

Capítulo 3

Procedimiento experimental

1 Aleado mecánico

1.1 Introducción

En este apartado se va a describir el proceso de aleado mecánico que se ha seguido durante el proyecto. Este proceso presenta diferencias importantes con un procedimiento convencional de aleado mecánico.

La característica fundamental del método aquí utilizado es que a lo largo de todo el proceso de molienda se van a realizar paradas intermitentes en intervalos de tiempo establecidos con anterioridad. En dichas paradas se van a extraer del interior de la vasija pequeñas cantidades de polvo para hacer el seguimiento del estado de las aleaciones, en concreto, observar la evolución de su amorfización con el aumento del tiempo de molienda.

Es importante señalar que debido a que el molino utilizado no está habilitado para la extracción de muestras, una de las tareas iniciales de este trabajo ha sido conseguir realizar estas extracciones de una manera sistemática y con resultados aceptables. Así, tras varias ideas no válidas, se ha optado por el procedimiento que se describirá a continuación.

1.2 Proceso de aleado mecánico y extracción intermitente de muestras

El proceso de aleado mecánico se ha realizado en un molino *attritor* (A. Szegvari, U.S. Patent No. 2.764.359 sept. 25, 1956), del tipo que se representa esquemáticamente en la figura 3.1.

El molino utilizado se adquirió a la empresa UNION PROCESS, Ohio, USA, y consta de un motor de $\frac{1}{4}$ HP con variación continua de velocidad entre 0-650 rpm. La vasija es de acero inoxidable con una capacidad de 1.400 cm³ y tiene una camisa para su refrigeración. Esta vasija viene inicialmente equipada con un cierre no estanco, habiendo sido modificada para dotarla de un cierre hermético

que permite trabajar en atmósfera estanca, atmósfera en flujo constante o vacío de hasta $2 \approx 10^{-3}$ Pa. El eje del agitador es de acero inoxidable AISI 304L, con los brazos de Colmonoy®, de composición aproximada en peso: Ni (17%) Cr (3%) Fe. Las bolas de molienda son de 4.65 mm de diámetro, fabricadas en acero al cromo y se ajustan a las especificaciones DIN 1.3505 y AISI E52 100 o equivalentes (Fe – <1.45% Cr – <1.04% C, aproximadamente). Comercialmente se pueden encontrar, entre otras, con las denominaciones SFK-3 o Rodfor (Forjas Alavesas).

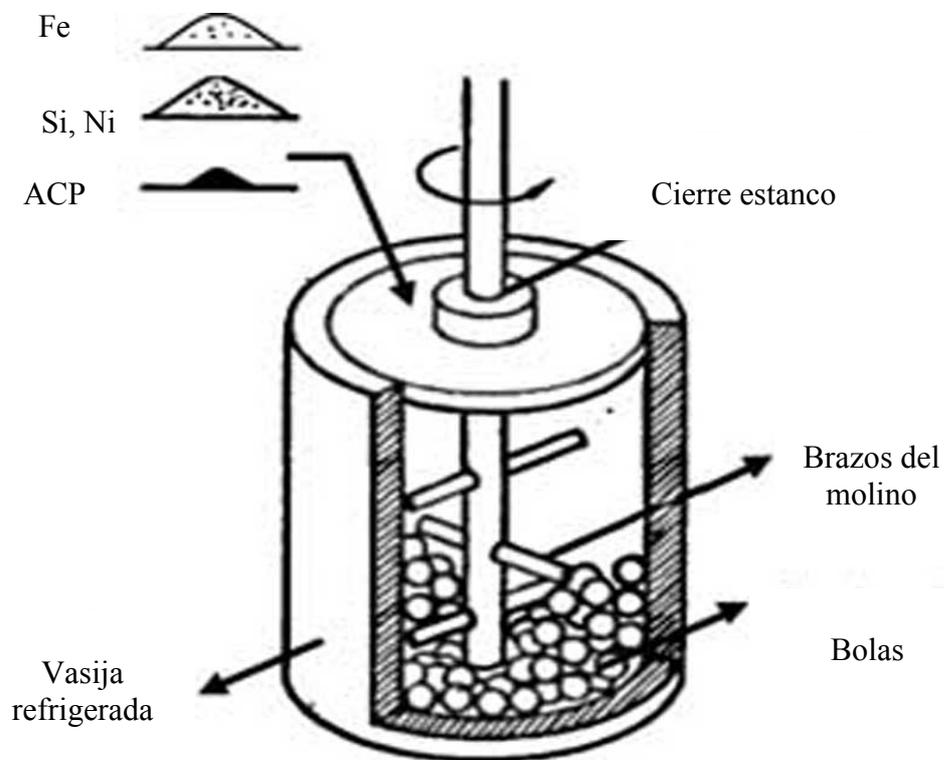


Figura 3.1 Esquema del molino attritor usado en el aleado mecánico

Este molino ha sido utilizado para la preparación del polvo $Fe_{75}Si_{25}$ y el de $Fe_{65}Ni_{35}$. Para ello se han utilizado las variables expresadas en la tabla 3.1.

PARÁMETROS DE OPERACIÓN	
Masa bolas : masa polvo	1440 g : 72 g (20 :1)
Tipo de ACP	Cera (<i>Clairant micropowder C wax</i>). < 40 μm H ₃₅ C ₁₇ -CONH-C ₂ H ₄ -NHCO-C ₁₇ H ₃₅
Contenido de ACP	Polvo Fe ₇₅ Si ₂₅ : 1.5%-2%-2.5%-3.5% (en peso) Polvos Fe ₆₅ Ni ₃₅ : 1.5%-3%-3.5% (en peso)
Velocidad del rotor	500 rpm
Refrigeración	Circulación de agua (20 °C)
Tiempo de molienda	Fe ₇₅ Si ₂₅ : hasta 200h con paradas cada 20h. Fe ₆₅ Ni ₃₅ : hasta 80h con paradas cada 10h
ATMÓSFERA	
Argón estanco(1.2atm)	

Tabla 3.1 Condiciones de molienda de polvos Fe₇₅Si₂₅ y Fe₆₅Ni₃₅

El fabricante recomienda el empleo de una carga máxima de bolas de 3600 g, para hacer la molienda más efectiva, pero basándonos en los artículos que se han resumido en las bases teóricas, en ambos tipos de aleaciones va a utilizar 1440 g de bolas. Por el mismo motivo se ha elegido como relación entre el peso de las bolas y el peso del polvo, $R = 20$, basando esta decisión en los artículos mencionados. Para el pesado de los polvos y bolas se ha empleado una balanza Mettler PB 300 con apreciación de centésimas de gramo.

El proceso de molienda consta de las siguientes etapas:

a) Impregnación de las bolas con el A.C.P. Una vez cargada la cantidad seleccionada de bolas en la vasija y conectado el rotor al motor del molino se introduce en el mismo el ACP (ver figura 3.2), se sube gradualmente la velocidad hasta 300 rpm., manteniéndola así durante 5 minutos, una vez las bolas se encuentran impregnadas con el ACP se para de nuevo el molino, para proceder a cargar las cantidades de polvo metálico anteriormente pesadas.

b) Molienda. Las moliendas se realizan en atmósfera de argón (ver figura 3.2).

Para asegurar la pureza de la atmósfera se realizan al menos tres ciclos de vaciado (bomba rotativa EDWARDS E2M2 de dos etapas y $2,8 \text{ m}^3/\text{h}$, bomba difusora de aceite EDWARDS de 150 l/s y controlador de presión BALZERS modelo TPG 300) y llenado de la vasija con argón, con un barrido final de argón durante 1 minuto. Posteriormente se establece una sobrepresión de 0.20 bar ($0.2 \cdot 10^5 \text{ Pa}$) de argón y se procede a la puesta en marcha final del molino. La puesta en marcha del molino viene precedida del funcionamiento de la refrigeración del mismo a la temperatura establecida con anterioridad. Debe también fijarse la velocidad de rotación de su eje a 500 rpm. , manteniéndola las horas previstas entre cada parada.

c) Extracción de muestras. Habrá que realizarla repetidas veces para cada tipo de polvo. Una vez que transcurre el intervalo de horas que se ha estipulado para la toma de muestras se para el molino. Para las muestras de Fe-Si se realiza cada 20 horas hasta llegar a las 200 h y para las muestras de Fe-Ni cada 10 h hasta un total de 80, tal y como se ha indicado en la tabla 3.1. Una vez parado el molino, se procede a la apertura cuidadosa de la válvula de la vasija. Para evitar la ignición del polvo molido, que ha podido aumentar su natural reactividad, se deja entrar aire muy lentamente en el interior de la vasija, abriendo al mínimo la válvula de entrada de aire y dejando pasar 1 hora aproximadamente antes de proceder al siguiente paso. Posteriormente se abre el tapón superior de la tapa (ver figura 3.2) de la vasija y se introduce una cucharilla para la extracción. Con la cuchara se saca una pequeña cantidad de bolas y polvo, se depositan en el tamiz y se vibran durante 20 minutos. Cuando finaliza, el polvo recogido se guarda y las bolas se vuelven a depositar en el interior del molino por el mismo agujero de la tapa. Si fuera necesario se repite la operación hasta obtener una cantidad suficiente de polvo.

Molino	Cucharilla
	
Tapa	Equipos de llenado de argón y vacío
	

Figura 3.2. Equipos de aleado mecánico

Una vez finalizada la extracción, se cierra por completo la vasija y se repite la operación de vaciado y posterior llenado de argón, siguiendo la misma metodología de los ciclos de barrido descritos anteriormente. Se vuelve a poner en marcha el molino a 500 rpm hasta que transcurra el tiempo indicado para la parada pertinente y extracción de una nueva muestra de polvo.

d) Apertura definitiva del molino. Una vez finalizada la molienda, para evitar la ignición del polvo molido, que ha podido aumentar su natural reactividad, se deja entrar aire muy lentamente en el interior de la vasija, abriendo al mínimo la válvula de entrada de aire y dejando pasar 1 hora aproximadamente antes de

proceder al siguiente paso.

e) Separación del polvo y control del rendimiento de la molienda. Para las moliendas que han ido parando intermitentemente para la extracción de muestras no tiene mucho sentido controlar el rendimiento de la muestras, ya que la cantidad de polvo que se sustrae en cada parada implica que al final se tenga menos polvo que al principio.

1.3 Moliendas sin interrupciones

Una vez que se han obtenido todas las muestras, con el fin de obtener cantidades de polvo amorfo suficiente para su posterior consolidación, se han puesto moliendas completas, esto es, sin paradas intermedias. En estas moliendas sí hay que seguir el procedimiento normal para controlar el rendimiento de la molienda. De esta forma, el contenido total de la vasija se vierte sobre un tamiz de 3 mm de apertura que dejará caer el polvo, separándolo de las bolas que quedarán retenidas. A continuación el polvo es pesado y se determina el rendimiento de la molienda como razón entre el polvo molido (extraído tras la molienda) y el polvo a moler (introducido antes de la molienda).

Por otra parte, las mismas precauciones indicadas en el apartado 1.2 en cuanto a carga y apertura del molino han de ser consideradas.

1.4 Metodología de técnicas complementarias

1.4.1 Extracción de polvos del contenedor

Los polvos en estado de recepción han sufrido un transporte y manejo prolongado. En estas condiciones, puede producirse en el contenedor de los polvos una segregación de los mismos, de forma que las partículas de menor tamaño ocupen, preferentemente, el fondo del envase, quedando en la zona superior las de mayor dimensión [i]. Para evitar la utilización de muestras poco representativas, el polvo se ha manipulado siguiendo las recomendaciones de la norma ASTM B215-96, “*Practices for sampling finished lots of metal powders*”

[ii], o la norma homóloga MPIF Standard 01 “*Sampling finished lots of metal powders*” [iii].

La extracción del polvo del contenedor en el que se recibe se realiza con la ayuda de un tubo de vidrio de 10 mm de diámetro y unos 300 mm de longitud. Este tubo se introduce en la masa de polvo, hasta el fondo del contenedor, y permite obtener polvo situado en todas las cotas del contenedor. Por extracciones sucesivas se completa una cantidad de polvo suficiente, que es almacenado en un recipiente de plástico, y que tras la correspondiente mezcla durante 20 minutos en un mezclador modelo TC2 de la marca Turbula, permite obtener muestras representativas para el proceso de aleado mecánico. Para ello se opera de manera similar a la anteriormente descrita pero partiendo en este caso del polvo almacenado en el contenedor de plástico.

1.5 Caracterización de los polvos obtenidos

Para caracterizar los polvos, se van a realizar:

- Difracción por Rayos X de todas las extracciones obtenidas en las moliendas con paradas intermitentes, incluida la molienda última.
- Microscopía de barrido (SEM) con sistema de detección de electrones secundarios (S.E.) de todas las extracciones obtenidas en las moliendas con paradas intermitentes, incluida la molienda última.
- Granulometrías a las muestras de las extracciones de las moliendas con paradas intermitentes que tras ser analizadas por Rayos X se ha considerado necesario su análisis granulométrico.

1.5.1 Difracción por Rayos X (XRD)

Para la identificación de las distintas fases presentes en las muestras se ha utilizado la técnica de **difracción de rayos X (XRD)**, con un equipo de la marca BRUKER, Modelo D8 advance, cuyo tubo de rayos X es de la marca Siemens y

posee ánodo de Cu K_{α} (longitud de onda $\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$) y un generador de corriente Kristalloflex 78. La fuente de rayos X permanece fija, la muestra gira en torno a un eje de su superficie y el detector rota en el mismo eje de manera que para un ángulo θ girado por la muestra, el detector gira un ángulo 2θ . Los difractogramas realizados para identificación de fases se han realizado con un $\Delta 2\theta$ de 0.05° y un tiempo de medida entre de 1 s para valores de 2θ con un barrido entre 20 y 80° .

Esta técnica de caracterización se basa en el reflejo de la radiación de rayos X en los planos atómicos de un sólido cristalino, así como en las posteriores interferencias. Los planos paralelos de una red cristalina, con índices $\{hkl\}$, están separados entre sí una distancia constante d_{hkl} a lo largo de toda la red (figura 3.3). Los rayos reflejados por planos paralelos producen una interferencia constructiva cuando siguen en fase tras ser reflejados, para lo cual, la diferencia de distancia recorrida debe ser igual a un número entero de veces (n) su longitud de onda (λ). Esta relación queda recogida en la Ley de Bragg:

$$2d_{hkl} \text{sen} \theta = n\lambda$$

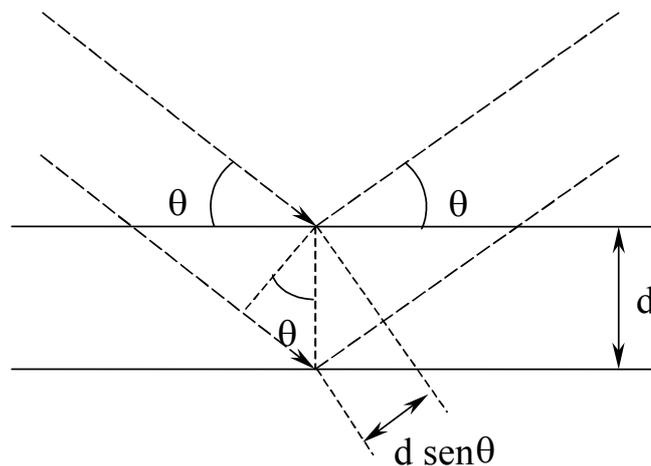


Figura 3.3. Condición de reflexión de Bragg

La ley de Bragg sólo se cumple para longitudes de onda $\lambda \leq 2d$. Se intuye por tanto, que sólo para determinados valores de θ se satisface dicha condición de interferencia, siendo para estos valores donde el detector puede registrar un aumento de la intensidad en la señal medida de los rayos X.

Los experimentos de rayos X facilitan un registro con una determinada distribución de picos de intensidad, estando relacionada la posición de estos picos, o lo que es lo mismo, el valor de θ , con la separación entre planos d . A partir del análisis de la posición de dichos picos y de sus intensidades relativas, se identifican las distintas fases cristalinas que constituyen el material. Es posible también, a partir de estos registros de intensidades, realizar un estudio cuantitativo de las fases que constituyen el material.

Igualmente, la forma de los picos de una determinada fase guarda relación con factores tales como las tensiones internas o el tamaño de las cristalitas, o dominios coherentes, de dicha fase. En general, los materiales cristalinos con ordenamiento atómico periódico arrojan varios reflejos agudos y discretos de gran intensidad, que se hacen más anchos con la disminución del tamaño de grano. Todo lo contrario se observa en aleaciones amorfas, caracterizadas por un amplio halo con un máximo difuso de intensidad relativamente baja, ya que presentan orden de corto alcance. Idealmente, el ancho de los picos de un material con tamaño de grano muy grande y poco tensionado debería ser nulo, pero el propio instrumento introduce un error de medida que hace que esto no se cumpla. Con la ayuda de una muestra de referencia, puede medirse la aportación del propio aparato y a partir de este valor puede estimarse qué parte del ancho de un pico viene aportado por el tamaño de las cristalitas o las tensiones de la muestra estudiada. Por su parte el parámetro de red de una fase guarda relación con la posición de los picos registrados. Una muestra de referencia también puede ayudar a situar la posición ideal de los picos, y la variación respecto a ésta sirve para conocer el parámetro de red del material estudiado.

1.5.2 Microscopía electrónica de barrido (SEM)

Además de la técnica de XRD, se ha empleado también la microscopía electrónica de barrido. Los estudios de microscopía electrónica de barrido (SEM) se han realizado con un Philips XL-30 del CITIUS. En el mismo se ha estudiado la morfología de los polvos tanto en su estado de recepción como después de los

distintos procesos de molienda.

En un microscopio electrónico de barrido puede obtenerse información a partir de la interacción entre un haz de electrones y la muestra a estudiar. La parte principal de un microscopio electrónico de barrido es la columna, que lleva alojados en su interior un cañón de electrones con un filamento que actúa como emisor, un sistema de lentes electromagnéticas encargado de focalizar y reducir el diámetro del haz de electrones, un sistema de barrido que hace que el haz de electrones recorra la superficie de la muestra y varios sistemas de detección: electrones secundarios (SE), retrodispersados (BSE) o de rayos X (EDX) que permiten captar el resultado de la interacción del haz de electrones con la muestra. Además, el microscopio posee diversos sistemas que permiten observar las señales eléctricas procedentes de los detectores, en forma de imágenes en un monitor de TV, fotografía, espectro de elementos, etc.

Los electrones secundarios, son los electrones arrancados a la propia muestra por la acción del haz incidente. La señal correspondiente nos proporciona una imagen topográfica (parecida a la visión del ojo humano) de la superficie estudiada. Debido a la baja energía de los secundarios, en su viaje hacia el exterior de la muestra van perdiendo energía por diferentes interacciones, de forma que sólo los que están muy próximos a la superficie tienen alguna probabilidad de escapar del material y llegar al detector. Por tanto, la señal de secundarios procede de la misma superficie y de una pequeñísima zona por debajo de ella, en torno a unos pocos nanómetros. Los electrones retrodispersados, de mayor energía que los anteriores, provienen del propio haz del microscopio, y tras la interacción con el material varían su energía de manera que, conocida ésta, puede conocerse la naturaleza de la zona del material con la que incide el haz. Esto permite obtener información sobre diferencias de composiciones presentes en la muestra. El otro detector, de rayos X, captura este tipo de señal procedente de la interacción entre el haz y la muestra, con la que se obtiene un espectro de energías, es decir, un análisis químico elemental de la muestra.

1.5.3 Curvas granulométricas

El método empleado para la obtención de la distribución de tamaño de las partículas de polvos de las muestras ha sido la medida mediante un analizador de difracción láser, de la empresa Malvern Instruments, modelo MasterSizer 2000. Esta técnica, también denominada “*Low Angle Laser Light Scattering*” (LALLS), y en concreto el equipo utilizado, permite la caracterización del polvo en el rango comprendido entre las 0.02 y 2000 μm mediante el uso de un haz láser de He-Ne ($\lambda = 630 \text{ nm}$).

El método se basa en la refracción de un haz de luz coherente, cumpliéndose que el ángulo de difracción es inversamente proporcional al tamaño de partícula. El aparato incorpora, además, una fuente adicional de luz azul de 466 nm de longitud de onda, que proporciona, junto a la aplicación conjunta de las teorías de Fraunhofer y Mie, un gran incremento de la resolución en la región submicrónica.

La primera de las teorías asume que las partículas son unas 5 veces mayor que la longitud de onda empleada, por lo que el límite inferior de medida se cifra alrededor de las 3 μm , además de considerar a las partículas opacas y que todos los tamaños de partícula dispersan la luz con la misma eficiencia. La teoría de Mie, por el contrario, resuelve la interacción de la luz con la materia y diferencia entre distintos tamaños de partícula de cara a la dispersión de la luz, con el inconveniente de ser necesario el conocimiento del índice de refracción de la partícula y el medio, y la absorbancia asociada a este índice. Además de las fuentes anteriores el aparato dispone de un detector fotosensible formado por diversos detectores discretos [iv].

Para el funcionamiento del equipo es necesaria su puesta a cero mediante el alineado del haz, la medición del fondo, la introducción del número de refracción de la muestra, la dispersión de la muestra en agua con ayuda de ultrasonidos, puesta en marcha del agitador y conexión del haz para la realización de la medida.

2 Consolidación de los polvos.

2.1 Introducción

En primer lugar, en este apartado se incluye el procedimiento seguido para trazar la curva de compresibilidad del polvo como paso previo al sinterizado convencional que permite conocer la presión necesaria a aplicar sobre una masa de polvo para que la misma alcance una determinada densidad relativa, o lo que es equivalente, una determinada porosidad.

Por razones que se indicarán en los resultados, no ha podido realizarse la curva de compresibilidad, por lo que el sinterizado convencional ha sido rechazado como opción de consolidación de los polvos.

Por lo tanto, se ha optado por utilizar únicamente la Sinterización por Resistencia Eléctrica como medio de consolidación del polvo.

No existen equipos comerciales para la realización de la S.R.E. Sin embargo, los requerimientos eléctricos del proceso —alta intensidad y baja tensión— los cumple adecuadamente una máquina de soldadura por puntos, que, además, puede proporcionar el esfuerzo mecánico necesario para la compresión. Para la realización de este trabajo se ha utilizado una máquina adaptada de soldadura por resistencia tipo prensa, del fabricante español SERRA SOLDADURA S.A., Barcelona. La máquina consta de un transformador monofásico de 100 kVA, un cilindro neumático capaz de proporcionar una fuerza de 1400 daN, y un controlador electrónico que gobierna las secuencias del proceso y permite regular la intensidad de corriente a un valor solicitado.

La máquina está instrumentada con sensores de seguimiento de los parámetros relevantes del proceso: recorrido del cabezal móvil, fuerza aplicada y tensión e intensidad eficaces.

2.2 Curva de compresibilidad y sinterizado convencional.

La facilidad para comprimirse y adaptarse a la forma de un molde de una masa de un determinado polvo, cuando se aplica una determinada presión sobre él, puede medirse con la realización de la curva de compresibilidad del mismo. Es una operación previa al sinterizado convencional cuyo cálculo permite conocer la presión necesaria a aplicar sobre una masa de polvo para que la misma alcance una determinada densidad relativa, o lo que es equivalente, una determinada porosidad.

En este trabajo se ha intentado trazar la curva de densidad relativa del compacto frente a la presión aplicada. El procedimiento (ASTM B331-95(2002) “*Standard test method for compressibility of metal powders in uniaxial compaction*” [v] o MPIF Standard 45 “*Determination of compressibility of metal powders*” [vi]), permite determinar, con un sólo compacto, los puntos experimentales necesarios para trazar la curva. Para la realización de los compactos (cilíndricos de 12 mm de diámetro) se ha utilizado una máquina universal de ensayos MALICET ET BLIN U-30, lubricándose la pared de la matriz con cera orgánica, Microwax de CLAIRANT. Sobre una masa de polvos de 10 g se han aplicado sucesivamente, mediante control manual, cargas de 2, 4, 6, 8, 10, y 12 toneladas, con descargas hasta presión nula entre cada uno de estos valores. La velocidad de aplicación de la carga ha sido de 4000 kg/min al principio, y de 1000 kg/min para aplicar las dos últimas toneladas de cada una de las cargas anteriormente indicadas.

2.3 Esquema de montaje S.R.E

Uno de los principales problemas que conlleva el uso de la Sinterización por Resistencia Eléctrica es la dificultad de encontrar materiales adecuados para las matrices, que cumplan con las debidas propiedades mecánicas, y de aislamiento eléctrico y térmico, al mismo tiempo. Como matriz de sinterizado se ha utilizado un montaje parecido al empleado por Lenel, consistente en un tubo cerámico, reforzado exteriormente con zuncho metálico partido (ver figura 3.4 y 3.5). El tubo cerámico empleado en el presente trabajo ha sido de alúmina, de la clase Alsint 99, suministrado por W. Haldenwanger, Berlín, Alemania. La matriz se cierra superior e inferiormente con punzones de cobre resistente a la temperatura (98.9%Cu-1%Cr-0.1%Zr). El polvo a sinterizar se sitúa entre dichos punzones (figura 3.4 y 3.5)). Se consideró pertinente situar en contacto directo con el polvo unas obleas de la aleación 75.3%W-24.6%Cu, resistente a la electroerosión. Esta oblea tiene el objetivo adicional, aprovechando su menor conductividad térmica, de amortiguar la evacuación del calor, generado en el polvo, hacia los electrodos de la máquina refrigerados por agua.

La pared interior del tubo cerámico se ha lubricado con polvo de grafito, depositado mediante suspensión de grafito-acetona, previamente al proceso de sinterización por resistencia eléctrica. La evolución de la resistencia eléctrica del espécimen durante el procesado se calcula a través de la medida de la tensión entre los electrodos y la intensidad de la corriente circulante. A su vez, la variación de la porosidad de la masa de polvo durante el proceso se ha determinado a través del seguimiento del desplazamiento del punzón, junto con la medida de la porosidad final del compacto.

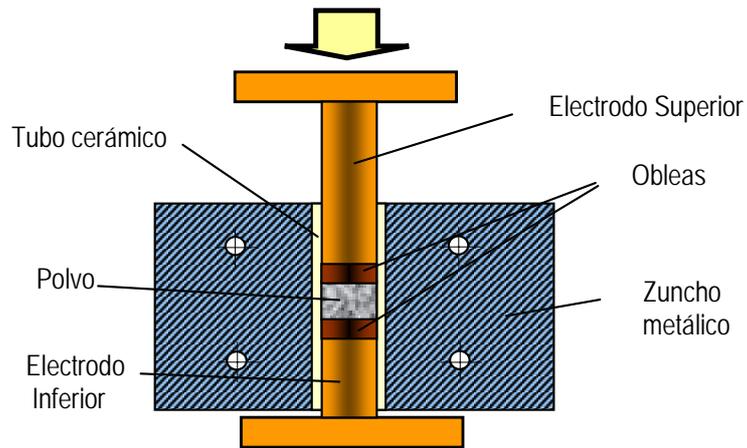


Figura 3.4. Esquema del juego de troqueles empleados en la sinterización por resistencia eléctrica.

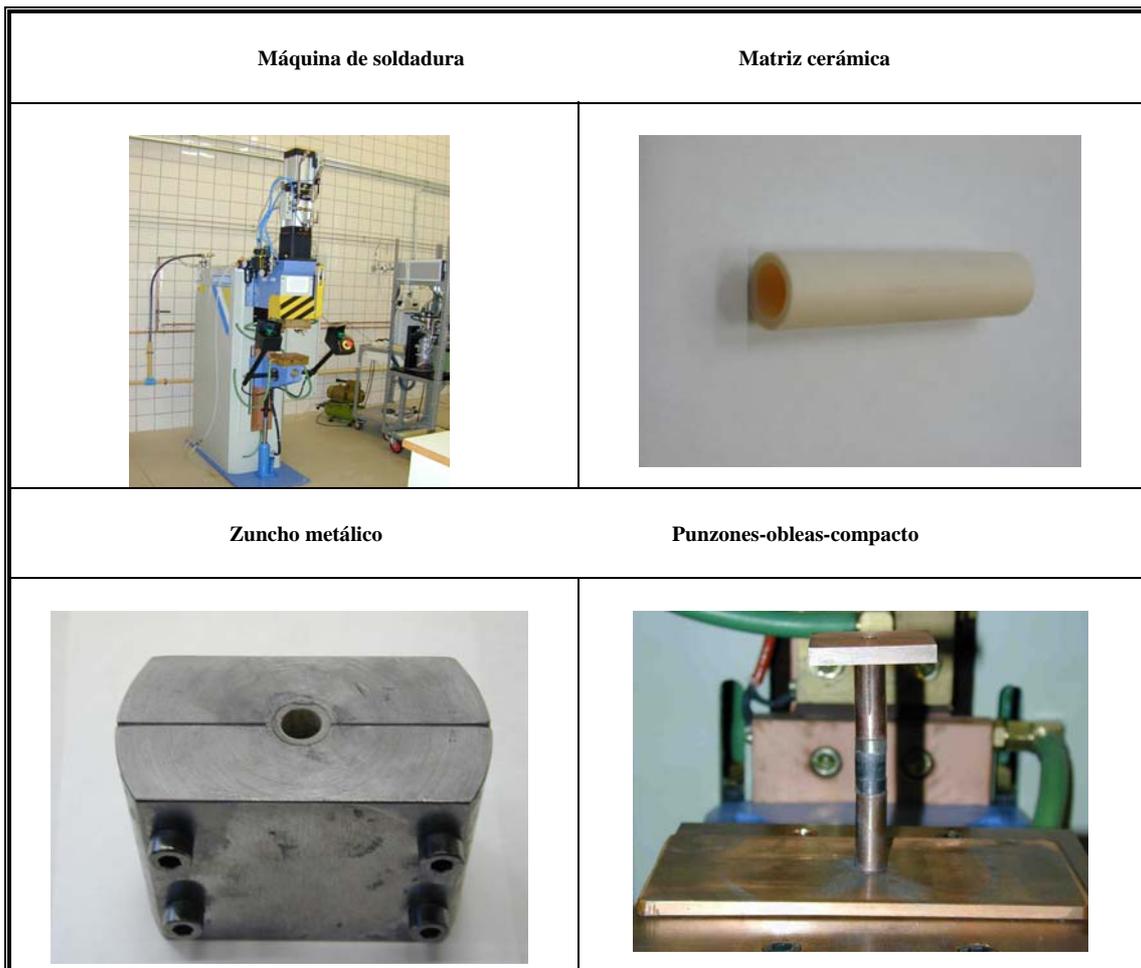


Figura 3.5. Utillaje y máquina

El diámetro interior del tubo cerámico elegido es de 12 mm. La masa de polvo está fijada en 4 g. Esta cantidad permite que los compactos finales tengan alturas cercanas a 6 mm y una relación altura/diámetro cercana a $\frac{1}{2}$. La presión aplicada —constante en todo el proceso— es de 80 MPa. Una presión muy inferior no garantiza el paso de corriente en todos los casos. Una presión superior podría deteriorar los elementos de la matriz. La aplicación de la presión se inicia 1 segundo antes del comienzo del paso de corriente (de 50 Hz), es decir, el lapso de tiempo equivalente a 50 ciclos, y se mantiene hasta la conclusión del proceso.

2.4 S.R.E. de los compactos

Fijada la presión de trabajo, se ha jugado con diferentes combinaciones de intensidad de corriente regulada y tiempo de paso para cada tipo de polvo.

Para el polvo de Fe-Si, la intensidad solicitada se varió desde 6 a 8 kA, en saltos de 1 kA, ya que, en experiencias preliminares, se ha podido constatar que intensidades menores a 6 kA no han permitido consolidar correctamente el agregado de polvo de Fe-Si en tiempos inferiores a 60-70 ciclos. El tiempo de paso se ha fijado en 70 ciclos para que la máquina pueda regular bien el valor de la intensidad, debido a las características especiales de este polvo que tras haber sido molido durante 200 horas posee una altísima dureza.

Para el polvo de Fe-Ni, la intensidad solicitada se ha fijado en 5,5 y 6 kA, ya que, en experiencias preliminares, se ha podido constatar que intensidades mayores a 6 kA, el polvo funde en el interior de la matriz, y la sinterización no es en absoluto adecuada. Por este motivo, el límite superior de intensidad para este tipo de polvo se ha fijado en 6 kA y con tiempos de a 70 ciclos. El tiempo de paso se ha fijado en 70 ciclos para que la máquina pueda regular bien el valor de la intensidad.

En ambos casos, además, se han fijado tiempos de precalentamiento de 10 segundos y una rampa de subida de intensidad que tras varias experiencias previas se ha fijado en 26 grados.

2.5 Caracterización de los compactos

Con el fin de caracterizar y analizar las propiedades de los compactos tras el sinterizado se van a realizar:

- Metalografías de las secciones transversales de todos los tipos de compactos sinterizados.
- Medida de microdureza de distintas zonas de todos los tipos de compactos sinterizados.
- Medida de resistividad de todos los tipos de compactos sinterizados.
- Análisis por Rayos X (XRD) de las distintas zonas de todos los tipos de compactos que se han sinterizado.

2.5.1 Preparación metalográfica y ataque de las muestras.

Una vez que se tiene el compacto sinterizado se procede a su corte transversal y a su posterior empastillado en caliente con baquelita negra.

Acto seguido comienza el *desbaste* de la superficie con un lijado sucesivo de tres pasos, partiendo de una lija de grano grueso (240), pasando por el tamaño medio (600) hasta uno más fino (1000).

A continuación se inicia el *pulido* con polvo de diamante de $3\mu\text{m}$, hasta que desaparecen las rayas de la lija. Una vez finalizado, se pasa al pulido con alúmina gruesa hasta que dejan de verse las rayas del diamante. Tras este paso se procede a la limpieza con agua y alcohol y a su posterior secado con aire caliente.

La muestra está preparada para ser observada al microscopio y analizar su morfología interna.

Para observar la microestructura formada es preciso atacar las muestras para revelar sus límites de grano. En nuestras muestras se han utilizado dos tipos de reactivos que se resumen en la tabla 3.2.

Muestras	Reactivo	Tiempo(s) y tipo de ataque
Fe-Si	Cloruro Férrico acuoso.	20 (inmersión)
Fe-Ni	Nital	10 (algodón)

Tabla 3.2 Condiciones de ataque de las muestras

2.5.2 Microdureza de los compactos

Para medir la dureza de los compactos sinterizados se ha realizado el ensayo de microdureza Vickers [vii]. Esencialmente, el ensayo se lleva a cabo aplicando un penetrador piramidal de diamante (ángulo de 136° entre caras opuestas) sobre la superficie del material convenientemente preparada. A diferencia de los valores de dureza Vickers obtenidos con cargas elevadas, los valores de microdureza varían con la carga utilizada en el ensayo viii. Por esta razón es necesario especificar el valor de la carga utilizada, que en este caso es de 1000 g (HV₁₀₀₀).

Con ayuda de un dispositivo micrométrico adaptado a un microscopio óptico se mide la diagonal de la huella *d*, tomándose como valor de microdureza el correspondiente a la presión de equilibrio del penetrador sobre el material, calculado mediante:

$$HV_{1000} [kp/mm^2] = 1854.4 \frac{P[g]}{d^2[\mu m]^2}$$

Pese a que la unidad de fuerza en el Sistema Internacional es el N, para expresar tanto la microdureza como la dureza se emplea, tradicionalmente, el kp (Sistema Técnico Terrestre). Aún es más, al dar el resultado del ensayo, tras el valor numérico, se suelen colocar las siglas HV (o HB, en caso de dureza Brinell), pero no kp/mm², aunque esta sea la unidad empleada.



Figura 3.6 Microdurómetro

El equipo utilizado es un durómetro ZWICK 3212 001, figura 3.6, con un dispositivo para cargas menores de 1000 g, un ocular de 10X y tres objetivos de 10X, 40X y 60X.

Para el ensayo del compacto se empastilla en caliente con baquelita. De cada muestra se deben hacer 10 medidas sobre la superficie empleando una carga de 1 kg y midiendo las dimensiones de las huellas a 400X. Con el fin de evitar los efectos de la inercia en la aplicación de la carga, la velocidad de caída del penetrador se ha regulado de forma que la manivela tarde 30 segundos en realizar el recorrido. La carga se mantiene aplicada un mínimo de 10 s para garantizar el equilibrio. [ix].

2.5.3 Medida de resistividad.

Para obtener el valor de *Resistividad eléctrica* (ρ) se ha medido en el laboratorio la Resistencia Eléctrica (R) de los compactos, y con la relación conocida entre ambas magnitudes a través de la superficie (S) y espesor (l) del compacto obtendremos el valor de su resistividad:

$$\rho[\Omega \cdot \text{cm}] = R[\Omega] \cdot S[\text{cm}^2] / l[\text{cm}]$$

La medida de resistencia la obtendremos en dos pasos; en primer lugar una primera aproximación del orden de magnitud de la resistencia, y una vez localizado, con un aparato más preciso obtendremos su valor exacto.

La primera aproximación la haremos con el medidor de resistencia digital cuyo nombre comercial es MICROHMMETER CA 10, de la marca Chauvin Arnoux, que tiene una precisión máxima de $1 \mu\Omega$, y utiliza el método de los cuatro puntos a través del puente de Kelvin para la realización de la medida. En la figura 3.7 se puede observar un esquema del montaje interno del aparato, así como el montaje de probeta y los punzones de cuatro puntos utilizados para la medida de la resistencia.

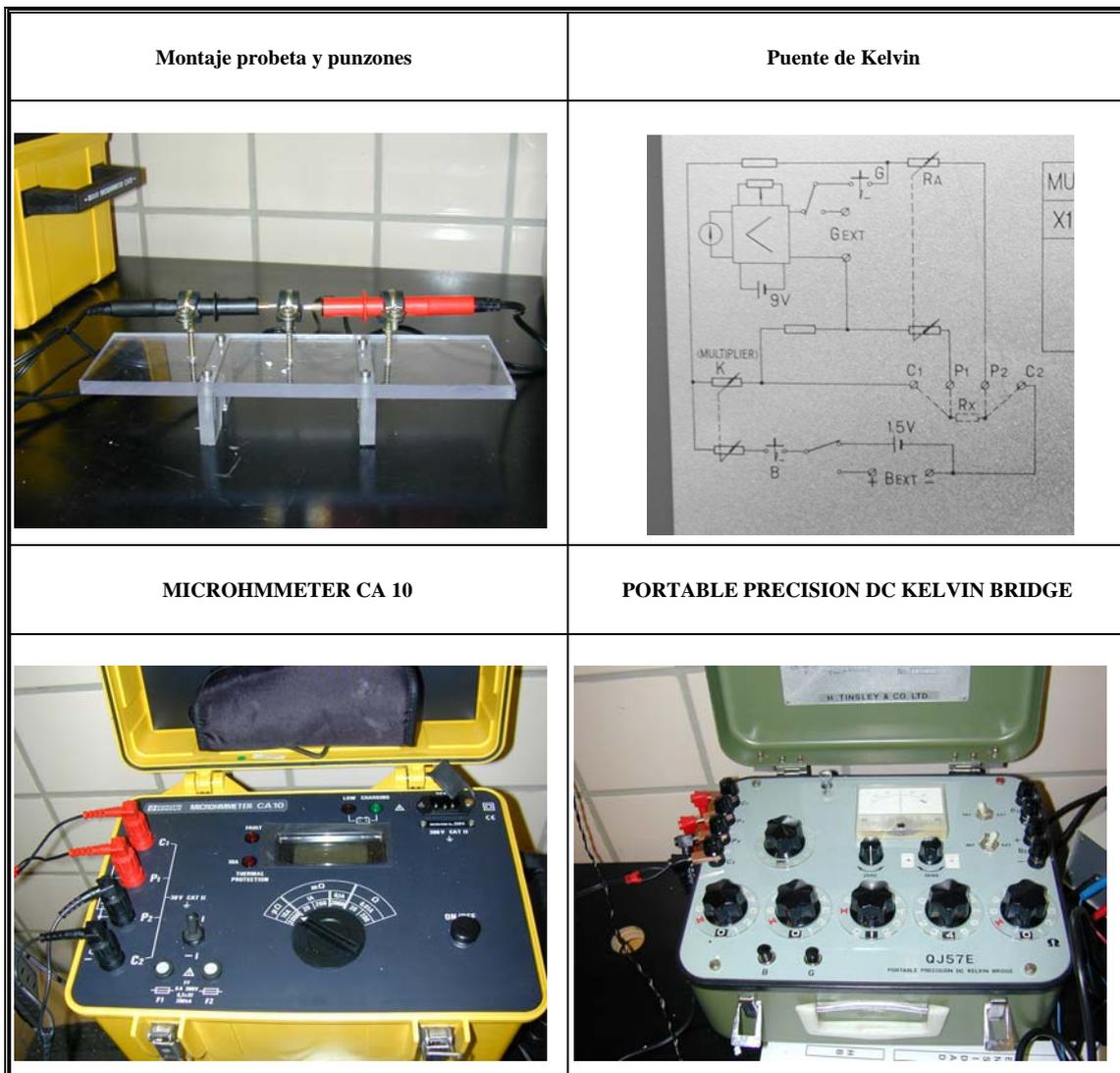


Figura 3.7. Aparatos y montajes de medida.

Con el dato del orden de magnitud de la resistencia se traslada el montaje de la probeta y electrodos a un segundo medidor de resistencia analógico, denominado ‘PORTABLE PRECISION DC KELVIN BRIDGE’, de la casa Htinsely & Co. LTD, de precisión máxima de $0.01 \mu\Omega$, que nos dará el valor exacto de la resistencia del compacto. Este último aparato (figura 3.7) también utiliza el puente de Kelvin y el método de los cuatro puntos para obtener la medida, a través de un montaje similar de probeta y electrodos.

2.5.4 XRD de los compactos

Siguiendo las mismas bases explicadas en el apartado 1.5.1 de este procedimiento experimental, se procede al análisis por Rayos X de los compactos. Como lo que se quiere obtener es el resultado del análisis de las distintas zonas que aparecen en el interior de los compactos, es necesario cortarlos en rebanadas para obtener analizar las superficies que serán las que se exponen a la incidencia de los Rayos X.

Hay que tener en cuenta, que según las restricciones del difractómetro, las muestras cortadas han de tener unas dimensiones límite. La superficie mínima a exponer en el difractómetro es de 1 cm^2 , y el espesor máximo de la muestra, una vez cortada, ha de ser de una pulgada (2.54 cm).

Por este motivo, y teniendo en cuenta las dimensiones en espesor de las zonas que queremos analizar, se decide cortar la muestra en rebanadas de 1.5 mm de espesor, con lo que se tendrán resultados de dos zonas; por un lado, de la zona central del compacto, y por otra parte, de la zona que está separada 1’5 mm del contorno exterior de la probeta.

Para facilitar el corte, que se realiza con la cortadora de precisión (LECO VARI/CUTTM VC-50) es conveniente empastillar en caliente las probetas antes de proceder a su corte, ya que así el agarre de las mismas a la mordaza de la máquina será mejor. Previamente, se ha intentado realizar el corte sin el empastillado y no ha sido posible.

- i Hausner H., *Int. J. Powder Metall.*, 3 (1) (1967), 7
- ii ASTM B 215-96, *Practices for sampling finished lots of metal powders*, Annual Book of ASTM Standards 02.05, Editorial Staff, Philadelphia (USA), 2003
- iii MPIF Standard 01, 1995. *Sampling Finished Lots of Metal Powders*, Standard Test Methods for Metal Powders and Powder Metallurgy Products, 2002
- iv Malvern Instruments, Particle Size Measurement, <http://www.malvern.co.uk>, (2003)
- v ASTM B331-95(2002), *Standard test method for compressibility of metal powders in uniaxial compaction*, Annual Book of ASTM Standards 02.05, Editorial Staff, Philadelphia (USA), 2003
- vi MPIF Standard 45, 1994. *Determination of Compressibility of Metal Powders*, Standard Test Methods for Metal Powders and Powder Metallurgy Products, 2002
- vii MPIF Standard 51. *Determination of microhardness of powder metallurgy materials*, Standard test methods for metal powders and powder metallurgy products, MPIF, Princeton, New Jersey, USA, 2002.

- viii VANDER VOORT, G.F., *Metallography. Principles and practice*, McGraw-Hill, Inc., 20, 1984.

- ix CARVAJAL, C., Proyecto Fin de Carrera, Escuela Superior de Ingenieros, Sevilla, 2001).