

## 4.- Materiales

### 4.1.- INTRODUCCIÓN

Los metales que se van a utilizar para el estudio de la termofluencia de agregados de polvo son el Aluminio, el Estaño y el Plomo, de pureza mayor del 95%. Para poder realizar el estudio objeto de este proyecto será necesario conocer sus propiedades físicas y químicas: tamaño medio de partículas, densidad aparente, densidad de golpeo, porosidad relativa, composición química, etc...., para poder así, justificar sus comportamientos cuando son sometidos a una carga axial de compresión para distintas temperaturas.

En el presente proyecto utilizaremos como datos los obtenidos en anteriores estudios realizados en el mismo laboratorio, limitándonos en el presente proyecto a presentar los resultados que nos servirán como punto de partida para nuestro estudio.

Para cada uno de los polvos se realizó un análisis granulométrico mediante un difractor láser Mastersizer 2000 (Malvern Instruments) y se incluyó también un estudio microscópico de los polvos mediante dos procedimientos:

- Microscopia SEM-SE, que nos proporcionará la morfología del polvo
- Análisis estructural obtenido mediante microscopía óptica, donde se observará la microestructura del metal analizado.

### 4.2.- ALUMINIO

El aluminio puro es blando y tiene poca resistencia mecánica, pero puede formar aleaciones con otros elementos para aumentar su resistencia y adquirir varias propiedades útiles. Las aleaciones de aluminio son ligeras, fuertes, y de

fácil formación para muchos procesos de metalistería; son fáciles de ensamblar, fundir o maquinar y aceptan gran variedad de acabados. Por sus propiedades físicas, químicas y metalúrgicas, el aluminio se ha convertido en el metal no ferroso de mayor uso.

Su temperatura de fusión es de 660 °C y su punto de ebullición de 2450 °C. En nuestro caso vamos a trabajar con el Al puro y en polvo.

#### 4.2.1.- Propiedades experimentales

El aluminio que vamos a utilizar en este proyecto es el Al de pureza nominal superior al 99.5%. Este polvo es fabricado por la empresa ECKARTWERKE (Alemania), mediante la técnica de atomización con aire comprimido del aluminio fundido. El polvo es designado como ECKA Aluminium tipo AS61 y presenta como principal impureza el hierro, y que según análisis químico del Instituto Nacional de Técnica Aeroespacial, Madrid, es de 0.15%.

En la Tabla 4.1 se muestran las impurezas del polvo del aluminio según el fabricante.

Símbolo	Cantidad máxima (% en masa)
Si	0.25
Fe	0.35
Zn	0.05
Cu	0.02
Ti	0.02
Otros (cada uno)	0.03
Otros (total)	0.50

**Tabla 4.1** Impurezas según la norma DIN 1712 / 1, a la que se adapta el polvo de Al según el fabricante.

La empresa que proporciona el polvo remite algunos datos granulométricos y propiedades que se muestran en la Tabla 4.2.

Granulometría seco (DIN 4188)	Resultado
Pasando 125 $\mu\text{m}$	99%
Tamaño medio (Fisher):dF	20 $\mu\text{m}$
Densidad aparente	0.95 g/cm <sup>3</sup>
Densidad de golpeo	1.45 g/cm <sup>3</sup>
Fluidez: 50 g / $\varnothing$ 5mm	No fluye

**Tabla 4.2** Características del polvo Al según fabricante

En el laboratorio se ha llevado a cabo un análisis más detallado del polvo obteniéndose propiedades como las densidades aparente y de golpeo, y porosidad (ver Tabla 4.3), así como un estudio de su granulometría mediante un medidor de difracción láser (Mastersizer 2000 de la empresa Malvern Instruments).

**PROPIEDADES**

**RESULTADO**

Forma de la partícula	Irregular
Densidad absoluta (g/cm <sup>3</sup> )	2.72
Densidad aparente (g/cm <sup>3</sup> )	1.12 (41.26 %)
Densidad de golpeo (g/cm <sup>3</sup> )	1.43 (52.51 %)
Porosidad aparente	58.73 %
Porosidad de golpeo	47.5 %
Fluidez	No fluye libremente
Tamaño medio de partícula	44 Fm

**Tabla 4.3** Propiedades experimentales del Al (polvo)

**4.2.2.- Análisis granulométrico**

Con el fin de conocer la distribución granulométrica de las partículas contenidas en el polvo de aluminio, se ha realizado un análisis granulométrico mediante un medidor de difracción láser. Puede comprobarse que existe cierta diferencia entre las mediciones realizadas por la empresa y por nuestro laboratorio, debido a que los procedimientos utilizados son bien diferentes. Los

datos obtenidos del medidor láser indican que se trata de un polvo con tamaño medio (entendiéndose como tal aquel tamaño por debajo del cual se encuentra el 50% de la masa o volumen de polvo) de  $44.4 \mu\text{m}$ , como se muestra en la Figura 4.1 y Tabla 4.4. La diferencia respecto al dato proporcionado por el fabricante radica en que el método Fisher (basado en la disminución de presión de un flujo de aire a través de una muestra de polvos) no da lugar a resultados de gran exactitud, siendo utilizado en la industria principalmente para fines comparativos en el control de un proceso.

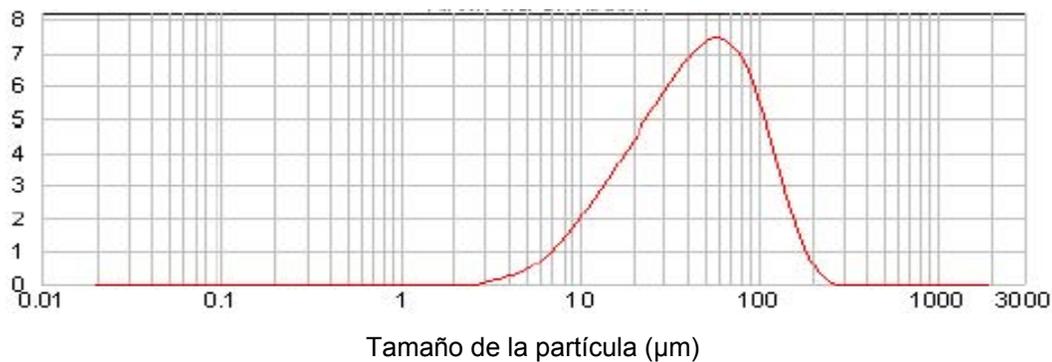


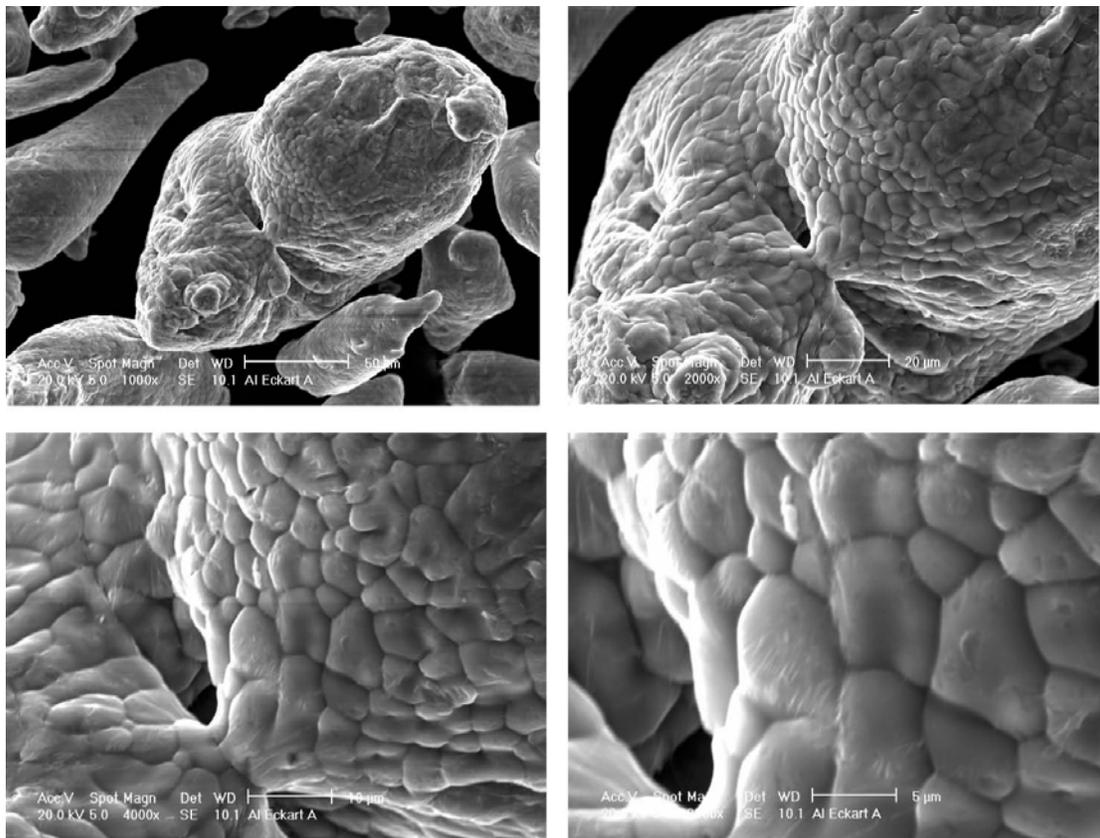
Figura 4.1 Distribución del tamaño de las partículas de Al

Size (µm)	Volume In %										
0.010	0.00	0.105	0.00	1.096	0.00	11.482	2.41	120.226	3.09	1258.925	0.00
0.011	0.00	0.120	0.00	1.259	0.00	13.183	2.84	138.038	2.09	1445.440	0.00
0.013	0.00	0.138	0.00	1.445	0.00	15.136	3.28	158.489	1.24	1689.587	0.00
0.015	0.00	0.158	0.00	1.660	0.00	17.378	3.72	181.970	0.61	1905.461	0.00
0.017	0.00	0.182	0.00	1.905	0.00	19.953	4.15	208.930	0.20	2187.762	0.00
0.020	0.00	0.209	0.00	2.188	0.00	22.909	4.59	239.883	0.00	2511.886	0.00
0.023	0.00	0.240	0.00	2.512	0.00	26.303	5.03	275.423	0.00	2884.032	0.00
0.026	0.00	0.275	0.00	2.884	0.00	30.200	5.46	316.228	0.00	3311.311	0.00
0.030	0.00	0.316	0.00	3.311	0.06	34.674	5.87	363.078	0.00	3801.894	0.00
0.035	0.00	0.363	0.00	3.802	0.12	39.811	6.25	416.869	0.00	4365.158	0.00
0.040	0.00	0.417	0.00	4.365	0.21	45.709	6.55	478.630	0.00	5011.872	0.00
0.046	0.00	0.479	0.00	5.012	0.33	52.481	6.71	549.541	0.00	5754.399	0.00
0.052	0.00	0.550	0.00	5.754	0.49	60.256	6.68	630.957	0.00	6606.934	0.00
0.060	0.00	0.631	0.00	6.607	0.70	69.183	6.41	724.436	0.00	7585.776	0.00
0.069	0.00	0.724	0.00	7.586	0.95	79.433	5.87	831.764	0.00	8709.636	0.00
0.079	0.00	0.832	0.00	8.710	1.26	91.201	5.10	954.993	0.00	10000.000	0.00
0.091	0.00	0.955	0.00	10.000	1.61	104.713	4.13	1096.478	0.00		
0.105	0.00	1.096	0.00	11.482	2.00	120.226		1268.925			

Tabla 4.4 Distribución granulométrica del polvo de Al

### 4.2.3.- Morfología y estructura

La morfología del polvo de aluminio se ilustra mediante microscopía SEM-SE, en la Figura 4.2. En ella puede observarse su morfología irregular, con tamaño de partícula no uniforme y superficies brillantes. Respecto a la apariencia de los polvos, la masa de polvo de Al es de color gris brillante.

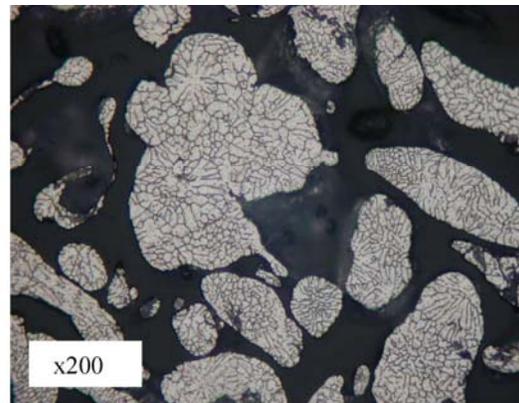
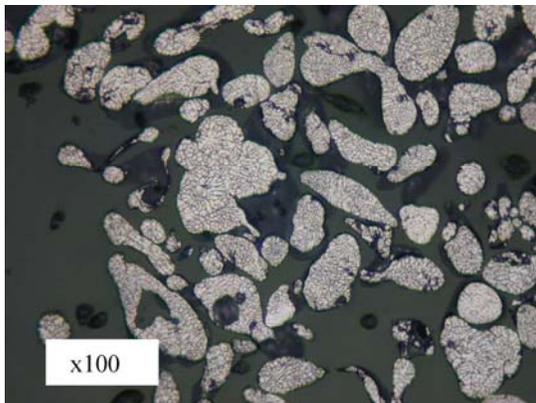


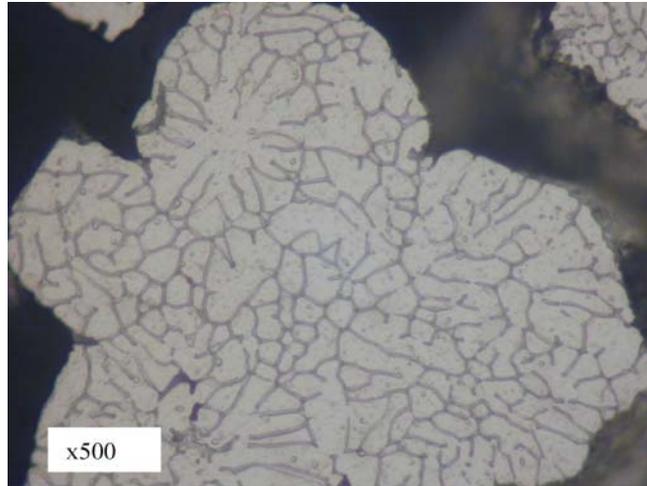
**Figura 4.2** Morfología del polvo de aluminio, obtenida mediante microscopía SEM-SE

La forma irregular se debe a que son polvos atomizados en aire, por lo que aparece una capa de óxido durante la solidificación. Esta capa de óxido previene la esferoidización, mediante tensión superficial, de las gotas de aluminio fundido

(los óxidos en estado sólido tienen energías superficiales un orden de magnitud inferior a los metales en estado sólido). También puede apreciarse la existencia de una cierta rugosidad superficial, motivada por la presencia de una especie de escamas en la superficie de las partículas.

La microestructura del metal se observa a través del microscopio óptico, previamente preparando una muestra de polvo sobre resina de poliéster y atacada con el reactivo de Keller, se aprecia una fina estructura dendrítica formada por la solidificación a una velocidad muy elevada, Figura 4.3. Además se puede apreciar, una estructura más o menos redondeada de los granos





**Figura 4.3** *Microestructura del polvo de aluminio, obtenida mediante microscopía óptica*

### **4.3.- ESTAÑO**

El estaño es muy dúctil y maleable. Se funde a baja temperatura; tiene gran fluidez cuando se funde y posee un punto de ebullición alto. Es suave, flexible y resistente a la corrosión en muchos medios. Una aplicación importante es el recubrimiento de envases de acero para conservar alimentos y bebidas. Otros empleos importantes son: aleaciones para soldar, bronce y aleaciones industriales diversas. Los productos químicos de estaño, tanto inorgánicos como orgánicos, se utilizan mucho en las industrias de galvanoplastia, cerámica y plásticos, y en la agricultura.

Su temperatura de fusión es de 232 °C y su punto de ebullición de 2260 °C.

#### **4.3.1.- Propiedades experimentales**

El siguiente polvo con el que vamos a trabajar es estaño puro. Éste ha sido obtenido mediante atomización por aire comprimido, presenta una forma irregular de la partícula y tiene una pureza del 99.9%. Ha sido fabricado por la empresa

ECKA Granules Poudment S.A.S., la cual nos proporciona las características siguientes:

Características	Unidades	Valor lim. inferior	Valor lim. superior
<i>Cribado (tamices):</i>			
>□ >200µm	%	-	0.1
>□ >63µm	%	-	5
<i>Densidad aparente</i>	g/cm <sup>3</sup>	3,4	4
<i>Tamaño medio de partícula (Fisher)</i>	µm	17	23
<i>Superficie específica</i>	cm <sup>2</sup> /g	350	480
<i>Análisis químico:</i>			
<i>Contenido de Pb</i>	ppm	-	400
<i>Contenido de Cd,Cr,Hg</i>	ppm	-	50

**Tabla 4.5** Características del estaño en polvo proporcionadas por el fabricante

En los laboratorios se han llevado a cabo, por otro lado, una serie de pruebas experimentales que nos han servido para obtener las propiedades fundamentales del estaño. En la Tabla 4.6 se muestran dichas propiedades experimentales.

PROPIEDADES	RESULTADO
Forma de la partícula	Irregular /esférica
Densidad absoluta (g/cm <sup>3</sup> )	7.3
Densidad aparente (g/cm <sup>3</sup> )	3.96 (54.35 %)
Densidad de golpeo (g/cm <sup>3</sup> )	3.97 (54.4 %)
Porosidad aparente	45.64 %
Porosidad de golpeo	45.5 %
Fluidez	No fluye libremente
Tamaño medio de partícula	29.57 µm

**Tabla 4.6** Propiedades experimentales del Sn en polvo

### 4.3.2.- Análisis granulométrico

La distribución granulométrica se ha obtenido mediante difracción láser (Mastersizer), método, que como es sabido, difiere del utilizado por el fabricante (Fisher). En la Figura 4.4 y en la Tabla 4.7 se muestran los resultados obtenidos.

Volumen % vs. Tamaño de la partícula (µm)

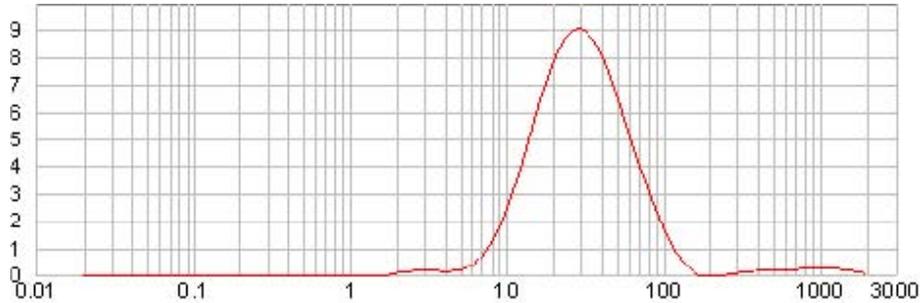


Figura 4.4 Distribución del tamaño de las partículas de Sn

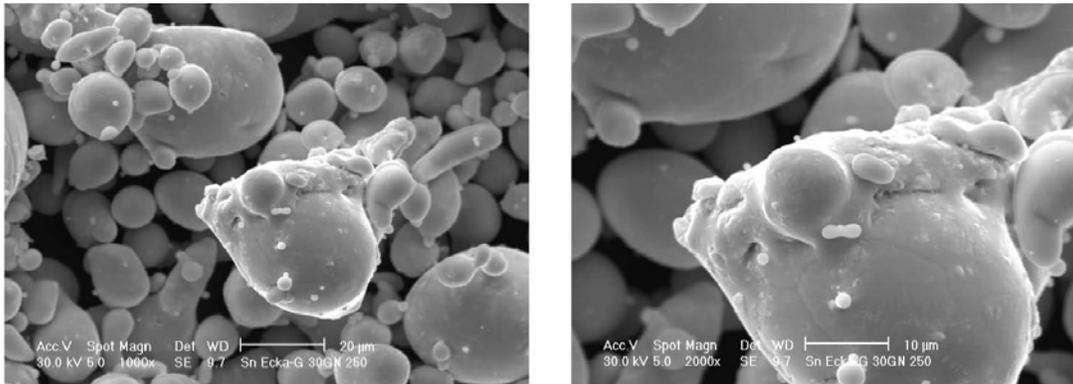
0.010	0.00	0.105	0.00	1.096	0.00	11.482	3.52	120.226	0.47	1258.925	0.19
0.011	0.00	0.120	0.00	1.259	0.00	13.183	4.59	138.038	0.13	1445.440	0.11
0.013	0.00	0.138	0.00	1.445	0.00	15.136	5.65	158.489	0.00	1659.587	0.06
0.015	0.00	0.158	0.00	1.660	0.00	17.378	6.62	181.970	0.00	1905.461	0.02
0.017	0.00	0.182	0.00	1.905	0.08	19.953	7.41	208.930	0.00	2187.762	0.00
0.020	0.00	0.209	0.00	2.198	0.10	22.909	7.93	238.883	0.00	2511.886	0.00
0.023	0.00	0.240	0.00	2.512	0.12	26.303	8.14	275.423	0.05	2884.032	0.00
0.026	0.00	0.275	0.00	2.884	0.12	30.200	8.04	316.228	0.09	3311.311	0.00
0.030	0.00	0.316	0.00	3.311	0.11	34.674	7.63	363.078	0.11	3801.894	0.00
0.035	0.00	0.363	0.00	3.802	0.11	39.811	6.98	416.889	0.12	4365.158	0.00
0.040	0.00	0.417	0.00	4.365	0.12	45.709	6.15	478.630	0.12	5011.872	0.00
0.046	0.00	0.479	0.00	5.012	0.19	52.481	5.19	549.541	0.13	5754.399	0.00
0.052	0.00	0.550	0.00	5.754	0.36	60.256	4.20	630.957	0.15	6606.934	0.00
0.060	0.00	0.631	0.00	6.607	0.65	69.183	3.22	724.436	0.18	7585.776	0.00
0.069	0.00	0.724	0.00	7.586	1.10	79.433	2.33	831.764	0.19	8709.636	0.00
0.079	0.00	0.832	0.00	8.710	1.74	91.201	1.56	954.983	0.20	10000.000	0.00
0.091	0.00	0.955	0.00	10.000	2.56	104.713	0.93	1096.478	0.19		
0.105	0.00	1.096	0.00	11.482		120.226		1258.925			

Tabla 4.7 Distribución granulométrica del polvo de Sn

De los datos obtenidos, llegamos a la conclusión del que el tamaño medio de partículas de Sn es de 29.57µm, que no se sitúa en el intervalo dado por el fabricante (1723 µm) porque como ya hemos comentado anteriormente, el método empleado es el de Fisher.

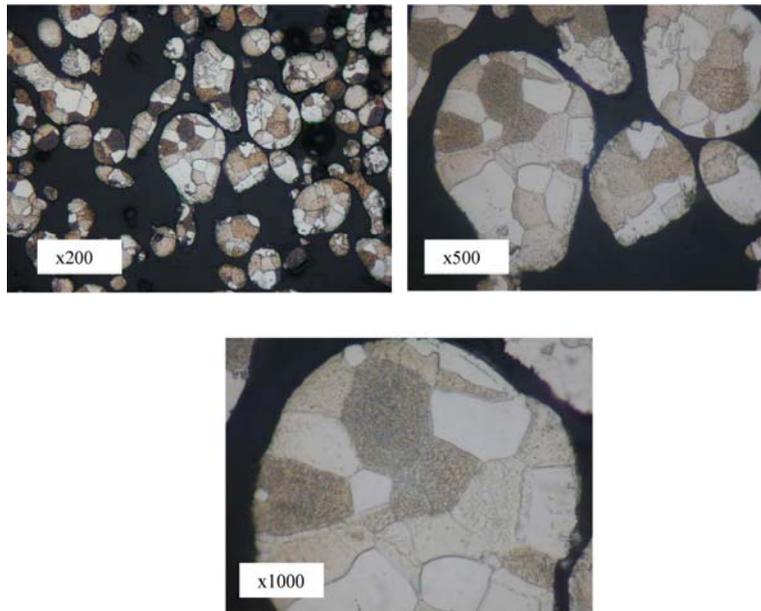
### 4.3.3.- MORFOLOGÍA Y ESTRUCTURA

De igual forma que en el caso del aluminio, la morfología del estaño se muestra a través de microscopía SEM, Figura 4.5, donde se observa que las partículas tienen forma casi esférica y la superficie prácticamente lisa. El polvo es de color grisáceo.



**Figura 4.3** Microestructura del polvo de estaño, obtenida mediante microscopía óptica

En cuanto a su microestructura, la Figura 4.6 nos revela una estructura de granos poligonales. Para revelar esta microestructura se ha tomado una muestra de polvo de estaño sobre resina de poliéster y se ha atacado con 0.2 ml de HCl y 9.5 ml de etanol



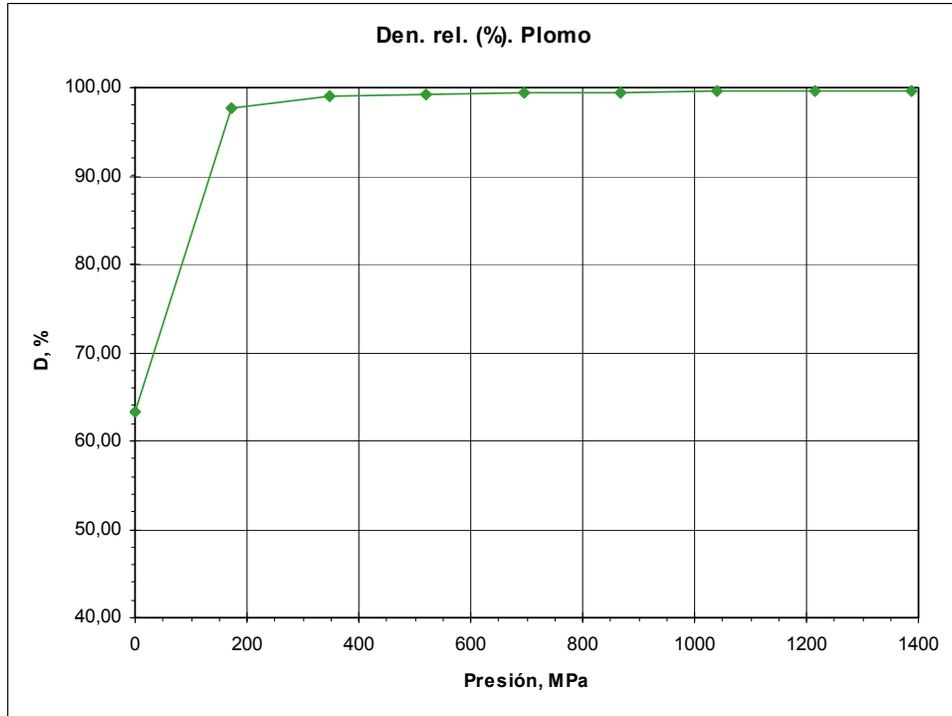
**Figura 4.6** *Microestructura del polvo de estaño*

#### **4.4.- PLOMO**

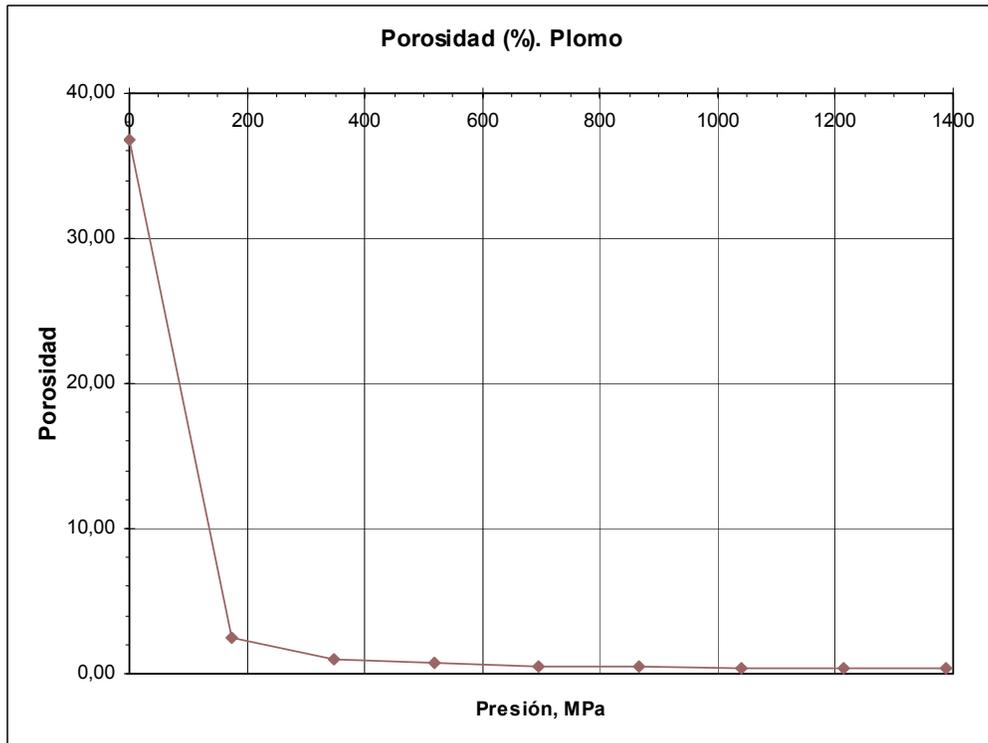
Dado que el proyecto en el que se basa el presente estudio solo trató con ensayos de aluminio y estaño, no se poseen datos para el plomo tan detallados como del resto de los materiales. Presentamos a continuación los datos referentes a la obtención de la curva de compresibilidad y granulometría, así como de la microestructura:

##### **4.4.1.- Curva de compresibilidad**

En las figuras 4.7 y 4.8 se representa la densidad relativa y la porosidad (en %) frente a la presión para el polvo de plomo utilizado en los ensayos.



**Figura 4.7** Densidad relativa frente a presión para el polvo de plomo



**Figura 4.8** Porosidad frente a presión para el polvo de plomo

#### 4.4.2.- Granulometría:

En la tabla 4.8 se muestran los resultados obtenidos en las mediciones de granulometría del polvo de plomo utilizado en los ensayos:

	1	2	3	4	5	6	7	8	Media	Error
<b>Diám. ext.</b>	12,21	12,22	12,23	12,21	12,21	12,22	12,22	12,22	<b>12,218</b>	0,007
<b>Altura fuera</b>	12,60	12,69	12,65	12,65	12,66	12,63	12,61	12,59	<b>12,635</b>	0,034

**Tabla 4.8** Resultados de las mediciones de granulometría para el polvo de plomo

**4.5.- BIBLIOGRAFÍA**

- [1]. Propiedades químicas del aluminio. <http://www.lenntech.com>.19982005.
- [2]. Metals Handbook, Vol. 7, 9th Ed., ASM International. Metals Park, OH, (USA) (1984), 214232.
- [3]. J. J. Moore, Chemical Metallurgy, 2nd Ed., Butterworths, London, 1990.
- [4]. Mc.GrawHill Interamericana de España, SAU. <http://www.macgrawhill.es>.
- [5]. Metals Handbook, Vol .9, 9th Ed., ASM International. Metals Park, OH, (USA) (1984), Metallographics Techniques and Microstructures, pág. 450, Table 1.
- [6]. Secretaría de economía. Grafito. <http://www.economía.gob>.2005.