

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MÉXICO



UNIVERSIDAD NACIONAL
AUTÓNOMA DE
MÉXICO

FACULTAD DE QUÍMICA

VELOCIDAD DE ENFRIAMIENTO EN UNA
ATOMIZACIÓN AL VACÍO

TESIS
PARA OBTENER EL TÍTULO DE
INGENIERO QUÍMICO METALÚRGICO

PRESENTA

GABRIELA SAKSIDA HERRERA

MÉXICO D.F. 2009





Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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

JURADO ASIGNADO:

PRESIDENTE	I.Q.M. GERARDO ARAMBURO PEREZ
SECRETARIO	M EN I. ADRIAN MANUEL AMARO VILLEDA
VOCAL	I.Q.M. BALBINA OJEDA RAMIREZ
1ER. SUPLENTE	M EN M. SERGIO GARCIA GALAN
2DO. SUPLENTE	M EN I. JOSE HERNANDEZ ESPINOZA

SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA:

**FACULTAD DE QUIMICA E INSTITUTO DE FISICA DE LA U.N.A.M. CIUDAD UNIVARSITARIA
MEXICO D.F.**

ASESOR DEL TEMA: I.Q.M. GERARDO ARAMBURO PEREZ

SUPERVISOR TÉCNICO: M. EN M. SERGIO GARCIA GALAN

SUSTENTANTE: GABRIELA SAKSIDA HERRERA

Agradecimientos

Dios, por darme paciencia para continuar día a día y no abandonar mis estudios, mostrándome que con tu ayuda puedo hacer todo lo que me proponga.

A ti Mario, aunque ya no estés junto a mí. Papá siempre te tengo en mi corazón y tratare de no decepcionarte nunca.

A ti Ana María, por enseñarme, que las cosas que uno desea, a veces llamadas sueños, sólo se logran trabajando, eres una gran mujer. Gracias por todos tus esfuerzos.

Mi Prof. Y asesor Gerardo Aramburo, por no dejarme caer y ayudarme a mantenerme en este proyecto, por compartir su tiempo y conocimientos conmigo; sin olvidar a la Señora y a Migue.

Al amor de mi vida, Rolando Salgado eres mi motor y gracias a ti logre ver un mundo tan diferente, el cual seria maravilloso compartir contigo.

A mis amigos:

Monky, Osama, Guilli, Kemish, Mario (mi alma gemela), Javier, Xochitl, Genaro.

Por aguantar a una mala amiga, pero a pesar de todo me siguen queriendo, se los agradezco, ustedes siempre están en los mejores recuerdos.

INDICE**CAPITULO 1 INTRODUCCION**

Introducción	1
Objetivos	2

CAPITULO 2 ANTECEDENTES

2.1 Breve reseña de la pulvimetalurgia	4
2.2 Las aplicaciones de la pulvimetalurgia(mercado e industrias)	7
2.3 El futuro de la pulvimetalurgia	8
2.4 Métodos para producir polvos metálicos y pre aleados	10
2.5 Ventajas y desventajas de la pulvimetalurgia	13
2.6 Consideraciones para los polvos metálicos	14

CAPITULO 3 MARCO TEORICO

3.1 Descripción del proceso de atomización al vacio	15
3.2. Crecimiento Dendrítico	16
3.2.1. Modelos de crecimiento dendrítico	18
3.3 Descripción del sistema de aleación Al-Zn-Mg	23
3.3.1 Diagrama de fases Al-Zn-Mg	24

CAPITULO 4 DESARROLLO EXPERIMENTAL

4.1. Preparación de la aleación	27
4.1.1 Microscopia óptica	29
4.2 Diseño y construcción del atomizador al vacio.	32
4.2.1. Características generales del atomizador.	32
4.3 Fabricación de polvos.	35
4.4. Caracterización de las muestras atomizadas	36
4.4.1. Microscopia electrónica de barrido (SEM)	38
4.4.2 Aplicación de modelos matemáticos	39

CAPITULO 5 RESULTADOS

5.1 Tiempo de solidificación	44
5.2 Velocidad de solidificación	46
5.3 Velocidad de enfriamiento	47
5.4 Microscopia electrónica de barrido y composición química	48

CAPITULO 6 ANALISIS DE RESULTADOS	51
--	----

CAPITULO 7 CONCLUSIONES	53
--------------------------------	----

INDICE DE FIGURAS.

- Figura 2.1.-** Pilar construido a base de polvos de hierro, en la India 300 D.C.
- Figura 2.2.-** Perforadoras y componentes de transmisión elaborados por (Pm)
- Figura 2.3.-** Métodos de producción de polvos.
- Figura 2.4 .-**Métodos tradicionales de atomización de polvos
- Figura 3.1.-** Diagrama sistema de atomización al vacío
- Figura 3.2.-** Morfología de la interface sólido-líquido y la distribución de la temperatura.
- Figura 3.3.-** Descripción del análisis metalográfico para determinar gráficamente λ_1, λ_2 y R
- Figura 3.4.-** La aleación con la que se trabajó en este proyecto fue Al-5.3at%Zn-7at%Mg, en base al diagrama apreciamos las posibles posibilidades en las que se encuentran en la aleación.
- Figura 4.1.-**Horno de inducción con cámara de vacío utilizado en la preparación de las aleaciones maestras.
- Figura 4.2.-**Lingote de la aleación 5.3%at Zn-7%at Mg maestra de donde se obtienen las cargas para los experimentos de solidificación unidireccional y atomización al vacío
- Figura 4.3.-**a) Vista de la microestructura dendrítica en un corte transversal, con solidificación al equilibrio a 10X b) Medición del espaciamiento dendrítico secundario λ_2 a 20X
- Figura 4.4.-**Distribución de soluto Zn+Mg (%at.) sobre los brazos dendríticos primarios λ_1 y secundarios λ_2 de las dendritas columnares de fase α -Al para la aleación, a velocidad de enfriamiento de 4×10^{-6} ($^{\circ}\text{C/s}$)
- Figura 4.5.-** Sistema de conexiones para el manómetro mecánico y la bomba de vacío.
- Figura 4.6.-** Equipo necesario para llevar a cabo la atomización al vacío, de izquierda a derecha a) Atomizador, b) Manómetro mecánico c) Mufla
- Figura 4.7.-** Clasificación de polvos obtenidos experimentalmente
- Figura 4.8.-** Caracterización de polvos.
- Figura 4.9.-** Crecimiento de la estructura dendrítica en una muestra atomizada al vacío a 3000X.
- Figura 5.1.-** Forma de medir los espaciamientos dendríticos secundarios λ_2 , a) solidificación unidireccional a 20X b) Atomización al vacío.
- Figura 5.2.-** Espaciamiento λ_2 (m) vs t_s (s) en base al modelo de *Feurer et al* para
a) Muestra atomizada
b) Muestra solidificada unidireccionalmente, siguiendo un comportamiento de a mayor λ_2 mayor t_s
- Figura 5.3.-** Espaciamiento λ_2 (m) vs V_s ($^{\circ}\text{C/s}$) en base al modelo de *Feurer et al* para.
a) Muestra atomizada
b) Solidificada unidireccionalmente.
- Figura 5.4.-** Espaciamiento λ_2 (m) vs V (m/s) en base al modelo de Tivedi & Somboonsuk para
a) Muestra atomizada
b) Muestra solidificada unidireccionalmente.
- Figura 5.5.-** Escáner sobre (λ_2) cubriendo varios brazos de una dendrita.
- Figura 5.6.-** Análisis Químico puntual.

INDICE DE TABLAS.

- Tabla 2.1.** Ejemplos de usos de polvos metálicos.
- Tabla 4.1.** Parámetros empleados para los cálculos de los modelos matemáticos.
- Tabla 5.1.** Resultados obtenidos, en atomización como en muestra patrón.
- Tabla 5.2.** Análisis de composición Química en porcentaje atómico para cada una de las Zonas que se muestran en la figura 5.6

SIMBOLOS

Simbolo	Significado	Unidades
C_0	Concentración inicial	%at.,%wt
C_E	Composición eutéctica	%at.,%wt
D	Coefficiente de difusión en el liquido	m^2/s
T_f	Temperatura de fusión	K
Γ	Parámetro de Gibbs-Thomson	Km
λ	Espaciamiento dendrítico	m
ρ	Densidad	kg/m^3
Pm	Pulvimetalurgia	--

1. INTRODUCCION

Las microestructuras son el centro de la ciencia e ingeniería de materiales, su control es por lo tanto esencial. Una de las rutas mas importantes de procesamiento para muchos materiales, especialmente para metales y aleaciones es la solidificación.¹

En este proyecto de investigación se planteo analizar las micro estructuras de la aleación ternaria Al-5.3%at.Zn-7%at.Mg, a una velocidad de avance de la interface sólido-líquido en el rango de 4 $\mu\text{m/s}$, por el contrario también se analiza el caso de una solidificación rápida mediante el proceso de atomización al vacio. Las micro estructuras encontradas consisten principalmente de una estructura dendrítica^{2y3}, y con ello, se estudio la relación de la microestructura (espaciamiento dendrítico secundario λ_2) con la velocidad de enfriamiento.

Se realizo la caracterización microestructural, junto con el uso del diagrama de fases, un análisis térmico de gráficos de temperatura vs. Tiempo, datos termodinámicos y de difusión obtenidos teóricamente.

Se determinaron los espaciamientos dendríticos de forma experimental para ambos métodos de solidificación. Se hizo una comparación de los resultados, entre ambos casos de solidificación, mediante gráficos que representan el tamaño del brazo dendrítico secundario λ_2 vs velocidad de enfriamiento, velocidad y tiempo de solidificación.



OBJETIVOS

Objetivo general

El objetivo de este proyecto, es el análisis de las microestructuras resultantes de la solidificación por atomización al vacío, de una aleación Al-Zn-Mg, utilizando modelos matemáticos para determinar la velocidad de enfriamiento mediante resultados experimentales.

Objetivos particulares

En este proyecto de investigación compara en el análisis matemático y experimental de la aleación ternaria Al-5.3%atZn-7%atMg, para determinar la velocidad de enfriamiento en una técnica experimental que fue la solidificación por atomización al vacío y solidificación unidireccional (Método Bridgman).

- Caracterización microestructural de las aleaciones solidificadas unidireccionalmente con un frente de solidificación constante de $4\mu\text{m/s}$. en base a los espaciamientos dendríticos secundarios.
- Construcción de un sistema de atomización al vacío, con el propósito de obtener muestras libres de oxidación superficial con morfología esférica.
- Identificar la relación entre la diferencia de presión y la extracción de calor en el proceso de atomización al vacío.
- Caracterización microestructural de los polvos metálicos obtenidos en base a los espaciamientos dendríticos secundarios.
- Determinar los modelos matemáticos propuestos para determinar la velocidad de enfriamiento ($^{\circ}\text{C/s}$), velocidad de solidificación (m/s) y tiempo de solidificación (s) para ambos procesos.



REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

1. W.J. Boettinger, S.R. Coriell, Acta Materiala, 48 (2000), p.43
2. Chalmers, B., (ed.), Principles of Solidification, Willey, New Cork, 1964
3. W. W. Mullins and R.F. Sekerka, J. Appl. Phys., 35 (1964) p.444
4. W. Kurz, D.J. Fisher, Int. Metall. Rev. 24 (1979) p.177
5. J. Hunt and S.Z. Lu; Met. And Mat. Transactions 27A, p. 611, 1996
6. K.A. Jackson, J.D. Hunt, Trans. Metall. Soc. AIME 236 (1966) p.129



2. ANTECEDENTES

2.1 BREVE RESEÑA DE LA PULVIMETALURGIA.

La pulvimetalurgia (Pm) de polvos se puede definir como el arte de producir polvos de metal y emplearlos para hacer objetos útiles. Las raíces de la (Pm) se pueden remontar hasta 5000 años atrás. Los primeros usos de los polvos metálicos han sido rastreados en varios lugares ⁽⁸⁾ por ejemplo, polvos de oro fueron fusionados sobre joyas por los incas y los egipcios utilizaron polvo de acero en el año 3000 A.C. utilizando un metal que formaba con estos una aleación de bajo punto de fusión. Otro ejemplo de uso temprano es la columna de Delhi en la India la que data del año 300 D.C. ^(1,2,3), esta columna fue hecha a partir de 6.5 toneladas de polvo de hierro (Figura 2.1.). La utilización de polvos de oro, plata, cobre, latón y estaño para fines únicamente decorativos fue muy común durante la Edad Media.



Figura 2.1.- Pilar construido a base de polvos de hierro, en la India 300 D.C.



El primer trabajo científico considerado sobre (Pm) fue publicado en 1829 por el físico Ingles H.W. Wollaston, en el cual describía un proceso para producir platino compacto a partir de polvo con esponja de platino, estableciendo los fundamentos para las técnicas modernas ⁽⁴⁾. La necesidad de aparatos de platino de laboratorio llevaron al desarrollo de la precipitación química de polvos y nuevas rutas de consolidación sin el uso de altas temperaturas, tales actividades ocurrieron en Rusia e Inglaterra.

La época moderna de la (Pm) se puede rastrear hasta Coolidge, quien utilizo polvos de tungsteno para desarrollar un filamento de lámpara durable para Thomas Edison ⁽⁵⁾. Subsecuentemente, los rodamientos porosos de bronce y contactos eléctricos de grafito-cobre se desarrollaron en los años 30. Al llegar los cuarentas, la (Pm) estaba involucrada en la fabricación de nuevas aleaciones de tungsteno, aleaciones estructurales Ferrosas y metales refractarios.

Inicialmente, los componentes basados en polvos fueron seleccionados simplemente por su bajo costo. Mas reciente, la principal razón de seleccionar una ruta (Pm) ha sido asociada con el mejoramiento de la calidad, homogeneidad o propiedades en conjunto de costo atractivo y productividad.

Las súper aleaciones deniquel para altas temperaturas, la dureza específica de aleaciones de aluminio para aeronaves y compuestos de aluminio con expansión térmica controlada son algunos buenos ejemplos de esta evolución. No solo se pueden fabricar con mejor economía de material por medio de polvos, sino que también nuevas y mejores composiciones que son desarrolladas aprovechando el control químico y de microestructura. La expansión de los procesos de la (PM) en las áreas que requieren materiales de alta calidad y propiedades únicas crearan más oportunidades para el futuro.



En la actualidad la (Pm) se ha convertido en una industria que se desarrolla ampliamente gracias a las grandes posibilidades que ofrece con respecto a otras técnicas (fundición principalmente) lo cual ha llevado a considerar a la (Pm) como “La nueva dimensión en tecnología de materiales”, por lo cual resulta importante la producción de polvos metálicos para su desarrollo.

Algunos ejemplos del uso de polvos metálicos son: filamentos de tungsteno para focos incandescentes, restauraciones dentales, rodamientos auto lubricantes, engranes de transmisión de automóviles, contactos eléctricos, elementos de combustible para energía nuclear, implantes ortopédicos, filtros de alta temperatura, pilas recargables y componentes para aeronaves, en la tabla 1 se enlista una serie de usos típicos de componentes provenientes de la (Pm).

Tabla 2.1.- Ejemplos de usos de polvos metálicos.

APLICACIÓN	EJEMPLOS DE USO
abrasivos	ruedas pulidoras metálicas, equipos de molienda
agricultura	covertores de semillas, equipos de jardín y césped
aeroespacial	motores de jet, escudos de calor, boquillas de turbina
automóviles	válvulas, engranes, varillas
químicos	colorantes, filtros, catalíticos
construcción	techado de asfalto, calafatear
eléctrico	contactos, conectores
electrónico	tintas, paquetes micro electrónicos, lavatorios de calor
hardware	candados, herramientas, herramientas de corte
tratamiento de calor	calderas, termocuplas, bandejas de correa
industrial	absorción de sonido, herramientas de corte
uniones	soldadores, electrodos, llenado de soldadura
lubricación	Grasas
magnético	relays, imanes, núcleos
manufactura	moldes, herramientas, rodamientos
metalúrgico	recubrimiento metálico, aleacio



2.2 LAS APLICACIONES DE LA PULVIMETALURGIA (MERCADOS E INDUSTRIAS)

Las piezas (Pm) son usadas en muchos productos finales. El mayor comprador de piezas (Pm) es la industria automotriz.

Las aplicaciones automotrices forman aproximadamente el 70% de la (Pm) Norteamericana de las piezas que se comercializan. En 1999 el típico vehículo familiar contenía cerca de 15 kg (35 lb) de piezas con un incremento de 10.9 kg (24 lb) desde 1990. Se ha estimado que en el año 2000 se utilizaron 15.9 kg (35 lb) en cada vehículo vendido.

Como la resistencia mecánica y las tolerancias de piezas pulvimetalurgicas mejoran, aumentara el uso de la (PM) a expensas del hierro dúctil en piezas de transmisión.

La ingeniería de transmisiones en automóviles está considerando seriamente el uso de metales en polvo para piñones y marcos del transportador en cajas automáticas para mejorar la exactitud dimensional y reducir gastos de producción. Se estima que este nuevo mercado se abrirá en los siguientes años pudiendo, ser esta la aplicación más importante para aceros pulvimetalurgicos durante la presente década.

Los mercados para piezas por (Pm) incluyen: los arrastres dentados de cerrojos, tractores de jardín, pistones, motores de automóvil y transmisiones sistemas de freno y dirección de automóviles, maquinas lavadoras, armas deportivas, herramientas, copiadoras, cuchillos de caza, ensambles hidráulicos, escudos de rayos x, cabezas de puntas perforadoras de petróleo y gas, cañas de pescar y relojes de pulseras.





Figura 2.2- Perforadoras y componentes de transmisión elaborados por (Pm)

Los motores de las nuevas aeronaves comerciales contienen súper aleaciones pulvimetalúrgicas extruidas.

2.3 EL FUTURO DE LA PULVIMETALURGIA

Se espera que la industria (Pm) crezca en gran escala este siglo. El éxito de tecnologías pulvimetalúrgicas e híbridos pulvimetalúrgicos tales como el forjado de polvos, la compactación isostática en caliente, prototyping rápido, spray forming, sinterizado a alta temperatura y el moldeo por inyección han impulsado a la industria de la (Pm) en América del Norte hacia nuevas aplicaciones y mercados.

El mercado de polvos de cobre y sus aleaciones, aluminio y sus aleaciones y de aceros inoxidable experimentó un crecimiento significativo en el 2004. Las aplicaciones para aluminio en polvo incluyen pinturas y recubrimientos, productos químicos, como el elemento de aleación, combustible sólido para cohetes y misiles, explosivos, pirotecnia, piezas pulvimetalúrgicas y composites. Los ingenieros de diseño están interesados en el aluminio para mercado automotriz. Las aplicaciones incluyen cojinetes para levas, corchetes del espejo, piezas del amortiguador, bombas y barras de conexión. El mayor crecimiento en acero inoxidable ha estado dentro de los polvos de la serie 400, debido a la demanda para bridas de sistema de tubo de escape del automóvil y anillos del sensor en los



sistemas de frenos ABS. El uso del acero inoxidable para piezas pulvimetalúrgicas en partes y aplicaciones de cerrojos también crece.

Debido a que los niveles de resistencia mecánica y las capacidades de tolerancia mejoran, habrá más conversión de partes de acero dúctil de la transmisión. Expertos de Ford estiman que algunos vehículos serán los primeros en cumplir con 25 Kg de piezas (Pm) en unos pocos años, los ingenieros en producción afirman que esta será la más importante de las nuevas aplicaciones para los polvos de acero durante la siguiente década. Este desarrollo añadiría aproximadamente 6 Kg (13.2 lb) de polvo de metal por transmisión.

El negocio Norteamericano de partes pulvimetalúrgicas ha superado el nivel de ventas desde 1998 a la fecha, haciéndolo el mayor mercado pulvimetalúrgico en el mundo.

Tan solo en el año 2002 la industria Norteamericana produjo aproximadamente 400,000 toneladas de aluminio, hierro y acero, acero inoxidable y cobre en piezas para el mercado automotriz ⁽⁶⁾

El reconocimiento de la (Pm) como una cultura estratégica esta fuera de toda duda debido a que los clientes principales aumentan su confianza en esta técnica, no solo por el lado convencional del negocio sino que también con materiales avanzados.

Como podemos observar la (Pm) está creciendo día a día. El uso de polvos metálicos continúa expandiéndose y el rubro está creciendo más rápido que cualquier otro método para trabajar metales. Además la necesidad de personal calificado esta creciendo más rápido dadas la diversidad y dificultad de las aplicaciones que están siendo desarrolladas por la (Pm).

Está claro que a medida que los conocimientos de esta materia aumentan, aparecerán muchas aplicaciones para esta tecnología. La mayoría de los usos actuales se basan en la economía de los procesos.



El futuro promete más desafíos con la combinación de ahorrar costos y ciertos factores como la confiabilidad, calidad, dureza, control de dimensión y la capacidad de formar piezas exclusivas. La apreciación abierta de esas ventajas proveerá oportunidades de crecimiento económico y tecnológico. Investigaciones del uso de polvos metálicos ofrecen esperanza para aplicaciones aun más diversas, incluyendo aleaciones magnéticas de alta solidificación, aleaciones nuevas para aeronaves y estructuras de alta dureza involucrando micro estructuras a escalas muy pequeñas.

2.4. METODOS PARA PRODUCIR POLVOS METALICOS Y PREALEADOS

Todos los metales pueden producirse en forma de polvos, sin embargo no todos los polvos cumplen con las características necesarias para poder conformar una pieza. Los dos metales más utilizados para la producción de polvos son de cobre y hierro, como variaciones del cobre se utilizan el bronce para los cojinetes porosos y el latón para pequeñas piezas de maquinas. También se llega a utilizar polvos de níquel, plata, tungsteno y aluminio.

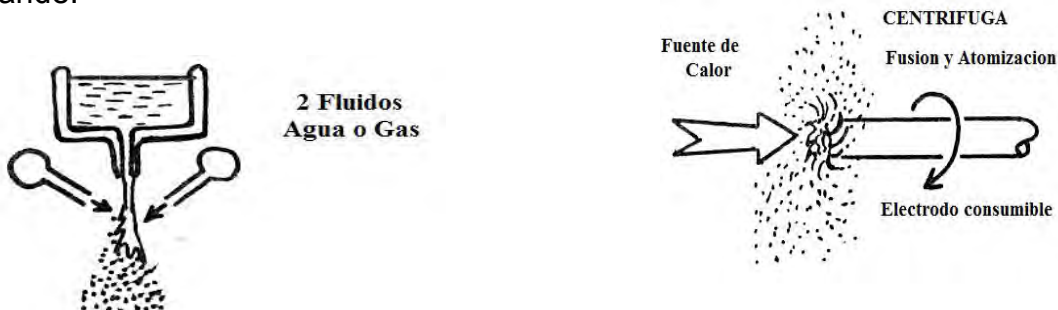
Existen diferentes métodos de producir polvos metálicos dependiendo de las características físicas y químicas de los metales utilizados.

Con **maquinado** se producen partículas gruesas y se usan principalmente para producir polvos de magnesio.

En el proceso de **molienda** se tritura el material con molinos rotatorios de rodillos y por estampado rompiendo los metales. Por este método los materiales frágiles pueden reducirse a partículas irregulares de cualquier finura. Los granos de carburo de tungsteno se pulverizan de esta forma ⁽¹⁰⁾

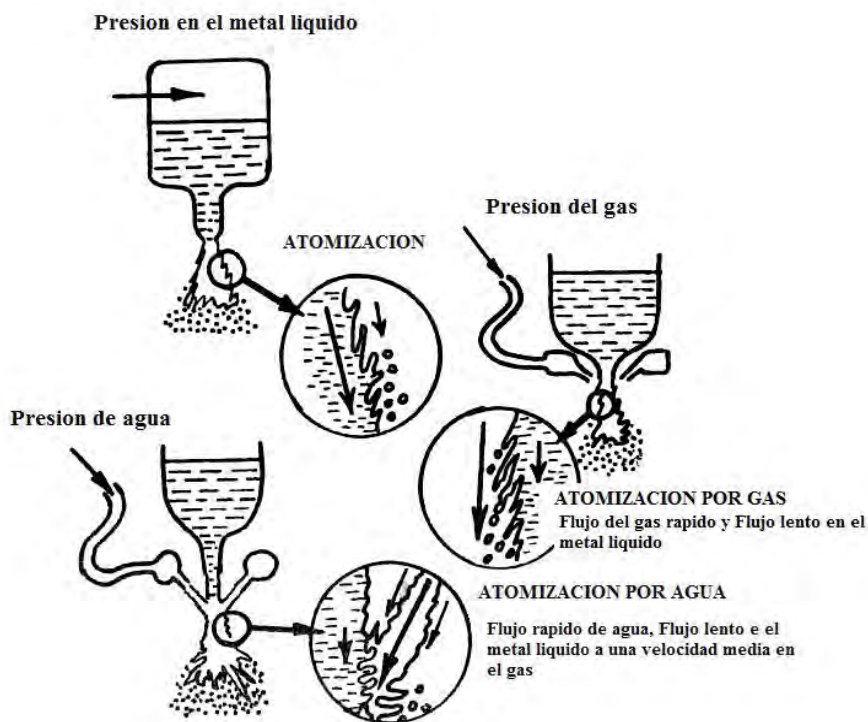


El proceso de **perdigonado** consiste en vaciar metal fundido en un tamiz y enfriarlo dejándolo caer en agua. En este proceso se obtienen partículas esféricas o con forma de pera pero es demasiado grande.



*Figura 2.3 Métodos de producción de polvos

La **atomización** consiste en la aspersion del metal y su enfriamiento en aire o en agua. Es un excelente método para la producción de polvos de casi todos los metales de bajo punto de fusión como el plomo, aluminio, zinc, estaño y plata.



*Figura 2.4 Métodos tradicionales de atomización de polvos



La atomización es la técnica más utilizada para la producción de polvos metálicos y sus aleaciones. Esta se puede definir como “la dispersión de un metal líquido en partículas sólidas por medio de un fluido o gas a alta velocidad” de acuerdo a la A.S.T.M y la A.S.M. (3) en esta técnica, el fluido impacta un chorro de metal líquido para formar ligamentos los cuales posteriormente se rompen en fragmentos y partículas sólidas cuyo tamaño y forma dependerán de ciertas variables del proceso. En la literatura existen algunos estudios sobre el efecto de los diferentes parámetros de operación sobre las características y propiedades de las partículas obtenidas por atomización.

Reducción de óxidos metálicos. Se reducen los óxidos metálicos a polvos metálicos poniéndolos en contacto con gas reductor a una temperatura inferior a la de fusión.

Algunos metales pueden convertirse en polvo con una agitación rápida del metal mientras se está enfriando, este proceso se le conoce como granulación.

Otro procedimiento para la producción de polvo de hierro, plata y algunos otros metales es el **depósito electrolítico**. Consiste en la inmersión del metal a pulverizar, como ánodos, en tinajas con un electrolito, los tanques actúan como cátodos, el hierro o metal a pulverizar se mueve de los ánodos hacia los cátodos depositándose como un polvo fino que posteriormente puede utilizarse con facilidad.

Polvo prealeado: cuando se logra la producción de un polvo de un metal previamente aleado con otro se mejoran considerablemente las propiedades de las piezas, en comparación con las que tendrían con los metales puros. Una de las ventajas de este tipo de polvos es que requieren menores temperaturas para su producción con las mismas propiedades mecánicas a las obtenidas por fundición.



Las técnicas principales para la producción de polvos metálicos son, la molienda mecánica, métodos electroquímicos y atomización ^(7,8), pero en términos de aplicación a nivel industrial, los procesos de atomización son los que han tenido mayor impacto hoy en día. Las interacciones de las partículas metálicas con los elementos de la atmosfera atomizante y medio ambiente son factores de suma importancia en los procesos de la (Pm), los cuales son responsables de cambios deseados o indeseados en la forma de la partícula y en la microestructuras.

2.5. VENTAJAS Y LIMITACIONES DE LA PULVIMETALURGIA.

Ventajas

- La producción de carburos sinterizados, cojinetes porosos y bimetálicos de capas moldeadas, sólo se puede producir por medio de este proceso.
- Porosidad controlada
- Tolerancias reducidas y acabado superficial de alta calidad
- Por la calidad y pureza de los polvos producidos, se pueden obtener también piezas de alta pureza.
- No hay pérdidas de material
- No se requieren operarios con alta capacitación

Limitaciones

- Los polvos son caros y difíciles de almacenar
- El costo del equipo para la producción de los polvos es alto
- Algunos productos pueden fabricarse por otros procedimientos más económicamente



- Es difícil hacer productos con diseños complicados
- Existen algunas dificultades térmicas en el proceso de sinterizado, especialmente con los materiales de bajo punto de fusión..
- Algunos polvos presentan riesgo de explosión, como aluminio, magnesio, zirconio y titanio.

2.6 CONSIDERACIONES PARA LA PRODUCCION DE POLVOS METALICOS

Cada uno de los métodos de producción tiene peculiaridades propias tales como: economía, limpieza, flexibilidad, propiedades fisicoquímicas, etc., que los hacen adecuados para diferentes propósitos; sin embargo, es posible delinear algunos principios generales, aplicables a la producción de polvos metálicos ⁽⁹⁾.

- I. Los polvos (para usos metalúrgicos) deben ser comparativamente baratos. Su costo de manufactura debe compararse más o menos favorablemente con el del material convencional. Esta regla no se puede aplicar a más materiales preciosos o exóticos tales como: plata, oro, platino, wolframio, berilio, etc.
- II. El rendimiento del proceso no deberá ser menor del 75% de polvo de grado comercial.
- III. El método debe ser de tal manera que pueda fácilmente mantener la composición química, análisis de mallas, densidad aparente, compresibilidad, fluidez, etc., dentro de los límites estipulados.



REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

1. R.K. Dube, **“Aspects of Powder Technology in Ancient and Medieval India”**, Powder Metallurgy, Vol. 33, No 2, 1990, p. 119
2. **“Materials Science and Technology, A Comprehensive Treatment”**, Edited by R.W. Cahn, P. Haasen, E.J. Kramer, Vol. 15 Processing of Metals and alloys VCH, Weinheim-Germany, 1991, p.142.
3. F. Thummler and R. Oberacker **“An introduction to Powder Metallurgy”**, Published in 1993 by the institute of Materials Series on Powder Metallurgy, London England p.1-5.
4. **“Powder Metallurgy Principles and Applications”**, Fritz V. Lenel, MPIF, Metal Industries Federation, N.J, 1980, p.5-11
5. K.J.Anderson **“Materials for incandescent Lighting: 110 years for the Light Bulb”**, . MRS Bulletin, Vol.15, No 1, 1990, p. 52-53.
6. **“Powder Metallurgy Growth in the Automotive Market”**, a report by Donald G. White, Technology Materials, MPIF, 2002, p. 105-106.
7. **“Atomization “** , Metals Handbook, American Society for Metals, Vol.7,9th Edition, 1984, p.25
8. N.J.E. Adkins and G.P. Yiasemides, **“ Production of Powders for Metal Injection Moldin by inert Gas Atomization”**, Powder Production and Spray Forming, Advances in Powder Metallurgy & pparticle materials, Vol.1, 1992, p.202.
9. Hoeganaes Co, **“Hoeganaes Iron Powder Handbook”** Section A, Cap.10, p.25
10. **“Procesos y Materiales de Manufactura para Ingenieros”**,Lawrence E.Doyle, Ed. Prentice-Hall, 1988, p.215.



3. MARCO TEORICO.

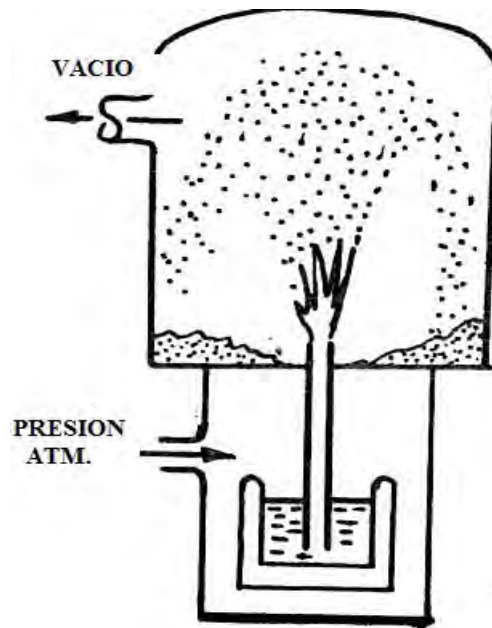
3.1 DESCRIPCION DEL PROCESO DE ATOMIZACION AL VACIO.

La atomización se puede definir como un proceso de obtención de materiales en polvo, tanto elementales como pre aleados, mediante el rompimiento de un flujo vertical de metal fundido por la acción de un medio atomizante. Lo que caracteriza a este proceso realizado en condiciones de vacío, es la alta velocidad de enfriamiento de los polvos, con rangos de 10^6 a 10^{10} °C/s.

El fluido es absorbido por el reactor mediante una diferencia de presiones entre la atmosférica y la generada al crear vacío dentro del reactor, haciendo así que el flujo de metal líquido, se rompa produciendo pequeñas partículas las cuales solidifican mucho más rápidamente, lo cual repercute de manera importante en sus propiedades mecánicas. Dando así un polvo de forma más regular que cualquier otro tipo de atomización.

Los polvos obtenidos muestran tener pocas partículas a su alrededor, denominadas satélites. Debido a la medida de la presión utilizada para atomizar, siendo esto que al incrementar la presión de vacío se obtendrá una mejor geometría esférica y a su vez tiene como resultado una mayor velocidad de enfriamiento y partículas más finas. En este caso no se tendrá oxidación debido a la condición de vacío, la cual es una desventaja en los procesos tradicionales de atomización.





*Figura 3.1 diagrama sistema de atomizacion al vacio

3.2. CRECIMIENTO DENDRITICO

Las estructuras dendríticas son las que se observan con mayor frecuencia en aleaciones solidificadas. El término dendrita es una palabra griega que significa árbol, y como un árbol, las dendritas tienen ramas o brazos, que se clasifican como brazos principales, secundarios, terciarios y eventualmente brazos de mayor orden.

En las aleaciones solidificadas, los espaciamientos interdendríticos caracterizan el patrón de segregación de soluto y frecuentemente son generadores de segundas fases como precipitados o poros, los cuales en gran medida controlan las propiedades del material. Los brazos dendríticos distinguen a una estructura dendrítica de una estructura celular, una célula puede ser definida como un patrón



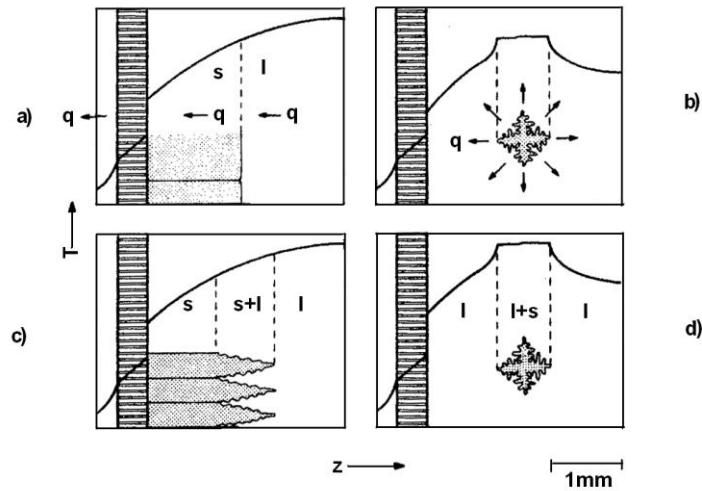
periódico de la interface sólido-líquido con gran interacción de las puntas, llevando a una forma no-parabólica de la interface y ausencia de brazos ^(1,2).

Las estructuras dendríticas se pueden desarrollar a partir de dos condiciones diferentes de crecimiento, las cuales difieren en la forma de extracción del calor.

Una estructura dendrítica es caracterizada por varias escalas microestructurales importantes como son: el radio de la punta de las dendritas R , el espaciamiento dendrítico primario λ_1 (solo en crecimiento direccional) y el espaciamiento dendrítico secundario λ_2 . Es importante entender cuantitativamente la física del problema que controla las magnitudes de estos parámetros para que las variaciones con la composición y condiciones de procesamiento puedan ser establecidas para una estructura dendrítica ⁽³⁾.

Para el crecimiento dendrítico desde un metal líquido subenfriado, la composición de la aleación C_0 , y el subenfriamiento ΔT , controlan la velocidad de crecimiento V , el radio de la punta de la dendrita R , y el espaciamiento dendrítico secundario λ_2 . El subenfriamiento ΔT , es frecuentemente medido experimentalmente, y su predicción teórica requiere modelos de nucleación confiables, Para solidificación direccional, los parámetros micro estructurales importantes son el radio de la punta de la dendrita R , espaciamiento dendrítico primario λ_1 , y espaciamiento dendrítico secundario λ_2 . Estos son controlados por la composición de la aleación, así como por la velocidad de crecimiento impuesta y por el gradiente de temperatura. Frecuentemente se observa que se forma otra zona equiaxial en el centro de la fundición, principalmente como un resultado de la fragmentación de algunos brazos dendríticos dentro del líquido remanente ligeramente subenfriado. La figura 3.2. muestra el campo de temperatura en varias estructuras de fundición; estas son: interface planar (a) granos columnares o dendritas térmicas, (b) granos equiaxiales) en materiales puros y dendritas generadas por soluto en aleaciones, figura1(c y d).





*Figura 3.2 Morfología de la interface sólido-liquido y la distribución de la temperatura.

3.2.1 MODELOS DE CRECIMIENTO DENDRÍTICO

ESPACIAMIENTO DENDRÍTICO PRIMARIO (λ_1)

En la literatura se muestran una serie de estudios relacionados a la medición del espaciamiento dendrítico primario y secundario λ_1 , λ_2 en función de los parámetros térmicos del proceso. Esos modelos muestran que un aumento en la velocidad de crecimiento, produce una disminución en el valor de λ_1 y λ_2 .

Básicamente tres modelos teóricos pueden ser utilizados para describir el espaciamiento dendrítico primario en función de la velocidad de crecimiento, del gradiente de temperatura y de las características de la aleación: los modelos de *Hunt*, de *Kurz y Fisher* y de *Trivedi*.⁽⁴⁾



El modelo de Hunt fue el primer modelo consistente a ser aplicado en la previsión del espaciamiento dendrítico primario, λ_1 en función de parámetros de solidificación. Tal modelo está dado por la siguiente ecuación:

$$\lambda_1 = 2.83[m(k - 1)D\Gamma]^{0.25} C_0^{0.25} V^{-0.25} G^{-0.5} \quad (3.1)$$

Donde V es la velocidad de crecimiento, D es el coeficiente de difusión, G es el gradiente de temperatura en el líquido, m es la pendiente de la línea liquidus, C_0 es la concentración inicial, k es el coeficiente de distribución de soluto y Γ es el coeficiente de Gibbs – Thompson.

El modelo de *Kurz y Fisher* fue desarrollado en base al criterio de estabilidad marginal. Para formular la correlación entre el espaciamiento dendrítico primario y los parámetros de solidificación, asumieron una morfología de dendrita similar a la de un elipsoide de revolución. También fue asumido que los brazos dendríticos están ubicados en los vértices de un hexágono. El modelo de *Kurz y Fisher* es aplicado en función de las condiciones de velocidad de enfriamiento. A bajas velocidades de crecimiento o cuando $V \ll V_{TR}$, el espaciamiento dendrítico primario λ_1 , está dado por la siguiente ecuación:

$$\lambda_1 = 4.3[m(k - 1)D\Gamma/k^2]^{0.25} C_0^{0.25} V^{-0.25} G^{-0.25} \quad (3.2)$$

El modelo de *Trivedi* es el resultado de la modificación del modelo de Hunt y está dado por la ecuación:



$$\lambda_1 = 2.83[m(k-1)DTL]^{0.25} C_0^{0.25} V^{-0.25} G^{-0.5} \quad (3.3)$$

Así, en el régimen de alta velocidad, los resultados predichos por estas dos teorías difieren solo por una constante. Sin embargo a bajas velocidades, ambas teorías difieren significativamente.

Espaciamiento dendrítico secundario (λ_2)

El espaciamiento dendrítico secundario se expresa usualmente como función de la velocidad de enfriamiento, o el tiempo de solidificación.

Feurer, Wunderlin y Kirkwood ⁽⁵⁾ han derivado la formula del espaciamiento dendrítico secundario como una función del tiempo de solidificación y se expresa como:

$$\lambda_2 = K(Mt_s)^{\frac{1}{3}} \quad (3.4)$$

Donde:

$$M = - \frac{\Gamma D}{(1-k_0)m_L(C_E - C_0)} \ln \frac{C_E}{C_0} \quad (3.5)$$

$K = 5.5$ (*Feurer y Wunderling*) ⁽⁵⁾ o $K = 5.0$ (*Kirkwood*) ⁽⁵⁾, Γ es el coeficiente de *Gibbs-Thomson*, D es el coeficiente de difusión del soluto en el líquido, en este caso Mg. K_0 es el coeficiente de partición, C_0 es la composición de la aleación C_E es la composición eutéctica y m es la pendiente de la línea liquidus.



Otro modelo que predice el comportamiento de la velocidad de enfriamiento respecto al λ_2 , es el de *Tivedi & Somboonsuk*.⁽⁴⁾

$$\lambda_2 = \left(\frac{8\Gamma D L}{kV\Delta T_0} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (3.6)$$

$$\Delta T_0 = \frac{mC_0(k-1)}{k} \quad (3.7)$$

Radio de la punta de la dendrita

La velocidad de crecimiento, tanto como la morfología de la dendrita o espaciamiento, son todos dependientes del comportamiento de la región de la punta. Durante el crecimiento de la punta, el calor y soluto son rechazados. Los procesos de difusión son conducidos por gradientes en el líquido y el último es debido a diferencias en temperatura (ΔT_i) y concentración (ΔC)

En el caso del crecimiento dendrítico direccional en una aleación, la situación es algunas veces simple debido que el gradiente de temperatura impuesto al sistema, el calor latente es transportado a través del sólido y como una primera aproximación, no se afecta el crecimiento de la punta mientras el soluto es rechazado al frente de las puntas.

Los modelos de *Hunt*, *Kurz* y *Fisher* y *Trivedi*, son usados para encontrar las relaciones entre el radio de la punta R en función de la velocidad de enfriamiento y la composición⁽⁴⁾



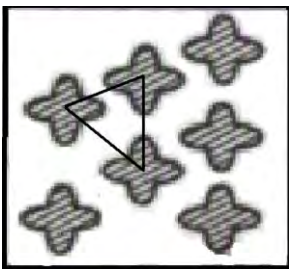
De acuerdo al modelo de *Hunt* se tiene.

$$R = \left[\frac{2\Gamma D}{m(k-1)} \right]^{1.5} C_o^{-0.5} V^{-0.5} \quad (3.8)$$

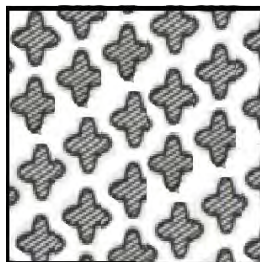
Es posible realizar la medición de λ_1 , λ_2 y el radio de la punta mediante un análisis metalografico, con cortes transversales y longitudinales esto se puede realizar mediante 3 métodos:

- 1) Método del triangulo. se crea un triangulo enfocándonos en los centros de 3 dendritas, siendo cada uno de los lados del triangulo λ_1
- 2) Método de cuantificación por área, en este método los valores de λ_1 se miden delimitando un área fija, como patrón.
- 3) Método del circulo, sirve para cuantificar el tamaño del radio de la punta, lo cual se hace ajustando un circulo a la punta, de esta manera podemos determinar el ancho de la punta(el diámetro) y el tamaño de la punta(por el radio)

Lo anterior se muestra en la figura 3.3



a) Método del triangulo



b) Cuantificación por Área



c) Método del circulo

*Figura 3.3 descripción del análisis metalografico para determinar gráficamente λ_1 , λ_2 y R

3.3 Descripción del sistema de aleación Al-Zn-Mg.



Aleaciones de aluminio

El aluminio es un metal ligero, con una densidad de 2.70 g/cm^3 , que es un tercio de la densidad del acero. Aunque las aleaciones de aluminio tienen propiedades a la tensión relativamente bajas comparadas con el acero, su relación resistencia – peso es excelente.

Las aleaciones de aluminio se pueden dividir en dos grandes grupos; aleaciones para forja y aleaciones para fundición, de acuerdo con el método de fabricación.

Las aleaciones para forja, que se conforman mediante deformación plástica, tienen composiciones y micro estructuras significativamente diferentes a las aleaciones para fundición, lo cual refleja las diferentes condiciones del proceso de manufactura. Dentro de cada grupo principal las aleaciones se dividen en dos grupos: aleaciones tratables térmicamente y aleaciones no tratables térmicamente. Las primeras son endurecidas por envejecimiento, mientras que las segundas se endurecen por medio de un endurecimiento por solución sólida, por deformación o por dispersión ⁽⁸⁾

Aleación Al-Zn-Mg

La aleación Al-Zn-Mg que se utiliza en este trabajo de investigación se clasifica dentro del grupo de aleaciones para forja endurecibles por envejecimiento, cuya designación numérica es 7xxx, donde el primer número especifica los principales elementos de aleación y los números restantes se refieren a la composición específica de la liga o aleación. Las aleaciones de este tipo son también consideradas como terciarias endurecibles por envejecimiento.

En cada aleación, se forman varios precipitados coherentes antes de que se produzca la fase de equilibrio final ⁽⁹⁾. Estas aleaciones son utilizadas en la



construcción aeronaval, en la industria aeroespacial y otras aplicaciones estructurales.

Como aleaciones tratadas térmicamente, la alta solubilidad del magnesio y zinc en el aluminio es explotada para obtener un esfuerzo a la tensión que el aluminio puro no tiene. El magnesio y el zinc contribuyen al endurecimiento de la aleación con la formación de zonas de Guinier – Preston (GPI, GPII) y precipitados, estos modifican el parámetro de red del aluminio por esfuerzo interno, de modo que el movimiento de las dislocaciones es detenido y la aleación se endurece⁽⁷⁾.

3.3.1. Diagrama de Fases Al-Zn-Mg.

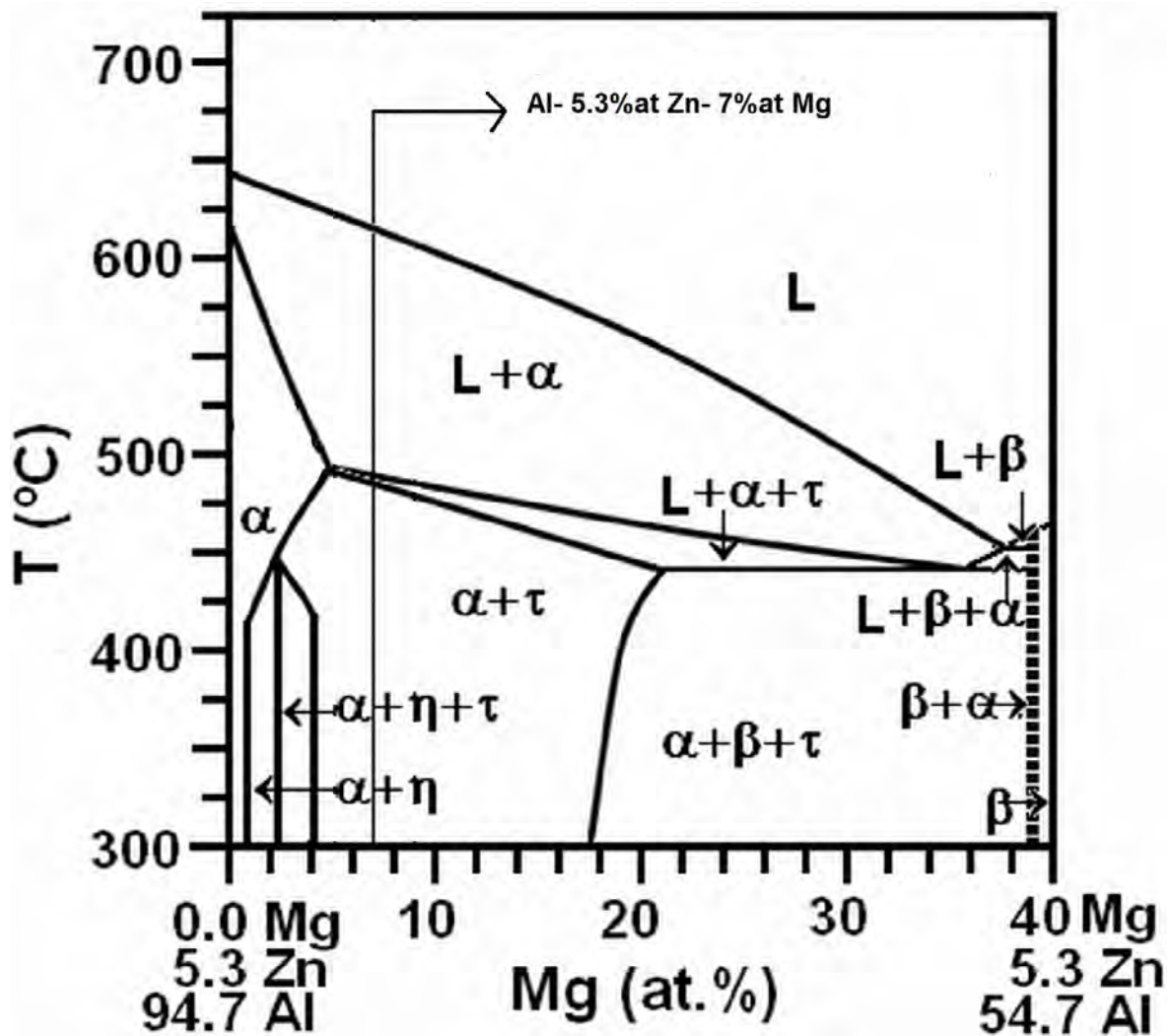
El sistema Al-Zn-Mg fue investigado inicialmente por *Eger*⁽⁶⁾ mediante análisis térmico y metalográfico, reportando resultados de acuerdo con el diagrama de fases Al-Zn-Mg, a fines prácticos se mantiene constante el contenido de Zn (figura 3.4)

Bajo condiciones de equilibrio el magnesio y el zinc pueden ser completamente disueltos, además presentan una solubilidad suficientemente alta para disolverse completamente.

En aleaciones homogeneizadas adecuadamente, el volumen de los elementos aleantes Zn y Mg se encuentran en solución sólida y solo son visibles fases en cantidades pequeñas. La mayoría de las micro estructuras de colada consisten principalmente de dendritas con eutécticos entre los brazos dendríticos



En base al diagrama de fases de la aleación se observa que a una temperatura de 620°C se presentan los primeros sólidos en el liquido, disminuyendo la temperatura se presenta la formación de 2 sólidos con un poco de liquido, el cual solidifica dado lugar a la formación de 2 fases en solución solida



*Figura 3.4. fases presentes en la aleación Al-5.3%atZn-7%atMg de acuerdo al diagrama de fases.

REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS



1. - **“Solidification processing”** McGraw-Hill, New York, 1974 p.215
2. W. Kurz, and D.J. Fisher, **“Fundamentals of Solidification”** Trans Tech Publications 1992.
3. . Trivedi, W. Kurz, **“Dendritic growth”**R , International Materials Reviews 39, (1994) p.49
4. **“Dependency of the dendritic arm spacings and tip radius on the growth rate and composition in the directionally solidified succinonitrile- carbón tetrabromide alloys”** H. Kaya, E.Cadirli, K.Keslioglu, N.Marash.
5. **“Correlación entre microestructura y propiedades mecánicas variables y variables de solidificaciones aleaciones”** A.E. Ares , S.F. Gueijman R. Caram y C.E. Schvezov. ISSN (EN LINEA) p.1150-1158
6. **“Metallkd. 4”** G. Eger, (1913).
7. **“Role of intermetallics in the activation of Al-Mg-Zn alloys”** Barbucci, P.L. Cabot, G. Bruzzone, G. Cerisola; J. of Alloys and compounds 268, p. 295-301, 1998.
8. R. Donald Askeland, **“La Ciencia e Ingeniería de los Materiales”**, Editorial Ibero América, EU, 1994, p. 235-441
9. .Yu. Laitin **“Metalurgia y tratamiento térmico de los metales”** Ed. MIR-Moscu, 1983.



4. DESARROLLO EXPERIMENTAL

En este capítulo se hace una descripción de la solidificación unidireccional (tipo Bridgman) y una solidificación mediante atomización al vacío para evaluar las diferentes velocidades de crecimiento de la aleación 5.3%at Zn-7%at Mg que se estudia en este trabajo. Se explica la elaboración de la aleación maestra que se indican en el diagrama de fases y la metodología de la solidificación para ambos casos. Se hace una descripción de la preparación de las probetas para la caracterización microestructural como son; Microscopía óptica (MO) y de barrido (SEM). Al final del capítulo se exponen los modelos teóricos empleados para la predicción de la velocidad de solidificación en base al procedimiento de solidificación empleado.

4.1 PREPARACION DE LA ALEACION

Las aleaciones se fabricaron en un crisol de grafito, usando un horno de inducción como el que se muestra en la figura 4.1. Marca Leybold Heraeus con cámara de vacío. Durante la fusión se introdujo un flujo constante de argón para purgar el aire de la cámara de vacío; se efectuaron al menos tres purgas de gas antes del inicio de la fusión de las aleaciones.



Figura 4.1. Horno de inducción con cámara de vacío utilizado en la preparación de las aleaciones maestras.



Las aleaciones líquidas fueron coladas en un molde de cobre rectangular con una cavidad de 2.5cm de espesor, 5cm de ancho y 12 cm de longitud. El lingote obtenido se muestra en la figura 4.2. El análisis de la composición química de la aleación se realizó con la técnica de espectroscopia de emisión óptica.



Figura 4.2 Lingote de la aleación 5.3%at Zn-7%at Mg maestra de donde se obtienen las cargas para los experimentos de solidificación unidireccional y atomización al vacío

El sistema de solidificación unidireccional es constituido por 3 partes principalmente:

- 1.-sistema de calentamiento
- 2.-sistema de enfriamiento
- 3.-sistema de movimiento

La preparación de la aleación maestra, como el procedimiento de solidificación unidireccional se obtiene de la investigación teórica, previa a este trabajo³

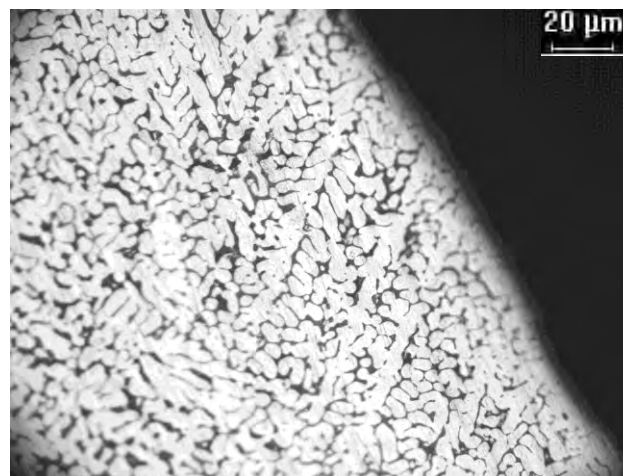


4.1.1. MICROSCOPIA OPTICA

Las secciones longitudinal y transversal de las muestras solidificadas unidireccionalmente fueron desbastadas con papel abrasivo (lija) de 600 a 2000 mallas y se pulieron con alúmina de $1\ \mu\text{m}$ a $0.3\ \mu\text{m}$. La microestructura fue revelada mediante un ataque químico donde se utilizó el reactivo Keller (1ml HF, 1.5ml HCl, 2.5ml HN03 y 95 ml de H2O) con tiempos de ataque desde 5s hasta 30s.

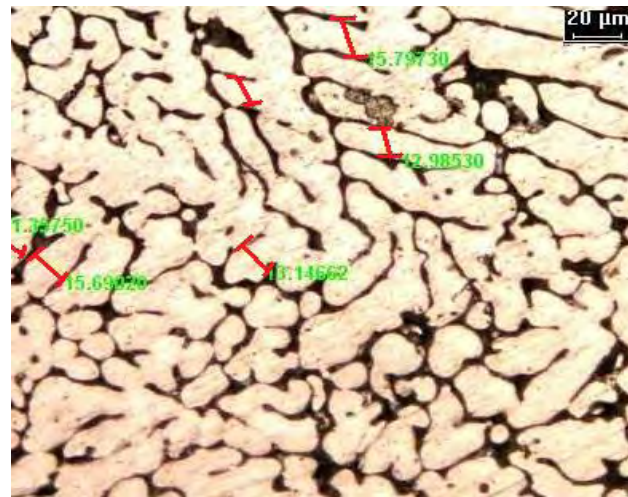
Las fotomicrográficas fueron tomadas con un microscopio óptico marca Zeus-Olympus con cámara digital integrada, marca Evolution LC, modelo N.PL-A642, controlada con el programa PixeLINK. El tamaño de las fotomicrográficas fue Constante de 640×512 en escala de grises, con aumentos en los oculares de 10X y 20X.

La caracterización por microscopía óptica se utilizó para: Medir espaciamientos dendríticos secundarios (solo se realiza para la probeta maestra (solidificada al equilibrio)). Se hicieron al menos 50 mediciones del espaciamiento dendrítico secundario λ_2 (teniendo en cuenta la desviación estándar y observando que la variación en las medidas no sea significativa) en el corte longitudinal, tomando en cuenta la distancia entre los brazos de las dendritas como se muestra en la figura 4.3.



a)





b)

*Figura 4.3 a) Vista del micro estructura dendrítica en un corte transversal, con solidificación al equilibrio a 10X b) Medición del espaciado dendrítico secundario λ_2 a 20X

Análisis para una aleación solidificada al equilibrio

Distribución de soluto

Todas las aleaciones reales contienen más de un elemento, la cantidad de solutos presentes varían de acuerdo con las propiedades que se desean obtener. La distribución de soluto durante la solidificación de una aleación conduce a la microsegregación de los elementos aleantes. Esta microsegregación puede afectar significativamente las propiedades mecánicas, físicas y químicas de las aleaciones, el entendimiento de la distribución de soluto es esencial para el control del proceso de solidificación y tratamientos subsecuentes para obtener un material con propiedades óptimas.



Efecto de V y C_0 sobre la distribución de soluto

La microestructura de la aleación (Al-5.3%at.Zn-7%at.Mg) obtenida por solidificación unidireccional con velocidad de crecimiento de 4×10^{-6} (m/s) consiste principalmente de dendritas columnares de α -Al, con precipitados τ ($\text{Al}_2\text{Mg}_3\text{Zn}_3$) situados en la matriz de α -Al y de eutéctico de $\alpha + \tau$ en las regiones interdendríticas. Además se ha encontrado que cuando el contenido de magnesio y la velocidad de crecimiento aumentan, la cantidad de precipitados y eutéctico también aumentan. Las figuras 4.4. Muestran la cuantificación y distribución de los elementos de soluto Zn+ Mg (en %at.) sobre la fase α -Al, obtenido a partir del análisis por WDS-SEM. Estando así la velocidad de crecimiento, ligada a la velocidad de enfriamiento, debido a que en una solidificación al equilibrio, permite expulsar libremente los solutos de la matriz con el tiempo necesario para un desarrollo homogéneo

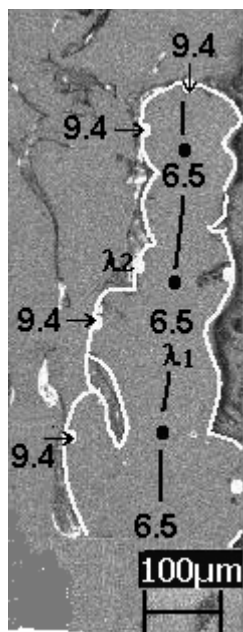


Figura 4.4. Distribución de soluto Zn+Mg (en %at.) sobre los brazos dendríticos primarios λ_1 y secundarios λ_2 de las dendritas columnares de fase α -Al, a velocidad de enfriamiento de 4×10^{-6} ($^{\circ}\text{C/s}$)



4.2 Diseño y construcción del atomizador al vacío.

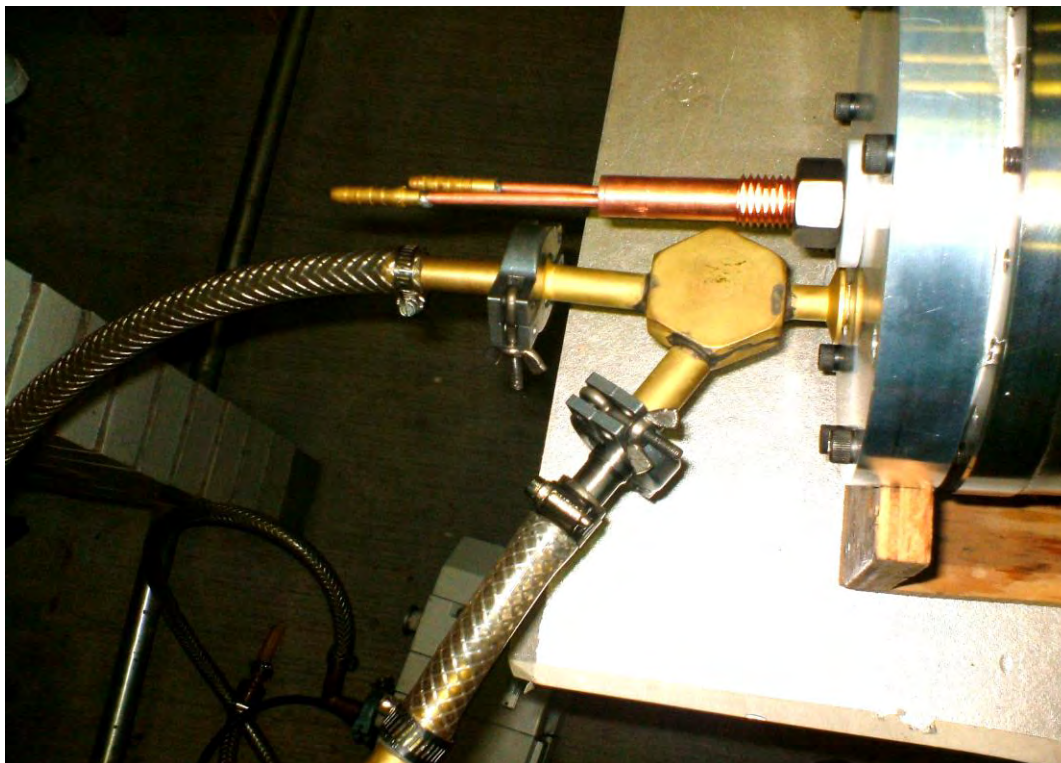
El equipo fue construido en el instituto de física de la U.N.A.M. en el laboratorio de metalurgia, siguiendo el diseño ilustrado en la figura 3.1.

4.2.1. Características generales del atomizador.

El reactor se elaboro con acero inoxidable, creando un cuerpo cilíndrico con 2 tapas: inferior y superior. A estas tapas se les aplicó un sellado metálico en ambas partes (elaborados mediante un maquinado especial), esto con la finalidad de evitar posibles fugas de vacío. En la tapa inferior se coloca la válvula, previamente se ha maquinado un desahogue dentro del cilindro para ampliar la zona de salida de la muestra con el propósito de evitar un atascamiento y generar el libre paso a la muestra.

Algo muy importante es la selección de la válvula que se va a ocupar, por que ésta debe de soportar temperaturas mayores al punto de fusión de la muestra y a su vez lograr mantener una presión de vacío menor de 10^{-3} mmTorr, esto es con la finalidad de que al abrir la válvula se cuente con la presión necesaria para la succión del fluido. Es sabido que el gradiente térmico para el enfriamiento de la muestra es proporcional a la presión de vacío.





*Figura 4.5 sistema de conexiones para el manómetro mecánico y la bomba de vacío.

En la tapa superior del reactor localizamos una garganta donde se encuentran 2 conexiones, en una de ellas hay un manómetro mecánico el cual nos indicará que tenemos la presión adecuada y en la otra se encuentra la conexión de la bomba de vacío, es importante que en el momento de contar con las condiciones adecuadas se cierren dichas entradas para evitar una posible contaminación de polvo metálico en el momento de la atomización, esto es con el propósito de no dañar los equipos.

Por último se debe de contar con una mufla para calentar la muestra hasta alcanzar una temperatura por arriba de su punto de fusión. Cabe mencionar que cuando se tenga el metal líquido se tendrá también que descorificar y burbujear con gas inerte (en este caso con Ar), se burbujea así para poder exceder de gas la muestra y facilitar la aspersion del líquido cuando entre al reactor.



De la literatura se conoce como es el aspecto de los polvos metálicos, mediante la atomización por otros procesos comunes, cabe mencionar que el polvo no sufre de oxidación superficial o de geometrías irregulares, debido a que no tiene contacto con algún fluido oxidante como lo es en el caso de la atomización por agua, siendo esto importante para un análisis respecto a propiedades mecánicas.

Las dimensiones del reactor son importantes para la obtención de polvos totalmente esféricos, ya que sin esto las gotas de polvo no cuentan con el espacio suficiente y chocan con las paredes del reactor, quitando así su forma totalmente esférica.

La solidificación de la muestra al contacto con la válvula, como se menciona anteriormente la válvula juega un papel importante, ya que dependiendo de la calidad de válvula el experimento puede realizarse con mayor facilidad o dificultad, por ejemplo, en este caso específicamente la válvula está conformada con empaques de teflón los cuales no resisten altas temperaturas y se llega a perder la propiedad de vacío, siendo este el motivo por el cual no es posible calentarla en la mufla. Para solucionar este imprevisto se le adaptó un buje, su finalidad es “enchaquetar” la válvula para evitar la solidificación de la muestra al tener contacto con esta y así poder permitir el paso del metal líquido al reactor.

Este proceso es capaz de atomizar cualquier material metálico, teniendo así polvos de alta calidad para obtener piezas conformadas sin problemas de segregación como lo es en el caso de fundición, ya que cada partícula cuenta con una composición homogénea.



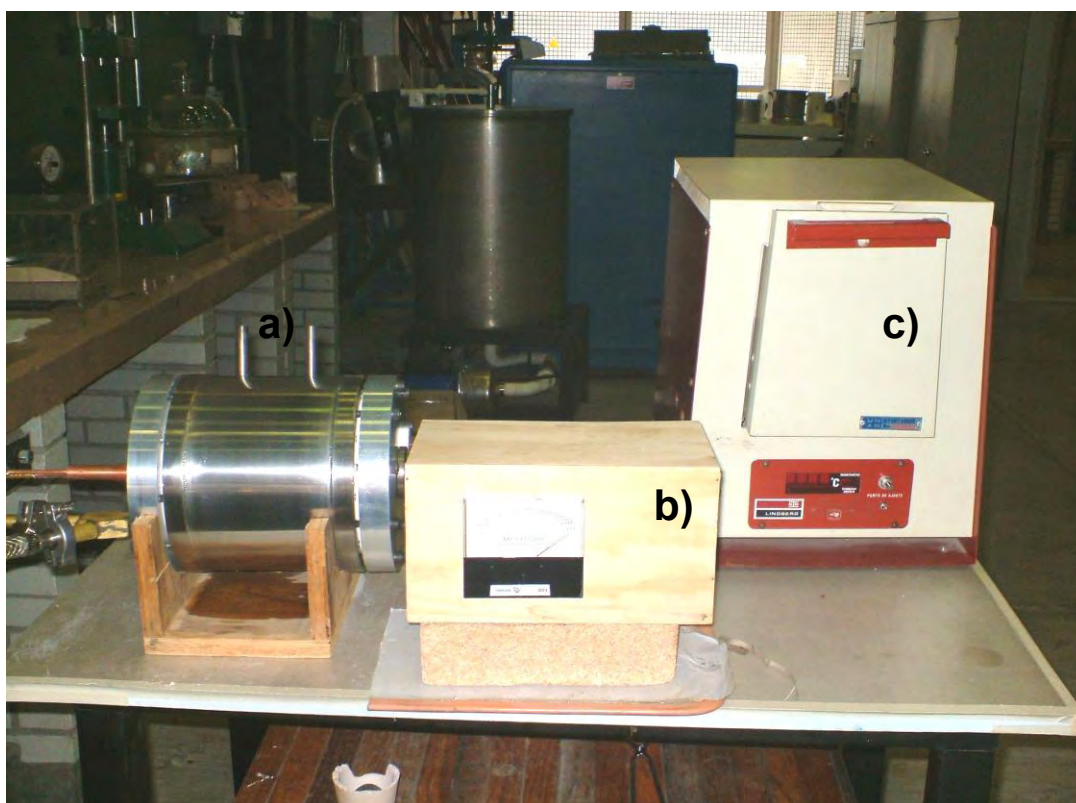


Figura 4.6. Equipo necesario para llevar a cabo la atomización al vacío, de izquierda a derecha a) atomizador, b) manómetro mecánico c) mufla

4.3 Fabricación de polvos.

El primer paso es preparar todo el equipo de trabajo en condiciones seguras para la atomización al vacío

1. Adecuar todos los equipos a utilizar durante el proceso de atomizado, como lo es el reactor, horno, manómetro mecánico, conector, crisol, equipo de gasificación, bomba de vacío, pinzas y todo el material de seguridad adecuado para el experimento.
2. Verificar cada una de las conexiones del equipo y los controladores de los mismos.



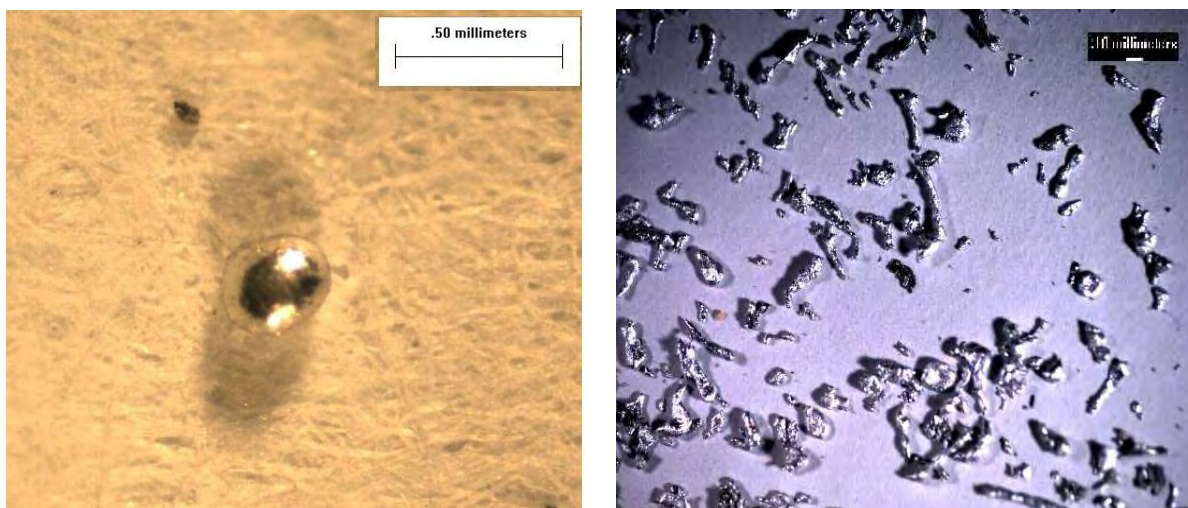
3. Selección adecuada de la masa de la muestra a fundir en base a las dimensiones del equipo.
4. Tener el horno previamente calentado a una temperatura de 650 ° C.
5. Para evitar la solidificación debido al choque térmico, en el paso del metal fundido al reactor es importante precalentar la boquilla de la válvula, para lo cual se adapta un conector el cual es precalentado independientemente en el horno.
6. Se prosigue a fusión de la aleación dentro de un crisol.
7. Una vez fundida la aleación, se retira la escoria de óxidos formados, se burbujea con gas inerte (Ar) aproximadamente 5-10 segundos, para que la dispersión de las partículas dentro del reactor sean mas homogéneas,
8. Antes de terminar la gasificación. El conector que sirve para enchaquetar la válvula se saca de la mufla y se coloca en la boquilla, por donde será llevada a cabo la succión precalentando así la boquilla de la válvula.
9. Para una mayor succión del metal liquido dentro del reactor, se procura una inmersión profunda del conector con le metal liquido.
10. Se abre la válvula permitiendo la succión, que es casi inmediata.
11. Se retiran las tapas del reactor y se recolecta el material atomizado.

El porcentaje de recuperación esta dado, en las características con las que debe contar el polvo como lo son tamaño, morfología y cantidad, para este caso se observaba un 25% de recuperación de polvos con las características que proporciona este proceso.



4.4. Caracterización de las muestras atomizadas.

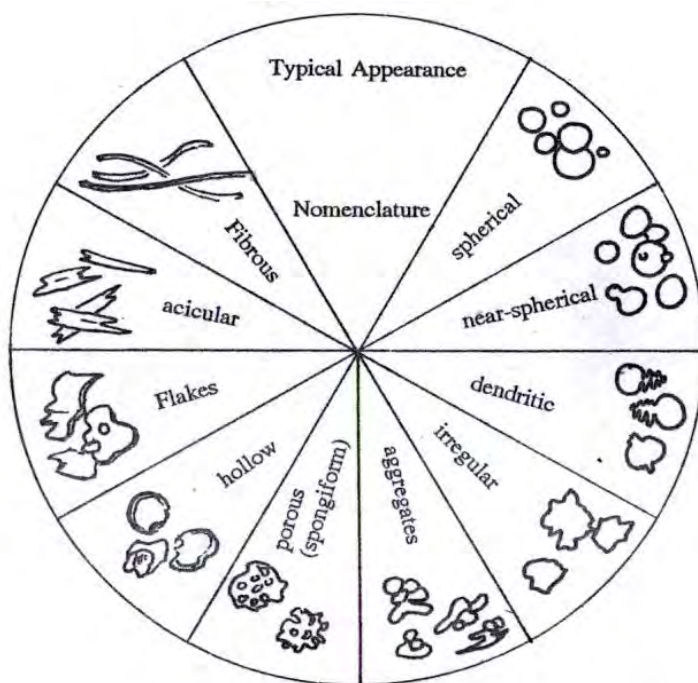
Obtenidos los polvos metálicos por atomización, estos son cribados con una malla 200 obteniendo así el material mostrado en la figura 4.7 a) se logra apreciar polvo lo cual, es símbolo de que el proceso de atomizado al vacío produce partículas más esféricas y finas que otros procesos de atomizado convencionalmente, b) muestra material de cribas anteriores, en el cual se observa diferentes clases de polvos: esféricos casi esféricos y del tipo dendrítico.



*Figura 4.7 clasificación de polvos obtenidos experimentalmente.

. Lo anterior es posible determinarlo mediante el diagrama de forma de partícula el cual se muestra en la figura 4.8. Se procede a realizar un promedio de tamaño de partícula, el cual es igual a 0.10754mm para las partículas esféricas, con una desviación estándar de 0.0976.





*Figura 4.8. Caracterización de polvos.

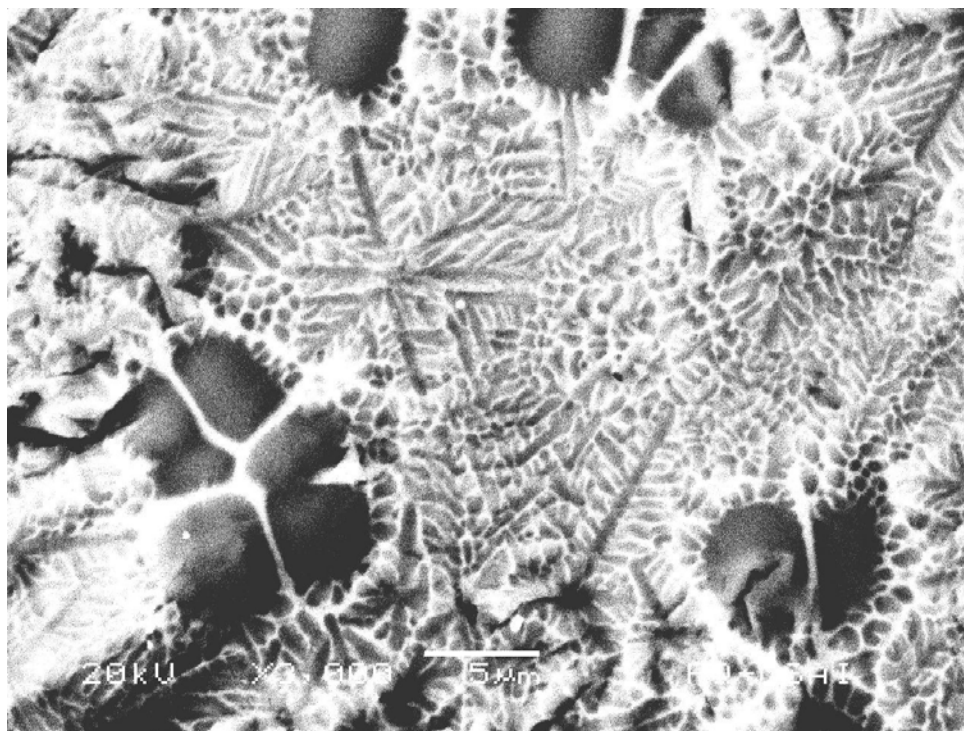
4.4.1. MICROSCOPIA ELECTRONICA DE BARRIDO (SEM).

Las probetas son preparadas para el análisis por microscopia en SEM, para esto son montadas en una probeta de grafito, particularmente para el estudio de la micro estructura, morfología y composición química. Debido a que las condiciones de tamaño es imposible apreciarlas en un microscopio óptico.

Se obtuvieron fotomicrografías de microestructuras usando un microscopio electrónico de barrido MEB Marca Leica Steroscan 440, las imágenes fueron obtenidas utilizando el detector de electrones retrodispersados a magnificaciones de (300X).



Al igual que en microscopía óptica, se obtienen 50 mediciones, se considera la desviación estándar, y se prosigue al análisis químico.



*Figura 4.9 Crecimiento de la estructura dendrítica en una muestra obtenida por atomización al vacío a 3000X.

4.4.2 APLICACIÓN DE MODELOS MATEMATICOS

Debido a las condiciones de nuestro trabajo, se complica la medición de λ_1 en ambas probetas, por lo que se miden espaciamientos dendríticos secundarios λ_2 en base a los modelos de, *Feurer*, *Wunderlin* y *Tivedi & Somboonsuk*.

Para el desarrollo de los mismos, se recaba información de los parámetros a ocupar para realizar dichos cálculos.



Tabla 4.1 Parámetros empleados para los cálculos de los modelos matemáticos³

Del diagrama de fases en equilibrio	Propiedades físicas del sistema Al-Zn-Mg	
Región L+ α	$D_{L,Zn}=8.8 \times 10^{-8} \text{m}^2/\text{s}$	(30)
$m_L = -3.93^\circ\text{C}/\text{wt.}\%$	$D_{L,Mg}=9.45 \times 10^{-9} \text{m}^2/\text{s}$	(30)
$k = 0.141$	$\Gamma_{Zn}=1.52 \times 10^{-7} \text{Km}$	(31)
$T_{L,A} = 625^\circ\text{C}$	$\Gamma_{Mg}=9.87 \times 10^{-7} \text{Km}$	(31)
$T_{L,B} = 620^\circ\text{C}$		
$T_{L,C} = 610^\circ\text{C}$		

Desarrollando un análisis dimensional, para verificar mediante los modelos matemáticos (*Feurer, Wunderlin y Kirkwood (21) y Tivedi & Somboonsuk. (22)*) los resultados a obtener concuerdan con unidades de velocidad de enfriamiento, de acuerdo al análisis se demuestra que las unidades son congruentes para predecir la velocidad de enfriamiento ($^\circ\text{C}/\text{s}$), y tiempo de solidificación (s) y a su vez con ayuda del diagrama de fases, podemos calcular velocidad de solidificación (m/s).



Feurer, Wunderlin y Kirkwood

$$\lambda_2 = K(Mt_s)^{\frac{1}{3}}$$

$$M = - \frac{\Gamma D}{(1 - ko)m_L(C_E - C_O)} \text{Ln} \frac{C_E}{C_O}$$

$$\lambda_2 = \left(\frac{m^3}{s} \right)^{1/3}$$

$$M = \left(\frac{^{\circ}K m m^2 \text{ wt}\%}{^{\circ}K s \text{ wt}\%} \right)$$

$$\lambda_2 = m$$

$$M = \left(\frac{m^3}{s} \right)$$

Tivedi & Somboonsuk

$$\lambda_2 = \left(\frac{(Km) \frac{m^2}{s}}{\left(\frac{m}{s}\right) K} \right)^{0.5}$$

$$\Delta T_o = \frac{m C_o (k - 1)}{k}$$

$$\lambda_2 = \left(\frac{K m m^2 s}{m K s} \right)^{0.5}$$

$$\Delta T_o = ^{\circ}K$$

$$\lambda_2 = (m^2)^{1/2}$$

$$\lambda_2 = m$$



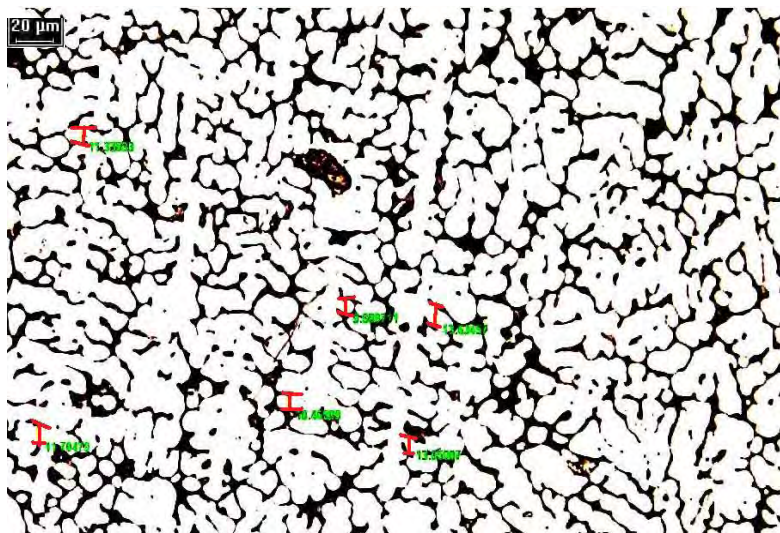
REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS.

1. **“Correlacion entre microestructura y propiedades mecanicas variables y variables de solidificacion de aleaciones”** A.E. Ares , S.F. Gueijman R. Caram y C.E. Schvezov. ISSN (EN LINEA) P. 1850-1858
2. **“Dependency of the dendritic arm spacings and tip radius on the growth rate and composition in the directionally solidified succinonitrile- carbón tetrabromide alloys”** H. Kaya, E.Cadirli, K.Keslioglu, N.Marash. J Cryst Growth 34, P. 38-48
3. **“Tesis doctoral Prediccion de las microestructuras de solidificación y distribución de soluto en aleaciones ternarias”** Ing. Suarez Rosales Miguel Angel Mexico D.F. 2009.

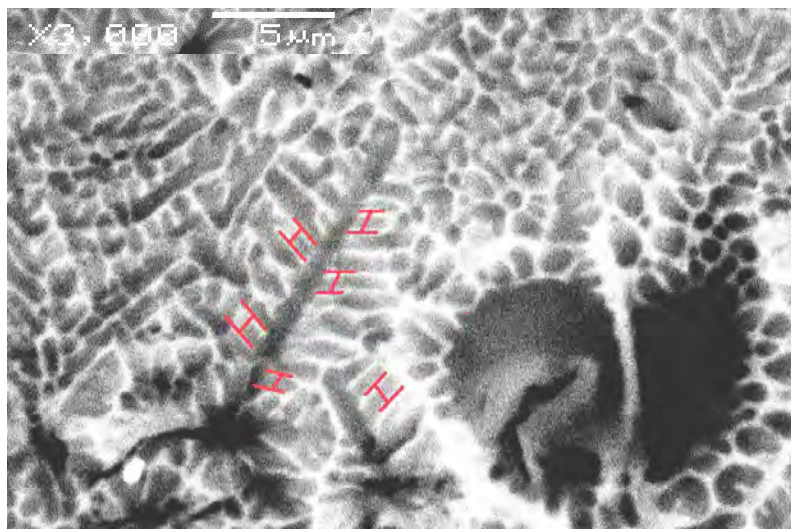


5. RESULTADOS

En base a los resultados experimentales con un mínimo de 50 medidas del espaciamiento dendrítico secundario λ_2 , para ambas probetas tanto los polvos obtenidos por la atomización, como la aleación maestra (solidificada al equilibrio) como se muestra en la figura 5.1. En base a los modelos matemáticos de *Feurer, Wunderlin, Kirkwood* y *Tivedi & Somboonsuk*. Se obtienen resultados numéricos que reflejan la velocidad de solidificación, velocidad de enfriamiento y tiempo de solidificación, los cuales se presentan en gráficos.



a)



b)

*Figura 5.1, forma de medir los espaciamientos dendríticos secundarios λ_2 , a) *solidificación unidireccional* a 20X b) *atomización al vacío*.



Ocupando los modelos matemáticos antes descritos, se establecen los rangos de trabajo para cada una de los métodos de solidificación, esto se presenta en la tabla 5.1.

*Tabla 5.1. Resultados obtenidos, en atomización como en muestra solidificada unidireccionalmente.

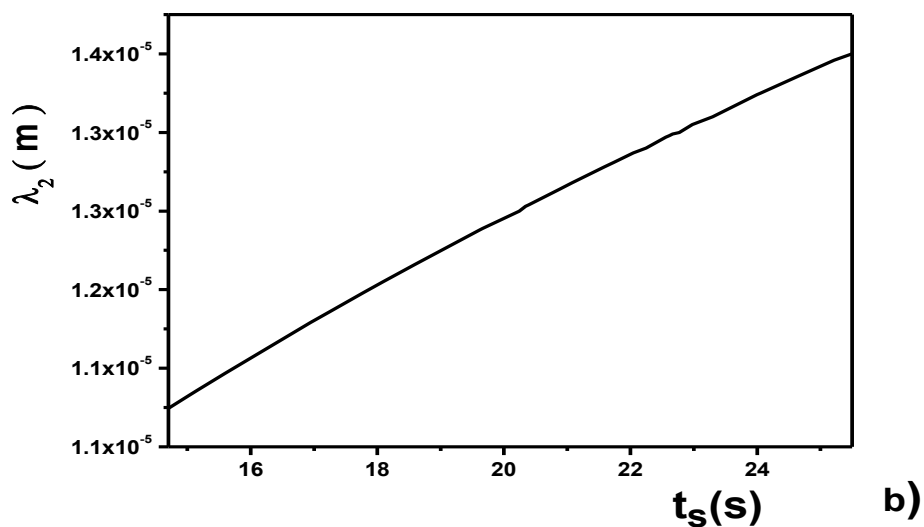
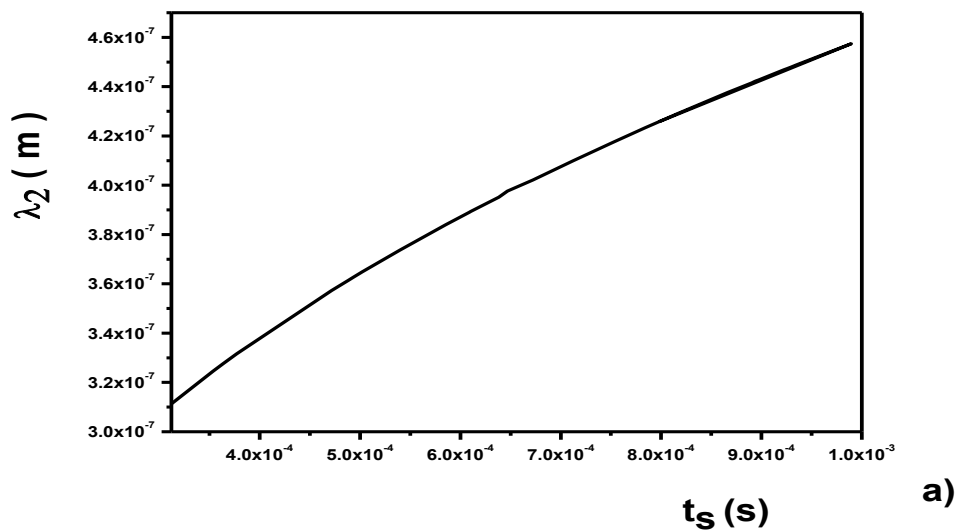
solidificación	λ_2 (m)	tiempo sol (s)	Vel. Enf (°C/s)	Vel. Sol (m/s)
Atomización	3.2×10^{-7} --- 4.6×10^{-7}	3×10^{-4} -- 1.2×10^{-4}	1.5×10^5 -- 4.3×10^5	1.8×10^{-3} -- 3.9×10^{-3}
Equilibrio	1.13×10^{-5} --- 1.35×10^{-5}	13 -- 27	5.5 -- 9.5	$2. \times 10^{-6}$ – 3×10^{-6}

1.-TIEMPO DE SOLIDIFICACION

El tiempo de solidificación se obtuvo a partir del modelo de *Feurer* los resultados se muestran en la figura 5.2 claramente ambos tiempos difieren en magnitud y no en comportamiento se observa que al utilizar un proceso fuera del equilibrio, como lo es la atomización al vacío el tiempo de solidificación de las muestras es mucho menor, el gradiente de tiempo en la atomización es debido al gradiente de presión, dado esto es que obtenemos diferentes tipos de morfologías, ya que la presión ejercida al inicio es distinta, ya que con el tiempo se pierde el vacío, generando polvos dendríticos casi esféricos.

Por otro lado al analizar los tiempos de una muestra con enfriamiento al equilibrio, notamos congruencia con los resultados predichos por los modelos, lo cual nos da confianza en dichos resultados ya que son realmente cercanos a los experimentales.



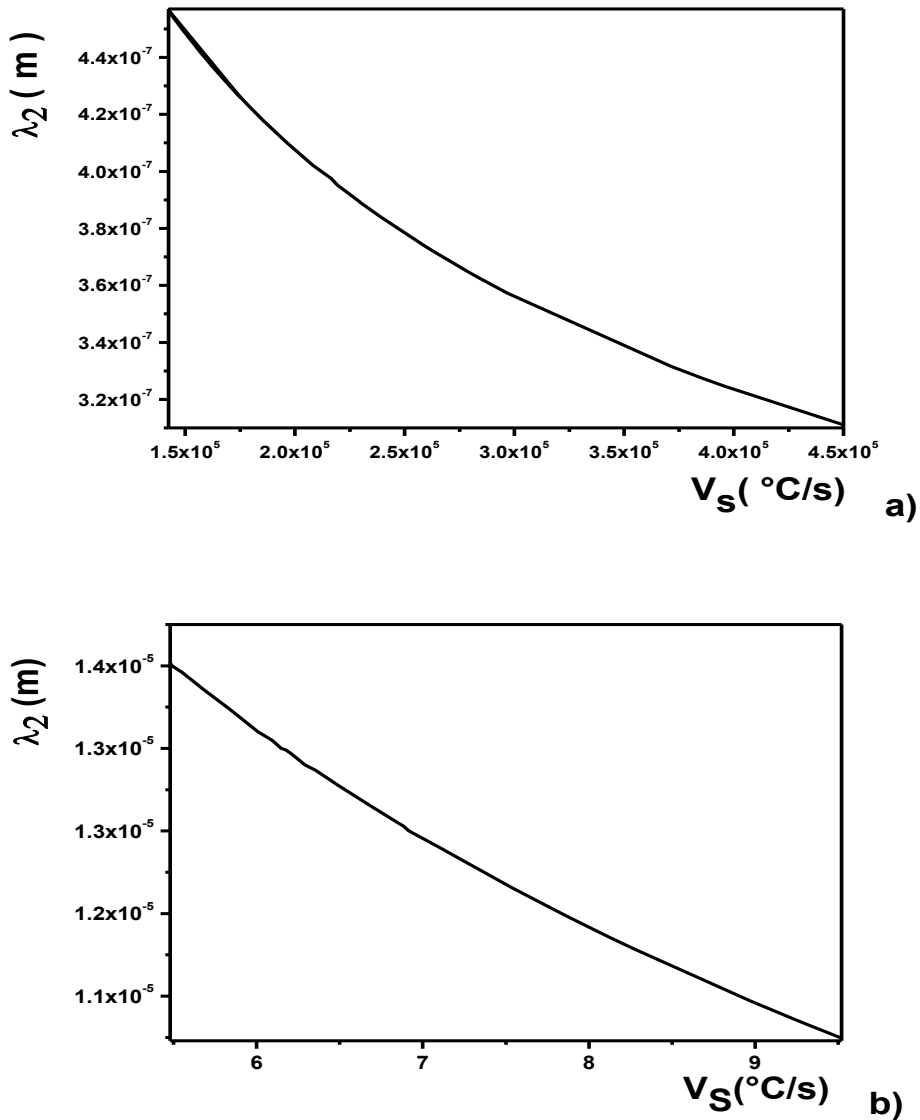


*Figura 5.2. Espaciamento λ_2 (m) Vs t_s (s) en base al modelo de *Feurer et al* para a) Muestra atomizada b) Muestra solidificada unidireccionalmente, siguiendo un comportamiento de a mayor λ_2 mayor t_s



2.- VELOCIDAD DE ENFRIAMIENTO

Como se vio en capítulos anteriores el grosor de los brazos de las dendritas se basa principalmente en la velocidad con que se extrae calor de la muestra, siendo asi las dendritas mas finas en la atomización, por su elevada velocidad de solidificación.

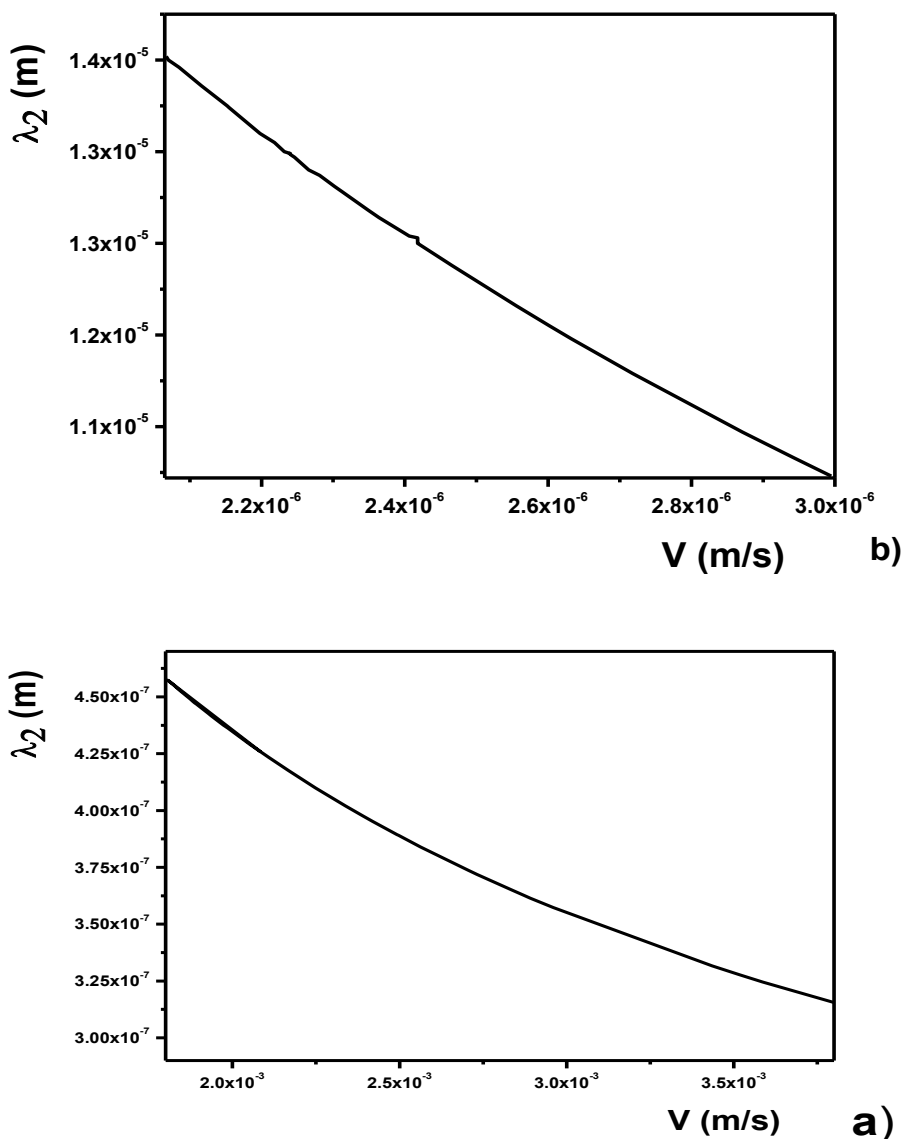


*Figura 5.3. Espaciamento λ_2 (m) Vs V_s (°C/s) en base al modelo de *Feurer et al* para a) Muestra atomizada b) solidificada unidireccionalmente



3.-VELOCIDAD DE SOLIDIFICACION.

El comportamiento de La velocidad de solidificación disminuye a medida que disminuye el grosor del brazo dendrítico secundario λ_2 , lo cual elimina los problemas de segregación en la muestra, debido a que a su vez disminuye, dicho espaciamiento.

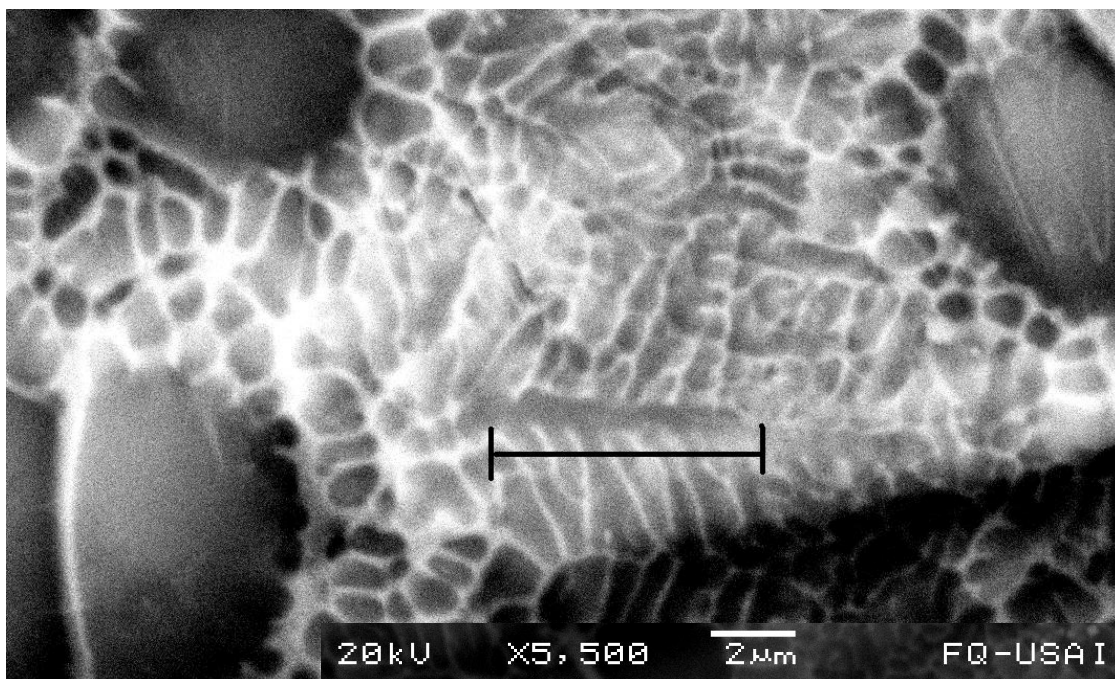


*Figura 5.4 Espaciamiento λ_2 (m) Vs V (m/s) en base al modelo de Tivedi & Somboonsuk para a) Muestra atomizada b) Muestra solidificada unidireccionalmente.

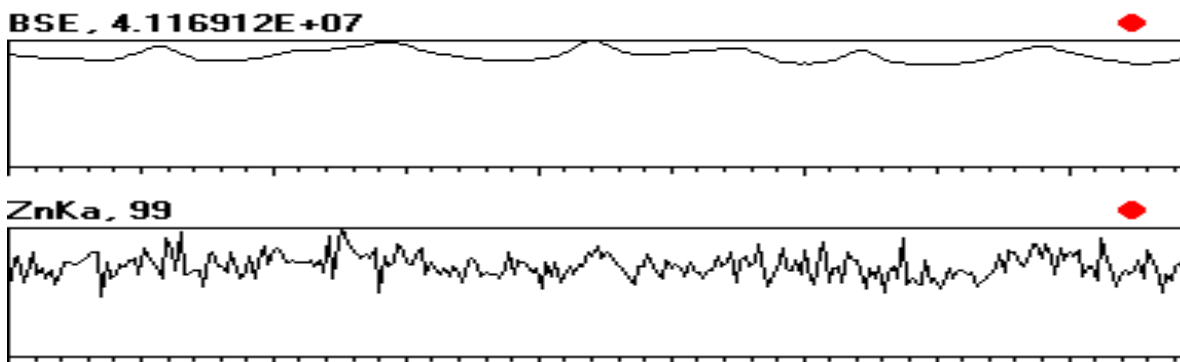


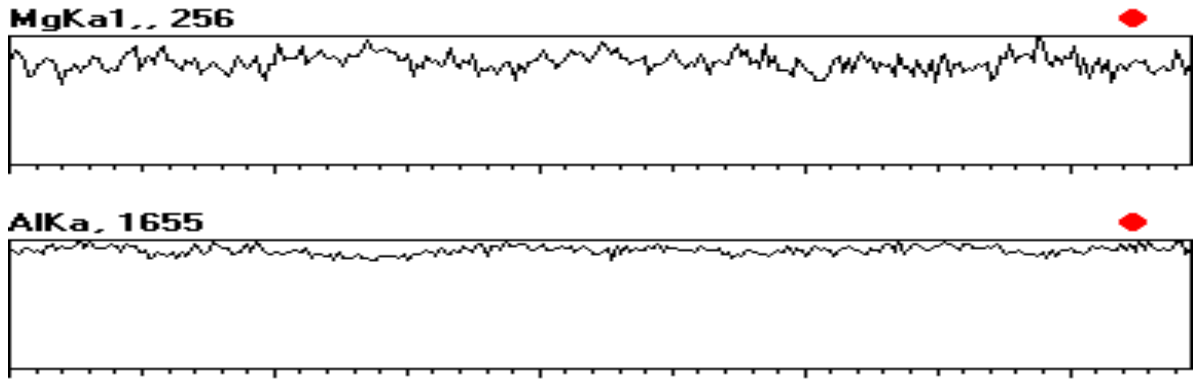
Microscopia Electrónica de Barrido y composición Química

Se efectuaron microanálisis químicos utilizando un detector de energía dispersiva (EDS) Oxford. El microanálisis químico se realiza sobre los brazos dendríticos secundarios para las muestras obtenidas por atomización, y para la probeta solidificada al equilibrio, puntualmente en parte central de las dendritas (λ_1) y sobre los brazos dendríticos secundarios (λ_2) para determinar la distribución de soluto de los elementos Zn y Mg en toda la dendrita.



*Figura 5.5. Escáner sobre (λ_2) cubriendo varios brazos de una dendrita

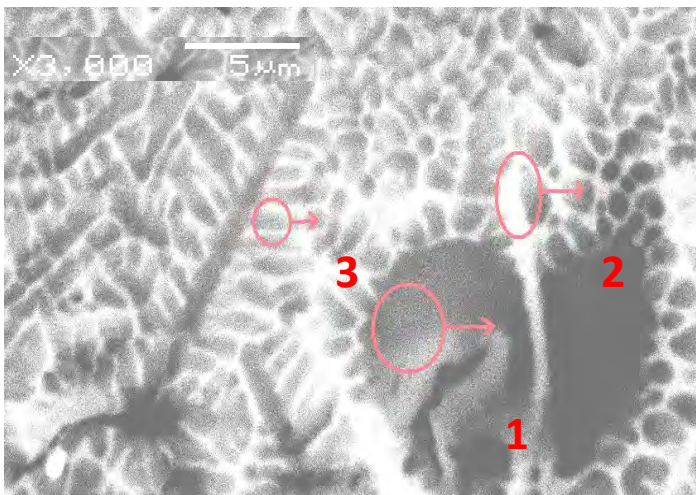




Se realiza también un análisis puntual para una muestra atomizada, el análisis químico se realiza en 3 zonas significativas, 1.- En los granos oscuros que no presentan una estructura dendrítica 2.- (zona blanca) límites de los brazos dendríticos 3.- dentro de los brazos secundarios.

Es de esperar que los granos oscuros sean de matriz de aluminio que no tiene el tiempo necesario para desarrollar una estructura, contando con poco contenido de los elementos aleantes, debido a que este es retenido por la estructura y matriz dendrítica.

En este caso los límites entre los brazos dendríticos, tienen una concentración más alta de elementos de aleación que el núcleo de la dendrita, debido al rechazo de soluto del núcleo hacia la matriz durante la solidificación de la dendrita (micro segregación)



*figura 5.6. analisis químico puntual



*Tabla 5,2 análisis de composición química. en por ciento atómico para cada una de los puntos que se muestran en la figura 5.6

ELEMENTO	ZONA 1	ZONA 2	ZONA 3
Mg	4.06	14.41	10.51
Al	92.31	72.41	80.31
Cu	0.53	3.75	2.27
Zn	3.10	9.44	6.91
TOTAL % At	100	100	100



6. ANALISIS DE RESULTADOS.

El objetivo central del proyecto de investigación es el análisis de la velocidad de enfriamiento de la aleación ternaria Al-5.3%at.Zn-7%at.Mg solidificadas en una atomización al vacío, y a si determinar el rango de velocidades de enfriamiento ($1.5 \times 10^5 \text{ }^\circ\text{C/s}$ a $4.3 \times 10^5 \text{ }^\circ\text{C/s}$) obtenidas experimentalmente. La velocidad citada teóricamente es de $10^6 \text{ }^\circ\text{C/s}$ lo cual nos da un resultado próximo a la teórica, considerando que esta diferencia se atribuye a una presión de vacío menor a la obtenida experimentalmente, esto puede ser modificado por los instrumentos empleados en la experimentación, como en la calidad de válvulas.

El proceso de solidificación es determinante para la calidad del producto final, porque si el material queda con defectos en esta etapa, será muy difícil efectuar las correcciones en el proceso posterior. Analizando así el proceso de atomización al vacío con respecto a la solidificación al equilibrio.

Basándonos en la teoría, la atomización al vacío es un proceso en el cual la solidificación, logra alcanzar altas velocidades, La estructura dendrítica obtenida nos ayuda a predecir ciertas propiedades mecánicas, debido al espaciamiento. Lo cual repercute seriamente en esta aleación.

Los brazos secundarios en un crecimiento dendrítico Siendo que λ_2 tienden a engrosarse y disminuir en número al aumentar el tiempo local de solidificación, es notable que los tiempos disminuyan drásticamente, siendo un proceso sumamente rápido, en cuestión de solidificación, lo cual depende de la diferencia de presión que es lo que determina el grado en el que el calor es extraído de la muestra, como se aprecia en los gráficos obtenidos, existe una disminución en la presión, esto es debido a que la presión dentro del reactor disminuye una vez abierta la válvula para succión, haciendo que la última muestra succionada tenga una velocidad de enfriamiento menor.



Es importante destacar que la segregación en el sólido está determinada por el espaciamiento entre dendritas secundarias, siendo así que al disminuir el espaciamiento λ_2 , con este proceso debido a su velocidad de enfriamiento se puede llegar a evitar este tipo de problemas de segregación.



7. CONCLUSIONES.

El objetivo de este trabajo de investigación fue el análisis de la **velocidad de enfriamiento**, velocidad y tiempo de solidificación, en una atomización al vacío, evaluando resultados obtenidos experimentalmente, aplicándolos en modelos matemáticos en base al espaciamiento dendrítico secundario λ_2 .

Observando la velocidad de enfriamiento (extracción de calor) notamos que es de magnitud de 1×10^6 ($^{\circ}\text{C/s}$), el tiempo en el que tarda en solidificar los polvos se encuentran en el rango de 1.2 a 3×10^{-4} (segundos), logrando una velocidad de solidificación de 1.8 a 4×10^{-3} (m/s), en base a los modelos matemáticos propuestos, obtenemos resultados congruentes a los citados teóricamente.

Una vez analizado lo anterior, podemos concluir en que la atomización al vacío es un proceso en el cual es posible obtener polvos con buenas características, como tamaño, morfología esférica y debido al rango de velocidad de enfriamiento y microestructura obtenida se logran reducir problemas de segregación.

Las dimensiones del reactor controla la morfología esférica de los polvos, evitando así chocar con las paredes de este, las condiciones en las que es operado, son de suma importancia, debido a la fuerza con la que ocurre la succión, la cual ocurre por la presión de vacío obtenida, a su vez aumentando dicha presión aumenta la velocidad de enfriamiento.

- Si λ_2 disminuye, la resistencia mecánica aumenta.
- Si λ_2 aumenta, se obtendrá un material más blando.
- El grosor de λ_2 esta dado por la velocidad de enfriamiento a menor tiempo se obtendrán λ_2 mas finos
- Si tiempo de solidificación aumenta, λ_2 entonces también aumenta.



Recomendaciones.

Por ultimo este tipo de proceso es recomendado para adquirir materia prima de alta calidad y de composición homogénea, para posteriores procesos de manufactura (compactación y sinterización) evitando así posibles problemas de segregación, en un producto terminado, siendo esto una buena opción para usos en la construcción aeronaval y otras aplicaciones estructurales de alta resistencia.

