La aspereza de la superficie es otra característica de la partícula. Existen partículas del mismo tamaño y forma pero de aspereza diferente, pueden ser distinguida por su dimensión fractal, D (ver figuras. 3.3). La dimensión fractal toma en cuentas el hecho que el parámetro estimado resuelve los aumento. P_l es dado por:

$$P_l = \text{const} \times l^{1-D} \quad (3.3)$$

Si el perímetro es la medida por un arreglo de líneas poligonales con la longitud variante de paso l , y dibujado contra $\log P_l$, los resultados forman una línea recta con la inclinación $1-D$. La máxima inclinación de la línea, es la forma más compleja del contorno de una partícula. Un contorno ideal de la superficie tiene una

dimensión fractal del valor de la unidad, es decir forma una línea horizontal.

Si se miden estos parámetros manualmente, se usan rejillas con escalas o con mallas inscritas con círculos opacos o transparentes. Las mediciones anteriores permiten una comparación directa con dimensiones lineales, y con áreas proyectadas de las partículas. También se usan rejillas en algunos sistemas manuales semiautomáticos. El análisis del estado de la imagen se hace en base a los cuadros modernos de puntos lógicos. El cuadro es dividido en una matriz de pixeles que representa la imagen por diferentes niveles en cada pixel. En la primera fase el cuadro tiene que ser mejorado procesando funciones para dar forma a las imágenes y tocando las partículas para ser separadas en el orden seleccionado o rechazar ciertas partículas y mejorar el contraste entre las partículas y ruidos del fondo. Esto puede realizarse automáticamente o manualmente por el operador. El software moderno habilita el tamaño y distribución de la forma basadas en parámetro seleccionado como aquéllos mencionaron para ser determinadas previamente. Cuando la matriz de pixel contiene la imagen completa, aun las características complicadas, como orientación, textura, etc. Pueden calcularse.

3.4 ANÁLISIS DE SEDIMENTACIÓN.

3.4.1 ANÁLISIS DE SEDIMENTACIÓN GRAVITACIONAL.

Las características finas mensurables en el análisis de la sedimentación son la constante de caída libre o la velocidad establecida v_f de una partícula en un fluido estacionario ilimitado. Tres fuerzas principales actúan para establecer la partícula en un campo de gravedad con la aceleración, g , (figura. 3.4): las fuerzas gravitacional, F_G , la fuerza de arrastre F_D , y la fuerza de boya F_B , las cuales están

en equilibrio en la partícula para alcanzar la velocidad v_f . Para una esfera de diámetro D y densidad ρ_s la caída del fluido de densidad ρ_f en el campo de equilibrio es:

$$F_D = \frac{\pi}{6} (\rho_s - \rho_f) g D^3 \quad (3.4)$$

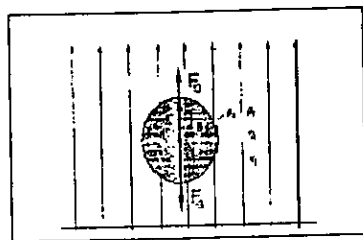


Figura 3.4.-Principio de sedimentación gravitacional.

Para el número de Reynold $Re < 0.2$, F_D puede ser expresado por la ecuación (3.5), originalmente se derivó por Stokes para el comportamiento de una esfera en un flujo laminar del fluido newtoniano viscoso η .

$$F_D = 3 \pi D \eta V_{ST} \quad (3.5)$$

De la ecuación (3.5) y (3.6) la velocidad de Stoke v_{st} sigue como:

$$V_{ST} = \frac{\rho_s - \rho_f g D^3}{18\eta} \quad (3.6)$$

El diámetro crítico $D_{st,c}$ tal como en la ecuación (3.6) no debe usarse, este es dado como $Re = 0.2$. y puede expresarse por:

$$D_{st,c}^3 = \frac{3.6 \eta^2}{(\rho_s - \rho_f) \rho_f g} \quad (3.7)$$

El diámetro crítico es aproximadamente $38 \mu\text{m}$ para el hierro y $27\mu\text{m}$ para las partículas del tungsteno, respectivamente, colocadas en agua. Esta limitación del tamaño puede ser extendidas usando un líquido más viscoso, glicerina / mezclas con agua.

Un límite bajo crece por el movimiento Browniano de las partículas como una consecuencia de la coacción con las moléculas del fluido. En agua, la proporción del desplazamiento a través de movimiento de Brownian es excedido para la sedimentación gravitacional del diámetro de la partícula de aproximadamente $1\mu\text{m}$. En la sedimentación practica, la asunción de la ecuación (3.7) no se cumple exactamente. La velocidad de caída - libre real es influenciada por la forma de la partícula, la extensión finita del fluido, y los efectos de convección y concentración. La extensión finita del fluido, por ejemplo, las paredes del vaso de la suspensión, son de importancia menor, en comparación con que el diámetro de la partícula sea más pequeño que las dimensiones de la suspensión. Una proporción del diámetro 2×10^{-3} es recomendable y se permite un error menor al 1%. La concentración de volumen C_v de las partículas es influenciada por la velocidad de la sedimentación del líquido, como la interferencia de las partículas entre sí. A muy altas concentraciones $C_v > 10^{-2}$, se establece un impedimento en el aumento de diferentes velocidades entre las partículas cercanas a distancias decrecientes por un lado, y un flujo ascendente creciente de líquido para compensar por otro lado el movimiento de la partícula. Bajo ciertas circunstancias, se establece que a bajas concentraciones de volumen, existe formación de cluster que aumentan el diámetro de caída - libre. Afortunadamente, este efecto se limita a las distribuciones del tamaño muy estrechas. En la practica, concentraciones de volumen de

menores que 10^{-3} son aceptables a veces incluso a concentraciones de 10^{-2} . Las corrientes de la transmisión pueden volverse un problema serio en la técnica de la sedimentación gravitatoria. Las suspensiones enteras deben sostenerse por consiguiente a una temperatura estable durante el experimento. Las diferencias de densidad también pueden causar corrientes de la transmisión. Esto es crítico si una zona de densidad más baja existe debajo de la zona de densidad más alta. El líquido fluye protegido entonces a una velocidad que excede las velocidades del establecimiento de partículas finas.

En la región de Stoke, las partículas simétricas como esferas o cubos caen verticalmente y con la misma velocidad en cualquier orientación. Para las partículas menos simétricas existe una fuerza orientada (o guía). Para las partículas no esféricas, y modificando las ecuaciones (3.4) y (3.6), resulta:

$$3\pi d_d \eta v_{st} = \pi/6 (\rho_s - \rho_f) g d_v^3 \quad (3.8)$$

$$d_{st}^2 = \frac{(\rho_s - \rho_f) g d_v^3}{18\eta} \quad (3.9)$$

$$d_{st}^2 = \frac{d_v^3}{d_d} \quad (3.10)$$

En la región Stoke, el diámetro de arrastre d_d normalmente se asume para el diámetro de superficie d_s . Esto se conoce para números de Reynolds muy bajos, donde d_d excede d_s para R_e crecientes.

Los métodos de evaluación normalmente se clasifican como

métodos de la suspensión y línea de salida ó métodos de dos-capas (figura 3.6). Para comenzar el método de suspensión, las partículas deben ser distribuidas homogéneamente encima del volumen de la suspensión total, mientras con los métodos de dos-capa, estas son inyectadas en la cima del fluido. La medida de proporción o de cantidad se lleva a cabo para una capa delgada (métodos incrementales), o incluso todas las partículas debajo de o sobre un plano de la medida fija (métodos acumulativos). Varias técnicas son el resultado de éstos principios. La concentración de partículas se estima por medio de los métodos de gravimetría (pipeta, equilibrio de la sedimentación), absorción de radiación electromagnética (fotografía y sedimentación de Rayos x), densidad (hidrometia) o de la presión hidrostática en la suspensión.

Como se mostró en figura. 3.6, los métodos incrementales de dos - capas indican las características de la distribución de frecuencia del tamaño $q_r(v_{st})$, la velocidad y la sedimentación. Las partículas contadas y observadas durante un intervalo de tiempo pequeño, en el nivel h después de una sedimentación t contiene todas las partículas con una velocidad de sedimentación igual a $v_{st} = h/t$. Puede transformarse fácilmente $q_r(v_{st})$ a la distribución de tamaño $q_r(d_{st})$ por la ecuación (3.9).

En los métodos de la suspensión incrementales, todas las partículas cuya velocidad de la sedimentación está mas arriba que h/t , están debajo del volumen de control en un momento, t . Todos las partículas están presentes en la misma concentración como en la suspensión homogénea inicial. La concentración $C(t)$ dividida por la concentración inicial $C(t = 0)$ los rendimientos directamente de la distribución del sobretamaño acumulativo $Q_r(V_{st})$.

Midiendo las proporciones de cantidad simplemente por métodos acumulativos los medios de una integración experimental del resultado incremental correspondiente con respecto a tiempo. Como puede verse de la ecuación (2.3). La integral sobre la distribución de frecuencia da la distribución acumulativa.

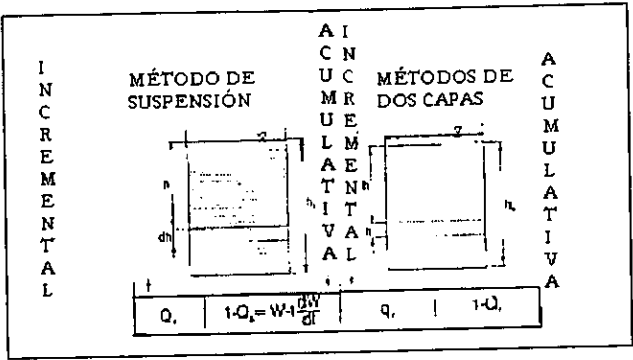


Figura 3.5 .- Evaluación de los métodos en sedimentación gravitacional para el análisis del tamaño.

Los métodos de la dos-capa acumulativos ofrecen la distribución acumulativa por consiguiente. El tamaño de distribución acumulativa $1 - Q_r(v_{st})$.

Los métodos de la suspensión acumulativos se entienden mejor considerando el fragmento de peso W_t que se encuentran en la marca del nivel h , después de un tiempo, t . W_t incluye todas las partículas cuya velocidad de Stokes es igual o mayor que h/t , y algunas partículas con una velocidad más pequeña debajo de la superficie de la suspensión.

$$Wt = \int_{V_{h,t}}^{V_{max}} q(v) dv + \int_{V_{min}}^{V_{h,t}} v t / h q(v) dv \tag{3.11}$$

Diferenciando con respecto a t , y multiplicación por rendimientos de t :

$$t \frac{dW}{dt} = \int_{V_{\min}}^{V_{n,1}} v t / h q(v) dv \quad (3.12)$$

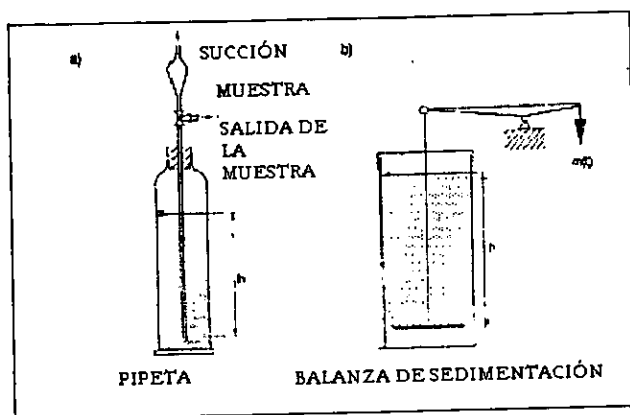
(3.11) y (3.12) puede volverse a escribir

$$Wt = 1 - Q(v_t) + t \frac{dw}{dt} \quad (3.13)$$

$Q(v_t)$ puede calcularse de la ecuación (3.13), dado que se conocen W , t , y dW/dt s. La transformación en $Q(v_t)$ de nuevo se transforma por medio de la ecuación (3.24). Los métodos incrementales más simples son con una pipeta (Figura 3.6). El cambio en concentración de polvo es moderado atrayendo fuera de volúmenes definidos con la introducción de la pipeta a una profundidad dada h en el vaso de la sedimentación. Estas muestras pueden ser analizadas secando y pesando. Sin embargo, éste es un mismo tiempo que consume el proceso. Pueden medirse concentraciones de las partículas más fácilmente de la absorción de luz o radiación de los rayos X para la suspensión, el método que se empleó en foto sedimentación incrementales y dispositivos de sedimentación de rayos X. La densidad de rayos X es directamente proporcional a la masa de polvo en el haz y simplemente se relaciona a la intensidad transmitida de Rayos X, este es un método preferido de sedimentación gravitatoria.

El dispositivo acumulativo ampliamente usado es el equilibrio de la sedimentación. El principio se muestra en figura. 3. 7. Una balanza de equilibrio al fondo del vaso de la sedimentación recoge las partículas que caen. El aumento de la masa del sedimento es la distribución del tamaño puede calcularse según la ecuación (3.13). Los

métodos manométricos menos comunes están basados en un principio similar. La presión cerca del fondo del recipiente se supervisan. Esto proporcional la densidad



de la suspensión entre la superficie y el nivel medido, para tal concentración inferior puede derivarse.

Figura 3.6 - Análisis de sedimentación gravitacional por a) Método de pipeta y b) balanza de sedimentación

3.4.2 ANÁLISIS DE SEDIMENTACIÓN CENTRÍFUGO.

En la práctica, la técnica de la sedimentación gravitacional esta limitada a valores en el rango de tamaños menores que $5\mu\text{m}$, debido a que se establecen tiempos muy largos y los efectos de convención incrementan. Estas dificultades pueden ser reducidas por centrifugación de las suspensiones y pueden reemplazarse al campo de gravedad (Figura 3.7) por un campo de fuerza centrífugo. Los mismos principios de medición pueden usarse como los métodos gravitatorios: suspensión o dos - capas, incrementales ó acumulativos.

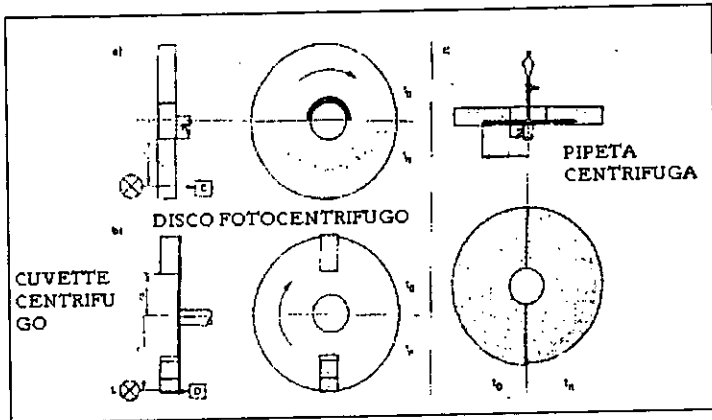


Figura 3.7.- Sedimentación centrífuga por a) disco fotocentrífugo, b) fotocentrífugo cuvette y c) pipeta centrífuga.

Dos fuerzas efectivas actúan en la partícula: la centrífuga y la fuerza de coacción. El último es de importancia pequeña comparado con la fuerza centrífuga. Puede derivarse la velocidad de Stoke para una esfera de la misma manera como la ecuación (3.4)-(3.6), reemplazando la constante de gravedad, g , por la aceleración centrífuga $\omega^2 x$ donde x es la distancia de la partícula del eje de rotación y ω velocidad de rotación.

$$V_{st} = \frac{dx}{dt} = \frac{(\rho_s - \rho_f) \omega^2 x D^2}{18\eta} \quad (3.14).$$

Así la velocidad establecida no es constante, pero depende de la posición radial, x , de una partícula. Esto hace la derivación de distribuciones del tamaño de los datos moderados mucho más complicado que en sedimentación gravitatoria. Una manera

fuera de este problema es la dos - capas o métodos de salida de línea. El tiempo, t , para una esfera de tamaño D_m para establecer la superficie del líquido a una distancia S de la zona de las medidas del eje, r , seguida por integración de la ecuación (3.14)

$$\ln \frac{r}{S} = \frac{(\rho_s - \rho_f) \omega^2 \times D^2}{18\eta} \quad (3.15).$$

Con la técnica de dos - capas, todas las partículas en r serán de tamaño D_m (métodos incrementales). O todas las partículas mayor que las d_m , estarán dentro de los métodos acumulativos después de un tiempo t , y la distribución del tamaño puede derivarse por consiguiente de una manera similar en sedimentación gravitatoria, tomando cuenta de ecuación (3.15)

Otra solución es hacer la altura de la sedimentación ($r - S$) pequeña por comparación con S y asumir que las partículas caen con una velocidad constante. Evaluación de los datos entonces es idéntica en sedimentación gravitatoria, salvo el término de aceleración.

Ninguna solución de la ecuación general existe para los métodos de suspensión.

No obstante, existen algunas soluciones conocidas y técnicas basadas en estas.

Alguna de las técnicas aplicadas son las centrifugas, las cuales se representan esquemáticamente en la figura 3.7. Varios de estos dispositivos también pueden usarse en el modo gravitatorio. La sedimentación del centrífugo es ideal para ser usada para polvos muy finos. El rango de la medida se extiende abajo a 0.01, la ayuda de la computadora proporciona la mayoría de los sistemas modernos para la derivación de la distribución del tamaño de los datos de la medida crudos. Las

concentraciones de la partícula son monitoreadas por adsorción de rayos X, o por electrones.

3.5 CLASIFICACIÓN DE FLUIDO.

Clasificación a través de métodos de líquidos o de gases cubren, la separación de las partículas de diferentes tamaños. Las proporciones dentro de la cada clase pueden ser medida para derivar una distribución del tamaño de la partícula. En metalurgia de polvos ó cerámicos, la clasificación de los fluidos no se usa a menudo para el análisis de clasificación del tamaño de las partículas, pero se aplica ampliamente en la producción de polvo, para el control del proceso y la distribución del tamaño de la partícula. Los clasificadores de fluidos son componentes importantes en la producción de polvos continuos por molienda y permite quitar las partículas del proceso en cuanto ellos hayan alcanzado un tamaño deseado.

La eficacia del clasificador es muy importante (figura 3.8.): el grado áspero de eficacia de calidad G_c de una separación es definido como la proporción de partículas de tamaño x el cual ocurre en la fracción áspera:

$$G_c = q_f(x) / q_F(x) \tag{3.16}$$

G_c es cero en $x = x_l$ y por consiguiente 1 en $x = x_u$, el pequeño intervalo x_l a x_u , forma la separación. El tamaño de corte usualmente se definen como el tamaño de la partícula x_{50} correspondiente a un $G_c = 50\%$, aunque no proporciona ninguna información da la eficacia de separación. Por consiguiente se usa una proporción ϕ , de otro tamaño de corte, por ejemplo:

$$\phi_{25/75} = X_{25} / X_{75} \quad (3.17)$$

$$\phi_{10/90} = X_{10} / X_{90} \quad (3.18)$$

Para perfeccionar la clasificación, ϕ se vuelve 1. Los valores para $\phi_{25/75}$ arriba de 3 se consideran pobres.

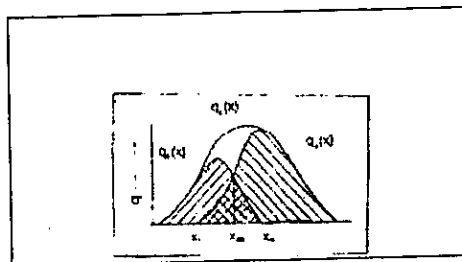


Figura 3.8.- Clasificación de muestras con distribución de frecuencias dentro de una fracción fina (q_f) y una gruesa (q_g)

En el principio de la separación por lo menos actúan dos fuerzas en las partículas que causan la separación de las partículas pequeñas y grandes. Esto ocurre en la zona de la separación del clasificador para el cual pequeños y grandes fragmentos se han quitado sin volver a mezclar. La fuerza que normalmente es balanceada es la gravedad o la fuerza centrífuga contra las fuerzas de arrastres o las fuerzas inerciales. Las combinaciones diferentes son posibles. Todos los clasificadores de separación pueden dividirse en dos sistemas, flujo inverso y el flujo transversal (cruce de flujo).

El flujo inverso de clasificación en un campo gravitatorio, también llamado **elutriation**, usa una corriente ascendente de flujo, normalmente agua o aire (figura 3.9). Ésta es lo contrario a la sedimentación gravitatoria y puede aproximarse la ley

de Stoke ideal. Partículas con $v_{st} > v_{fluido}$ son sedimentadas, aunque las partículas más finas se llevan a cabo fuera de la zona de la separación. Muchos clasificadores usan un tubo cilíndrico para la zona de separación. El elutriators de agua se aplica en un rango 10-200 μm , los elutriators de aire en el rango 1-100 μm .

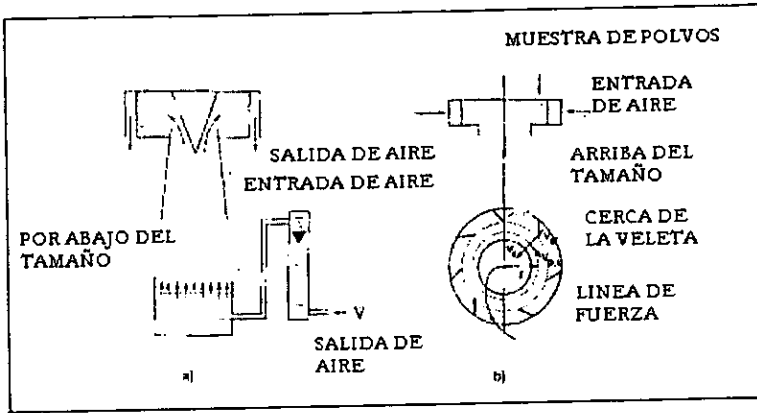


Figura 3.9.- Clasificadores de flujo a) campo gravitacional, b) campo centrífugo.

Para partículas finas, se usan generalmente clasificadores de flujo inverso centrífugo que tiene una cámara de clasificación cilíndrica (figura. 3.9). El medio de flujo se retira en el eje central de la cámara y produce un campo de flujo espiral con un v_r de componente de velocidad radiales, partículas con un V_{st} de proporción de establecimiento en el campo centrífugo igual al v_r rueda en un camino redondo de radio, r , con una velocidad, el $V_{r,u}$. Las partículas más pequeñas se barren fuera con el fluido, aunque los más grandes se sedimentan a la circunferencia de la cámara.

$$v_{st} = \frac{(\rho_s - \rho_f) V_{r,u}^2 D^2}{18\eta r} \quad (3.19)$$

V_r es relacionado con el porcentaje de flujo V' , y la altura de la cámara H con la ecuación siguiente:

$$V_r = \frac{V'}{2\pi r H} \quad (3.20)$$

Si $V_{r,u}$ es conocida, puede derivarse para estas relaciones el tamaño de corte D . En clasificadores comerciales, $V_{r,u}$ depende de una forma complicada en la dinámica espiral del flujo, y el tamaño de corte tiene que obtenerse por un procedimiento de calibración. El rango del tamaño de corte centrífugo de los clasificadores aéreos generalmente se extiende en el rango de 0.5–50 μm .

3.6 ANÁLISIS DE LA ZONA ELECTRICA SENSIBLE.

(PRINCIPIO DE COULTER).

El análisis de la zona eléctrica sensible pertenece a los métodos de conteo directos. El principio de la medición se explica esquemáticamente en la figura. 3.10. las partículas se suspenden en un electrólito el cual es un tubo de gas con un orificio redondo (diámetro D) que se sumerge. Se mantiene una corriente constante entre dos electrodos, uno de estos se situó fuera, al otro lado dentro del tubo; Se absorben volúmenes definidos de la suspensión a través del orificio, por un sifón de mercurio. Cuando una partícula atraviesa el orificio, la corriente cambia y se presenta un pulso de voltaje.

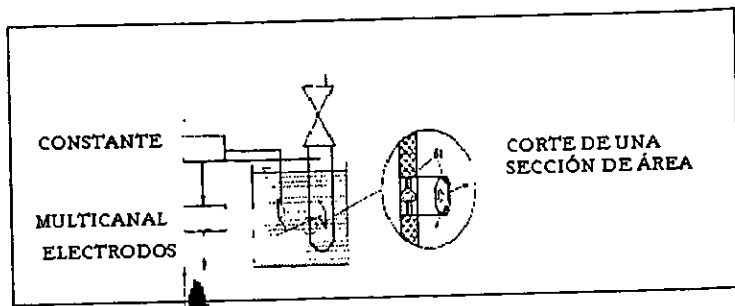


Figura 3.10.- Principio de la zona del sensor eléctrico, para el análisis de partículas

Se asume generalmente que la altura del pulso es proporcional al volumen de la partícula. Un fundamento teórico de esta relación puede hacerse tomando la resistencia eléctrica de un elemento de las diferencias del orificio a través del paso de la partícula. Este es un arreglo paralelo de dos resistencias. Si se asume que la resistividad de la partícula es muy grande comparado con la resistividad, ρ_f , del electrolito, la diferencia de resistividades (k) que aumentan debido a la partícula es obviamente:

$$\delta(\Delta R) = - \frac{\rho_f a \delta l}{A^2} / (1 - a/A) \quad (3.21)$$

De la ecuación (3.21), no debe esperarse que la respuesta del instrumento sea proporcional para una forma de vara de las partículas, pero debe modificarse por el término a/A : Esta integración asume que las partículas son esféricas de un diámetro d , como sigue:

$$\Delta R = \frac{\rho_f d^3}{A^2} F(d/D) \quad (3.22)$$

Aunque la altura del pulso no es proporcional al volumen de una esfera, pero es modificado en la función F , para lo cual existen diferentes soluciones. Generalmente, la influencia de aumentos de F con d/D de proporción de diámetro creciente. Así debe esperarse una medición sobrestimada de las partículas grandes Sin embargo, los experimentos con algunas partículas y el polvo real indican que se asume un volumen con una respuesta proporcional sostenida para formas que no son demasiado escamosas o largas. Aunque, el principio de la teoría todavía esta en discusión.

Los datos perfectos se obtienen si las partículas cruzan el orificio individualmente. Dos tipos de errores ocurren coincidentemente si este no es el caso, interacciones 'horizontal' o 'vertical' (figura 3.11). Estos tienen que ser minimizados usando suspensiones sumamente diluidas. Correcciones coincidentes se basan en modelos empíricos o estáticos que a veces se llevan a cabo, pero que se recomiendan para disminuir los errores tanto como sea posible.

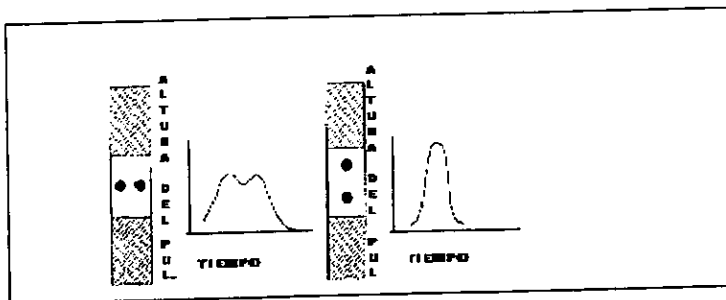


Figura 3.11 .- Problema de coincidencia a) horizontal b) iteración vertical de las partículas

En la práctica, la altura del pulso es calibrada usando una pequeña ovilla de látex estandarizada. Con instrumentos simples, un umbral para el pulso del voltaje es acordado a la instrumentación de látex, por consiguiente para el pulso de voltaje se fija según el tamaño de látex. Un volumen de la suspensión definido se absorbe a

través del orificio y cuenta todos los pulsos que exceden el umbral, todas las partículas cuyo volumen es igual o más grande que el volumen de látex. Repartiendo los procedimientos para los tamaños diferentes dan la distribución del número del volumen de la partícula. Normalmente, se usan canales múltiples de análisis. Los pulsos se clasifican según su altura, y simultáneamente contados para las diferentes clases observadas. La distribución de tamaño sigue directamente la distribución de la altura del pulso. La calibración dentro de un canal es normalmente suficiente. La calibración también puede hacerse directamente de la muestra analizada en este caso. Comparando la medición del volumen real del polvo con el que es conocido de la concentración de la suspensión.

El rango medido depende del tamaño del orificio. El de diámetro de partícula está en el rango de 2-40% del diámetro de la abertura. Los límites más bajos deben estar en el rango de 2-49% del diámetro de la abertura. El límite más bajo se obtiene de los efectos del fondo, el límite superior de la respuesta no-lineal (vea ecuación (3.22)). Los diámetros del orificio están disponibles en el rango 10-1000 μm , aunque puede extenderse a un rango de 0.2-400 μm . Este método es muy conveniente en el rango de sub-sieve por abajo de 1 μm con un rango de tamaño menor que 20:1.

3.7 MÉTODOS DE DIFRACCIÓN Y BARRIDO.

Ya se han mencionado métodos que hacen uso de la interacción de ondas electromagnéticas con las partículas, por ejemplo rayos X y foto sedimentación. En el método de foto sedimentación se aplica radiación no con el fin de clasificar el tamaño pero sí para la estimación de la concentración de la partícula en la suspensión.

Los métodos de difracción proporcionan información sobre las características del tamaño y pueden usarse por consiguiente como métodos de conteo directos. Aunque esto se ha conocido durante mucho tiempo, las aplicaciones prácticas de estos métodos era limitada, su uso se ha vuelto común solo durante la última década, principalmente de los métodos que se basan en radiaciones ópticas. Tres dispositivos (el láser, las fibras ópticas y las computadoras), han hecho posible este desarrollo.

3.7.1 MARCO TEORICO.

El principio de estos métodos se basa en la interacción de un haz óptico incidente con una sola partícula. Este haz puede absorberse, o transmitirse. La incidencia incluye reflexión, refracción y difracción. El problema es tratado por la teoría de Lorenz - Mie que empieza por la ecuación electromagnética de Maxwell en la propagación de una onda electromagnética plana por una esfera homogénea de un diámetro D (figura. 3. 12). La intensidad de propagación, I, en el campo distante (r >> D) es de la forma general:

$$I = I_0 \left[\frac{\lambda}{2\pi r} \right]^2 i(\theta, \phi, \alpha, m) \tag{3.23}$$

$$\alpha = \frac{\pi D}{\lambda} \tag{3.24}$$

Donde:

- I_0 = Es la intensidad del haz incidente
- λ = Es la longitud de onda de la radiación en el medio circundante
- m = Es el índice de refracción de la partícula relativa al medio

θ y ϕ = Son los ángulos de observación

El llamado parámetro de Mie α , normaliza el diámetro para la onda. La función de intensidad, i , es derivada de una manera complicada por las variables dadas en la ecuación (3.24). La figura 3.13 da un ejemplo de la dependencia que tiene la intensidad esparcida normalizada I / I_0 por el tamaño del parámetro α para los ángulos observados fijos ($\theta = \phi = 0$: Forman la dirección) y un índice refractado dado, m . Aunque esta no es ninguna solución analítica general que relaciona el tamaño de la partícula con la medición óptica, existen las soluciones especiales para dos casos limitando el problema: barrido Rayleigh para pequeño diámetros, y la difracción de Fraunhofer para los diámetros esencialmente mayores a la longitud de onda.

Rango del tamaño	Modelo	Tamaño dependencia
$D \ll \lambda$	Barrido de Rayleigh	$i \approx \alpha^6$
$D = \lambda$	Teoría de Lorenz - Mie	
$D \gg \lambda$	Difracción de Fraunhofer	$i \approx \alpha^4$

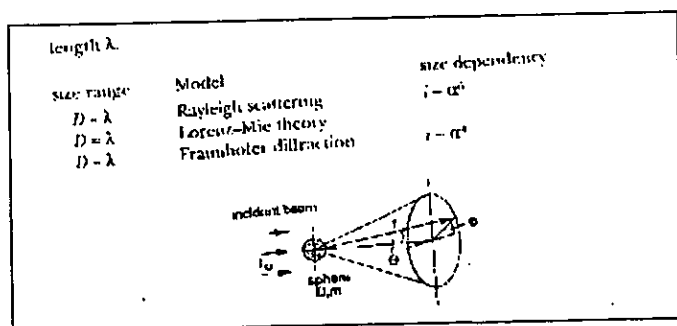


FIGURA 3.12.- Métodos de difracción y barrido: situación geométrica

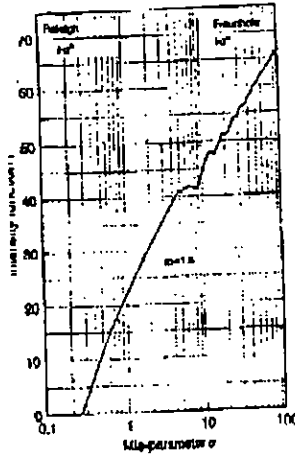


Figura 3.13.- Dependencia de la función de intensidad i , para los parámetros Mie α

En la región de Rayleigh, el responsable del campo depende del número de electrones, en el volumen de la partícula. La intensidad de la luz - esparcida es proporcional al cuadrado del volumen de la partícula. La función de esparcimiento, i , esta dada por:

$$i = \alpha^6 \left[\frac{m^2 - 1}{m^2 + 2} \right]^2 (1 + \cos^2 \theta) \quad (3.25)$$

La ecuación (3.25) representa la suma de dos términos, se refiere a las intensidades de los componentes polarizados verticalmente y horizontalmente, la forma anterior independiente de θ , es proporcional a $\cos^2 \theta$.

En la región de Fraunhofer, la contribución de la refracción disminuye y la difracción se hace dominante, las leyes geométricas de la ópticas son aplicadas. Dentro de un ángulo $\theta < 8^\circ$, la propagación forma parámetros circulares de difracción. Su distancia del centro depende del diámetro de la esfera. La función de propagación i , puede escribirse ahora por:

$$i = \frac{\alpha^4}{4} \left[\frac{2J_1(\alpha\theta)}{\alpha\theta} \right]^2 \quad (3.25)$$

El término dentro de los corchetes representa un función llamada Airy, caracterizada por una serie de funciones $(\alpha \theta)$, las cuales después de la altura máxima, decrecen cuando los valores incrementan. (figura. 3.14), y esto corresponde a los parámetros de difracción. Puede derivarse α por consiguiente de la intensidad medida $I(\theta)$ de los parámetros de difracción usados en la ecuación (3.11) en combinación con la ecuación (3.23). Debe apuntarse fuera de eso que, contrariamente a la solución de Rayleigh, la ecuación (3.24) no contiene ninguna característica de los materiales (tal como m), y por consiguiente predice la conducta de la difracción independiente del material.

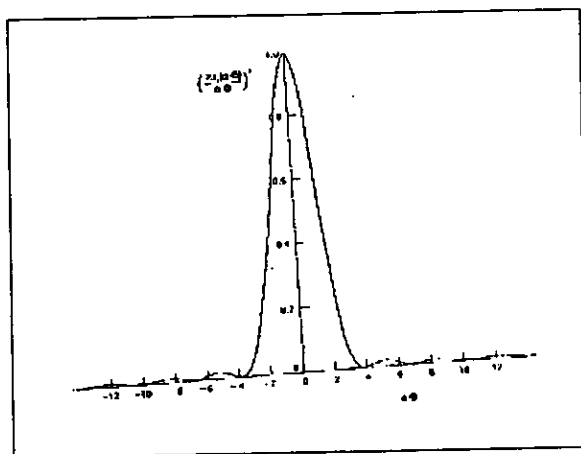


Figura 3.14.- Función Airy (función de intensidad para la difracción Fraunhofer).

Lo anterior sólo se aplica a una sola partícula esférica para las regiones Rayleigh y fraunhofer. Pueden tratarse multi partículas propagadas asumiendo que no hay interacción de la radiación propagada de una partícula con la radiación de otras

partículas. Cuando las partículas normalmente no son de un solo tamaño, i tiene que calcularse:

$$I = N \int_0^{\infty} I(D) q_0(D) dD \quad (3.26)$$

Donde:

N = Es el número de contribución de las partículas que normalmente no se conocen.

Por la sustitución de N por la concentración de volumen C_v en el volumen de la suspensión analizado, V , la transformación de q_0 en una distribución de volumen, y en combinación con ecuación la (3.23), la ecuación (3.13) puede derivarse (ver ecuación (2.6)).

$$I = I_0 V \frac{3}{2\pi\tau\lambda} \int_0^{\infty} \frac{i}{\alpha^3} C_v q_3(\alpha) d\alpha \quad (3.28)$$

La ecuación (3.13) es del tipo de la ecuación de la integral de Fredholm. No ha sido resuelto para la región de Rayleigh pero sí para la región de Fraunhofer.

El tercer término al ser estimado indica la función de distribución. Como el segundo término es sólo una expresión matemática, es posible en principio derivar esta distribución de la función de intensidad medida $I(\theta)$.

La técnica de medición basadas en el principio anterior estiman el comportamiento del esparcimiento monitoreando la intensidad esparcida, I , o la extinción ΔS . Este último es el producto de la intensidad de incidencia I_0 , y la 'óptica' a través de la sección A_{ext} del obstáculo de esparcimiento, reducido por la radiación propagada S_{det} en el detector del elemento (figura 3.15).

$$\Delta S = I_0 A_{\text{ext}} - S_{\text{det}} \quad (3.29)$$

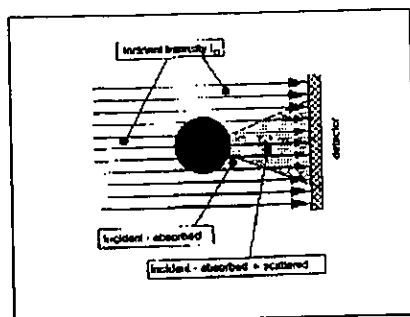


Figura 3.15.- Medida de extinción; relación de intensidad en el plano del detector

El coeficiente de extinción se define como la relación entre ΔS y a través de la sección geométrica. Para una sola esfera se tiene:

$$K = 4\Delta S / I_0 \pi D^2 \quad (3.30)$$

La extinción de multi partículas puede tratarse de una manera similar a la intensidad esparcida de multi partículas.

$$\Delta S = -3/2 I_0 A L C_v \int_0^\infty K/D q_3(D) dD \quad (3.31)$$

Así ΔS es proporcional a la concentración C_v y el ancho de la célula medida L . Ambos parámetros tienen que ser perfeccionados para lograr una extinción de intensidad suficiente sin los problemas causado por efectos múltiples de propagación. Una aproximación de la ecuación (3.31) es dada por la ecuación de Lambert-Beer.

$$\ln I/I_0 = -3/2 L C_v \int_0^\infty K/D q_3(D) dD \quad (3.12)$$

La ecuación (3.17) es de nuevo del tipo de una ecuación de la integral de Fredholm. Las soluciones generales para este problema de la extinción o no existen para el Rayleigh, o para el rango de Fraunhofer y requiere totalmente de la aplicación de la teoría de Lorentz-Mie. Se usan soluciones alternas especiales en técnicas de medición en la cual la función de la distribución $q(D)$ no esta completa, estimándose por promedio o parámetros integrales como la concentración de la partícula C_v o la superficie específica S_v . La figura 3.15 muestras el coeficiente de extinción K como una función de m y α . Está claro que K se pone constante en el rango de Fraunhofer. En este caso es fácil la integración de la ecuación (3.32), obteniéndose:

$$S_v = 6 \int_0^{\infty} q_3(D) / D \, dD \quad (3.33)$$

$$S_v = \ln(I/I_0) / KC_v L \quad (3.34)$$

Para una concentración conocida, S_v puede determinarse simplemente apartir de las medidas de extinción.

3.7.2 TÉCNICAS DE MEDICIÓN.

En metalurgia de polvo las técnicas de medición más importantes son las basadas en los principios anteriores y son técnicas de medición ópticas, difracción láser, y medida de turbiedad.

El principio de métodos ópticos se muestra esquemáticamente en la figura 3.17. Las partículas o fluyen individualmente a través de una zona iluminada sensible, o se examina un volumen moderado de suspensión por un haz láser enfocado. Ambos métodos requieren suspensiones sumamente diluidas. La intensidad propagada o la

extinción es detectada por un sensor foto - eléctrico. La altura de los impulsos detectados corresponde al tamaño de partículas individuales según las relaciones en las ecuaciones (3.23) a (3.26) para solo el problema de la partícula. Normalmente, esta relación es empíricamente determinada por calibración que cubre un rango de tamaño limitado. La distribución de altura de impulso es supervisada por un análisis de multi - canal y se convierte en una distribución del tamaño en base a la calibración. Para las partículas pequeñas, el índice refractivo es de influencia y, por consiguiente, tiene que ser considerado en la calibración, mientras éste no es el caso para las partículas grandes (ver figura 3.16). Estos métodos son aplicados en un rango mayor a $1 \mu\text{m}$ para las partículas en suspensiones, y $<0.1 \mu\text{m}$ para las partículas aerotransportadas.

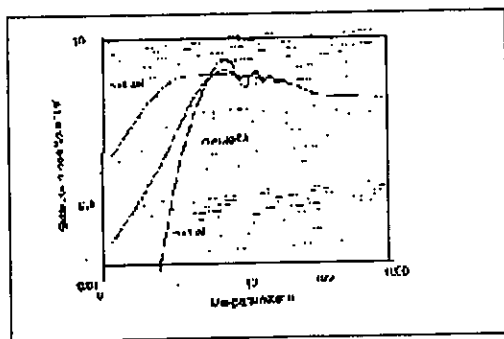


Figura 3.16 .-Dependencia del coeficiente de extinción K, para el índice complejo de refracción m y el parámetro de Mie

La difracción láser se ha vuelto por mucho el método óptico más importante para, polvos metálicos y cerámicos. Cuando la difracción involucra rayos externos a la partícula, la intensidad de la luz difractada no es dependiente en las propiedades de los materiales (ecuación 3.29). Por consiguiente, la mezcla de los polvos de materiales diferentes puede medirse sin dificultad lo que no puede hacerse con

otros métodos. Un diagrama del método de difracción láser se da en figura. 3.18, la zona medida es iluminada por una haz láser extendido. Las partículas se alimentan a través de la zona midiendo el flujo de un gas en un líquido, para polvos se vierte en suspensión en un vaso cerrado extendiendo un haz del láser. Las partículas alimentan la zona con un líquido o en un flujo de gas. La difracción y transmisión de electrones son enfocadas por una transformación de Fourier del lente delante del sensor focal del lente. Por este arreglo óptico, el modelo de la difracción de la posición de la partícula en el vaso medido, para el movimiento de las partículas. Multi - elementos y foto - sensores se usa principalmente para la medida de la distribución de intensidad $I(l, \lambda, D, \theta)$. Para polvos del tamaño único, un modelo de la difracción con mínimos discretos y los máximos aparecen, en cuanto a una sola partícula pero a un nivel de la intensidad reforzada. Para los polvos con una distribución de tamaño variable, el perfil de intensidad $I(\theta)$ es continuo y es el resultado de la superposición de los modelos de cada partícula dentro de la zona medida. Este perfil de intensidad es la base (término 1) para una función numérica de la distribución frecuencia $q_3(\alpha)$ la ecuación de tiene la forma (3.29). Generalmente se usan láseres de He ó Ne con una longitud de onda $\lambda=0.633$ m y limitan la pertinencia de la aproximación de Fraunhofer a un tamaño del orden de $1 \mu\text{m}$. La mayoría de los instrumentos modernos se utilizan para clasificar según el tamaño de la partícula en el rango subaltermo-micrométrico. Esto se ha hecho posible por medio de diferentes instrumentos, la alta adición de la aplicación angular de la teoría de la medición de la iluminación del perfil de intensidad en un ángulo bajo, ó la extensión simple de la solución de Fraunhofer en el rango del subaltermo-micrométrico. Las primeras dos variantes, por supuesto, requieren el conocimiento

del índice de refracción para las partículas submicrométricas, pudiéndose fabricar diferentes instrumentos para este rango. El rango de medición de instrumentos comerciales se extiende en el rango de 0.1 a 1000 μm . Debido a los cálculos complejos, todos los instrumentos se informatizan totalmente.

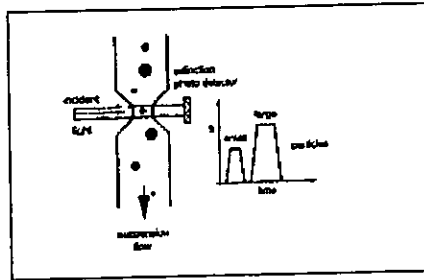


Figura 3.17.- Análisis del tamaño de la partícula por métodos coating

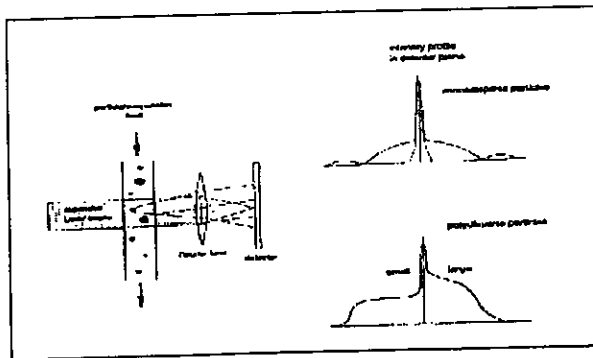


Figura 3.18.- Análisis del tamaño de partícula por difracción láser.

La medida de turbiedad es una técnica útil para la determinación de tamaño promedio. Para las partículas grandes, ésta basado en un coeficiente de la constante de extinción, ecuación 3.34. La solución especial de la ecuación de Lambert-Beer también existe para partículas pequeñas absorbentes, donde la concentración C_v es aproximadamente proporcional al $\ln(I/I_0)$. La medición de turbiedad se aplica como una herramienta para la medición de la concentración en muchos otros métodos viscosos.

3.8 OTROS METODOS.

Potencialmente pueden aplicarse otros métodos que utiliza un haz electrónico, sobre todo en el rango sub - micrometrico. Uno de estos métodos de espectroscopia es el de correlación del fotón (PCS). Esto hace uso del movimiento Browniano de las partículas pequeñas en una suspensión, y la frecuencia a la cual es inversamente relacionada al tamaño de la partícula. Para la variación de patrones de barrido láser pueden calcularse, el tamaño promedio de la partícula y el tamaño de distribución (espectroscopia del auto correlación). El rango del tamaño es aproximadamente de 0.03 a 3 μm . La velocidad de las partículas también puede medirse por el principio de la velocidad láser - Droppler.

Otros métodos que deben mencionarse incluyen cromatografía hidrodinámica (HDC) y flujo de campo fraccionado (FFF); los dos pueden ser clasificados como métodos de fluidos. HDC es muy similar a la cromatografía que se usa ampliamente para el análisis del tamaño de una moléculas. Un fluido se bombea a través de una columna empacada con esferas impermeables o a través de un tubo capilar largo. La suspensión de la partícula se inyecta con fuerza en la entrada de la columna. Las partículas más grandes se mueven con una velocidad mayor que las más pequeñas debido a efectos de pared. Monitoreando la concentración de la partícula en la columna contra el tiempo, se obtienen las características medibles. Estos métodos se ha aplicado en el rango del tamaño 0.01 a 200 μm . En FFF, un canal estrecho largo se usa en lugar de una columna o capilar. La fragmentación ocurre en campo centrífugo o gravitatorio. El rango del tamaño es 0.01 a 1 μm . Finalmente, los métodos HDC y FFF, muestran un gran potencial, pero todavía no es normal su uso en los métodos para la metalurgia de polvos (MP).

CAPITULO IV

INTERPRETACIÓN DE LA FORMA EN QUE SOLIDIFICAN LOS POLVOS Al-Fe (BOETTINGER, LIPTON, GLICKSMAN Y KURZ).

4.1 INTRODUCCION

Pequeñas partículas de polvo de Al ($\approx 10 \mu\text{m}$ o menos), subenfriadas antes de solidificar exhiben típicamente dos zonas microestructurales celular y microcelular en las partículas individuales. En las zonas microestructurales mencionadas hay una transición en la solidificación dominada por medio de un flujo interno durante la recalcificación con altos porcentajes de crecimiento (microcelular) hacia el dominio de la solidificación por un flujo externo de calor y un porcentaje bajo de crecimiento (celular). El origen de la microestructura en estas dos zonas para una estructura inicial celular o dendrítica se interpreta en base del crecimiento primario controlado por la redistribución del soluto en la interfase. Las partículas más grandes que experimentan un pequeño subenfriamiento no exhiben estas dos zonas microestructurales, contienen estructuras celulares, eutécticas o una estructura primaria intermetálica que son consistentes con el porcentaje de crecimiento controlado por la extracción de calor a través de la superficie de la partícula (flujo externo de calor).

Cuando una aleación líquida se divide en un gran número de finas gotas, como ocurre en la atomización, los sitios más potentes de nucleación pueden dispersarse de tal forma que un líquido puede ser enfriado antes de iniciar la nucleación.

Cuando la nucleación ocurre en una gota subenfriada la solidificación es

extremadamente rápida, este porcentaje inicial depende fuertemente de la morfología de la interfase sólido-líquido. Es conveniente definir un subenfriamiento dimensional

$$\Delta\theta = \Delta T / (L/C) \quad (4.1)$$

donde

ΔT = Es el subenfriamiento inicial sobre la temperatura relevante del líquido

L = Es el calor latente por unidad de volumen

C = Es la capacidad calorífica del líquido por unidad de volumen.

Para $\Delta\theta < 1$, la solidificación puede ocurrir en una de las tres diferentes morfologías para el caso de una simple nucleación en la superficie de las gotas como se presenta en la figura 4.1. En la figura 4.1 (a) una interfase dendrítica se mueve cerca de la velocidad constante a través de toda la partícula hacia la forma de una mezcla de líquido y sólido en el fin de la recalcificación. La región interdendrítica solidifica después por la extracción del calor latente del exterior de los polvos usualmente en varios porcentajes pequeños. En la figura 4.1 (b) una interfase lisa se mueve parcialmente a través de los polvos para producir una partícula la cual está compuesta de 2 zonas, una sólida y la otra líquida en el fin de la recalcificación. La solidificación finaliza a través de la transición del calor latente hacia el exterior del polvo usualmente en varios porcentajes pequeños para producir una estructura segregada áspera presentada en la parte alta. En este caso la fracción de los polvos es sólida al fin de la recalcificación y es igual a $\Delta\theta$. En el caso presentado en la figura 4.1(a) la microestructura es relevante uniformemente a través de la dimensión de los polvos. En el caso de la figura 4.1 (b) el flujo de calor interno y cambio de la temperatura en la interfase sólido-líquido, la velocidad y la forma

combinadas producen una fuerte dependencia del tiempo en los procesos de la solidificación y una microestructura la cual varía a través de las dimensiones de las gotas.

Un enfriamiento externo de los polvos atomizados es incapaz de suprimir esta recalcificación. La comparación ha demostrado que los polvos Al-Si y Al-Cu exhibieron 2 zonas microestructurales como se muestra en la figura 4.1 (b). Una dominada por el calor latente interno y por lo tanto con un alto porcentaje solidificado, y la otra dominada por el flujo de calor externo y por lo tanto un bajo porcentaje solidificado. Similares resultados fueron calculados para la solidificación de una película que solidificó en contacto con un sustrato frío por Clyne (referencia 9).

La forma de 2 zonas microestructurales se observa frecuentemente en los polvos solidificados rápidamente. Aunque la solidificación de la primera zona puede no ocurrir con una interfase líquida para los polvos Al - Fe. Este caso se presenta en la figura 4.1 (c), cuando la primera zona solidifica con una interfase celular fina. En el fin de la recalcificación el volumen de la fracción de los polvos la cual contiene la estructura celular que es igual a $(\Delta T / (L^*/C))$, donde L^* es una fracción del calor latente ordinario. Esta fracción es igual hacia el volumen de la fracción solidificada con la estructura celular en el fin de la recalcificación. Las estructuras ásperas en la parte superior se forman después de que la recalcificación es completa. La figura 4.1 enfoca también diferentes morfologías a la mencionada anteriormente (figura 4.1 (a) y 4.1(b))

En la figura 4.2 se presenta un diagrama de fases Al-Fe que muestra la porción rica del Al, en ella se indican las fases estables y metastables, este diagrama desarrollado por

Murray nos sirve para predecir las estructuras microestructurales aun cuando debe siempre de ser acompañado por la teoría, en la figura 4.3 se ven las estructuras microestructurales a diferentes velocidades de enfriamiento en polvos Al-1.2 Fe (% en peso), y Al -4 Fe (% en peso) utilizando experimentos Wrigman.

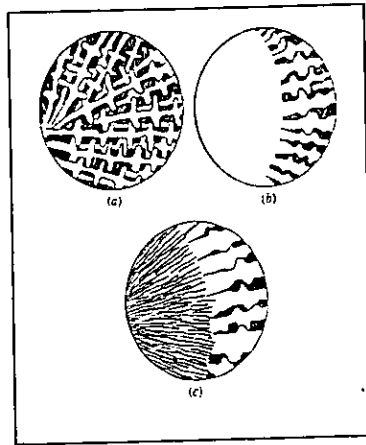


Figura 4.1.- Representa el esquema de solidificación de las partículas inicialmente subenfriadas, en la cual la nucleación inicia en la superficie, cuando la interfase inicial es (a) dendrítica, (b) lisa y (c) celular

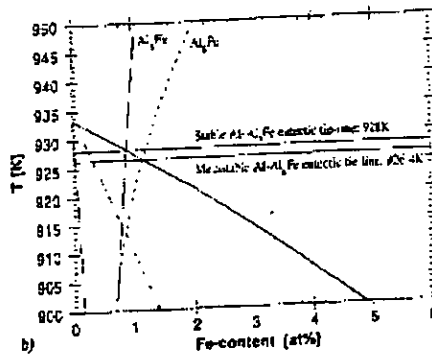


Figura 4.2.- Diagrama de fases metastables de la aleación Al-Fe calculado por Murray, el cual muestra el lado rico en Al.

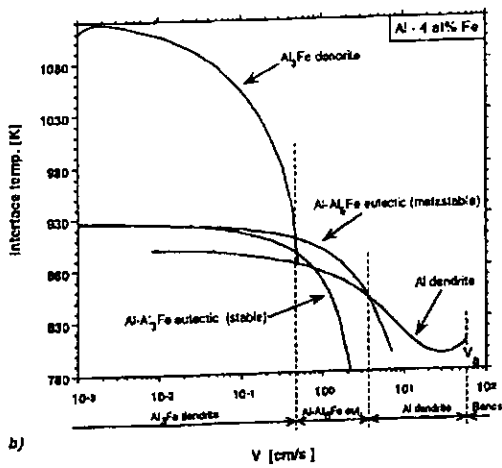
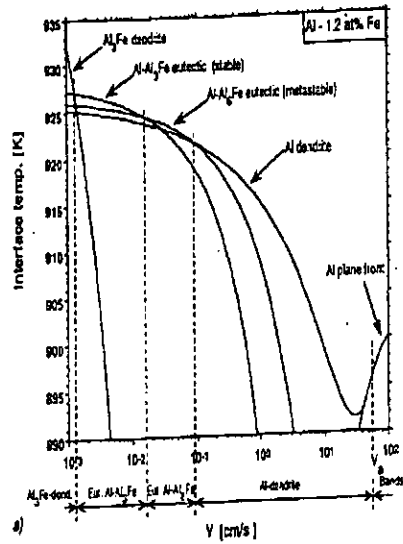


Figura 4.3.-Estructuras microestructurales en diferentes velocidades de enfriamiento en polvos Al -1.2 Fe (% en peso), y Al -4 Fe (% en peso) utilizando experimentos Wrigman.

4.2 INTERPRETACIÓN DE LAS MICROSTRUCTURAS CON EL TAMAÑO DEL POLVO

A través de la sección transversal de los polvos, la ausencia de una de las dos zonas microestructurales indica que el grado de subenfriamiento anterior a la solidificación no contribuye significativamente al porcentaje de crecimiento. La ausencia de un subenfriamiento grande inicial es más probable debido a la presencia de una concentración de sitios catalizadores potentes para la nucleación dentro del volumen de la aleación lo cual produce partículas de tamaño mayor que $10\ \mu\text{m}$. Esto se ajusta a las observaciones experimentales donde al incrementar la capacidad del subenfriamiento en aleaciones Al-Fe se produce el refinamiento del tamaño del polvo dentro del rango de $10\ \mu\text{m}$. Para los polvos más pequeños, la nucleación ocurre en la superficie del polvo y es por lo tanto también heterogénea aunque sí bien en pocos sitios potentes de catalización. En esas partículas el subenfriamiento inicial no contribuye significativamente a un porcentaje de crecimiento. La discusión por lo tanto se divide en dos secciones. La primera se resuelve con las partículas grandes donde la velocidad de la solidificación es controlada por la extracción de calor de los polvos hacia el exterior y donde la estructura formada es celular eutéctica o ínter metálica primaria. La segunda sección se resuelve para las partículas pequeñas dando la velocidad de solidificación es una función del subenfriamiento inicial y se observan las dos zonas micro estructurales.

4.2.1 SOLIDIFICACION SIN SUBENFRIAMIENTO INICIAL.

Puede proponerse un modelo simple para la solidificación apoyándose en la interpretación de los resultados presentes. Para evitar el cálculo complejo de la geometría de la solidificación de un polvo esférico de diámetro d será aproximado por un cilindro de diámetro d y altura d . Para un punto visto térmico, la solidificación puede ocurrir con una interfase plana moviéndose a una velocidad V_e (externo) para una cara del cilindro a otra. Anterior a la nucleación la difusión de la temperatura con una partícula en polvo es pequeña si el número de Biot $Bi = hd/k_l < 1$, donde h es el coeficiente de transferencia de calor y k_l es la conductividad térmica de la aleación líquida. La transferencia de calor es primero por conducción y h (para una partícula esférica) es dada por $h = 2K_{gas} / d$

$$\text{Aunque } Bi = 2K_{gas} / k_l \text{ aprox. } 10^{-4} \quad (4.2)$$

Después de la nucleación se libera el calor latente de fusión el cual es efectivo extendiéndose a través de los polvos enteros si $Vd / \alpha < 1$ donde α es la difusividad térmica para la aleación líquida para un tamaño $20 \mu\text{m}$ esta condición satisface si $V < 120 \text{ (cm / s)}$.

Para una isoterma del polvo, un balance simple de calor durante la solidificación dada la velocidad de solidificación; V_e , controlada por una extracción de calor externo con:

$$V_e = 6H\Delta T_\alpha / L \quad (4.3)$$

Donde ΔT_α es la diferencia de temperatura entre la muestra y el gas enfriante. La predicción de esta expresión la cual es razonable con la velocidad mínima dada por Levi

y Mehrabian usando una geometría esférica. Para la presencia de un subenfriamiento conductivo V_e está dado por:

$$V_e = 12K_{\text{gas}} V_e \Delta T_\alpha / L_d \quad (4.3)$$

La observación microestructural a lo largo de los polvos es consistente con el efecto del tamaño del polvo en V_e (experimentos realizados por Boettinger). Para los experimentos de Huges y Jones, la microestructura de Al-6 Fe (% en peso) cambia de una estructura intermetálica primaria Al_3Fe hacia una estructura eutéctica de $\alpha\text{-Al} + \text{Al}_6\text{Fe}$ y finalmente a una estructura celular de $\alpha\text{-Al}$ en un rango de velocidad de crecimiento entre 0.1 y 1 cm/s. Una transición superior de velocidad puede ser expresada para Al-8 Fe (% en peso). Un cambio idéntico en microestructura se observa para polvos Al-8 Fe (% en peso) con diámetros entre 5- 10 μm cuando el crecimiento estimado porcentual para un polvo inicialmente subenfriado también cambia de aproximadamente 0.2 hacia 1 cm / s. adicionalmente Huges y Jones midieron la constante $\lambda^2 V$ la cual relaciona el espaciado del eutéctico; λ , con el porcentaje de crecimiento para el eutéctico $\alpha\text{-Al} + \text{Al}_6\text{Fe}$ como una función del contenido de Fe. Extrapolando estos resultados hacia Al-8 Fe(% en peso) dieron una constante $\lambda^2 V$ de $-3.8 \times 10^{-11} \text{ cm}^3/\text{s}$. El rango del espaciado del eutéctico en los experimentos presentes es de 90 hacia 180 nm en polvos con diámetros entre 20 y 40 μm . Esto es un acuerdo general con los datos experimentales que las estructuras eutécticas son más comunes en polvos entre 20 y 40 μm en diámetro. Por lo tanto la ocurrencia de las estructuras celular, eutéctica e intermetálica

primaria a lo largo del tamaño de la partícula son consistentes con un porcentaje de crecimiento controlado para la extracción de calor a través del exterior de los polvos. La ausencia de un subenfriamiento inicial no implica que estas partículas no estén subenfriadas durante la solidificación. Durante el enfriamiento para un estado líquido vista como una situación hipotética. Donde todas las fases Al_3Fe , Al_6Fe y $\alpha-Al$ pueden nuclear. Aunque, la competencia de crecimiento de estas fases en la velocidad de crecimiento impuesta por el porcentaje de la extracción de calor externo determina la microestructura dominante. La temperatura de la partícula durante esta solidificación puede cerrar la temperatura de la interfase para el crecimiento de la temperatura del tiempo dominante después puede obtenerse la temperatura de la interfase para la solidificación celular de $\alpha-Al$.

Análisis de la temperatura en la interfase para el eutéctico y para la solidificación en las estructuras intermetálica primaria han sido modificadas por Hugnes y Jones. Estos estudios no serán tratados aquí (referencia 10-12).

4. 2.2 LA SOLIDIFICACIÓN CON SUBENFRIAMIENTO INICIAL

Levi y Mehrabia han calculado la posición de la interfase y la velocidad para un subenfriamiento inicial del polvo sujeto a un enfriamiento externo cuando la nucleación ocurre en la superficie. Esto asume que una interfase lisa es morfológicamente estable y gobernada por una ley cinética que envuelve solo una cara de esta. Esto puede presentarse sobre la posición y la velocidad de la interfase celular que puede ser modelada usando una ley cinética envolviendo solo la predistribución del soluto y un balance térmico del polvo entero usando un calor latente efectivo L^* .

4.2.3 CRECIMIENTO DE UNA DENTRITA AISLADA.

Analizando la cinética del crecimiento de la aleación celular o dendrítica de α -Al dentro de una función subenfriada, puede aplicarse una reciente teoría desarrollada por Lipton Glicksman y Kurz. Esta teoría predice el porcentaje creado de la punta de la dentrita aislada como una función del subenfriamiento, ΔT , para varias aleaciones con composiciones diferentes, C_0 , asumiendo un equilibrio local en la interfase sólido-liquido. La teoría incluye los efectos de la predistribución del soluto, el calor latente removido y la curvatura de interfase y usando criterios de estabilidad marginal para determinar las condiciones de operación en la punta de la dentrita. Así el rango para el crecimiento dendrítico en un material puro cuando el flujo de calor es dominante hacia el crecimiento dendrítico en una aleación de concentración cuando la predistribución del soluto es dominante.

El subenfriamiento ΔT es la diferencia entre la temperatura del líquido α -Al en el volumen de la composición de la aleación y la temperatura de la rapidez del líquido hacia la punta de la dentrita (el baño a la temperatura de nucleación). En la teoría, el subenfriamiento, ΔT , es la suma de tres componentes, subenfriamiento normal ΔT_i , subenfriamiento solutal ΔT_s , y la curvatura subenfriada ΔT_c .

El término ΔT_i es la diferencia de la temperatura entre la temperatura del líquido para el bulto de composición de la aleación del líquido en la punta de la dentrita. El término ΔT_c es la depresión de Gibbs-Thomson de la temperatura del líquido. Debido a la curvatura de la punta de la dentrita.

Una visión razonable asume que el primer espaciado de la dentrita o célula puede también determinarse por la redistribución del soluto. Si el espaciado primario es un juego en un espaciado cuando el campo de soluto de una punta adyacente se supone muy ligeramente, el campo térmico para la punta adyacente puede suponerse insignificante. Esto se debe a que los datos de la difusión térmica α es de cuatro veces más grande que la difusividad del soluto D . Cuando el porcentaje de crecimiento es dado por los efectos térmicos (Para aleaciones de pequeños rangos de enfriamiento). El espaciado primario probablemente no tiene nada que ver con el campo térmico ni nada que ver con el campo solutal se supone esto insignificante.

Cuando el campo térmico para una punta de la dentrita adyacente es tomado en cuenta entonces es insignificante, el motivo de avance de la dentrita a celular puede ser modelada con una superficie instantánea o isoterma lisa la cual emite un calor latente efectivo L^* . La temperatura de esta superficie como una función de la velocidad esta dada por ley cinética para una dentrita aislada.

Separar el problema térmico y solutal es valido solo cuando el porcentaje de crecimiento de una dentrita aislada es dominado por una redistribución del soluto esto ha sido recientemente usado para modelar un crecimiento equiaxial dendrítico por Rapraz..

El modelo diseñado por Lipton Glicksman y Kurz, se emplea para valores altos del número de Peclet (≥ 1) para el cual es valida la solución clásica para el crecimiento dendrítico, esta se resuelve usando la solución de Ivansov.

El problema se define asumiendo por simplicidad la punta aislada de la dentrita en forma de un paraboloides de revolución, creciendo en proporción de crecimiento constante

$$V (V = v_1 d_o / 2a) \tag{4.4}$$

Donde;

V_1 = Es la proporción de crecimiento en (m/s)

d_o es la longitud de capilaridad en m

a = es la difusividad térmica en (m²/s)

R = Es el radio de la punta $R (R = R_1/d_o)$,

R_1 es el radio de la punta en el baño con los datos del subenfriamiento $\Delta T (\Delta T_1 / \theta_1)$

ΔT_1 = Es el subenfriamiento del baño en °K

θ = Es la unidad de subenfriamiento $H / C_p \rho$

H = Es el calor latente de fusión en J / m³

C_p = la capacidad calorífica del líquido en J / m³ K

El problema es definido por las siguientes ecuaciones (4.4) a(4.6)

Donde

$$\Delta T = I_v (P_t) + C_o (a-1) -1 + 2\sigma \cdot P_t F(A) \tag{4.5}$$

donde:

I_v = Es la función de Ivasov $I_v (P) = P \exp (- P) E_1(P)$

P = Es el Número de Peclet solutal ($VR / 2D$), o térmico ($VR/2a$)

C_o = Es la concentración de la aleación = C_1 l ml / θ (% en peso)

M = Es la pendiente de la línea de líquido en °K / (% en peso).

σ^* = constante de solubilidad.

$$A = [1 - (1 - k_0) / v (Pc)]^{-1}$$

$$F(A) = \varepsilon_t + \varepsilon_c \frac{2\eta Co}{A} (1 - K_0)$$

$$\varepsilon_t = 1 - \frac{1}{[(1 + 1/\sigma^* P_t^2)]^{0.5}}$$

$$\varepsilon_c = 1 + \frac{2K_0}{[1 - 2K_0 - (1 + 1/\sigma^* P_t^2)^{0.5}]}$$

el radio de la punta es:

$$R = [\sigma^* P_t F(A)]^{-1} \quad (4.6)$$

Y la velocidad de crecimiento

$$V = \sigma^* P_t \frac{2F(A)}{R} \quad (4.7)$$

Como lo proponen los autores, la solución de estas tres ecuaciones se resuelve obteniendo primero la ecuación 1 para los datos iniciales ΔT y Co . El número de Peclet se utiliza para evaluar R y V en la ecuación (4.5) y (4.6) respectivamente. El modelo se resuelve numéricamente (referencia 3).

CAPITULO V PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

5.1 FABRICACIÓN DE LOS POLVOS

Los polvos de Al-Fe fueron obtenidos en la Universidad de California en estados unidos. Dos aleaciones con composición nominal de Al-2.56 Fe (% en peso) y Al 6.0 Fe (% en peso) fueron seleccionadas para este estudio. Las aleaciones fueron preparadas usando Al (99.99%) y Fe (99.98%), En los experimentos de atomización, la aleación fue súper calentada a temperaturas de 200 k arriba del equilibrio del líquido, y atomizado dentro de una distribución de gotas finas usando gas de nitrógeno.

Para reducir la oxidación los experimentos fueron realizados en un ambiente de vacío, el cual fue evacuado con presiones por abajo de 100 Pa e inyectado nitrógeno a presiones de 1.05×10^5 Pa primordialmente para fundición y atomización. Las primeras variables usadas en la atomización para este estudio son listadas en la tabla 5.1.

La atomización de polvos de Al-Fe fueron colectados y el tamaño de la distribución fue establecido por el acorde mecánico del ASTM estándar B214.

En base a estos parámetros físicos se obtuvieron el tamaño medio de la masa de los polvos atomizados los resultados se muestran en la tabla 5.1, y la figura 5.1.

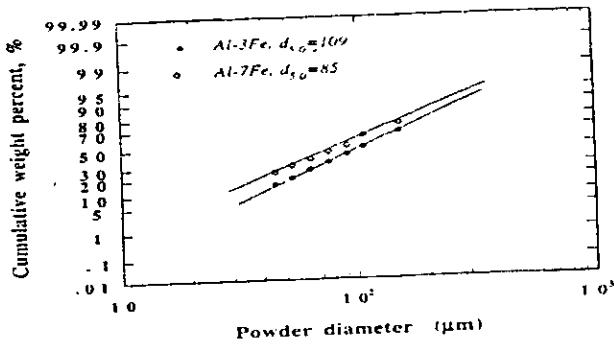


FIGURA 5.1.- DISTRIBUCIÓN DE LOS POLVOS ATOMIZADOS

TABLA 5.1 VARIABLES EXPERIMENTALES Y DIÁMETROS ESPECÍFICOS DE LOS POLVOS ATOMIZADOS Al-Fe

VARIABLES	VALORES	
	Al - 2.56Fe	Al - 6Fe
MATERIAL (% en peso)		
TEMPERATURA DE SUPERCALENTAMIENTO (K)	1053	1143
GAS ATOMIZANTE	N ₂	N ₂
PRESIÓN DEL GAS ATOMIZANTE (MPa)	1.55	1.97
PORCENTAJE DE FLUJO DEL GAS (kg/s)	0.24	0.029
PORCENTAJE DE FLUJO DEL METAL (kg/s)	0.28	0.029
• d ₁₆ (μm)	46	34
• d ₅₀ (μm)	109	85
• d ₈₄ (μm)	263	232
• σ = d ₈₄ /d ₅₀	2.41	2.71

2.2 PREPARACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE LAS MUESTRAS

El polvo fue montado para el análisis microestructural usando técnicas de metalografía estándar. Los polvos fueron montados en resina y pulidos mecánicamente posteriormente se atacaron químicamente con reactivo Kéller (2.5 % NHO_3 , 1.5 % HCL , 0.5 HF , H_2O) para observar la microstrutura en el microscopio óptico.

La caracterización de la morfología de las fases presentes y el microanálisis fue llevado en un microscopio electrónico de barrido (SEM). Las muestras fueron preparadas en porta muestras metálicas, posteriormente se ataco con reactivo Kéller (2.5 % NHO_3 , 1.5 % HCL , 0.5 HF , H_2O), se aplico una recubrimiento de pintura de plata para fijar los polvos y se observaron en el Microscopio electrónico de Barrido (SEM).

En el SEM se estudio la medición del espacio secundario en la dentrita (SDAS) en los polvos atomizados.

Se utilizo también el SEM para obtener el análisis químico en la fase α -Al para determinar el porcentaje de Fe contenido en dicha fase.

CAPITULO VI RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

6.2 TAMAÑO DE LAS PARTÍCULAS Y DISTRIBUCIÓN DE LOS POLVOS.

El tamaño de la distribución de los polvos atomizados Al-2.56 Fe (% en peso) y Al-6.0 Fe (% en peso), se estableció tomando en cuenta los resultados del experimento en un gráfico de probabilidad de porcentajes acumulados contra el diámetro de los polvos, los resultados son resumidos en la figura 5.1. Sugiere que el tamaño de la distribución de los polvos atomizados puede aproximarse por una función logaritmo-normal, Basada en una pequeña relación logaritmo-normal, la masa media para los polvos de diámetro d_{50} fue determinada siendo $109 \mu\text{m}$ para la aleación Al-2.56 Fe (% en peso) y $85\mu\text{m}$ para las aleaciones Al-6.0 Fe (% en peso), respectivamente. la especificación de los polvos d_{16} y d_{84} , las cuales corresponden a 16 y 84% de los polvos. Fue también determinada y resumida en la tabla 5.1.

La ecuación de Lubanska (descrita en el capítulo 1) es una típica correlación empírica común usada para la atomización de metales la cual presenta que la masa media de los polvos (DM o d_{50}) es inversamente proporcional al flujo del gas y - líquido, J_g/J_l . La cual toma en cuenta las propiedades físicas y químicas del sistema (tabla (5.1)).

En el presente estudio se uso gas a alta presión de atomización para aleaciones

Al-6Fe para comparar la diferencia en temperatura de atomización del porcentaje del flujo de gas en la atomización en los polvos de Al-6Fe fue más alto que en los polvos Al-2.56Fe, como se presenta en la tabla 5. 1. Acordando el radio de gas hacia el porcentaje de flujo de líquido (1.0) para los polvos Al-6Fe fue más grandes que los polvos Al-2.56Fe (0.857), el presente resultado demuestra que la masa media del diámetro decrece cuando decrece el porcentaje de flujo gas o líquido. Otro parámetro que puede representar la extensión de la distribución del tamaño de polvo es la desviación estándar la cual puede ser representada como $\sigma = d_{84} / d_{50}$, asumiendo que el tamaño de polvo obedece una relación logaritmo normal. Comparando la desviación estándar para Al-2.56Fe ($\sigma=2.4$) y al-6fe ($\sigma=2.73$) indicando que un alto gas de presión (Al - 6Fe) resulta en un amplio tamaño de distribución.

6.2. PORCENTAJE SUBENFRIADO Y COMPORTAMIENTO DE LOS POLVOS ATOMIZADOS.

En los casos de los polvos exhibieron una morfología de dendrita primaria, se midió el espaciado secundario de la dendrita (SDAS) para cada tamaño de polvo. El promedio SDAS corresponde a cada tamaño de polvo dentro del rango graficado contra una función del tamaño de polvo. Los resultados presentados en la figura 6.1, indican que la SDAS disminuye cuando decrece el tamaño de polvo: las medidas SDAS se usaron entonces para calcular el porcentaje subenfriado experimentado por los polvos durante la solidificación acordando hacia una relación empírica propuesta por Ahlborn y Merz para el sistema de la aleación Al-Fe.

$$SDAS = 77 T^{-0.42} (\mu m) \quad (6.1)$$

Donde: T' es el porcentaje subenfriado (Ks^{-1}).

Los resultados de los cálculos, los cuales son también resumidos en la Tabla 5.1. Presentan que el porcentaje enfriado incrementa significativamente cuando decrece el tamaño del polvo. El porcentaje subenfriado de los polvos Al-6Fe (% en peso) fue generalmente más alto que el de Al-2.56 Fe (% en peso). Acordando que los polvos Al-6Fe presentan un espaciado dendrítico secundario fino. Esta diferencia en porcentajes subenfriados puede ser racionalizando la base de elevado coeficiente de transferencia de calor que fue asociado en una presión alta del gas atomizado (1.97 Mpa) usados para los polvos Al-6Fe en comparación con los polvos Al-2.56 (1.55 Mpa). Esto es conocido que una de las características de rápida solidificación es el tener relativamente altos niveles de subenfriamiento anterior a la iniciación de la nucleación.

La atomización puede tener altos niveles de subenfriamiento con una transferencia simultánea de la energía térmica. Estas condiciones se usan típicamente para racionalizar la presencia de un refinador de morfología de solidificación, pequeñas SDAS, y la formación de microestructura de no-equilibrio, la extensión de la solución sólida, que son comúnmente reportadas para polvos atomizados. La siguiente discusión del subenfriamiento homogéneo y su estimación para su estudio usando los resultados previos.

El subenfriamiento homogéneo corresponde a un nivel máximo de subenfriamiento que puede ser llevado cabo para gotas metálicas antes de la solidificación bajo un ambiente de condiciones dadas, tales como el tamaño de gota y porcentaje enfriado

por la siguiente ecuación.

$$\Delta T_{\text{hom}}^2 = \frac{16\pi\sigma_m^3 \Omega^2 T_l^2}{3kT_n H_f \ln(10^{44} (V\Delta T_{\text{hom}}/T))} \quad (6.2)$$

donde:

V = Es el volumen de la gota subenfriada (m³)

r* = Es el radio critico de nucleación (m)

a = Es diámetro atómico (m)

D = Es la difusividad del liquido (m²/s)

σ_m = Es la energía de la interfase sólido-liquido (J m²)

Ω = Es el volumen atómico (m³ x átomo)

k = Es la constante de Boltzman (J por átomo por kelvin)

H_f = Es el calor latente de fusión (J por mol)

T_l = Es línea de la temperatura de equilibrio (K)

T_n = Es la temperatura de nucleación (K).

Tomando en cuenta el porcentaje subenfriado determinado en la básica sección previa y usando las constantes físicas presentadas en la tabla 6.2, la magnitud del subenfriamiento homogéneo de la fase α-Al en el Al-2.56Fe (% en peso) y la Al-6Fe(% en peso) fue calculada, y los resultados resumidos en la tabla 6.1. Estos cálculos resultan evidentes indicando que el subenfriamiento de las gotas es dependiente bajo las propiedades termales de la aleación. Para el Al-2.56 Fe (% en peso) y Al-6 Fe (% en peso) con algunos tamaños tal como 128 μm, el calculo de la nucleación

homogénea fue 180 y 196 K, respectivamente. Esta diferencia puede ser el resultado (i) El polvo Al-6Fe experimenta un alto porcentaje subenfriado comparado para el polvo Al-2.56Fe(% en peso) bajo la categoría de tamaño debido a la diferencia de la presión de atomización y (ii) La aleación Al-Fe con alto contenido de soluto necesita un subenfriamiento para una nucleación homogénea. Inspeccionando la variación del subenfriamiento con el tamaño de polvos se demostró que partículas pequeñas de polvos experimentan un alto subenfriamiento. Los efectos del subenfriamiento en los resultados microestructurales serán discutidos.

6.3 MICROSTRUCTURAS Y COMPETICIÓN DE DIFERENTES FASES EN LOS POLVOS ATOMIZADOS.

Ha sido bien argumentado en discusiones previas que la formación de varias fases es influenciada por el grado de subenfriamiento experimentada por los polvos. La relación de la cantidad de esas fases también ha sido influenciados por el grado de subenfriamiento experimentado por los polvos. La relación de la cantidad de esas fases, puede también ser afectada por el crecimiento cinético

El crecimiento de la velocidad de interfase de una partícula puede relacionarse con el subenfriamiento experimentado por un polvo. Para las condiciones de la dinámica de solidificación en el sistema Al-Fe, Chu y Granger derivaron una relación cinética entre la velocidad de crecimiento de la interfase V y el subenfriamiento ΔT . para Al-2.56Fe(% en peso), la relación fue aproximadamente expresada como:

$$V = 8.85 \times 10^{-6} \Delta T^\alpha \quad (6.3(a))$$

y

$$\alpha = 3.66 - 0.3 \log \Delta T$$

(6.3 (b))

Donde:

$$V = (\text{m/s})$$

$$\Delta T = (^\circ\text{K}).$$

Para Al-6Fe, la relación fue expresada:

$$V = 5.78 \times 10^{-7} \Delta T^\alpha$$

(6.4 (a))

y

$$\alpha = 3.89 - 0.34 \log \Delta T$$

(6.4(b))

Comparaciones de la ecuación 6.3 y 6.4 indican que la extensión del subenfriamiento tiene una fuerte influencia relativa en la velocidad de interfase de α -Al en el sistema Al-3Fe. Asumiendo que el medio inicial de subenfriamiento ΔT después del comienzo de la nucleación igual que para la nucleación homogénea. La inicial velocidad de crecimiento en la interfase puede ser calculada usando la ecuación 6.3 y 6.4. Este calculo resulta de la inicial velocidad de crecimiento en la interfase, basado en datos experimentales en la tabla 6.4 se muestran los resultados, indicando que la velocidad de interfase incrementa cuando decrece el tamaño de la partícula en polvo. Esto también indica que la composición de Fe tiene un efecto significativo en la velocidad de interfase, suponiendo que se compara con la aleación diluida (Al-3Fe), la aleación concentrada (Al-6Fe) necesita un alto subenfriamiento o un alto porcentaje enfriado para lograr una velocidad de crecimiento equivalente en la interfase. La partición de la solidificación puede ocurrir con la velocidad de crecimiento, y concluyendo, una estructura de libre micro segregación puede ser formada. Ahora examinando, la microestructura de los

polvos presentada no evidencia directamente que tales estructuras sean formadas, indicando una ausencia de la cual una alta velocidad de la interfase alcanzada (o subenfriamiento). Esta es más probable que la nucleación heterogénea debido a la presencia de sitios potenciales de catalización para la nucleación.

El resultado obtenido por el estudio metalografico estudiados en los polvos Al-2.56 Fe (% en peso) y Al-6.0 Fe (% en peso) revelan las siguientes microestructuras. La partícula de los polvos atomizados consiste en un tamaño entre 10 y 40 μm de diámetro presentando una esfera dendrítica y en algunas parte presentó una forma predendrítica. La figura 6.1 presenta una esfera dendrítica la cual muestra el desarrollo del crecimiento regular para un modo inicial predendrítico.

La explicación termodinámica de la difusión en la solidificación sugiere que esta solidificación esta fuera del cambio en la composición esto puede ser posible a bajas temperaturas, en las cuales tanto el sólido como el líquido de una composición dada tienen la misma energía libre y temperatura máxima para no fraccionarse, menor difusión, o solidificación masiva para la composición involucrada. La formación predendrítica presentada en la figura 6.1 es limitada por la estabilidad del frente de solidificación hacia la perturbación, llevando un crecimiento celular o dendrítico acompañado por el soluto de partición, el gradiente de concentración en el sólido, y finalmente la separación interdendrítica o intercelular de una segunda fase más haya de la región (c).

La figura 6.2(a) presenta microestructuras observadas en polvos Al-2.56 Fe (% en peso) en el porcentaje del tamaño en el diámetro entre 20 y 50 μm . Esta microestructura es similar a la reportada por Boettinger., en el cual el botón izquierdo

de los polvos exhibieron una micro célula primaria FCC α -Al en la solución sólida. (marcada con la letra (a) en la figura 6.1, la cual sugiere que la nucleación parece haber ocurrido en algún solo sitio de la superficie de la partícula y el frente de solidificación paso de izquierda a derecha, pero el avance del frente de solidificación no fue notado sobre la microestructura (predentrita) , llevando la segregación a los límites de la célula.

Como la velocidad del frente de solidificación decrece, la estructura de los polvos atomizados de Al-2.56 Fe (% en peso) pasa de la predentrita (Figura 6.1), a la microcelular (figura (6.2a)). Observando que en este tamaño de partícula y para esta composición en particular, la presencia de Al_3Fe o Al_6Fe como íter metálicos primarios no fue detectada.

Para los polvos Al-6.0 Fe (en peso) aparte de las estructuras celular o dendrítica, se observaron en partículas de polvos con tamaño $> 50 \mu m$, la presencia de fases primarias las cuales fueron generadas en forma de plumas o ruedas (figura 6.4 (a)); estas observaciones son consistentes con los estudios de aleaciones Al-Fe en rápida solidificación. En la cual esta fase primaria fue identificada con el íter metálico Al_3Fe . Otro tipo de microestructura observada fue el que exhibió una morfología de eutectico de α -Al + Al_6Fe que es presentado en la figura 6.4(b). Las fase que fueron presentadas en los atomizados Al-6.0 Fe (% en peso) han sido identificados por el análisis de difracción de rayos X; acordando el espectro de rayos X (figura 6.3) las crestas más fuertes corresponden a la fase α -Al , considerando que la cresta de difracción relativamente débil es el intermetálico Al_3Fe y Al_6Fe .

La formación de varias fases durante la atomización puede comprenderse mejor con las bases del mecanismo de competencia en la nucleación (Perepezko), que incluye el límite de las fases metastables y la línea α -Al presentada por Murray. El diagrama de fases indica que la formación de un rango de fases metastables y morfologías microestructurales depende del grado de subenfriamiento inicial experimentados por las gotas.

6.3 SOLUBILIDAD Y MICROANÁLISIS DE Fe.

La tabla 6.5 resume los volúmenes de Fe contenidos en la fase α -Al que es determinada por los polvos Al-2.56 Fe (% en peso) y Al - 6.0 Fe (% en peso) o diferentes tamaños de polvos (35,55 y 90 μm) usando un microanálisis SEM. Esta tabla presenta que para los polvos Al-2.56 Fe (% en peso) y Al-6.0 Fe(% en peso), el contenido de Fe en la fase α -Al incrementa con el decrecimiento del tamaño del polvo reportado en varios trabajos. Ha sido bien documentado que para la solubilidad del sólido de Fe en Al en equilibrio es 0.025 en %. En el presente estudio, el resultado del microanálisis SEM (la tabla 6.5 demuestra que la solubilidad del Fe en la estabilidad puede extenderse significativamente bajo la condición de solidificación investigada). Es notable que el contenido medido de Fe en la fase α -Al esta muy cerca de la composición de la aleación diseñada, sugiere que el soluto atrapado puede haber ocurrido bajo las condiciones experimentales actuales. Una de las características de la solidificación rápida es el logro de niveles relativamente altos de subenfriamiento antes de que inicie la nucleación. La atomización puede usarse para lograr altos niveles de subenfriamiento donde una

simultánea promoción de porcentajes de transferencia de energía térmica y por eso los altos porcentajes de enfriamiento. Esa condición se usa típicamente para racionalizar la presencia de una morfología de solidificación refinada (pequeño SDAS) y la formación de microestructuras de nanoequilibrio (extendidas a soluciones sólidas) eso se reporta comúnmente para los polvos atomizados. Para una cierta extensión, las variables procesadas pueden ser manipuladas para controlar el grado de subenfriamiento y por eso promover una transición en los rasgos microestructurales de solidificación.

El Fe contenido en la estructura predentritica se analizó también usando un microanálisis SEM. La estructura predentritica esta formada por dos zonas, lo cual se debe a una diferencia de contenido de Fe entre la zona interior y la exterior. El promedio de contenido de Fe fue 3.31. Cuando esto fue 2.76 % para la zona que esta dentro en la estructura predentritica, tabla 6.3.

6.4 EL MODELO DISEÑADO POR LIPTON GLICKSMAN Y KURZ (PARA GRANDES SUBENFRIMIENTOS)

Con la memoria de la microestructura encontrada observada en los polvos atomizados Al-Fe en nitrógeno y en particular los presentados en la figura 6.1 y 6.2(c) se pueden mencionar que estas dos partículas atomizadas representan la primera morfología observada en los polvos. La figura 6.2(c) presenta una partícula en polvo en la cual se puede observar la solidificación, cuyo crecimiento es dendrítico y es adaptando a una forma descrita por una paraboloides de revolución. Asumiendo que este tipo de dentrita creció con una velocidad constante V y R

dentro de un baño con un subenfriamiento dado, entonces las dentritas observadas en el polvo de las partículas creció en un punto posicionado hacia la izquierda del punto coordinado $(\Delta T_3, R_3)$ presentados en la figura 6.5(b).

Se ha reportado este tipo de morfológica, y su formación se ha explicado en términos de movimiento de la interfase a una velocidad casi constante a través de la partícula entera forma una mezcla de líquido y sólido al final de recalcancia con un subenfriamiento dimensional de la forma $\Delta\theta = \Delta T / (L/C) < 1$ (Donde ΔT es el subenfriamiento inicial abajo de la temperatura relevante del líquido, L es el calor latente por unidad de volumen, y C la capacidad calorífica del líquido por unidad de volumen); después las regiones interdendríticas solidifican por levantamiento de calor latente para el polvo exterior a una proporción muy baja.

La figura 6.1 muestra que el segundo tipo de morfología observado en los polvos atomizados, estos polvos presentan la siguiente morfología i) un círculo es observado en el cual no se distingue ningún rasgo ii) el círculo (marcado con (a)) fue rodeado por un anillo concéntrico marcado el cual no presenta ningún rasgo (marcado con c) iii) Del interior de este anillo concéntrico, las dentritas empezaron a crecer(iv) las dentritas continúan creciendo y aumentan en dimensiones (el radio de la punta y el espaciamiento dendrítico aumentan primero), y (v) el crecimiento se para con los límites de grano.

Observando el comportamiento mostrado en la figura 6.5(b) y analizando valores por debajo de ΔT , con respecto a los rasgos microestructurales de la figura 6.1, este puede ser un punto del tipo de radio dendrítico, R , de la dentrita observada cerca del límite de grano ($R \approx 0.2\mu\text{m}$) el cual decrece en dimensiones con ΔT y V

incrementa hasta aquellos parámetros forzados para que R alcance un valor mínimo en el dibujo de ΔT contra R ($\Delta T \approx 0.58, R \approx 10$ y $R \approx 0.01 \mu\text{m}$, con $d_0 = 3.33 \times 10^{-10}$ m). Este mínimo en R de la figura 6.5(b) corresponderá para la interfase dentritica/concéntrico (marcada con c) en la figura 6.1. En la interfase $R \approx 0.05 \mu\text{m}$ que cierra el valor de R determinado por el dibujo de ΔT contra R ($R \approx 0.01 \mu\text{m}$). Un máximo en R para el dibujo se localizo en el punto coordinado $(\Delta T_2, R_2)$ el cual corresponde a la interfase concéntrica anillo / círculo de la figura 6.1(marcada con b), Y finalmente, el círculo de la figura 6.1 (marcada con a) corresponde a la porción del dibujo ΔT contra R donde el valor de R es infinito.

En términos de la microestructura, el círculo corresponde a una región en la cual la formación de libre segregación ocurre. Esta microestructura de micro segregación libre es el producto de la rápida solidificación para la fundición bajo condiciones cinéticas que dan un riesgo de estabilidad absoluta del avance del frente de solidificación contra las perturbaciones o el atrapamiento del soluto en el sólido. Reportado por Jones, la formación de una segregación libre solución sólida $\alpha\text{-Al}$ para el sistema Al-Fe se espera que el soluto atrapado gobierne esencialmente toda la concentración (la velocidad necesaria para la estabilidad absoluta, $V_a \approx 151$ m/s para la composición en las aleaciones 2.56 Fe(% en peso). Por consiguiente donde el dibujo de ΔT contra R de la figura 6.5(b) , asume que éste comportamiento corresponde a la perturbación del sistema que se presenta en la interfase círculo/anilloconcentrico, el cual da lugar al crecimiento de células o dentritas como se observa esquemáticamente en la figura 6.1 (marcada con a) en la interfase concéntrica anillo/ dentrita.

TABLA 6.1 CÁLCULO DEL PORCENTAJE DE LOS POLVOS AL-FE Y SUBENFRIADOS EN LA FASE α -Al DE LOS POLVOS Al-Fe y ESPACIADO DENTRITICO SECUNDARIO.

d (μm)	Al-2.56Fe			Al-6Fe		
	T^* (ks^{-1})	ΔT_{hom} (K)	SDAS(μm)	T^* (ks^{-1})	ΔT_{hom} (K)	SDAS (μm)
128	9.2×10^3	180	167	2.0×10^4	196	1.20
98	1.3×10^4	183	1.44	2.9×10^4	198	1.03
58	2.6×10^4	186	1.08	5.2×10^4	201	0.80
41	4.0×10^4	188	0.89	9.0×10^4	204	0.64

TABLA 6.2 PARÁMETROS TERMODINÁMICOS USADOS PARA CÁLCULAR EL SUBENFRIAMIENTO HOMOGÉNEO DE LOS POLVOS ATOMIZADOS Al-Fe

PARÁMETROS	Al-2.56Fe	Al-6Fe
ENERGÍA INTERFACIAL σ_m , Jm^{-2}	0.121	0.121
VOLUMEN ATÓMICO Ω , $\text{m}^3\text{atom}^{-1}$	1.65×10^{-29}	1.65×10^{-29}
EQUILIBRIO DEL LÍQUIDO T_l , °K	938	1063
CONSTANTE DE BOLTZMANN k, $\text{J}^\circ\text{k}^{-1}$	1.38×10^{-23}	1.38×10^{-23}
CALOR LATENTE DE FUSIÓN H_f , Jmol^{-1}	1.04×10^4	1.02×10^4
DÍAMETRO ATÓMICO a, m	3.45×10^{-10}	3.45×10^{-10}
DIFUSIVIDAD DEL LÍQUIDO D, m^2s^{-1}	2×10^{-9}	2×10^{-9}
CALOR ESPECIFICO DEL LÍQUIDO C_p , Jmol^{-1}K	31.5	31.3

TABLA 6.3 MICROANÁLISIS DENTRO DE LOS POLVOS ATOMIZADOS (% en peso Fe) Fig. 2

MICROANÁLISIS	REGION A	REGION B	REGION C	DENDRITAS
CENTRO	2.56 ± 0.09		2.56 ± 0.09	
1µm HACIA EL CENTRO	2.56 ± 0.05			
REGION B		2.52 ± 0.10		
CERCA DE LA REGION C				2.54 ± 0.12
5µm A DISTANCIA DE LA REGION C				2.49 ± 0.10
EN LOS LIMITES DEL GRANO				2.45 ± 0.09

Tabla 6.4. VELOCIDAD DE CRECIMIENTO EN LA INTERFASE CONSIDERANDO EL SUBENFRIAMIENTO EN LAS PARTÍCULAS Al-Fe.

D (µm)	ΔT	α	V	ΔT	α	V
128	180	2.85	196	196	3.11	7.77
98	183	2.845	198	198	3.109	7.99
58	186	2.843	201	201	3.106	8.24
41	188	2.841	204	204	3.104	8.53

TABLA 6.5 MEDICIÓN DEL Fe CONTENIDO (% en peso) EN LA FASE α- Al USANDO MICROANÁLISIS SEM.

Al - 2.56 wt% Fe			Al - Fe 6.0 wt%		
90µm	55µm	33µm	90µm	55µm	33µm
2.19	2.53	2.69	5.47	5.72	5.96
2.23	2.39	2.56	5.52	5.81	5.99
2.35	2.16	2.70	5.48	5.80	5.96
2.08	2.37	2.46	5.54	5.64	5.97
2.14	2.43	2.56	5.48	5.76	5.99
2.34	-	2.36	5.54	5.82	5.99
2.15	-	-	-	-	-
2.21 ± 0.12	2.38 ± 0.11	2.56 ± 0.09	5.71 ± 0.025	5.76 ± 0.030	5.98 ± 0.10

TABLA 6.6 PARÁMETROS USADOS DENTRO DEL MODELO MATEMÁTICO DE LA PUNTA DE LA DENTRITA.

UNIDAD SOBREFRIADA	$\theta = H / c_p$	368.7 (K)
ALTURA DE CAPILARIDAD	$d_o = \Gamma / \theta$	2.71×10^{-10} (m)
RADIO TERMICO / DIFUSIVIDAD CAPILAR	$\eta = \alpha / D$	1.41×10^4 (...)
CONCENTRACIÓN DE LA ALEACIÓN	$C_o = \underline{C_o} \theta m $	99.6 $\underline{C_o}$ (wt%)
BAÑO SOBREFRIADO	$\Delta T = \theta \underline{\Delta T}$	368.7 $\underline{\Delta T}$ (k)
PORCENTAJE DE CRECIMIENTO	$V = 2a\underline{V} / d_o$	$2.51 \times 10^5 \underline{V}$ (m/s)
RADIO DE LA PUNTA DE LA DENTRITA	$R = \underline{R} d_o$	$2.71 \times 10^{-10} \underline{R}$ (m)
PENDIENTE DEL LÍQUIDO	m	-3.7 (k/wt%)
COEFICIENTE DE EQUILIBRIO DE PARTICIÓN	ko	0.038 (.....)

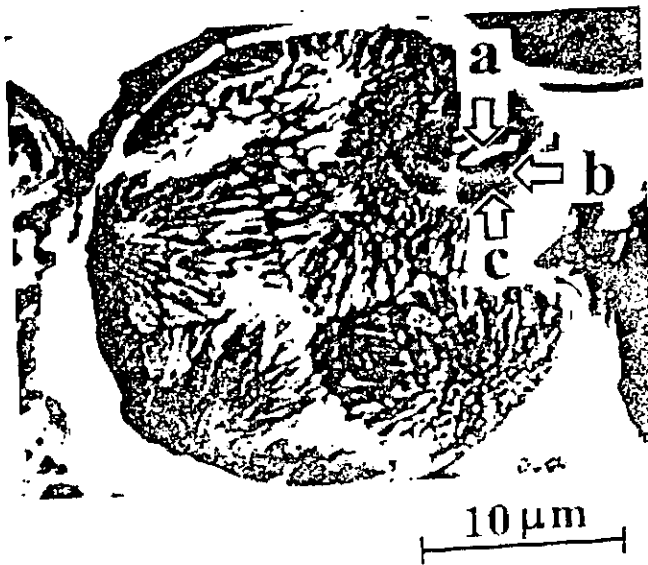


FIGURA.6.1.- PARTÍCULAS ATOMIZADAS OBSERVADAS EN ALEACIONES Al - 2.56 Fe (% EN PESO) EN EL CUAL UNA ESTRUCTURA PREDENTRITICA ES OBSERVADA. EL % DE PESO DEL Fe EN LA ZONA a Y c ES IGUAL AL DE LA FUSIÓN. EN EL PUNTO b EXISTE UN MÍNIMO

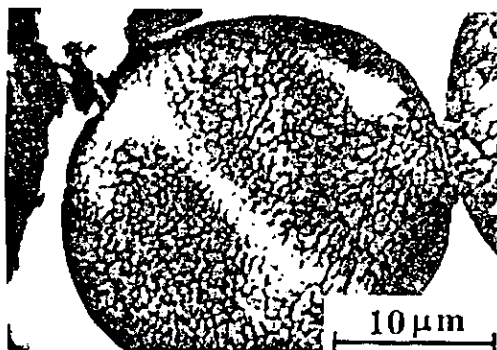


FIGURA 6.2.- DIFERENTES MORFOLOGÍAS OBSERVADAS EN LOS POLVOS Al - Fe a) MICROCELULAR FCC α -Al. b) CELULAR α - Al c) DENTRITA α -Al: PRESENTA LA MORFOLOGÍA DE LA PUNTA DE LA DENTRITA

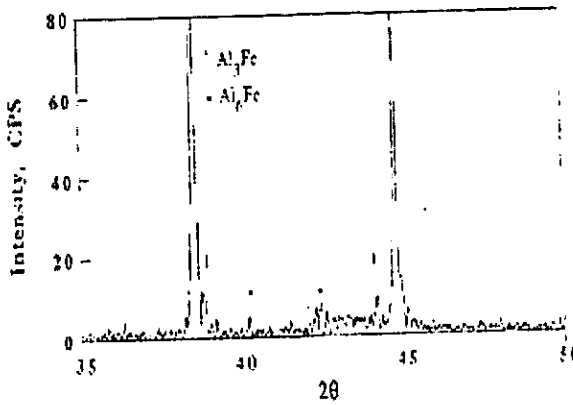


FIGURA. 6.3.- ESPECTRO DE RAYOS X PARA LOS POLVOS Al-6Fe EN EL RANGO ENTRE 45 - 53 μm . DONDE LA FUERTE DIFRACCIÓN CORRESPONDE A LA MATRIZ α -Al, LOS PICOS QUE REPRESENTAN LAS FASES Al_3Fe Y Al_6Fe SE INDICAN TAMBIEN EN EL DIAGRAMA

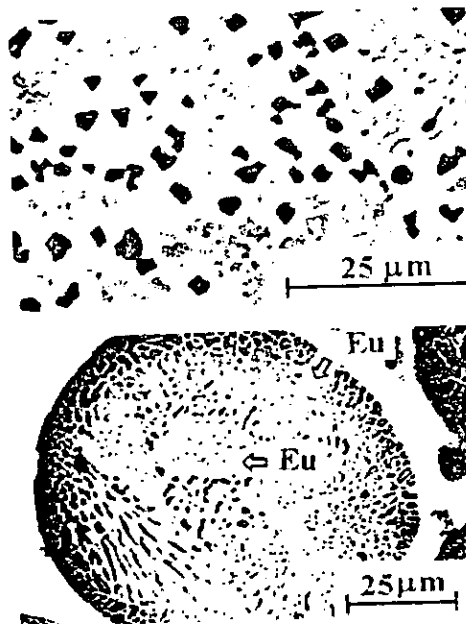


FIGURA. 4. 4.a.- INTERMETALICO PRIMARIO Al_3Fe Y 4.b EUTECTICO α -Al + Al_6Fe OBSERVADOS EN LOS POLVOS Al-6 Fe (% EN PESO) CON TAMAÑOS $>50 \mu\text{m}$.

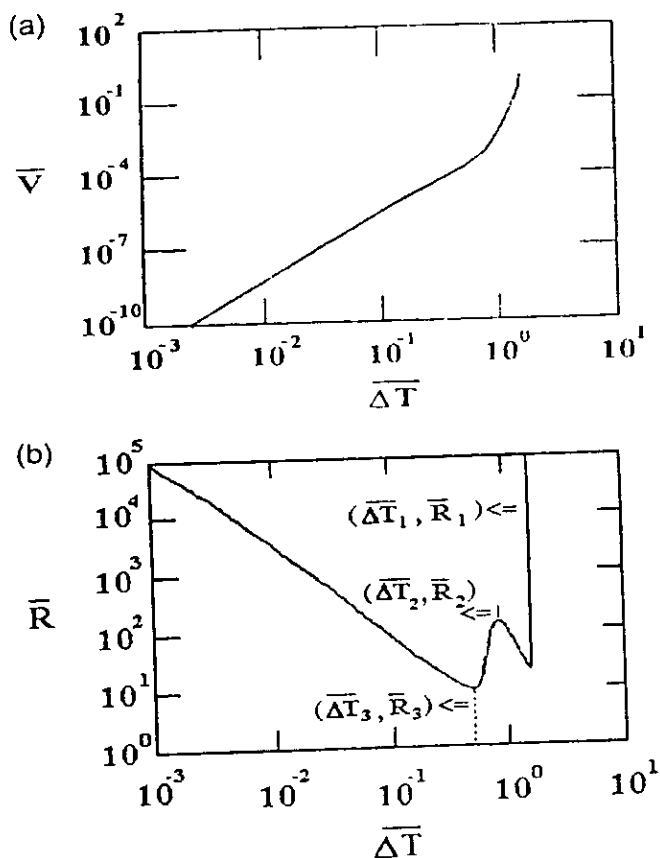


FIGURA 6.7.- COMPORTAMIENTO DE V y R COMO FUNCIÓN DE ΔT RESPECTIVAMENTE PARA $Co = 0.02$, $Ko = 0.038$, y $\eta = 1.41 \times 10^{-4}$. ESTO MUESTRA QUE EN PARTÍCULAS ALTAMENTE SUBENFRIADAS PRESENTAN UN MÍNIMO ($R \approx 10$, $\Delta T \approx 0.58$), SIGUIENDO POR UN MÁXIMO ($R \approx 153$, $\Delta T \approx 0.85$) Y POR UN VALOR INFINITO DE R. EN $V \approx 0.5$. LOS PUNTOS $(\Delta T_3, R_3)$, $(\Delta T_2, R_2)$, $(\Delta T_1, R_1)$, PRESENTAN LA POSICIÓN DE R EN LA CURVA CORRESPONDIENTE A UN MÍNIMO, UN MÁXIMO E INFINITO RESPECTIVAMENTE.

CONCLUSIONES.

Se concluye que los polvos atomizados pueden ser aproximados por una relación logaritmo normal, basada en las propiedades físicas y químicas del sistema, presentando que se puede tener un amplio rango de tamaños de polvos, lo cual caracteriza a un proceso de atomización.

Se concluye que existen varias morfologías en los polvos atomizados, esto concuerda con las características de la Solidificación Rápida, y el diagrama de fases metestable predecido por Murray en el cual se presentan la fase estable Al_3Fe y la fase metestable Al_6Fe .

Dentro de las microestructuras observadas se encuentran primaria Al_3Fe , el eutectico metestable $\alpha\text{-Al} + \text{Al}_6\text{Fe}$, la microestructura dendrítica y/o celular $\alpha\text{-Al}$, la estructura microcelular $\alpha\text{-Al}$ y la predentrítica. Estas microestructuras dependen fuertemente del subenfriamiento inicial y la competencia cinética.

Los estudios de microanálisis del SEM demuestran que el contenido de Fe en la fase $\alpha\text{-Al}$ incrementa cuando decrece el tamaño de las partículas. Además este estudio muestra que el contenido de Fe puede extenderse significativamente en comparación con el reportado en la literatura, es decir existe un mayor atrapamiento de soluto lo cual ha sido establecido para los proceso de Rápida Solidificación.

Al aplicar el modelo de Lipton, Glicksman y Kurz en los polvos atomizados Al-2.56 Fe (% en peso) se encontró que los resultados presentaban un comportamiento similar al reportado por estos autores.

El dibujo de ΔT contra R puede explicarse en términos de la microestructura observada en los polvos atomizados como i) una región en la cual que muestra una interfase concéntrica anillo/dentrita y corresponde un mínimo en el dibujo de ΔT contra R para este mínimo (interfase) las dentritas empiezan a crecer y se detienen en la frontera del grano ii) una región en la cual un círculo corresponde a una interfase círculo / concéntrico anillo y corresponde a un máximo en el dibujo de ΔT ; no se observan dentritas por mucho tiempo y el contenido de soluto y el volumen del soluto esta igual que el patrón fundido; y iii) una región de un círculo la cual corresponde a una porción del dibujo ΔT contra R donde R va hacia el infinito. La región del círculo y el anillo concéntrico son regiones donde una segregación - libre se forma debido al soluto atrapado en el sólido.

BIBLIOGRAFÍA

1. W. J. Boottinger, L. Bendersky, and J.G. Early
Metallurgical Transactions
Vol. 17 A., pp 781-790, 1986.
2. Y. Zhu, J.A. Juárez Islas, O. Álvarez Fregoso, W. Yoon and
E.J. Lavernia
Mater Science
Vol. 14, No. 3, pp. 729-736, 1999.
3. J. Juárez Islas, C. González Rivera, Y. Zhu and E.J. Lavernia
Supplement Rapidly Quenched & Metestable Materials, Elsevier Science.
1998.
4. J. Juárez Islas, Y. Zhu, E.J. Lavernia
Journal of Materials Science
Vol. 34, pp 1211-1218, (1999)
5. P. Gilglen, A. Zryd and W. Kurz
Acta Metall-Mater
Vol. 34, No 9, pp 3477-3488, 1985
6. J. Lipton, W. Kurz, and R. Trivedi
Acta Meter,
Vol. 35, No 4, pp. 957 – 964, 1987.

7. J. D. Cotton and M.J. Kaufman

Metall Trans

Vol. 22A, pp 927, 1991.

8. W.J. Boettinger, S.R. Coriell and R.F. Sekerka

Materials Science and Engineering

Vol. 65. pp 27-36, 1984.

9. T.W. Clyne

Metall Trans B

Vol. 22A, , pp 369-381,1984.

10. H.Jones

Materials Science and Engineering

Vol A5, pp 1-5, 1969.

11. H.Jones

Materials Science and Engineering

Vol A133. pp 33-39, 1991.

12. H.Jones

Materials Science and Engineering

Vol A179, pp 1-7, 1994.

13. C.G. Levi and R. Mehrabian

Metall Trans A.

Vol. 13A, pp 221-234,1982.

14. C.G. Levi and R. Mehrabian -

Metall Trans A.

Vol. 13A, pp,13-23,1982.

15. H.G. Jiang, H.M. Hu, and E.J. Lavernia

J. Mater. Res.

Vol.14, No 5, pp.1760-1770, 1999.

16 Q. Xu and E.J. Lavernia

Scripta Materialia

Vol. 41, No 5, pp 535-540, 1999.

17 W.J. boettinger, S.R. Coriell, A.L. Greer, A. Karma, W.Kurz, M.Rappaz

and R. trivedi

Acta Materialia

Vol 48, pp 43-70, 2000.

18 Alloys Phase Diagrams

J.L. Murray

Elsevier, New York. 1983

19. Solidification Processing

M. C. Flemings

Mc Graw Hills, New York, 1974.

20. Introduction to Powder Metallurgy

The Institute of Materials Series on Powder Metallurgy

F. Thusmmler and R. Oberacker

I. Jenkins and J.V. Wood

21. Metals Handbook

Powder Metallurgy

9a Edición. Vol. 7.

22. Elements of Rapid Solidification

Fundamentals and Applications

Monde A. Otoni

Springer, Vol. 29, 1998.

23. Solidification and Cast Structure

I. Minkoff

Ed. John Wiley & Sons.

1986.

24. Fundamentals of Solidification

Trans Tech Publications

W. Kurz, D.J. Fisher.

3a Ed. 1992

25. C. Suryanarayana, F.H. Froes and W.E. Quist

Advances in Powder Metallurgy

Vol. 6, pp15-29, 1991.

26. Materials Science and Technology

A comprehensive Treatment

Processing of Metals and Alloys

Edited By R.W. Cahn, R Hassen, E.J. Kramer

Vol. 15