

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA
DE MÉXICO

FACULTAD DE QUÍMICA

**OBTENCIÓN DEL COMPUESTO INTERMETÁLICO NIAI
POR ALEACIÓN MECÁNICA**

T E S I S

**QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:
INGENIERO QUÍMICO METALÚRGICO**

PRESENTA:

SERGIO LÓPEZ LEÓN
MÉXICO, D.F.,

2005



m. 340614



EXAMENES PROFESIONALES
FACULTAD DE QUÍMICA



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.

Autorizo a la Dirección General de Bibliotecas de la
UNAM a difundir en formato electrónico e impreso el
contenido de mi trabajo recepcional.

NOMBRE: Sergio López León

FECHA: 01-07-05

FIRMA: [Firma]


JURADO ASIGNADO:

PRESIDENTE	Prof. Ma. Eugenia Noguez Amaya
VOCAL	Prof. Ignacio Beltrán Piña
SECRETARIO	Prof. Sergio García Galán
1er. Sup.	Prof. Balbina Ojeda Ramírez
2do. Sup.	Prof. Verónica Martínez Flores

SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA:


1. Laboratorio 205 de Posgrado, Edificio D, Departamento de Ingeniería Metalúrgica, Facultad de Química, UNAM.
2. Laboratorio de Tratamientos Térmicos, Edificio D, Departamento de Ingeniería Metalúrgica, Facultad de Química, UNAM.
3. Laboratorio de microscopio electrónico de barrido, Edificio D, Departamento de Ingeniería Química, Facultad de Química, UNAM.
4. Laboratorio de Difracción de rayos x, Instituto de materiales, UNAM.

ASESOR



M. en C. Sergio García Galán

SUPERVISOR TÉCNICO



IQM. Gerardo Arámburo Pérez

SUSTENTANTE



Sergio López León

DEDICATORIA

ESTE TRABAJO LO DEDICO A LAS DOS PERSONAS
QUE
HAN DADO TODO POR MI QUE ME
INCULCARON A SEGUIR ADELANTE A PESAR DE
TODOS LOS TROPIEZOS Y QUE SIN DUDA SON MI
MOTIVACION MAS GRANDE Y SIN ELLOS NO
HUBIERA PODIDO LOGRARLO
A MIS PADRES
Sr. RAUL LOPEZ CASTRO
Y LA Sra. ANA LEON GONZALEZ
GRACIAS POR SU APOYO INCONDICIONAL,
AMOR, EJEMPLO Y POR AGUANTAR AL GRUÑON
QUE TIENEN DE HIJO, LOS ADORO.

TAMBIEN CON MUCHO AMOR DEDICO ESTA
TESIS A MIS CUATRO HERMANOS

JAIME
RAUL
HUGO
LUCERO

USTEDES HAN SIDO UN GRAN ALICIENTE Y
APOYO PARA MI, UNO DE MIS OBJETIVOS ES QUE
USTEDES SE SIENTAN ORGULLOSOS DE MI
ESPERO HABERLO LOGRADO

A TI VERONICA QUE TE CONVERTISTE EN UNA PERSONA MUY ESPECIAL EN MI VIDA Y SIN DUDA LA CAMBIASTE POR COMPLETO CON TUS LOCURAS ENSEÑANZAS NOBLEZA Y REGAÑOS. PERO POR ENCIMA DE TODO CON TU AMOR. NO OLVIDES QUE ME DEJASTE TU MARCA (YA SABES CUAL) Y PASE LO QUE PASE NADIE LA VA A PODER BORRAR. NO OLVIDES QUE SIEMPRE ESTARE PARA TI.

GRACIAS PRECIOSA

A TI LILIA (RIP) NOS FALTO TIEMPO PARA HACER MUCHAS COSAS PERO SIEMPRE ESTARAS EN MI MENTE Y EN MI CORAZON.
GRACIAS DONDE QUIERA QUE ESTES

AGRADECIMIENTOS

A TI PAOLA TE AGRADEZCO EL INTERES QUE SIEMPRE HAS MOSTRADO EN MI Y SOBRE TODO POR ESCUCHARME CUANDO MAS LO HE NECESITADO PROMETO NUNCA DEFRAUDARTE

A TI MIRIAM QUE SIEMPRE APARECES CUANDO NO ME LO ESPERO PERO SE QUE PUEDO CONTAR CONTIGO Y SABES QUE ES MUTUO, ME COMPROMETO A NO DESCONECTARME

A TODOS LOS MAESTROS QUE ME HAN AYUDADO EN MI CARRERA EN ESPECIAL A:

- AL PROF. SERGIO GARCIA POR INTERES, APOYO Y SOBRE TODO POR SU PACIENCIA Y DEDICACION GRACIAS.
- A LOS PROFESORES MA. EUGENIA NOGUEZ, GERARDO ARAMBURO E IGNACIO BELTRAN POR EL INTERES Y ENSEÑANZA QUE HAN DEJADO EN MI EN LA ELABORACION DE ESTA TESIS

A MIS AMIGOS OSWALDO, PAOLA L., ERVING, SERGIO POR HABERME SOPORTADO TANTOS AÑOS

Índice

Resumen	3
----------------	----------

Capítulo 1. Introducción	6
---------------------------------	----------

1.1. METALURGIA DE POLVOS	
1.1.1 ANTECEDENTES	
1.1.2 APLICACIÓN DE LA METALURGIA DE POLVOS	
1.1.3. VENTAJAS Y DESVENTAJAS DE LA METALURGIA DE POLVOS	
1.1.4. POLVOS METÁLICOS	
1.1.5. PROPIEDADES	
1.1.6. MÉTODOS DE OBTENCIÓN DE LOS POLVOS	
1.1.7. RECUBRIMIENTO Y MEZCLA	
1.1.8. COMPACTACIÓN	
1.1.9. LAS MATRICES	
1.1.10. SINTERIZACIÓN	
1.1.11. LOS HORNOS	
1.1.11.1. TIPOS DE HORNOS	
1.2. ALEACIÓN MECÁNICA	
1.2.1. FACTORES QUE AFECTAN LA ALEACIÓN MECÁNICA	
1.2.2. EFECTOS DE LA RELACIÓN DE BOLAS Y PESO PROMEDIO DEL POLVO	
1.2.3. EFECTO DE LA ATMÓSFERA EN LA MOLIENDA	
1.2.4. MECANISMOS DE LA ALEACIÓN MECÁNICA	
1.2.5. COLISIÓN BOLA-POLVO-BOLA	
1.2.6. NECESIDAD DE LA ALEACIÓN MECÁNICA	
1.3. DIFRACCIÓN DE RAYOS X	
1.4. COMPUESTO INTERMETÁLICO	
1.5. COMPUESTO NiAl	

Capítulo 2. Desarrollo Experimental	44
--------------------------------------------	-----------

2.1.- CARACTERIZACIÓN DE LOS POLVOS METÁLICOS.	
2.2.- PROCESO DE ALEACIÓN MECÁNICA	
2.3.- CARACTERIZACIÓN DEL COMPUESTO INTERMETÁLICO.	
2.4.- EVALUACIÓN DEL COMPUESTO INTERMETÁLICO NiAl	

Capítulo 3. Resultados y Discusión	50
<hr/>	
3.1. DIFRACCIÓN DE RAYOS X	
3.2. COMPACTACIÓN Y SINTERIZACIÓN	
3.3. PRUEBAS MECÁNICAS	
3.3.1. MICRODUREZA VICKERS (HV)	
3.4. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (MEB)	
Capítulo 4 Conclusiones	72
<hr/>	
Capítulo 5 Bibliografía	74
<hr/>	

RESUMEN

La Metalurgia de Polvos (M/P) se ha desarrollado principalmente porque facilita la fabricación de piezas de formas complejas de modo más económico que otros procedimientos. Así mismo las industrias de la M/P se basan en la producción de grandes series de piezas.

La M/P es un procedimiento de conformado metálico, como la forja, el estampado en frío, etc. Su competidor más directo es el moldeo de precisión o moldeo a la cera perdida. No obstante la M/P se ha desarrollado recientemente debido a factores técnicos (manufactura de metales de difícil moldeo y forja) y económicos (elimina etapas de fabricación y pérdidas de materia prima).

La M/P abarca las etapas comprendidas desde la obtención de polvos metálicos hasta las piezas acabadas, es decir, producción de polvos, mezclas, compactación, sinterización y acabados.

El compuesto intermetálico NiAl tiene una combinación de propiedades estructurales importantes. Es usado como material de trabajo a alta temperatura, debido a su alta resistencia mecánica (dureza alrededor de 500 micro vickers y esfuerzo máximo alrededor de 2030 MPa), alto punto de fusión (alrededor de 1640 °C), baja densidad (alrededor de 5.85 g/cm³), y una buena resistencia a la oxidación.

El objetivo del presente trabajo de tesis es la obtención del compuesto intermetálico NiAl mediante el proceso de aleación mecánica (M/P), que consiste en partir de polvos elementales de Ni y Al con 99.9 % de pureza.

Para lograr este objetivo los polvos elementales de Ni y Al son sometidos al proceso de aleación mecánica en un molino de alta energía (SPEX 8000).

El compuesto intermetálico que se pretende obtener tiene una relación

estequiométrica, esto es, un porcentaje atómico del 50 % de Ni y 50% de Al. A esta mezcla se le agrega 0.1ml de etanol con la finalidad de evitar la adherencia entre las partículas del polvo (aglomeración) y las paredes del contenedor en el cual se realiza la aleación mecánica.

Dentro del desarrollo experimental se debe determinar el tiempo adecuado de molienda (aleación mecánica) en el cual se alcanza la transformación total de los polvos elementales en el compuesto intermetálico deseado.

Para determinar el grado de evolución que va teniendo la aleación mecánica se realizan análisis mediante difracción de rayos x, realizados en el laboratorio de difracción de rayos x (Instituto de Materiales, UNAM).

Una vez determinado el tiempo de molienda los polvos son compactados de manera uniaxial teniendo como variables la densificación del compuesto y la presión a utilizar. Posteriormente se sinteriza en un horno de tubo a diferentes temperaturas y tiempos. Por ultimo las piezas obtenidas se caracterizan mediante microscopia óptica, microscopia electrónica de barrido la cual se llevo a cabo en el Laboratorio de Microscopia Electrónica (Edificio E, Facultad de Química, UNAM) y microdureza.

CAPÍTULO 1
INTRODUCCIÓN

I. INTRODUCCIÓN

1.1. METALURGIA DE POLVOS (M/P)

1.1.1. ANTECEDENTES

Como antecedente de la M/P cabe citar a la forja y la extrusión como antiguos métodos utilizados para obtener metales conformados, cuando no se disponían de hornos adecuados para alcanzar la temperatura de fusión del hierro.

La M/P como técnica de aplicación industrial aparece por primera vez con el científico ruso P. Sovolevsky, cuando en 1827 empleó el método de fabricar monedas prensando, sinterizando y forjando polvos de platino. Este mismo procedimiento aparece en Inglaterra, atribuido a Wollaston. Más tarde en 1900, aparece el osmio, que Auer Von Welsbach aplico a la fabricación de filamentos de lámparas. Los polvos se aglutinaban y trefilaban y luego se sinterizaban por el paso directo de la corriente eléctrica. A partir de 1910 se sustituye el Osmio por el Wolframio, obtenido por el mismo procedimiento. Después en 1920, se empezaron a fabricar bronces porosos autolubricantes para la industria automotriz.

El mayor avance de esta tecnología corresponde a la aparición en 1923, de las aleaciones de carburo de tungsteno aglomeradas con cobalto, comercializadas desde 1930 por Krupp bajo el nombre de Widia, de gran utilidad como herramienta de corte. El acero sinterizado no aparece hasta 1936, pero enseguida adquiere gran importancia.

Los primeros informes científicos de la M/P se deben al alemán Sauerwald, quien en 1922 publicó trabajos sobre el sinterizado del hierro y en 1943 hizo público un trabajo sobre la M/P en general. ⁽¹⁾

1.1.2. APLICACIÓN DE LA METALURGIA DE POLVOS

Las principales líneas de trabajo de la M/P son las siguientes:

- Fabricación de piezas de aleaciones base hierro, cobre, níquel, etc. cuyos factores técnicos y económicos aconsejan dicho método para la supresión del mecanizado y aprovechamiento del metal.
- Obtención de cojinetes autolubricantes. Un cojinete de bronce sinterizado puede presentar un volumen de poros igual al 30%. Impregnado de aceite al vacío y a 70°C, dispone de una reserva de lubricante suficiente para la vida de la máquina en carga normal.
- Preparación de pseudo aleaciones de metales con puntos de fusión muy dispares, como Cu-W y Ag-Mo empleados en los contactos eléctricos, en las zonas en las que se produce las chispas de rotura, donde se necesita tanto la buena conductividad eléctrica del cobre o la de la plata como la buena resistencia al desgaste del wolframio o del molibdeno. Actualmente se fabrican muchos contactos basándose en plata endurecida con un 10% de óxido de cadmio, obtenido por sinterización.
- Preparación de materiales pesados, o pseudo aleaciones que contienen del 85 al 95% de wolframio, del 3 al 10% de níquel y del 2 al 5 % de cobre. Estos materiales tienen una densidad del orden de 17,5 g/cm³ y se utilizan para la fabricación de masa inerte empleada en giroscopios, masas de equilibrios y pantallas de rayos-X y gamma.
- Fabricación de vidrios resistentes a los golpes y a variaciones bruscas de temperaturas. Se les emplea como filtros para aceites en las bombas de inyección de los motores Diesel, también como filtros de freón para refrigeradores, filtros para la industria petroquímica, etc. Los filtros se

fabrican de bronce, metal monel, acero inoxidable y titanio. Es posible obtener poros de dimensiones muy regulares y alcanzar hasta 0,01 mm de diámetro, en ciertos casos, controlando el tamaño del grano de polvo utilizado y las condiciones de sinterización.

- Preparación de carburos de wolframio, titanio, tántalo y pseudo aleaciones de carburo de wolframio-acero. Estos componentes presentan dureza elevada, buena resistencia a la abrasión y alta tenacidad. No tienen, debido al alto punto de fusión, otra posibilidad de fabricación que la aglomeración de polvos de carburo mediante cierta cantidad de cobalto que actúa de cemento.
- Tratamiento de metales difíciles a la forja y al moldeo. La sinterización soluciona el problema de realizar aleaciones especiales como el ALNICO (Ni 20%, Fe 63%, Al 12%, Co 5%) para imanes permanentes, eliminando sopladuras y heterogeneidades de composición.
- Tratamiento de metales refractarios (wolframio, molibdeno, tántalo y niobio). El elevado punto de fusión de estos elementos es una limitante para darles forma por moldeo. Además, existe la posibilidad de contaminación del metal líquido por el material de las paredes del recipiente y por los gases solubles en el metal fundido.
- Para evitar las segregaciones de acero de alta aleación, como es el caso de los aceros rápidos, que segregan bandas de carburos.
- Obtención de aleaciones oxidadas interiormente, como el aluminio con Al_2O_3 .⁽²⁾

1.1.3. VENTAJAS Y DESVENTAJAS DE LA METALURGIA DE POLVOS

La industria de M/P ha crecido a un ritmo de 15 a 20 por ciento anual durante las últimas décadas y se espera que continúe esta tendencia. Las siguientes razones consisten en las particularidades del proceso:

- Reduce al mínimo las pérdidas de materia prima, puesto que solo se usa la cantidad de polvo requerida para alcanzar el peso final.
- Se facilita el control exacto de los límites de composición.
- Se pueden eliminar o reducir en gran parte las operaciones de mecanizado.
- Las operaciones de la M/P son susceptibles de automatización.
- Es posible lograr buenos acabados superficiales, sin rebabas ni líneas de partición propias del moldeo.
- Es la única técnica de aplicación que permite lograr una porosidad controlada y una oxidación interna muy repartida, apta para el endurecimiento.
- Evita las segregaciones, como ya se ha señalado más arriba

Las principales limitaciones que podemos señalar de esta técnica son debidas a las características siguientes:

- La forma de la pieza, la cual debe poder extraerse fácilmente de la matriz, con lo que se elimina una serie de posibilidades de diseño.
- Las dimensiones. En efecto, las prensas normales no suelen sobrepasar las 500 Ton, lo cual limita la superficie de las piezas.
- Las características mecánicas, ya que a las piezas sinterizadas no se les pueden exigir las mismas cualidades de alargamiento y resistencias a las obtenidas por métodos tradicionales.

- La economía, ya que las matrices utilizadas en la M/P se fabrican de acero aleado o de carburo de tungsteno, que mejora el control dimensional, pero aumenta el costo de producción.

En ambos casos resulta relativamente cara, incidiendo en el precio de los componentes obtenidos por la M/P. Por esta razón se calcula la amortización de las matrices en la producción de grandes series. ⁽²⁾

1.1.4. POLVOS METÁLICOS.

El objetivo de la M/P es la obtención de un componente metálico acabado a partir de los polvos del metal o aleación. Por consiguiente es natural que las características de dichos polvos determinen las propiedades finales del componente y repercutan en las etapas de sinterización y compactación. Es decir, la calidad del producto y la economía del proceso de fabricación dependen de las características de los polvos. Por esta razón, comenzaremos describiendo brevemente sus características y propiedades antes de tratar de los métodos de obtención.

1.1.5. PROPIEDADES

Las peculiaridades de los distintos tipos de polvos procedentes de un mismo metal dependen de su método de obtención y de los tratamientos a los cuales han sido sometidos.

Las propiedades fundamentales, forma, composición, tamaño, distribución, porosidad y microestructura, definen básicamente el tipo de polvo.

Las propiedades secundarias se derivan de las fundamentales y su determinación suele ser rutinaria en el control industrial. Entre ellas la

densidad, (distinguiendo entre densidad de polvo y densidad de polvo vibrado); la velocidad de derrame, la superficie específica, la compresibilidad, consolidabilidad, la plasticidad y la capacidad de endurecimiento por trabajo. Industrias como la del cemento, los colorantes o la minería, se interesan igualmente por estas propiedades.

- **MORFOLOGÍA**

La forma indica la geometría de la partícula. Dicha geometría depende del método empleado para obtener el polvo. Puede determinarse directamente por observación microscópica (óptica o electrónica), especialmente por microscopia de barrido electrónico (SEM). Dado que la forma de las partículas incide en las características secundarias del polvo (velocidad de derrame, compresibilidad, consolidabilidad, etc).

- **COMPOSICIÓN**

La composición del polvo se obtiene mediante el análisis químico, el cual nos permite conocer la naturaleza del material y su pureza. Los métodos de análisis empleados en M/P comprenden la gravimetría, la volumetría y numerosos métodos de análisis instrumental. Por otra parte, la industria M/P requiere, como característica de gran interés, conocer además la distribución de las impurezas. El óxido interior de la partícula pasa al componente sinterizado casi sin interferir, mientras que el óxido superficial o bien es eliminado en la atmósfera reductora del horno, o bien dificulta la unión de las partículas.

• TAMAÑO Y DISTRIBUCIÓN

El tamaño de la partícula queda definido por sus dimensiones. En el caso de partículas esféricas, el tamaño se expresa mediante su diámetro. Cuando se trata de partículas no esféricas, se aplica el concepto de diámetro medio, cuya definición depende del método escogido para su determinación.

Por ejemplo si se emplea el tamizado, se expresa el diámetro medio en términos de la malla; si se utiliza el recuento microscópico, se recurre a la media de varias dimensiones; etc.

Es raro encontrar polvos que tengan un diámetro de partículas uniformes, por ello se hace necesario introducir la distribución, que define la desviación de tamaños del conjunto y repercute en las características secundarias del polvo.

• POROSIDAD

La porosidad indica el grado de compactabilidad de la partícula de polvo. Podemos distinguir dos tipos de porosidad, según el poro se encuentre en la superficie o en el interior de las partículas pulverulentas, y que denominaremos porosidad interna y porosidad externa.

A su vez, en la porosidad interna pueden distinguirse dos tipos de poros: el tipo esponja, en el cual los poros se presentan como un conjunto de huecos aislados, y el tipo erizo, en el cual los poros están interconectados. La porosidad interna se detecta mediante observaciones microscópicas o por medida de densidad. La porosidad del tipo erizo, así como la porosidad superficial, producen elevados valores de superficie específica, fáciles de detectar.

• MICROESTRUCTURA

Es el aspecto que presenta a la observación microscópica los polvos desbastados y pulidos.

Mediante la observación microscópica puede estudiarse el tamaño, la forma y la disposición de los distintos cristales, denominados granos, que constituyen una partícula de polvo. Las características citadas dependen del método de obtención del polvo, de su pureza y del tratamiento térmico al cual está sometido el metal.

La determinación puede realizarse también empleando la difracción de rayos X o a partir de los valores de microdureza obtenidos al aplicar una punta piramidal de diamante de masa conocida a la superficie de la muestra correspondiente al campo visual del microscopio con el cual se efectúa la observación óptica, para obtener la microdureza en Vickers.

• DENSIDAD

En este tipo de medidas es preciso distinguir entre la densidad aparente y la densidad de polvo vibrado. La primera se define como la relación entre el peso en gramos y el volumen en centímetros cúbicos de una masa pulverizada. La densidad de polvo vibrado es esta misma relación, pero tras someter la masa del polvo pulverizado a sacudidas de intensidad y duración normalizadas, en un recipiente de dimensiones fijas. Esta densidad de polvo vibrado solo tiene un reducido interés práctico.

La medida de la densidad aparente se efectúa pesando un recipiente de volumen conocido enrasado con el polvo problema. Esta medida depende de la

forma de las partículas, de su tamaño y distribución, así como de su porosidad. Su interés reside en el hecho de que las matrices se llenan con un volumen fijo de polvos, por lo que la densidad indica la profundidad con la cual deben diseñarse.

- **COMPACTABILIDAD**

Es la reducción de volumen que se obtiene por prensado del mismo. Se emplea también a fin de materializar numéricamente esta característica, la llamada relación de compresión, definida como el cociente entre la densidad del polvo compactado en verde, es decir, sin sinterizar y la densidad aparente.

- **CONSOLIDABILIDAD**

La consolidabilidad del polvo es la presión mínima que se requiere para producir un compactado de resistencia satisfactoria. Se entiende por resistencia en verde, la resistencia mecánica precisada para que el polvo compactado, pero aún no sinterizado, pueda manipularse sin deterioro durante las operaciones mecánicas que van del prensado al sinterizado, es decir, durante la expulsión de la matriz y el traslado al horno.

- **PLASTICIDAD**

La plasticidad es la cualidad de ser fácilmente deformable con carácter permanente que poseen los polvos. Cuanto mayor es la plasticidad, mayor es el aumento de la superficie de contacto de los polvos durante la compactación. La plasticidad es función de la composición química del polvo, de su forma y su microestructura. ⁽³⁾

1.1.6. MÉTODOS DE OBTENCIÓN DE LOS POLVOS

Los métodos de obtención son los siguientes: la reducción, la atomización, el método electrolítico, la trituración, la pirolisis, la corrosión, la condensación, la liofilización, la precipitación y a partir de chatarras.

- **POR REDUCCIÓN**

La obtención de polvos del metal por reducción se basa en la eliminación de oxígenos de los óxidos metálicos mediante un agente reductor. El polvo obtenido por este método es esponjoso y sus granos son de forma esférica irregular. Así el tamaño del polvo metálico y su forma dependen del tamaño y la forma de los óxidos de partida, dependiendo el tamaño también de la temperatura de reducción: en efecto, una disminución de dicha temperatura da lugar a la formación de partículas de polvo más pequeñas

- **POR ATOMIZACIÓN**

La atomización consiste, en general, en proyectar un chorro de aleación o de metal fundido contra un fluido (aire, agua). Debido a la súbita solidificación que tiene lugar, el metal aparece en forma pulverizada. A continuación se reduce la masa así formada en atmósfera reductora, a fin de eliminar el óxido superficial que se haya formado.

La atomización ha sido aplicada a la producción de polvos de estaño, plomo, zinc, cadmio y bronce. Es interesante señalar que las partículas esféricas de bronce de estaño, destinadas a la fabricación de filtros metálicos sinterizados, no pueden obtenerse de otro modo.

- **POR MÉTODO ELECTROLÍTICO**

El método electrolítico es un proceso relativamente sencillo y fácil de controlar. Consiste en una electrólisis practicada ordinariamente con un ánodo soluble y un cátodo de acero inoxidable. Controlando convenientemente las variables electrolíticas, se consigue formar un depósito esponjoso, el cual, tras las operaciones de lavado y secado, es triturado, pulverizado y tamizado, recociéndose finalmente la masa porosa resultante en atmósfera reductora.

- **POR TRITURACIÓN**

La trituración consiste en el desmenuzamiento del metal por medios mecánicos. El método de la trituración solo puede aplicarse de forma apropiada a la fabricación de polvos de manganeso y cobre, pues los metales dúctiles se aglutinan sobre los martillos o en los dientes de los trituradores.

- **POR PIRÓLISIS**

Consiste en la descomposición térmica del material de partida. Se obtiene un polvo esférico que se purifica eficazmente por formación de compuestos volátiles, como $\text{Fe}(\text{CO})_3$ o $\text{Ni}(\text{CO})_2$. La obtención del polvo de hierro, por ejemplo, se inicia con la trituración y el tamizado y a continuación se reduce el hierro con hidrógeno, inyectando a presión monóxido de carbono.

- **POR CORROSIÓN**

La preparación de algunos tipos de polvos, como los de acero inoxidable no esféricos que se aplican a la fabricación de piezas sinterizadas de acero al cromo, se realiza aprovechando fenómenos de corrosión; en el caso citado, a

partir de la chatarra de acero inoxidable. Esta chatarra es calentada, a fin de precipitar carburos en los límites de grano, y se le introduce después en un medio corrosivo drástico, como una disolución de sulfato de cobre y ácido sulfúrico en ebullición, atacándose así las zonas sensibilizadas del acero inoxidable.

- **POR PRECIPITACIÓN**

Los metales que ocupan las posiciones inferiores de la serie de fuerza electromotriz permiten que sus iones precipiten cuando coexisten en equilibrio con metales más activos.

El cloruro de titanio, por ejemplo, da lugar, frente al magnesio, a un precipitado de titanio. Por lo tanto esta propiedad puede servir de fundamento para obtener polvo metálico por precipitación de una sal metálica haciendo intervenir en el proceso a un metal activo.

1.1.7. RECUBRIMIENTO Y MEZCLA

El sinterizado se facilita si se consigue el máximo contacto entre los polvos de distinta naturaleza. Este máximo contacto se logrará, evidentemente, cuando un tipo de polvo recubra enteramente al polvo de naturaleza distinta. Es la mezcla más perfecta y en ello consiste el recubrimiento.

El recubrimiento puede llevarse a cabo mecánica, química y electroquímicamente. El recubrimiento mecánico exige como condición necesaria que los componentes de la mezcla posean una plasticidad muy distinta, pues él más blando recubre al más duro. Un buen ejemplo lo constituye el Wolframio-Cobre obtenido a base de mezclar ambos polvos durante cierto tiempo en un molino de bolas.

Los elementos que con más frecuencia se suelen añadir al polvo de hierro son: el grafito para formar acero, el cobre para endurecer el hierro y el acero, el fósforo para endurecer, o en ciertas proporciones, para fragilizar al acero y aumentar la tensión superficial; el azufre para facilitar el mecanizado formando sulfuro de hierro; el níquel para endurecer el hierro y el acero; el trióxido de wolframio para reducir los cambios dimensionales que tiene lugar en la sinterización hierro-cobre.

Un componente importante en la mezcla de polvos es el lubricante, cuya finalidad es incrementar la fluidez del sistema para que la densidad del componente acabado sea elevada y homogénea.

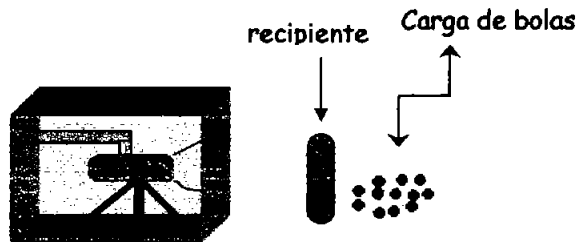
La variable importante que hay que tener en cuenta al escoger los lubricantes, además de su naturaleza, es la siguiente:

- El punto de fusión. Que depende de la naturaleza del lubricante, debe ser lo suficiente alto para que no funda por el calor generado durante la mezcla, ya que se producirían aglomeraciones. Por otro lado, debe ser lo bastante bajo para que pueda ser eliminado en el horno de sinterización antes de que tengan lugar los fenómenos de soldadura de los polvos.

Señalemos que el empleo de lubricantes presenta ciertas desventajas. En efecto, hay un aumento de los costos debido a su adición al proceso; por otra parte, si se adiciona en forma líquida, es preciso eliminarlo dentro del mismo proceso, con el consiguiente encarecimiento del proceso. En cuanto a la cantidad de lubricante, es mayor la que se necesita si se mezcla con el polvo que si se aplica a las paredes, pero en el primer caso el procedimiento es más eficaz.

Se ha observado que ordinariamente el lubricante reduce la velocidad de derrame del polvo y dificulta la alimentación y el llenado del molde, que la película del lubricante tiende a reducir el contacto metal-metal, dificultando la soldadura en frío, y que la eliminación del lubricante en el proceso de sinterización puede contaminar la atmósfera del horno, siendo todos ellos inconvenientes importantes del uso de lubricantes en el tratamiento de los polvos.

Si bien es verdad que se intenta eliminar el empleo de lubricantes por las dificultades apuntadas, no es menos cierto que en la práctica industrial de la M/P continúan aplicándose con mucha frecuencia. El más utilizado es el estearato de zinc en las proporciones de 0.8 a 1.0 por ciento es peso.⁽³⁾



MOLINO DE BOLAS

Figura 1. Representación esquemática del sistema utilizado durante la aleación mecánica.

1.1.8. COMPACTACIÓN

La compactación es una etapa de la M/P que tiene por objeto dar forma y consistencia a la masa de polvo para su manipulación, desde su expulsión de la matriz hasta llegar al horno de sinterización. En esencia consiste en aplicar

una presión suficiente a la masa de polvo (previamente tratada según la naturaleza de la misma y las propiedades a conseguir) colocada en una matriz que nos va a dar la forma acabada.

El comportamiento de una masa de polvo al aumentar la presión se traduce en un aumento de la densidad. Otras curvas de interés utilizadas para describir la compresibilidad de los polvos son: la curva de porcentaje de la porosidad del polvo metálico compactado en función de la presión de compresión, la compresión en función de la presión y el porcentaje del movimiento del punzón en función de la presión de compactación hasta que alcance la densidad deseada, por ejemplo, la densidad de polvo de hierro es de 7.2g/cm^3 que es la densidad en verde máxima de este tipo de polvo de hierro reducido.

El dato de la densidad en verde es de gran importancia para predecir las características mecánicas de la pieza terminada, ya que en el proceso de la sinterización dicha densidad cambia muy poco. Por este motivo es objeto de control rutinario en las industrias de la especialidad.

En la compactación se distinguen claramente tres fases: el llenado del molde, la compresión y la expulsión.

En la fase de llenado, la cavidad de la matriz, que tiene la forma de la pieza terminada, se llena de polvo, previamente mezclada. La cantidad de polvo se determina por volumen o por peso. En el primer paso se llena la cavidad hasta el tope y se quita el sobrante hasta el nivel de la cara inferior de la matriz. Esta operación se efectúa automáticamente por medio de una tolva de alimentación de forma cónica conectada a un tubo vertical en una zapata giratoria; al principio de cada ciclo de compresión, el dispositivo de alimentación se coloca sobre la cavidad de la matriz para permitir la entrada del polvo a la misma, lo

que se realiza moviendo hacia atrás y adelante la zapata de alimentación. La rotación de la zapata de alimentación detiene la salida del polvo y a su vez el borde inferior elimina el polvo en exceso enrasando en la cavidad, el dispositivo se separa de la matriz para dejar actuar al punzón superior y al punzón inferior que comprimen la masa de polvos y dejan el compacto encima de la mesa de la matriz. Después, el dispositivo de la alimentación vuelve a la posición de llenado. También se puede llenar la matriz con un peso fijo de polvo. En este caso se acopla al sistema de alimentación un dispositivo de pesada automática. En la segunda fase, la presión se ejerce con una prensa mecánica o hidráulica. La segunda suelen ser de mayor potencia, aunque más lenta (dos piezas / minuto) que la primera (30 piezas / minutos). La presión se transmite a la masa de polvo de 4 maneras distintas:

- Presión aplicada en una sola dirección (uniaxial). Esta presión se aplica a la masa de polvos por el punzón inferior. La distribución de la densidad en el compacto no es homogénea ⁽²⁾, debido a que la masa de polvos no cumple las propiedades hidrodinámicas.
- Presión aplicada simultáneamente por los dos extremos en dos sentidos. La matriz esta equipada con dos punzones móviles, uno inferior y otro superior. Se consigue una densidad más homogénea que en el caso anterior. Este es el método ideal.
- Matriz flotante. En este caso la matriz está unida a la base por un muelle. La presión se aplica por el punzón superior de manera que la fuerza de fricción de la masa de polvo con las paredes de la matriz obligan al desplazamiento de ésta hacia abajo. El efecto resultante es parecido al del

caso anterior, en el que dos punzones actúan simultáneamente por los dos extremos.

- Presión aplicada por la matriz y por el punzón superior. La presión se aplica simultáneamente. En el mismo sentido, pero con distinta velocidad al punzón y a la matriz, de manera que una vez finalizado dicho proceso deja al descubierto lo compactado.

La expulsión del compacto, se da presionado con el punzón inferior o por el desplazamiento de la matriz, es la última fase de la compactación.

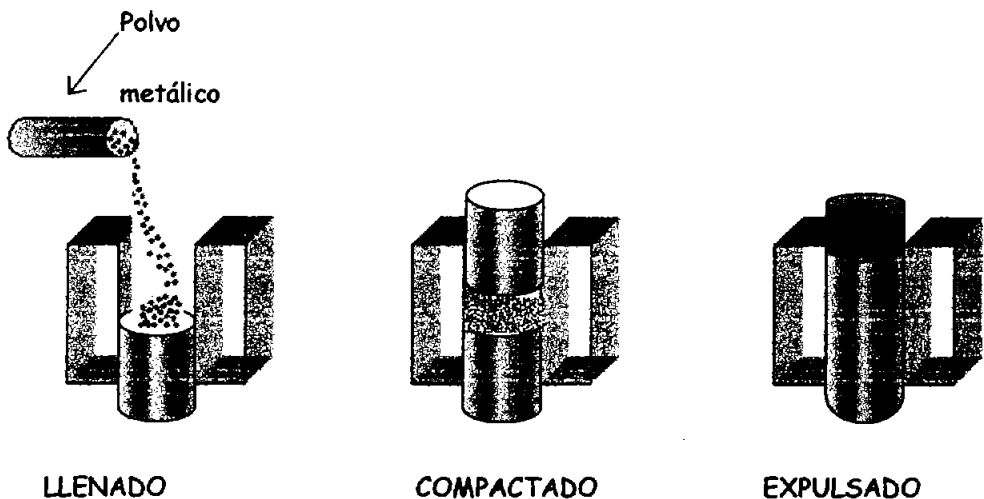


Figura 2. Representación esquemática del proceso de compactación.

1.1.9. LAS MATRICES

La producción de la M/P se desarrolla en base a las grandes series de piezas. Para ello necesita de matrices fáciles de fabricar y de gran resistencia al desgaste. La primera condición es difícil de conseguir, pero no la segunda. Las matrices se fabrican fundamentalmente de aceros indeformables y de carburos cementados. El elevado precio de la herramienta incide en el costo de las piezas hechas por este proceso.

Una de las operaciones mas importantes en la fabricación de matrices es el desbaste y pulido de las mismas. La M/P tiene la cualidad de ser la técnica que ofrece el mejor control dimensional. Por este motivo la herramienta destinada al compactado y calibrado deben tener gran precisión, con muy poca tolerancia de error. ⁽⁴⁾

1.1.10. SINTERIZACIÓN

La masa del polvo metálico que se compacta mediante presión, resulta frágil debido al débil enlace entre las partículas. Por lo que se recurre a la sinterización, que consiste en calentar la masa de polvo a temperatura inferior a su punto de fusión durante el tiempo suficiente para que las partículas se unan y obtengamos un compuesto resultante (muchas veces poroso) que adquiera resistencia mecánica.

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

Las variables del proceso de sinterización, dejando aparte la naturaleza de la mezcla y la presión de compactación, son las siguientes: el tiempo, la temperatura, la atmósfera del horno, las velocidades de calentamiento y enfriamiento. Por lo tanto, en el proceso de sinterización, una vez elegida la aleación, se compactan los polvos escogidos y se calientan en un horno en el que se controlan las variables mencionadas.

En la sinterización se distinguen tres etapas:

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

En la etapa de la densificación y crecimiento de grano, tiene lugar cuando las partículas independientes empiezan a perder su identidad, aumentan la densidad y los cambios dimensionales de la pieza.

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

Las etapas de los poros interconectados:

- Difusión superficial. Los átomos se mueven a lo largo de la superficie y se reúnen en los puntos de contacto entre partículas aumentando el radio de

los puentes de enlace.

- **Evaporación-Condensación:** En las zonas de contacto entre partículas donde hay mayor presión de vapor del metal, crece el radio de los puentes de enlace.
- **Difusión a través de la red.** Difusión de volumen.
- **Fluencia.** Deformación a lo largo del puente de enlace como resultado de la tensión superficial.

Los cambios dimensionales y de densidad apenas son perceptibles.

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

Los posibles mecanismos de la sinterización se pueden esquematizar de la siguiente manera:

- **SIN TRANSFERENCIA DE MATERIA**
 - Por adherencia
 - Por evaporación y condensación
- **CON TRANSFERENCIA DE MATERIA**
 - Por difusión de la red a través de vacantes
 - Por difusión de la red a través de átomos intersticiales.
 - Por difusión en límites de granos.
 - Por fluencia plástica.
 - Por cizallamiento de los límites de granos

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

La difusión superficial es un mecanismo de sinterización que ocurre cuando el compactado alcanza temperaturas del orden de $0.3 T_f$. En estas condiciones los átomos superficiales tienen suficiente movilidad para desplazarse desde la zona convexa a la zona cóncava de dos partículas de polvo que están sinterizándose.

A temperaturas más elevadas de las necesarias para la difusión superficial, se produce, simultáneamente, la evaporación y la condensación del metal. El cambio de fase predominante depende de la presión de vapor, que es mayor encima de una superficie cóncava o menos convexa. Por esta razón se produce una disminución de las superficies convexas y un aumento de las superficies cóncavas. No existe en este mecanismo acercamiento de los centros de las partículas.

Cuando la temperatura en la escala absoluta de sinterización es la mitad de la temperatura de fusión de los polvos, el mecanismo que adquiere mayor relevancia es la difusión a través de la red.

Esta difusión es posible por las imperfecciones (vacantes y dislocaciones) existentes en los polvos metálicos o generadas en las etapas de mezcla y compactación. Las trayectorias de la difusión de vacantes van desde zonas de máxima concentración de defectos a las zonas donde hay menor concentración, es decir, de las fuentes de vacantes en los espacios.

La difusión de vacantes aumenta el espesor del puente de enlace y redondea los poros. Este último efecto se explica por el tránsito de vacantes que existe entre los vértices y los centros de los lados del triángulo curvilíneo representado por tres esferas.

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

$$J = -DA \frac{dc}{dx}$$

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

El coeficiente de difusión depende de las temperaturas según la fórmula de Arrhenius:

$$D = D_0 e^{-a/RT}$$

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

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

La fluencia es la deformación plástica que experimenta con el tiempo un metal sometido a un esfuerzo y a una temperatura constante. Una forma de fluencia es por difusión de lugares vacantes produciéndose esta si existe transporte de masa desde los límites de grano que están sometidos a un esfuerzo de compresión a los límites de grano donde hay esfuerzo de tracción.

La velocidad de deformación de este mecanismo es inversamente proporcional al cuadrado del diámetro del grano. El deslizamiento de dos granos en contacto, a modo de cizallamiento, es una forma de transferencia de materia,

motivado por un esfuerzo, que tiene importancia al llegar a la temperatura de sinterización. La existencia de este mecanismo se pone de manifiesto grabando una rejilla o red de líneas sobre la superficie de una probeta; pulida y atacada, donde exista un límite de grano que se somete a un esfuerzo, a temperatura constante y se aprecia que las líneas de la rejilla se cizallan donde cruzan a los límites del grano.

1.1.11. LOS HORNOS

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

1.1.11.1. TIPOS DE HORNOS

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

- **Hornos según el tipo de calentamiento**

En esta clase de hornos el sistema de calentamiento que se acopla al horno depende de la temperatura a conseguir y ésta es función de la naturaleza del material a sinterizar.

El calentamiento por gas tiene como ventaja la economía y como inconveniente la dificultad del control de la temperatura. La temperatura alcanzada por el horno suele llegar a 1100 grados centígrados y por ello apenas se emplea este

sistema de calentamiento para sinterizar.

El método de calentamiento más utilizado para hornos de sinterizar es por el sistema de la resistencia eléctrica, que aprovecha el calor generado según la ley de Joule. La disposición de las resistencias da nombre a los hornos, que son de tipo mufla o caja. Otro método de calentamiento consiste en hacer pasar directamente la corriente eléctrica a través del componente a sinterizar. Es una manera de sinterizar los polvos metálicos de: wolframio, molibdeno y tántalo.

- **Hornos según la Atmósfera**

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

El vacío que se utiliza para sinterizar carburos cementados y aceros aleados se consigue mediante bombas mecánicas y de difusión de aceite o mercurio. ⁽⁵⁾

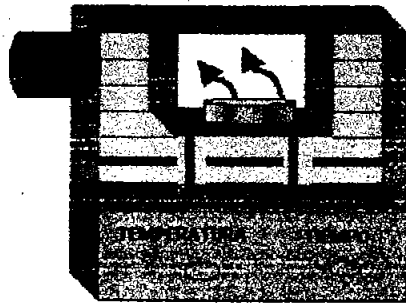


Figura 3. Representación esquemática del proceso de sinterización.

1.2. ALEACIÓN MECÁNICA

Para lograr la unión de dos o más metales existen diferentes medios, tales como el aleado mecánico, aleado químico y técnicas de fundición. Cuando los metales a tratar poseen elevados puntos de fusión (como el Mo y W). O como en el caso de sistemas metal-no metal en donde no es posible obtener la aleación por medio de las antes mencionadas, p.e. en la preparación de mezclas cerámica-metal, así como en la preparación de materiales con estructura especial (cuerpos porosos) y en el caso de que los metales sean inmiscibles entre ellos, la aleación mecánica es una de las técnicas más frecuentemente utilizadas ya que permite la fabricación de materiales con microestructuras mucho más finas y uniformes que las obtenidas a través de la fundición de metales.

1.2.1. FACTORES QUE AFECTAN LA ALEACIÓN MECÁNICA

El proceso de aleación mecánica es afectado por varios factores, que juegan un papel muy importante en la fabricación de materiales homogéneos.

Es bien sabido que las propiedades del polvo metálico en el producto final, tales como la distribución del tamaño de partícula, el grado de desorden, o amorfización, y la estequiometría final, dependen de las condiciones de molienda y como tal, el más completo control y monitoreo de las condiciones de molienda, obteniendo así un mejor producto final. Estos factores se enlistan a continuación

- Tipo de molino (e.j. molino de alta energía y de baja energía)
- El material de los aditamentos del molino (e.j. cerámicos, acero inoxidable y carburo de tungsteno)
- Los tipos de medios de molienda (e.j. bolas)
- Atmósfera de molienda (e.j. aire, nitrógeno, o algún gas inerte)
- Relación entre el medio de molienda y dimensiones del polvo.
- Medio de la molienda (e.j. molienda seca y molienda húmeda)
- Temperatura de molienda
- Tiempo de molienda

En resumen todos estos factores son claves para el control del proceso de aleación mecánica.⁽⁶⁾

1.2.2. EFECTOS DE LA RELACION DE BOLAS Y PESO DEL POLVO

El efecto de la relación del peso de las bolas y el peso promedio del polvo ($W_b:W_p$) es la reacción de amorfización por altas presiones de la aleación de polvo metálico, esta se define como una transformación cristal-amorfo inducida por presión, partiendo de un sólido cristalino estable a altas presiones, obteniendo por descompresión un sólido amorfo. Si se parte de un

monocristal sin defectos, la transformación ocurre a la presión a la que se hace inestable y propicia una especie de corte en el cristal que acelera una serie de inestabilidades que llevan al estado amorfo. Si el cristal contiene defectos, la barrera de nucleación disminuye y la transformación se lleva a cabo a una presión cercana a la extrapolación de la línea de fusión a bajas temperaturas. Estas observaciones relacionan, distintos mecanismos mecánicos y termodinámicos, que han sido propuestos como responsables de la amorfización⁽⁷⁾.

Como ejemplo, se tiene una mezcla de Al50-Ta50 en un molino de bolas de baja energía, que fue estudiado en 1991 por Eskandarany⁽⁶⁾. Estas pruebas se hicieron con 90g, 30 g, 20 g, 10g, y 3g con una relación de Wb:Wp de rangos de 12:1, 36:1, 54:1, 108:1, y 324:1, respectivamente, la difracción de rayos X (XRD) de polvos aleados mecánicamente Al50-Ta50 en un molino de bolas por un tiempo de 400 hrs para todas las relaciones de Wb:Wp. Se obtuvo una fase simple de la aleación amorfa cuando la relación Wb:Wp estaba entre 36:1 y 108:1.

Utilizando una relación de 12:1, se observa por difracción de rayos x que aun existen picos de cristales elementales del Al y Ta, indica que la reacción de amorfización no se ha completado. En contraste, cuando la relación es de 324:1, la fase amorfa coexiste con fases cristalinas de Al-Ta, Al-Ta₂, y AlTaFe. Basado en estos resultados se concluye que el rango de amorfización depende fuertemente de la energía cinética de transformación en el molino de bolas y esto depende del número de oportunidades que las partículas de polvo tienen para reaccionar y para que exista interdifusión. Incrementando la relación Wb:Wp acelera el rango de amorfización el cual se extiende por el

incremento en la energía cinética de transformación en el molino de bolas por unidad de masa del polvo. Este estudio nos muestra que la fracción en volumen de la fase amorfa en la aleación mecánica de los polvos por molienda se incrementa durante cada etapa de molienda incrementando la relación $W_b:W_p$. Cabe notar que el incremento de esta relación de pesos permite la formación de fases cristalinas y esto puede ser relacionado con la alta energía cinética de transformación en el molino de bolas la cual se transforma en calor. Cuando la relación $W_b:W_p$ se reduce a 12:1, sin embargo la reacción de amorfización no se logra por completo. Esto indica que la energía cinética de transformación en la molienda es insuficiente para completar la transición de cristales a la fase amorfa.

Es de notarse que en este trabajo las partículas de polvo alcanzan una extrema fineza, cuando se utilizan relaciones de $W_b:W_p$ altas. Otra desventaja de utilizar altas relaciones de peso es el tener altas concentraciones de contaminación por acero, la cual es transmitida de las bolas hacia los polvos durante el proceso de AM.

1.2.3. EFECTO DE LA ATMÓSFERA EN LA MOLIENDA

La atmósfera en el molino es considerado uno de los factores más importantes durante la molienda (contacto entre las bolas y el polvo elemental). Esto nos muestra que polvo muy fino presenta una mayor área de superficie y, de este modo son altamente reactivos no solo con oxígeno, sino también con otros gases, tal como Hidrógeno o Nitrógeno.

Yavari ⁽⁷⁾ propuso que en la reacción de amorfización, la cual existe en el molino de bolas entre 2 elementos inmiscibles A y B con una entalpía de mezclado

menor a cero, y es atribuido a la presencia de una pequeña cantidad de Oxígeno (\approx 5% atómico).

1.2.4. MECANISMOS DE LA ALEACIÓN MECÁNICA

Como se mencionó previamente, el principal proceso el cual toma lugar en el molino durante la Aleación Mecánica, en donde se produce una cantidad de polvo con microestructura controlada por una repetición de soldar-fracturar-resoldar una mezcla de polvo por difusión. Es un balance de estabilidad crítico con un orden entre la fractura y soldadura en frío para una aleación mecánica exitosa. Existen dos técnicas propuestas por Gilman y Benjamín,⁽⁸⁾ para reducir la soldadura en frío y promover la fractura, esta primera técnica es para modificar la superficie de la partícula deformada por adición de un agente de control en un proceso adecuado (molienda húmeda) que impide un contacto limpio entre metal y metal necesario para la soldadura en frío. La segunda técnica es para modificar el modo de deformación de las partículas de polvo por lo que se fracturan antes de llegar al gran esfuerzo de compresión que las deforma, necesario para aplanar la superficie y soldar en frío. Enfriando la cámara del molino hace que se acelere la fractura y establece un estado estable en el proceso (efecto de la temperatura en la molienda).

Debemos enfatizar que la molienda de polvos en ciertos metales se solda fácilmente en frío (e.j. Ti, Cr, Al, Pb, Zn, Ag, etc.) con un agente orgánico, en donde puede haber una reacción bajo la superficie entre el agente orgánico y los polvos metálicos molidos.

1.2.5 COLISIÓN BOLA-POLVO-BOLA

Los polvos elementales utilizados en aleación mecánica provienen de: polvos metálicos, polvos de compuestos intermetálicos o polvos dispersos. El proceso de Aleación Mecánica inicial por combinación de 2 o más constituyentes de polvos elementales en favor de obtener una aleación llamada producto final, después de ciertas horas de mezclado (seco o húmedo), la morfología de los polvos son modificados cuando están sujetos a la colisión con las bolas del molino. En trabajos anteriores se noto que los efectos de colisiones en el mezclado de polvo dependen del tipo de partículas de cada uno de los polvos elementales.

Estudios anteriores muestran que las colisiones iniciales bola-polvo-bola producen una deformación y trabajo de endurecimiento en las partículas del metal, cuando son unidas en frío y duramente deformados mecánicamente. Por lo cual, las interfases del metal están deformadas, parcialmente cubiertas y atómicamente libres de impurezas. Esto trae como consecuencia una interacción muy profunda, formando estructura en capas y partículas compuestas de varias combinaciones de elementos iniciales.

Los resultados obtenidos de la molienda son: la soldadura en frío, la deformación de la capa superficial de las partículas y una microestructura con un tamaño de cristal pequeño. Por el hecho de que existe una baja dureza de los polvos elementales en el inicio, existe un espaciado laminar de las partículas aglomeradas y rápidamente reducida durante la molienda.

Al aumentar el tiempo de molienda se incrementa la dureza con lo cual favorece la fractura en pequeñas partículas de los polvos metálicos.

Esto permite que exista difusión superficial en cada partícula del polvo metálico, para formar la aleación. ⁽⁸⁾

1.2.6 NECESIDAD DE LA ALEACIÓN MECÁNICA

La aleación mecánica es el único proceso para la formación de múltiples aleaciones y compuestos que son difíciles o hasta imposibles de producir por métodos de fundición convencional. Por ejemplo el sistema binario Al-Ta muestra una remarcada diferencia entre los puntos de fusión del Al (720 °C) y del Ta (3020 °C). Esta diferencia restringe la producción de materiales que pueden ser utilizados como capacitores en aplicaciones industriales. El método de AM permite la fabricación de nuevos materiales amorfos con un amplio rango de formación.

La AM puede ser utilizado como un método para la fabricación de muchos materiales nanocristalinos y nanocompuestos, especialmente materiales refractarios de metales carburados y nitrados, utilizando técnicas simples.

Recientemente, el método de AM fue utilizado para reducir varios óxidos metálicos a temperatura ambiente. Por lo que esto también se puede utilizar para la fabricación de materiales amorfos a temperatura ambiente. ⁽⁹⁾

1.3 DIFRACCIÓN DE RAYOS X

Cuando un haz de rayos X incide sobre un metal, se produce un cierto número de diferentes e interesantes interacciones. Una de estas interpretaciones, conocida como dispersión de Thompson, provoca que los electrones de los átomos del cristal emitan radiación electromagnética de la misma longitud de onda (λ), que el haz incide, lo que produce un efecto de difracción.

En la figura 5 muestra una vista de borde de un cristal que tiene planos atómicos, con un espaciamiento de d . Los planos son perpendiculares a la hoja. Un haz de radiación de longitud de onda (λ) incide sobre el cristal en un ángulo θ .

La difracción debida a la dispersión de Thompson producirá una fuerte reflexión desde el cristal en un ángulo α si se cumplen las condiciones siguientes:

1. Solamente es posible un ángulo de α , si $\alpha = \theta$
2. Debe satisfacer la ecuación de Bragg, es decir

$$\frac{n\lambda}{2d} = \sin \theta$$

donde $n = \text{entero} = 1, 2, 3$

A valores mayores de n , la intensidad de la reflexión se reduce rápidamente, por lo tanto, se tomara $n = 1$ al menos que se indique otra cosa.

3. Es posible que los átomos que se localizan entre los planos difractantes estén colocados en tal forma que se destruya el haz difractado, por lo tanto, para cualquier estructura cristalina ciertos planos no difractaran aunque se cumplan con las condiciones 1 y 2.

Aplicación de la ecuación de Bragg

La ley de Bragg puede escribirse como $d = n\lambda / (2 \sin \theta)$. Cuando se conoce λ y se determina el valor de θ , que produce reflexión puede hallarse el espaciamiento interplanar (d).

La ley de Bragg también puede escribirse como $\theta = \sin^{-1} (n\lambda / 2d)$. Cuando

se conoce d y λ , los valores medios de θ permiten determinar la orientación de los planos cristalinos en relación al haz. El análisis de la forma del haz difractado nos da información sobre la perfección del cristal.

Hay tres técnicas principales de análisis por rayos X utilizadas comúnmente en metalurgia ⁽¹⁰⁾.

- Técnica del Laue donde λ varía y θ está fijo
- Técnica de polvos donde λ está fija y θ varía
- Técnica de difractómetro donde λ está fija y θ varía

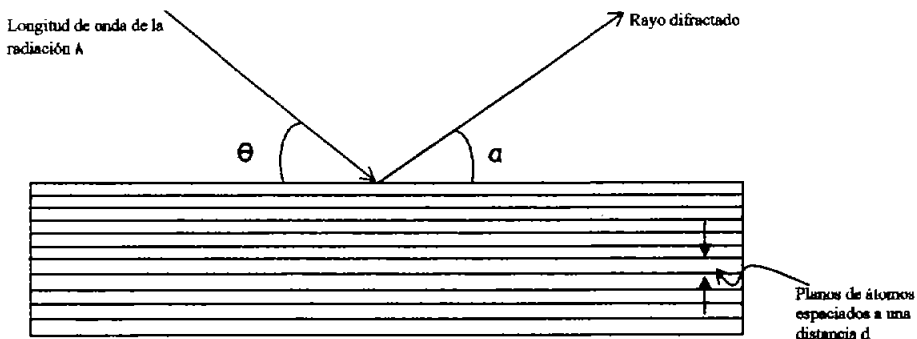


Figura 4 Difracción de rayos X

1.4 COMPUESTO INTERMETÁLICO

Estos generalmente se forman por metales no similares químicamente y se combinan siguiendo la regla de valencia química como suele tener fuerte enlace (iónico o covalente), sus propiedades son esencialmente no metálicas. Por lo general, muestran una deficiente ductilidad y una pobre conductividad eléctrica y pueden tener una estructura cristalina compleja, por ej. CaSe Mg_2Pb Mg_2Sn Y Cu_2Se .

Desde hace varias décadas, se ha realizado investigación en el área de compuestos intermetálicos, ya que debido a los resultados obtenidos en este tipo de materiales prometen mejores propiedades que las encontradas en los cerámicos y las superaleaciones convencionales. Con respecto a las superaleaciones los intermetálicos presentan una mayor temperatura de difusión y con respecto a los cerámicos esta la posibilidad de tener mejores resistencias.

Algunos de los intermetálicos como el Ni_3Al , muestran un incremento en la tensión de fluencia con el incremento de la temperatura, por otro lado el $TiAl$ presenta una alta resistencia tensil con respecto a la relación que guarda con su peso.

Se ha observado que en los compuestos intermetálicos la estequiometría modifica las características cristalográficas presentes, lo cual a su vez afecta a las propiedades físicas, químicas y mecánicas mostradas por el intermetálico. En años recientes se ha renovado el interés en los compuestos intermetálicos como materiales estructurales de alta temperatura. Se ha promovido el estudio para mejorar la ductilidad, maquinabilidad, la resistencia creep a elevadas temperaturas. Los intermetálicos mas estudiados han sido los aluminuros de Fe, Ti, y Ni. ⁽¹¹⁾

1.5 COMPUESTO NiAl

La primera referencia del compuesto NiAl fue en un estudio del diagrama de fases publicada en 1908, y esto debido a que su elevado punto de fusión llamo la atención de los investigadores.

En investigaciones posteriores, el compuesto NiAl ha sido estudiado

extensivamente como posible material estructural. Aunque, la actividad actual más importante se esta enfocando en entender y desarrollar aleaciones basadas en el compuesto intermetálico NiAl ordenado.

Tiene una combinación de propiedades estructurales importantes, por el hecho de que es usado como material de trabajo a alta temperatura, debido a su alta resistencia mecánica, alto punto de fusión, baja densidad, excelente conductividad térmica y una buena resistencia a la oxidación.

Como material ingenieril, el NiAl también presenta características físicas importantes, incluyendo una estructura cristalográfica simple bcc, una red altamente ordenada, una estabilidad en un amplio rango de composición, una estructura con defectos variables, anisotropía elástica y comportamiento plástico. Esto ha hecho del NiAl un compuesto de interés básico para el estudio científico en aleaciones ordenadas.

Sin embargo, se considera necesario que existan mejoras significativas en dureza y ductilidad a temperatura ambiente para que este material pueda ser utilizado en aplicaciones prácticas. Se ha sugerido en la literatura, que los materiales frágiles pueden desarrollar tal ductilidad refinando sus granos por debajo de un tamaño crítico. Los materiales nanocristalinos son definidos como sólidos policristalinos que tienen un tamaño de cristal generalmente menor de 100 nm. Se pueden obtener propiedades únicas debido a que se comparte una extensión grande de frontera de grano. La resistencia, ductilidad y cinética de difusión, entre otras propiedades mecánicas y químicas, se realiza para los materiales nanocristalinos en comparación con materiales de tamaño de cristal convencional.

El compuesto intermetálico NiAl tiene aplicaciones potenciales como p.ej. para secciones en caliente de los motores de turbina de gas, para los sistemas de propulsión para aeronaves, como capa bajo un recubrimiento de una barrera térmica, para compuestos electrónicos y semiconductores avanzados. La mayoría de las investigaciones para mejorar la ductilidad del compuesto NiAl se ha centrado en la adición de metaloides para refinar el tamaño de grano. Distintas vías de proceso se han utilizado para producir polvos de NiAl. Entre estos, la aleación mecánica; se ha demostrado que el producto del polvo contiene cristales con un tamaño que esta en un rango de nanómetros.

La síntesis por medio de la molienda de alta energía para la aleación de NiAl y por lo tanto la formación del compuesto intermetálico. La consolidación de los polvos nanocristalinos de NiAl ha sido lograda por diversas técnicas, tales como el sinterizado en plasma de chispa, en el cual, la presión usualmente aplicada a alta temperatura es bastante pequeña, además de la técnica de presión en caliente, presión en caliente al vacío, extrusión a altas temperaturas entre otras.

La sinterización de polvos nanocristalinos hecho a baja temperatura y un corto tiempo, podría dar un aumento en el tamaño de los nanocristales del compuesto intermetálico y esto no seria benéfico para las propiedades deseadas.

Con el propósito de aumentar las propiedades mecánicas del compuesto intermetálico NiAl, las investigaciones apuntan a estudiar la microestructura, tamaño de grano, dureza y resistencia de contracción a temperatura ambiente de la aleación NiAl con, o sin, la adición de microaleantes. Por último, el interés en obtener este compuesto intermetálico esta asociada con el reemplazo de las superaleaciones base Níquel. ^{(12) (13)}

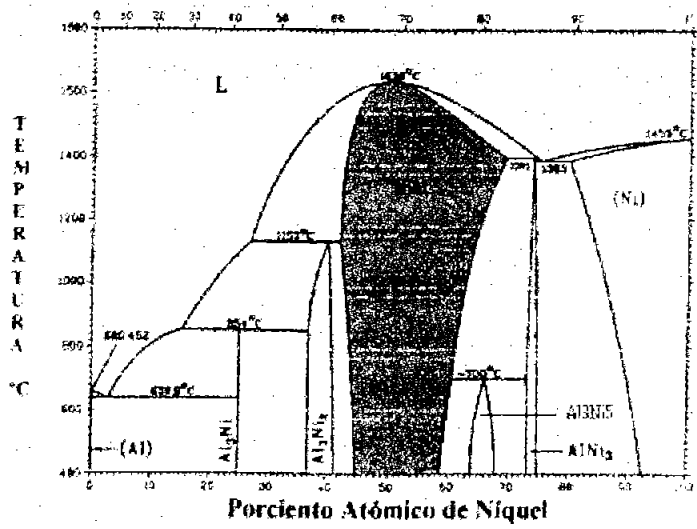


Figura 5. Diagrama de equilibrio NiAl.

CAPÍTULO 2

DESARROLLO EXPERIMENTAL

II. DESARROLLO EXPERIMENTAL

Con la finalidad de alcanzar el objetivo de la presente tesis se desarrollo el siguiente trabajo experimental.

1.- Caracterización de los polvos metálicos.

Los polvos de Níquel y Aluminio fueron adquiridos por la UNAM de la empresa "QUIMICA BARSAS S.A. DE C.V."

La caracterización de los polvos elementales de Ni y Al consiste en establecer el tamaño de partícula inicial de los polvos (8 μ m y 1.5 μ m respectivamente), y la morfología de las partículas ilustrado en el capítulo siguiente.

2.- Proceso de Aleación Mecánica.

Para realizar la aleación mecánica de los polvos elementales de Ni y Al se utiliza un Molino de Alta Energía (SPEX 800), el cual utiliza un contenedor cilíndrico de acero inoxidable con las siguientes dimensiones: diámetro 6 cm y altura 12 cm.

La aleación mecánica de los polvos se realiza utilizando una relación de bolas de 7:1, esto es por cada 7 gramos de peso de las bolas se coloca 1 gramo de material en el molino. En este caso se utilizaron 12 bolas de acero inoxidable con dimensiones de 1 cm de diámetro. Esta cantidad de bolas se estableció en base a las recomendaciones del fabricante del molino el cual menciona que para obtener mejores resultados, el volumen de las bolas y del material a moler no debe sobrepasar de una tercera parte de la capacidad del contenedor.

Como se mencionó anteriormente la aleación a obtener es NiAl, con una

composición química equiatómica, es decir 50% atómico de Ni y 50% atómico de Al. Para esto se realizaron los cálculos correspondientes para colocar en el contenedor los gramos necesarios de Ni y de Al como se muestra en la siguiente tabla.

Tabla 1. Resumen de las condiciones de molienda.

Relación atómica Ni:Al	50:50
Relación de bolas	7:1
Peso de las bolas	40.56 g
Peso de la mezcla	5.794 g
Peso del Níquel	3.970 g
Peso del Aluminio	1.825 g

Con la finalidad de conocer el tiempo óptimo de formación del compuesto intermetálico. Dichos tiempos se programaron en dos etapas: la primera etapa fue a 15, 30, 45, 60, 90 y 120 minutos.

El producto obtenido en cada una de las moliendas se somete al análisis mediante difracción de rayos-X, esto con la finalidad de establecer el grado de avance en la transformación de los polvos elementales de Ni y Al al compuesto intermetálico NiAl.

Al analizar los difractogramas de los productos de la aleación mecánica se observó que no se había completado la transformación del compuesto intermetálico, por lo cual pasamos a la segunda etapa de molienda.

Estas nuevas condiciones implican el aumento de los tiempos de molienda así como la incorporación de un agente antiadherente como es el alcohol etílico

[11]

Los tiempo de molienda de esta segunda etapa de experimentación fueron: 2, 3, 4 y 5 horas con diferentes cantidades de alcohol, es decir 0.25 ml y 0.1 ml.

Los productos de la molienda bajo esta nuevas condiciones de molienda fueron analizadas nuevamente mediante difracción de rayos-X.

3.- Caracterización del Compuesto Intermetálico.

El compuesto NiAl fue caracterizado mediante microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido, además de la difracción de rayos-X que se realizó previamente.

4.- Evaluación del Compuesto Intermetálico NiAl.

Una vez establecidas las condiciones de molienda para la obtención del compuesto intermetálico NiAl, se realizaron una serie de moliendas bajo estas condiciones con la finalidad de tener una mayor cantidad de muestra la cual permitiera fabricar probetas para evaluar sus propiedades mecánicas, esto es debido a que el producto (compuesto intermetálico) de cada molienda es menor a 5.7 g.

La fabricación de las probetas del compuesto intermetálico se realizó mediante el método de compactación uniaxial en frío, en una máquina universal de ensayos. La geometría de las probetas fue cilíndrica con dimensiones de 0.945 cm de diámetro y 0.3 cm de altura teórica (figura 5), estableciendo como carga de compactación de 1 tonelada ^[13]. Se realizaron los cálculos necesarios para determinar la cantidad de polvo requerido para que las probetas fabricadas tuvieran la altura previamente establecida.

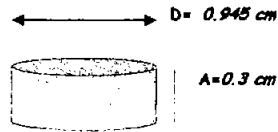


Figura 6. Representación esquemática de la probeta de compactación.

Una vez obtenidas las probetas de compactación se procedió a medir las dimensiones reales y el peso de cada probeta para calcular su densidad en verde, así como también la porosidad total asociada a cada probeta con respecto a la densidad teórica del compuesto intermetálico ^[13].

Con estas condiciones se obtuvieron 9 probetas para la etapa de sinterización la cual se realizó en un horno de tubo bajo una atmósfera de Argón. Las temperaturas y tiempos de sinterización de muestran en la tabla siguiente:

Tabla 2. Condiciones utilizadas durante el proceso de sinterización.

PIEZA	TEMPERATURA (°C)	TIEMPO (MIN)
1	1000	30
2	1000	60
3	1000	90
4	1200	30
5	1200	60
6	1200	90
7	1400	30
8	1400	60
9	1400	90

Una vez obtenidas las probetas sinterizadas se procedió a cortarlas por la mitad para poder encapsularlas en bakelita y realizar el análisis metalográfico y su caracterización microestructural por medio de microscopia óptica y microscopia electrónica de barrido, también se determinó la microdureza de cada probeta.

CAPÍTULO 3

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

III. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

A continuación se muestra un cuadro de los resultados obtenidos en la difracción de rayos x de manera resumida, lo cual se explicara con mayor detenimiento posteriormente.

Tiempo de molienda (min)	
<i>Prueba 1</i>	
	<i>Observaciones</i>
15	Sin transformación
30	Sin transformación
45	Sin transformación
60	Empieza transformación
90	El avance del compuesto NiAl es gradual
120	Existen señales definidas del compuesto NiAl
<i>Prueba 2</i>	
120	Existe la presencia de una gran cantidad de óxidos
180	La transformación se encuentra en un punto intermedio.
240	La cantidad de señales de Al y Ni elementales son reducidas
300	La transformación es casi total, (pequeñas señales de Ni)
<i>Prueba 3</i>	
300	Transformación total del compuesto intermetálico NiAl

Tabla 3. Descripción de los resultados obtenidos en las pruebas de molienda.

3.1. Difracción de Rayos-X

Como primera parte nos enfocaremos a los resultados obtenidos en el proceso de aleación mecánica, en donde tomando como referencia los difractogramas

de los productos de las diferentes moliendas realizadas y comparándolos con la carta del compuesto NiAl se puede establecer el grado de formación del compuesto intermetálico. En donde la variable a comparar va a ser $d(A)$ que es el parámetro de red, para afirmar que el compuesto NiAl alcanzado su transformación total; los valores de las señales (picos) de los difractogramas experimentales deben de ser muy cercanos a los valores $d(A)$ de la carta patrón (figura 7)

AlNi				$d(A)$	Int	h	k	l
NiQue-Aluminio				2.0869	20	1	0	0
				2.0413	100	1	1	0
				1.6671	4	1	1	1
				1.4437	16	2	0	0
Rad. Cuka	λ 1.5418		d-sp. Diff	1.2913	3	2	1	0
				1.1768	26	2	1	1
				1.0209	8	2	2	0
				9625	1	2	2	1
				9132	14	3	1	0
Sis cubico		S.G. Pm3m (221)						
a	2.888	b	c	A	C			
α		β	γ	Z: 1	mp			
Longitud de Onda = 1.5418								
2θ	Int	h	k	l				
30.976	20	1	0	0				
44.377	100	1	1	0				
55.087	4	1	1	1				
64.549	16	2	0	0				
73.310	3	2	1	0				
81.683	26	2	1	1				
98.071	8	2	2	0				
106.439	1	2	2	1				
115.167	14	3	1	0				

Figura 7. Carta para indexar los patrones de difracción.

Los primeros resultados experimentales de la aleación mecánica corresponden a la muestras obtenidas a 15, 30, 45, 60, 90 y 120 minutos de molienda de las cuales se presentan sus patrones de difracción.

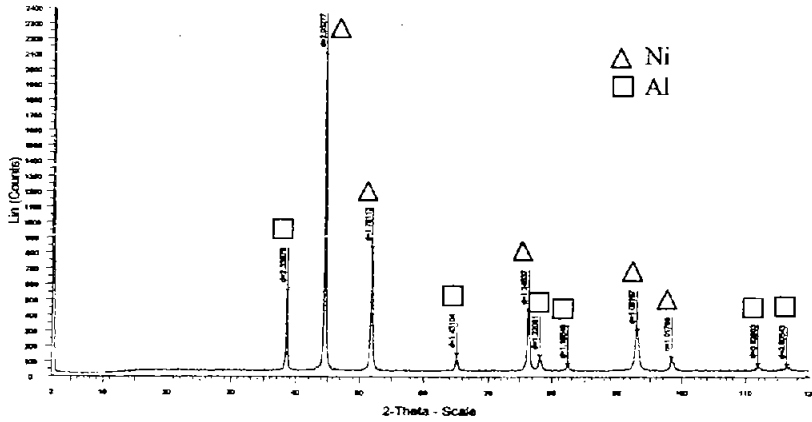


Figura 8. Patrones de difracción para 60 minutos de molienda.

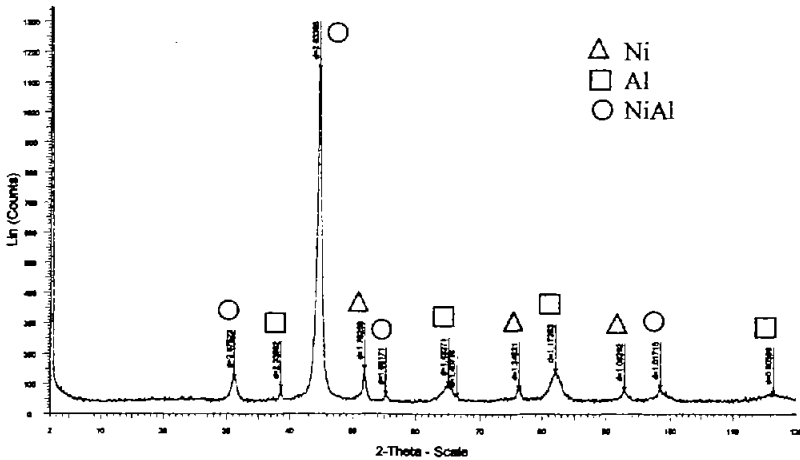


Figura 9. Patrones de difracción para 120 minutos de molienda.

En las figuras 8 y 9 se presentan los patrones de difracción de 60 minutos y de 120 minutos. En la primera se puede apreciar que después de 60 minutos de molienda solo es detectada la presencia de los polvos elementales de Ni y de Al, sin existir algún indicio de la formación del compuesto intermetálico NiAl.

En el segundo difractograma se observa la aparición de las señales o picos correspondientes al compuesto NiAl, aunque son predominantes las señales correspondientes a los polvos elementales de Ni y de Al.

Con esta información podemos establecer que los tiempos de molienda empleados en esta primera etapa de la aleación mecánica son insuficientes para alcanzar la transformación completa, lo que nos lleva a modificar los tiempos programados de molienda durante una segunda etapa.

En la segunda etapa de la aleación mecánica se utilizaron tiempos de 120, 180, 240 y 300 minutos de molienda, adicionando alcohol (0.25 y 0.1 ml) como antiadherente [10] con el propósito de evitar la aglomeración de los polvos, lo cual retrasaría la formación del compuesto NiAl.

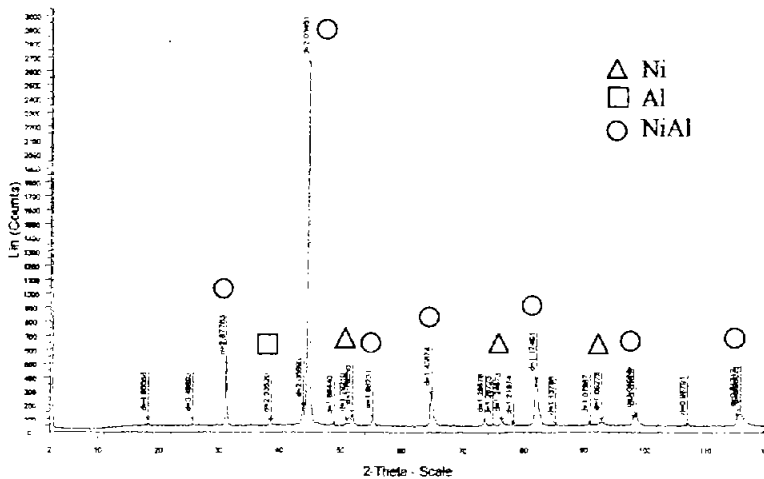


Figura 10. Patrones de difracción para 120 minutos de molienda con 0.25 ml de etanol.

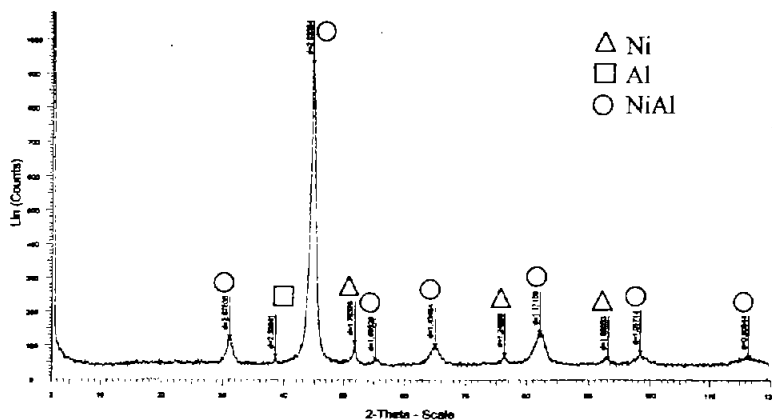


Figura 11. Patrones de difracción para 300 minutos de molienda con 0.25 ml de etanol.

En la figura 10 correspondiente a 120 minutos de molienda con 0.25 ml de etanol se observa una gran variedad de señales o picos los cuales corresponden a óxidos metálicos de aluminio y de níquel, los cuales se formaron ya que al abrir el contenedor e intentar sacar los polvos, estos se prendieron, es decir se presentó una reacción explosiva al entrar en contacto los polvos productos de la molienda con el oxígeno del aire, teniéndose como consecuencia la oxidación instantánea del producto de la molienda.

En la figura 11 correspondiente a 300 minutos de molienda con 0.25 ml de etanol se observa que la transformación al compuesto intermetálico NiAl ha sido prácticamente alcanzada, aunque existe la presencia de pequeñas señales de los polvos elementales de Ni y Al.

Debido a que la transformación no se ha alcanzado completamente se decidió realizar una modificación al proceso de aleación mecánica considerando los resultados obtenidos tanto en la primera como en la segunda etapa de la experimentación. Esta modificación consistió en realizar la molienda en primer término a 120 minutos en aire y posteriormente 180 minutos con etanol, pero en este caso se realizó una disminución del etanol a 0.1 ml.

Estas modificaciones se realizaron bajo las siguientes consideraciones:

- 1) Después de 120 minutos de molienda la cantidad de aluminio elemental remanente era considerable (figura 10) y debido a que el etanol actúa como antiadherente, el aluminio se mantiene en forma elemental lo que aunado al tamaño de las partículas que se están utilizando provocan que el área del aluminio expuesta sea muy grande y debido a la gran reactividad del aluminio con el oxígeno se presentó la reacción explosiva que se observó. Por lo que se decidió realizarla en aire y evitar de esta manera la reacción explosiva.
- 2) Considerando que después de 120 minutos de molienda en aire aparece el compuesto NiAl , se adicionó 0.1 ml de etanol a este producto de la molienda y se continúa la molienda durante 180 minutos más, esto para alcanzar los 300 minutos totales de molienda. La disminución del etanol se estableció considerando que una parte del aluminio ya había sido transformado al compuesto NiAl y solamente se necesitaba que el remanente del aluminio no se aglomerara para obtener la transformación total al compuesto buscado.

Los resultados de esta molienda en donde se combina la molienda en aire y con etanol se presenta en la figura 12.

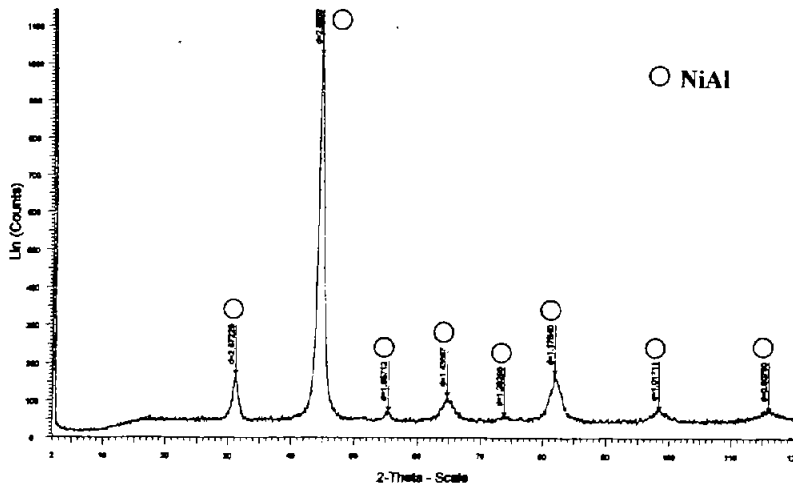


Figura 12. Difractograma de la molienda combinada 120 minutos en aire y 180 minutos con etanol (0.1 ml).

En este difractograma se observa que la transformación de los polvos elementales de Ni y de Al ha sido adecuada ya que todas las señales corresponden al compuesto NiAl.

3.2. Compactación y Sinterización.

A las muestras compactadas bajo las condiciones previamente establecidas se les midieron sus dimensiones y su peso con la finalidad de determinar su densidad en verde, es decir antes de ser sinterizadas. A estas mismas muestras después de ser sometidas al proceso de sinterizado en un horno de tubo en una atmósfera de argón se les midieron sus densidades y con estos valores y el valor de la densidad teórica se calculó el porcentaje de

densificación obtenido. Las mediciones se presentan en la tabla 4.

Tabla 4. Efecto de las condiciones de sinterizado sobre la densidad.

Muestra	Condiciones (°C / min)	Densidad en Verde (g/cm ³)	Densidad de Sinterización (g/cm ³)	Densificación (%)
1	1000 / 30	4.77	5.27	90.00
2	1000 / 60	4.79	4.94	84.44
3	1000 / 90	4.85	5.21	89.05
4	1200 / 30	4.83	4.89	83.59
5	1200 / 60	4.92	5.12	87.52
6	1200 / 90	4.84	4.97	84.96
7	1400 / 30	4.98	5.12	87.52
8	1400 / 60	5.01	5.30	90.43
9	1400 / 90	5.03	5.74	98.27

Como se puede observa en la tabla 4, la densidad en verde permanece prácticamente constante, observándose una pequeña variación debido posiblemente a un error de tipo experimental, el cual se presentó al momento de compactar (aplicar la carga) ya que al utilizar las mismas condiciones de carga y la misma matriz para todas las muestras la única variable que puede afectar en la densidad en verde es la carga.

Con respecto a la densidad después del sinterizado, se puede observar que los valores presentan un incremento con respecto a la densidad en verde. Esto nos indica que el proceso de sinterizado se realizó exitosamente ya que se logró densificar las muestras y esto es debido a los mecanismos difusivos que se llevan a cabo durante este proceso.

El porcentaje de densificación es un parámetro que nos indica que tan retirados se encuentran los valores de la densidad después de sinterizado de las densidad teórica, esto es que cantidad de poros se tienen presentes en las muestras, expresada en porcentaje.

3.3. Pruebas Mecánicas.

3.3.1. Microdureza Vickers (HV).

Una vez que se tuvieron las piezas sinterizadas y cortadas transversalmente se procedió a medir dureza en la escala Vickers, utilizando una carga de 0.5 gramos y un tiempo de prueba de 30 segundos.

La medición de la dureza se realizo sobre el corte transversal de las muestras en tres zonas diferente y utilizando intervalos de 0.2 mm desde la superficie y hasta cubrir el total del espesor de la muestra. Con la finalidad de una mejor identificación se utilizó la siguiente clasificación: Lateral 1, Centro y Lateral 2, correspondiendo la posición de cada una de las zonas: Lateral 1 y Lateral 2 a $\frac{1}{2}$ del radio medido desde la superficie hacia el centro y Centro la cual corresponde al centro de la probeta, es decir $\frac{1}{2}$ del diámetro.

Los resultados obtenidos para cada condición de sinterizado se resumen en las tablas 5,6 y 7.

Tabla 5. Resultados de la microdureza de la probetas sinterizadas a 1000°C durante 30, 60 y 90 minutos.

Posición (mm)	30 minutos			60 minutos			90 minutos		
	Lateral 1	Centro	Lateral 2	Lateral 1	Centro	Lateral 2	Lateral 1	Centro	Lateral 2
0.2	187	-	176	163	149	178	166	163	159
0.4	198	-	171	-	-	-	-	-	-
0.6	-	157	-	176	-	183	163	-	-
0.8	-	-	-	-	137	-	-	216	194
1.0	190	180	-	187	-	161	-	-	-
1.2	182	182	194	-	190	169	178	143	190
1.4	-	-	-	190	-	-	-	-	-
1.6	-	175	192	-	-	-	159	-	158
1.8	-	-	-	-	197	-	-	201	-
2.0	168	167	178	185	204	172	212	202	135
Dureza Promedio	185	172	182	180	175	173	185	176	167

Como se puede observar en la tabla 5 solo se hicieron 5 mediciones para cada zona de la probeta (lateral 1, centro y lateral 2) el motivo fue la presencia de una gran cantidad de porosidades lo que dificulto realizar más mediciones. También podemos observar que las durezas promedio de las tres probetas son similares las cuales oscila entre 172-185 Vickers estos valores de dureza dependen en gran medida las porosidades presentes en las probetas permitieron que dichos valores de dureza no fueran mas altos.

Tabla 6. Resultados de la microdureza de la probetas sinterizadas a 1200° C durante 30, 60 y 90 minutos.

Posición (mm)	30 minutos			60 minutos			90 minutos		
	Lateral 1	Centro	Lateral 2	Lateral 1	Centro	Lateral 2	Lateral 1	Centro	Lateral 2
0.2	150	132	116	143	152	182	----	----	----
0.4	109	132	136	125	156	142	----	----	----
0.6	116	123	119	142	140	155	----	----	----
0.8	140	109	120	139	134	131	----	----	----
1.0	159	125	143	126	122	106	----	----	----
1.2	121	116	113	101	154	114	----	----	----
1.4	129	130	141	99	121	149	----	----	----
1.6	132	127	135	98	132	158	----	----	----
1.8	93	113	140	96	139	100	----	----	----
2.0	97	107	136	96	116	100	----	----	----
Dureza Promedio	121	125	130	116	137	134	----	----	----

Como se observa en la tabla 6 las durezas promedio van en aumento teniendo los valores máximos en la probeta a 1200 °C y 60 minutos de sinterización. Con lo que respecta a la probeta a 1200 °C y 90 de sinterización no se le hicieron pruebas mecánicas porque al momento de cortar la pieza se fracturo por completo, el motivo mas probable es que en el momento de la sinterizacion la cantidad de argon inyectado como gas inerte fue menor en comparación con el

inyectado en las demás probetas lo que provoco que se oxidara la pieza y posteriormente se fracturara.

En la tabla 7 se observa que existe un aumento considerable de la dureza en las tres probetas a 1400°C teniendo los valores más altos a un tiempo de 90 minutos por lo que podemos decir que las mejores condiciones con lo que respecta a las propiedades mecánicas son a 1400°C y 90 minutos de sinterización.

Tabla 7. Resultados de la microdureza de la probetas sinterizadas a 1400°C durante 30, 60 y 90 minutos.

Posición (mm)	30 minutos			60 minutos			90 minutos		
	Lateral 1	Centro	Lateral 2	Lateral 1	Centro	Lateral 2	Lateral 1	Centro	Lateral 2
0.2	312	354	295	291	244	267	447	474	416
0.4	303	333	284	284	216	257	496	398	446
0.6	295	328	306	220	281	273	424	400	439
0.8	304	312	248	264	219	285	430	423	401
1.0	279	324	239	264	218	274	400	484	445
1.2	308	300	265	300	222	274	417	446	441
1.4	300	348	240	256	244	234	454	387	440
1.6	280	358	247	224	222	230	431	379	458
1.8	294	333	241	224	249	278	441	433	404
2.0	294	339	287	254	252	218	470	420	420
Dureza Promedio	297	333	265	258	237	259	441	424	431

Falla de origen
Falta la página
61

3.4. Microscopía Electrónica de Barrido.

Las siguientes imágenes fueron tomadas a través de un Microscopio Electrónico de Barrido (MEB) a diferentes aumentos, que van desde 100x a 10,000x, las imágenes son del polvo antes de compactarlo y sinterizarlo, así como imágenes después de este proceso en donde se muestra el grado de evolución de la sinterización a los diferentes tiempos y temperaturas establecidas.

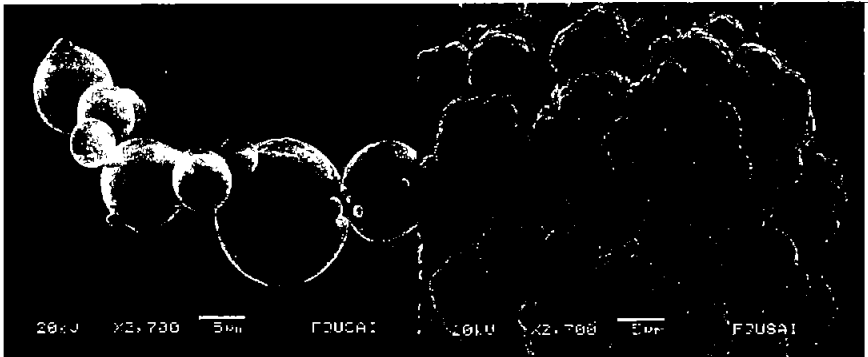


Fig. 13 Se muestran las partículas de Al antes de iniciar el proceso de aleación mecánica.

Fig. 14 Se muestran partículas de Ni formadas por aglomerados.



Fig.15 Se muestra la partícula del compuesto NiAl aleadas mecánicamente.

En las figuras 13 y 14 se muestran las partículas de Aluminio y Níquel respectivamente antes del proceso de aleación mecánica, observándose que los tamaños de partícula para el caso del aluminio están en el rango de 4 a 12 micrómetros y para el caso del níquel están en el rango de 10 a 15 micrómetros. Posteriormente se forma el compuesto intermetálico NiAl utilizando el proceso de aleación mecánica, dicha aleación se puede observar en la figura 15, en donde podemos observar que el tamaño de dicha partícula tiene un diámetro considerablemente menor comparado con las partículas elementales, siendo este de 1 a 2 micrómetros.

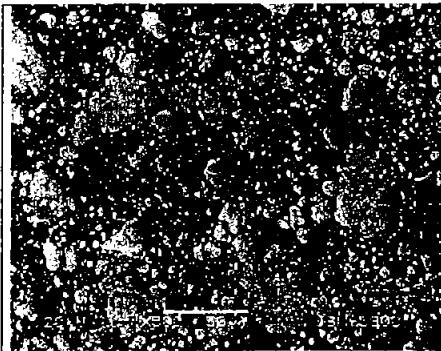


FIGURA 16 Probeta sinterizada 30 min a 1000°C en donde se muestra el grado de porosidad el cual es muy alto, representado por las zonas oscuras.



FIGURA 17 Probeta a las mismas condiciones de sinterización, en donde se muestra que el grado de evolución de sinterización es muy bajo.

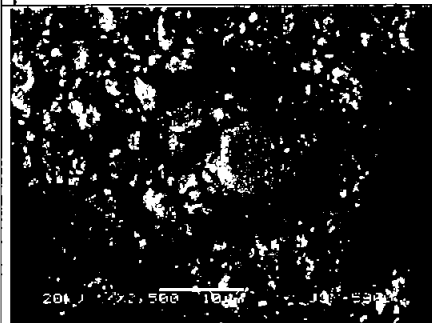


FIGURA 18 Probeta a las mismas condiciones de sinterización que las anteriores, en donde se muestran zonas heterogéneas.

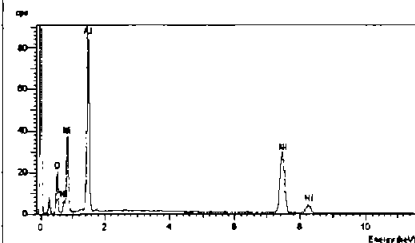


FIGURA 19 Espectro de composición, donde se muestra que no solamente tenemos Ni y Al, sino que hay presencia de oxígeno.

En las figuras 16, 17 y 18 se esta poniendo de manifiesto el grado de evolución de la sinterización del compuesto intermetálico (NiAl), en donde observamos que la porosidad predomina sobre la zonas sinterizadas; con respecto al espectro de composición existe la presencia de oxígeno en una cantidad alta, lo cual nos esta indicando la presencia de óxidos en el material.

Estas fotografías son representativas de las probetas a 1000° C tanto para los tiempos de 30, 60 y 90 minutos, por lo que resultaría redundante mostrar todas las imágenes obtenidas a estos tiempos.

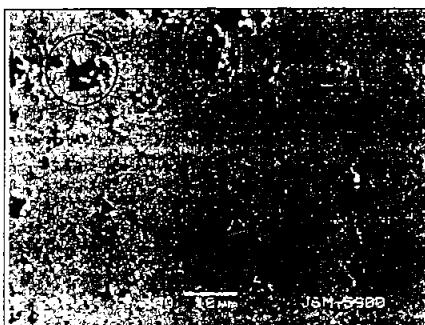


FIGURA 20 Probeta sinterizada a 1200° C durante 30 min, en donde se observa una zona de porosidades grande (ilustrado en los círculos)

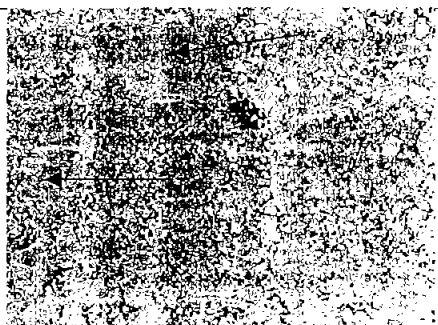


FIGURA 21 Probeta sinterizada a 1200° C durante 30 min. En donde se observa mayor homogeneidad en las porosidades.

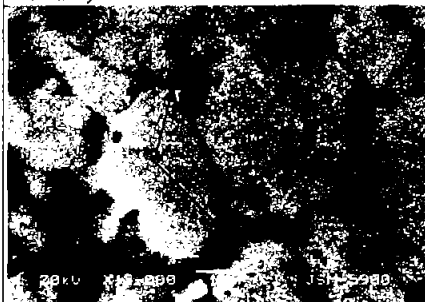


FIGURA 22 Probeta sinterizada a 1200° C durante 30 min, en donde se observa la unión de partículas

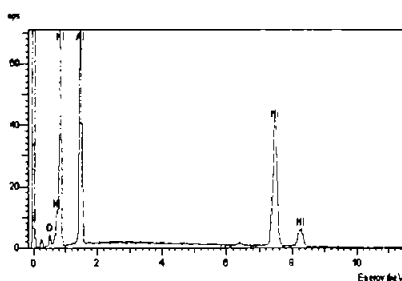


FIGURA 23 Espectro de composición donde hay una pequeña cantidad de oxígeno presente en el compuesto

En las figuras 20 y 21 se puede observar que la porosidad se presenta en forma más homogénea, esto es, si se observa con detenimiento se aprecia que las porosidades están tomando tamaños similares y equidistantes dentro de cada imagen; otro punto importante es que existen pequeñas zonas ya sinterizadas por completo (señalados con flechas).

En la figura 22 se observa que todavía entre las partículas del compuesto no existe una unión total, lo que demuestra que aun falta un grado de sinterización mayor (ilustrado con las flechas). En la figura 23 es un espectro de composición donde aún se observa la presencia de oxígeno pero en una cantidad despreciable.

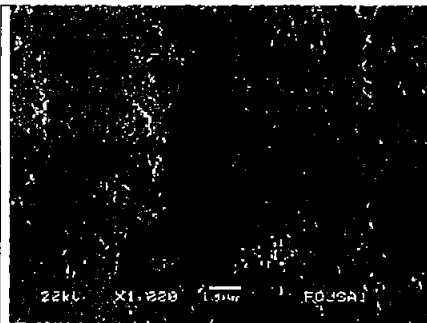


FIGURA 24 Probeta sinterizada a 1200° C y 60 min, donde se observa un incremento de las zonas sinterizadas.



FIGURA 25 Probeta sinterizada a 1200° C y 60 min, donde se observa una porosidad que tiende a la homogeneidad.

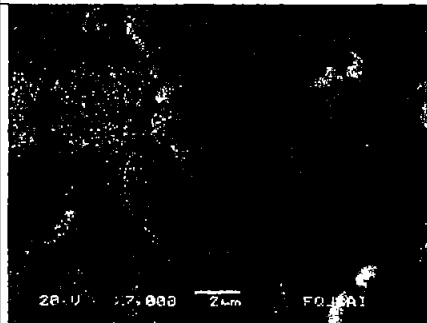


FIGURA 26 Probeta sinterizada a 1200° C y 60 min, donde se observa que la zona sinterizada empieza a predominar.

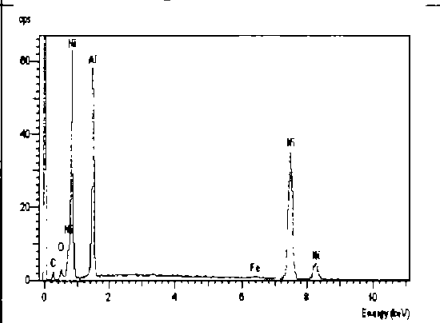


FIGURA 27 Espectro de composición donde la cantidad de oxígeno es pequeña.

En la figura 24 se observa que ya se presentan zonas de sinterización que abarcan una mayor parte de la imagen (indicado con flechas), lo que podemos mencionar es que se está incrementando el sinterizado en el compuesto NiAl. En la figura 25 muestra que la porosidad sigue presentando una homogeneidad en su tamaño y en su distancia entre ellas; en la figura 26 que se encuentra a un mayor aumento, se observa como se están uniendo las partículas del compuesto y empiezan a predominar las zonas ya sinterizadas (indicado con un círculo). Por último en la figura 27 se muestra un espectro de composición donde el oxígeno se mantiene en una cantidad despreciable.

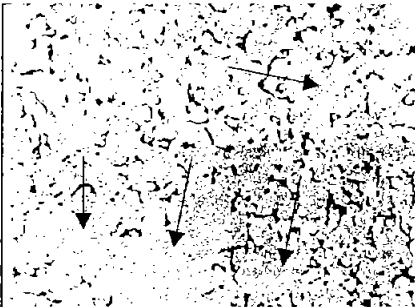


FIGURA 28 Probeta sinterizada a 1400°C y 30 min, donde se aprecia una mayor sinterización.

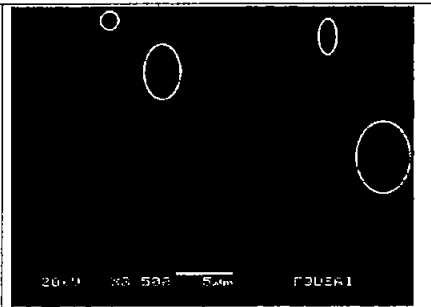


FIGURA 29 Probeta sinterizada a 1400°C y 30 min, donde se muestra que las porosidades son de diferente tamaño.



FIGURA 30 Probeta sinterizada a 1400°C y 30min, donde se muestra que la porosidad ha disminuido en comparación a las anteriores probetas.

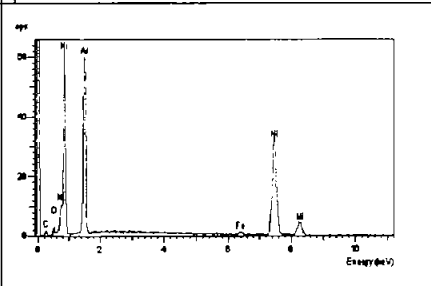


FIGURA 31 Espectro de composición, donde se muestra una cantidad de oxígeno es más reducida a la probeta anterior.

En la figura 28 se observa que existe un mayor grado de sinterización con respecto a la muestra presentada en la figura 24, en donde podemos seguir enfatizando que la zona sinterizada ocupa un espacio considerable en la imagen (indicado con flechas), aunque siguen existiendo las porosidades. En la figura 29 y 30 aquí se distingue que efectivamente ya no hay una homogeneidad de la porosidad sino que existe una variación de estos tamaños (como se muestra en los círculos), sin embargo lo que si podemos recalcar es que en general el tamaño de las porosidades disminuyo. Por último en la figura 31 como se menciona hay variación con respecto a la anterior, en donde existe una cantidad de oxígeno aún menor.

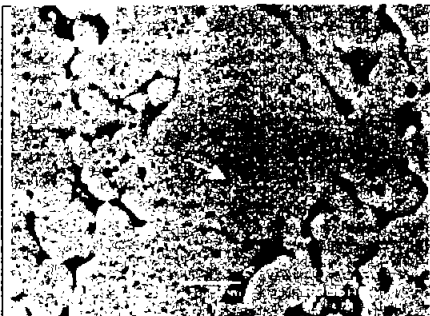


FIGURA 32 Probeta sinterizada a 1400° C y 60 min, con gran cantidad de zonas sinterizadas.

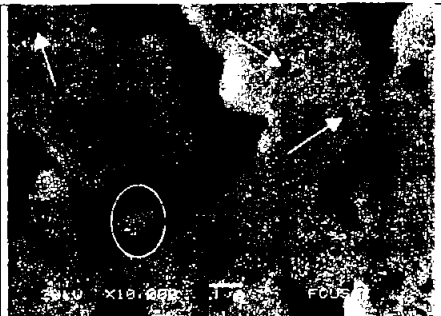


FIGURA 33 Probeta sinterizada a 1400° C y 60 min, se observa una mancha blanca (indicada por flechas) posible oxido de Aluminio



FIGURA 34 Probeta sinterizada a 1400° C y 60 min, se observa que el grado de avance de sinterización es muy similar a la anterior.

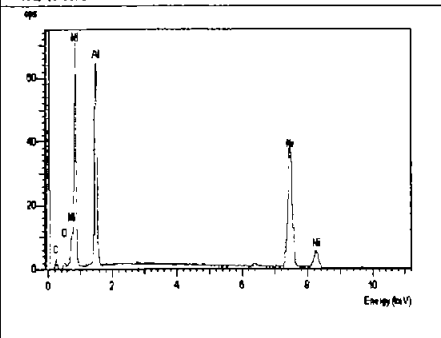


FIGURA 35 Espectro de composición en donde se muestra que el Oxígeno sigue disminuyendo.

En la figura 32 y 33 como se menciona existen cada vez más zonas sinterizadas en donde se observa unos puntos oscuros (indicados por flechas) que no fueron identificados como porosidades, sino manchas las cuales fueron evaluadas mediante EDX, encontrándose que son pequeñas partículas de óxido incrustadas en la matriz de NiAl; dichas partículas (manchas) se observan de la figura 32 a la 34. En la figura 33 se observa una partículas blanca (mostrada en el círculo), la cual se relaciona a la presencia de un oxido de Aluminio (alumina); esto se comprueba con el espectro de composición en donde existe la presencia de oxígeno (figura 35)

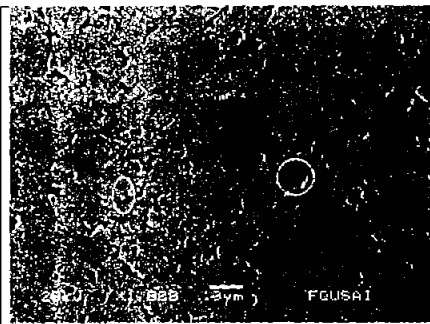


FIGURA 36 Probeta sinterizada a 1400° C y 90 min, donde se observa una homogeneidad de porosidad (mostradas en los círculos)

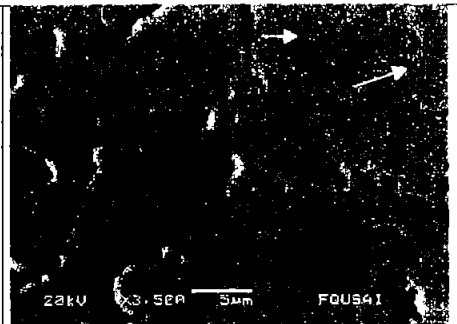


FIGURA 37 Probeta sinterizada a 1400° C y 90 min, donde se observa además de la porosidad la existencia de puntos negros .

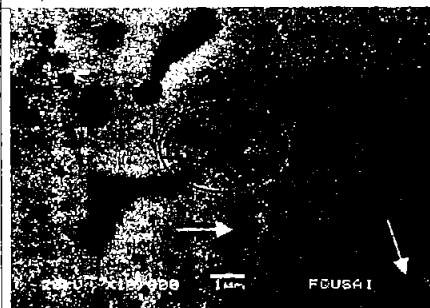


FIGURA 38 Probeta sinterizada a 1400° C y 90 min, se observa una porosidad que casi desaparece (indicado con círculo)

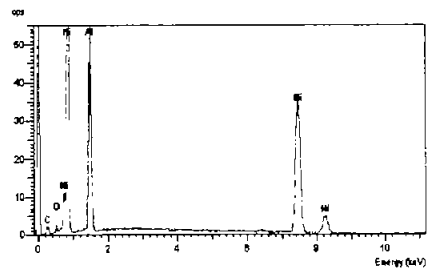


FIGURA 39 Espectro de composición donde se observa que prácticamente hay únicamente la existencia de NiAl

Los cambios mostrados en las probetas a 1400° C y a 30, 60 y 90 min. ya no fueron tan bruscos sino que fueron ocurriendo de manera gradual en donde las imágenes eran muy similares, las porosidades no desaparecieron lo que sucedió es que disminuyeron de tamaño y se fueron presentando de manera más homogénea, en las tres imágenes se puede observar que las partículas incrustadas en la matriz de NiAl no son identificados como porosidades, sino que son óxidos (mostrados con flechas en la figura 38).

RECOMENDACIONES:

Es recomendable realizar una mayor experimentación en cuanto a la caracterización del sistema de molienda, variando la relación de bolas, lo que implicaría una disminución del tiempo de molienda, pero se debe tener en cuenta que conforme se aumente la relación de bolas, la cantidad de material que se obtiene después de cada molienda tiende a ser menor, por lo que sería importante determinar un tiempo de molienda relativamente bajo y una cantidad de material importante.

Con respecto a la compactación de las muestras es importante realizar pruebas de compactabilidad para encontrar la presión óptima para la conformación de las piezas en verde.

La aleación de NiAl es ampliamente utilizada como herramienta de corte a altas temperaturas por su elevado punto de fusión y alta resistencia al desgaste, pero el problema radica en la poca ductilidad que presenta. Se recomienda que para aumentar la ductilidad del compuesto se agregue un elemento aleante (Mo, Fe, Ga) en cantidades pequeñas.⁽⁹⁾

CAPÍTULO 4

CONCLUSIONES

IV. CONCLUSIONES

Como resultado de este trabajo de tesis podemos obtener dos conclusiones:

La primera conclusión es referente a las condiciones óptimas del proceso de aleación mecánica en donde para obtener la transformación total del compuesto NiAl se realizaron una serie de pruebas en las cuales las mejores condiciones de molienda se obtuvieron después de:

- 300 minutos de molienda
- 0.1 ml de etanol como antiadherente

Siendo estas condiciones de molienda solamente para los parámetros establecidos en este trabajo experimental.

La segunda conclusión es acerca de la conformación del compuesto en donde las variables a controlar son el tiempo y temperatura de sinterizado para obtener las condiciones óptimas de sinterización, después de una serie de pruebas las mejores condiciones fueron:

- Temperatura: 1400 °C
- Tiempo: 90 minutos

CAPÍTULO 5

BIBLIOGRAFÍA

V. BIBLIOGRAFÍA

- 1) J. Bernard, A. Michel, M. Philibert y G. Talbot **Metalurgia General** Editorial Hispano Europea Barcelona, España. 1973.
- 2) Ney Jean. **Mecánica y Metalurgia...** Ediciones Urmo. Bilbao. España (1968).
- 3) Chaussin, Camille, Milly, Guy. **Metalurgia.** Ediciones Urmo. Bilbao. España. (1968)
- 4) Associacao Brasileira de Metals. **Principios Básicos de Metalurgia.** Sao Paulo. Brasil.
- 5) **Revista latinoamericana de Metalurgia y Materiales.** Editorial Lisboa. Caracas, Venezuela.
- 6) Oeters Franz **The Metalurgy of Steelmaking.**
- 7) Benjamin, J. S., **Metall. Trans.**,1:2943 (1970)
- 8) Campbell, S. J., and Kaczmarek, W. A., **Mössbauer Spectroscopy Applied to Materials and Magnetism,** (G. J. Long and F. Grandjean, eds.) Plenum Press, New York, 2:273.
- 9) Benjamin, J. S., **Scientific American,** 234:48 (1976)
- 10) VERHOFFEN John, **Fundamentos de Metalurgia Física**
- 11) El-Eskandarany, M. S., Aoki, K., and Suzuki, K., **J. Less-Common Met.,** 167:113 (1990)
- 12) Albiter A., Salazar M. **Materials Science and Engineering,** 154-164 (2003)
- 13) Albiter A., Salazar M. **Materials Science and Engineering,** 80-86 (2002)