

# 4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

## 4.1 MUESTEO DEL POLVO

Los polvos que se han usado durante la realización de este proyecto han sido, polvo de aluminio en estado de recepción, Al ER, polvo de bronce (Ecka 89/11) y polvo de acero inoxidable 316L (SCM), procedentes de la empresa alemana Eckart Werke. Durante el transporte y manejo de los polvos, puede producirse en el contenedor una segregación de los mismos, de forma que las partículas de menor tamaño ocupan preferentemente el fondo del envase, sobrenadando en la masa del polvo las de mayores dimensiones [1]. Debido a ello, y con el fin de evitar muestras poco representativas del lote recibido, tanto en los ensayos de caracterización de los polvos como en las experiencias de pulvimetalurgia, se ha procedido siguiendo alguna de las consideraciones tipificadas en la norma ASTM B 215, “Test Method for Sampling Finished Lost of Metal Powders” [2], o de la norma homóloga MPIF Standard 01[3]. A continuación se describe la forma de extracción de muestras.

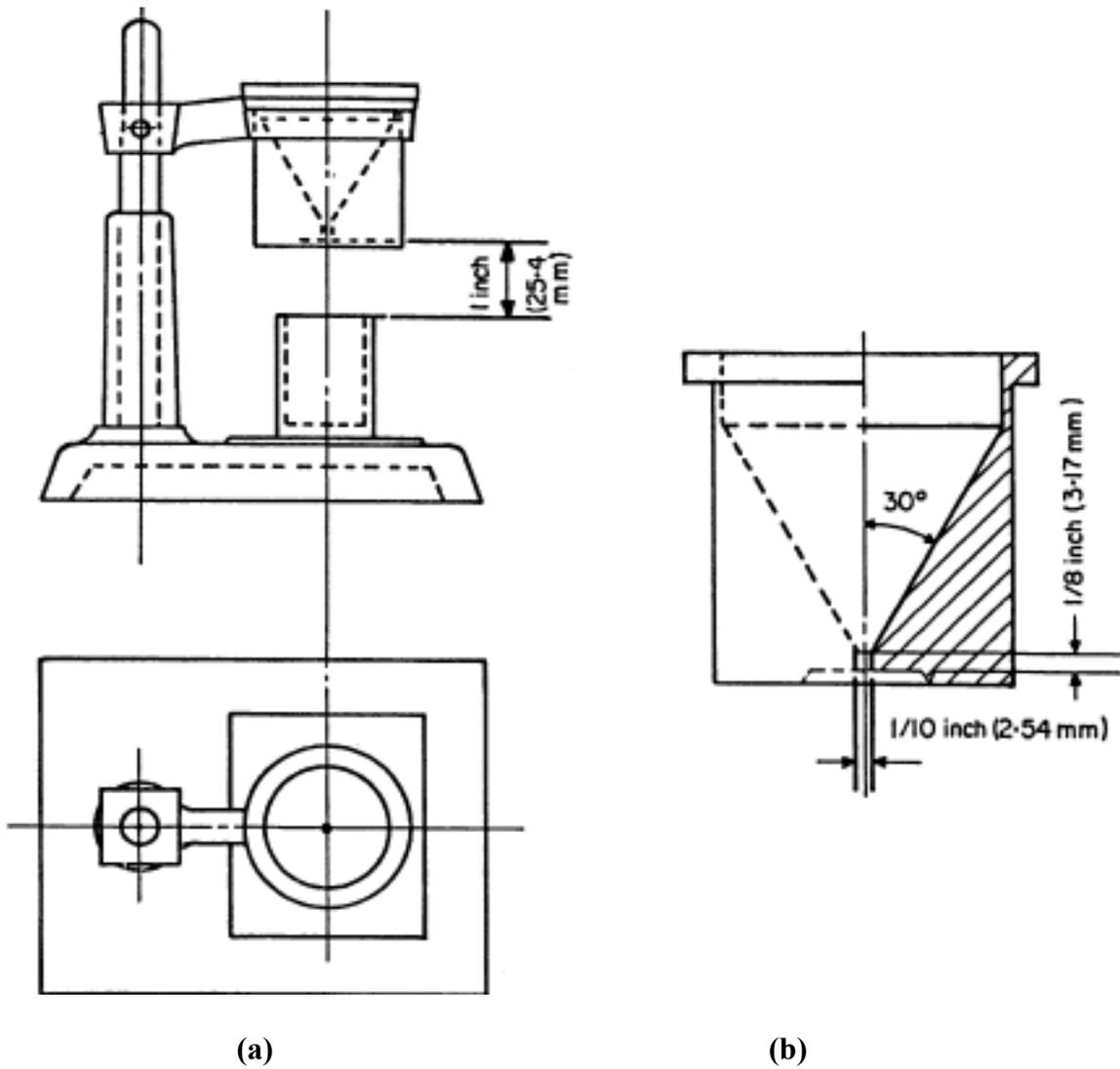
Para extraer las muestras de polvo, del recipiente en el cual se recibieron, se ha utilizado un tubo de vidrio de 10 mm de diámetro y 300 mm de longitud. Introduciéndolo en la masa de polvo, hasta el fondo del recipiente, permite obtener un testigo en toda la profundidad del mismo. De esta forma, en el caso de que se haya producido segregación de partículas en el recipiente, se obtendrá una muestra representativa del polvo recibido. Mediante sucesivas extracciones se completa la cantidad necesaria de polvo, la cual se introduce en un recipiente de plástico. Para el muestreo del polvo se ha elegido el método por el cual se va depositando el polvo en un vidrio reloj de tamaño apropiado, describiendo círculos concéntricos con el fluidímetro de Hall, determinándose posteriormente las muestras del polvo a partir de sectores circulares del anillo que se fue generando anteriormente [4].

## 4.2 CARACTERIZACIÓN DEL POLVO

### 4.2.1 FLUIDEZ

La fluidez se mide como el tiempo que tarda en caer una cantidad de polvo determinado, debido al efecto de la gravedad, a través de un pequeño orificio. Cuando un polvo fluye se determina la velocidad de fluidez, que es la relación entre la masa que fluye y el tiempo empleado, de toda ella, en atravesar el orificio. Esta característica sirve para determinar el tiempo de llenado de los moldes en los cuales se prensarán los polvos. Es conveniente que el valor de dicha velocidad sea lo mayor posible, sobre todo en aquellos casos de alta producción.

El proceso para determinar la velocidad de fluidez, esta determinado en la normativa ASTM, específicamente en la norma “Test Method of flow rate of metal powder” [5], y consiste en seleccionar una muestra de 50 g de polvo, sin humedad, la cual se deposita en un fluidímetro de Hall (Figura 1), que mantiene el orificio de descarga cerrado. Una vez lleno se abre el orificio, y mediante un cronómetro se mide el tiempo que tarda en vaciarse el fluidímetro, con el cual se puede calcular la velocidad de fluidez. En la Figura 1 también se muestra el montaje mediante el cual se realiza el procedimiento anteriormente expuesto.



**Figura 1:** [6] (a) Montaje para determinar la densidad aparente. (b) Fluídmetro de Hall.

## 4.2.2 DENSIDAD APARENTE

La densidad aparente es el peso por unidad de volumen de un polvo vertido libremente, se mide en  $\text{g}/\text{cm}^3$ . La forma de obtener el valor de esta propiedad también está recogido en las normas ASTM, concretamente en la norma “Test method of apparent density of free-flowing metal powders” [7], y consiste en colocar el fluidímetro de Hall, el cual contiene 50 g de polvo, sobre una cubeta cilíndrica, de  $25 \text{ cm}^3$  de capacidad y de 30 mm de diámetro, separados 25 mm de altura tal como se puede apreciar en la Figura 1. Una vez que el polvo llena completamente la cubeta, esta se enrasa, de forma que quede una superficie plana en la abertura de la misma. A continuación, se pesa la masa que contiene la cubeta, la cual se divide por la capacidad de la misma, obteniendo de esta forma el valor de la densidad aparente.

## 4.2.3 DENSIDAD DE GOLPEO

La densidad de golpeo indica la densificación que se produce en un polvo, al someterlo a vibración, sin ser compactado mediante presión. Para obtener el valor de esta característica se han tenido en cuenta la norma “Test method for tap density of refractory metals and compounds by Tap-Pak volumeter” [8] perteneciente a las normas ASTM. El procedimiento ha consistido en colocar 5 g de polvo en una probeta seca y graduada, de  $10 \text{ cm}^3$  de volumen, la cual ha sido agitada en una pulidora vibratoria durante un minuto de tiempo (Figura 2), obteniendo un volumen determinado, que junto con la masa proporciona la densidad de golpeo.



**Figura 2:** Pulidora vibradora y probeta graduada.

#### 4.2.4 ANÁLISIS GRANULOMÉTRICO

Los procesos pulvimetalúrgicos están influidos por la distinta distribución del tamaño de las partículas del polvo. Para determinarlo se ha usado el equipo MASTERSIZER (Figura 3) de la firma Malvern. Su forma de funcionamiento se basa en la dispersión de un haz de luz coherente para medir la distribución de tamaños de partícula de una muestra de polvo. El procedimiento de medición consta de las siguientes etapas:

1. Puesta a cero del equipo, que se realiza en primer lugar alineando el haz, lo cual se realiza comprobando que el láser en ausencia de muestra incida directamente con el detector de refracción central. A continuación se realiza la medición de fondo, que consiste en determinar la intensidad de luz que llega a cada detector, con la muestra en vacío. Por último se introduce el número de refracción de la muestra en el programa del equipo. A la longitud de onda del haz He-Ne, del cual dispone este equipo ( $\lambda = 633 \text{ nm}$ ), se le conoce como el índice de refracción de la muestra, tanto la parte real como la imaginaria ( $r+ia$ ).
2. Dispersión de la muestra en el líquido. La dispersión en agua se ha realizado durante 5 minutos, mediante ultrasonidos y antifloculantes para deshacer las aglomeraciones de partículas.
3. Se pone la muestra en el agitador-bomba, el cual pone en movimiento el agua.
4. Se conecta el láser, recogiendo los detectores la intensidad y el ángulo de incidencia de la luz, para cada uno de ellos. Con estos parámetros, el software del equipo calcula la distribución de tamaños de partículas en dispersión.



**Figura 3:** Mastersizer 2000, equipo para la medición del tamaño de las partículas de un polvo.

## 4.2.5 ANÁLISIS MORFOLÓGICO

El análisis morfológico de las partículas del polvo se ha realizado mediante el microscopio electrónico de barrido (SEM). La forma de las partículas, depende en gran medida del proceso de fabricación y del tratamiento del polvo. Mediante la observación con este microscopio podemos clasificar las partículas del polvo, según su morfología en: nodular, dendrítico, acicular, fibroso, hojuela, esferoidal, angular, irregular y granular. Mediante esta técnica también se puede observar la rugosidad y la porosidad superficial.

Para ello se ha empleado el microscopio de la firma comercial Philips, modelo XL 30 (Figura 4), con dispositivo para EDX (Energy Dispersive X-ray microanalysis). Dicho microscopio está en el servicio de Microscopía Electrónica de la Universidad de Sevilla, en la facultad de Física. Una muestra de polvo es depositada sobre un portamuestra fijándola con una cinta adhesiva de doble cara. Antes de su observación, se le aplica una deposición de carbón, con el fin de hacerla conductora de la electricidad.

Los valores de los parámetros más significativos de trabajo, son los que se muestran a continuación:

### Polvo:

- Tensión: 10 kV.
- Tamaño de Spot: 4.5 – 5.0.
- Magnificación display: 1000X.
- Distancia de trabajo (WD): 10
- Imágenes y Videoprints : 5



**Figura 4:** Pulidora vibradora y probeta graduada.

### **4.3: CURVA DE COMPRESIBILIDAD**

La curva de compresibilidad, es la representación gráfica de la densidad, en función de la carga de compactación de los polvos. Es de gran utilidad, puesto que con ella se puede determinar la presión necesaria a aplicar al polvo, para de esta forma obtener la densidad de prensado, que en este caso es de capital importancia, ya que una parte fundamental de la cual se ocupa este proyecto es determinar la evolución de la densidad de la muestra en función de la temperatura de sinterización, como ya se citó anteriormente, por lo tanto se debe saber exactamente de que densidad se parte inicialmente.

El proceso a seguir para la obtención de la misma consta de los siguientes pasos, los cuales han sido los mismos en los distintos tipos de polvo:

1. Se selecciona, la cantidad de polvo, en función del tipo de polvo, de forma que cree una probeta cilíndrica que se acomode a las dimensiones del molde. Los valores varían para cada polvo, siendo de 4 g para el Aluminio, 12 g para el bronce y 10 g para el acero inoxidable. La masa antes mencionada, se deposita en un vidrio reloj.
2. Una vez seleccionada la cantidad de polvo necesaria para el ensayo, la depositamos en el molde, el cual debe estar debidamente lubricado, con un lubricante con una composición de 10 g de cera por cada 100 cm<sup>3</sup> de acetona. Se deposita la matriz (Figura 5), con el polvo en su interior pero sin cerrar por su parte superior, en una pulidora vibratoria similar a la que se uso para medir la densidad de golpeo, durante 1 minuto, de forma que la densidad de partida sea similar a la de golpeo. Una vez agitada la muestra se cierra el molde de forma suave.



**Figura 5:** Matriz de acero.

3. A continuación se coloca el molde en la máquina universal de ensayos MALICET ET BLIN U-30. Para poder medir la penetración del punzón, se dispone de un reloj comparador de 50mm de recorrido y una apreciación de 0.01

mm Se coloca la probeta con carga nula y se toma el valor del reloj comparador. Se va sometiendo progresivamente a carga a la muestra, tomando el valor del reloj comparador cada incremento de dos toneladas, en cada toma hay que dejar un tiempo de asentamiento de la carga que en los primeros valores es de dos minutos y posteriormente de un minuto. Se toman valores hasta llegar a las 16 toneladas, momento en que se para el ensayo. En la Figura 6 se muestra el montaje anteriormente descrito.

4. Una vez sometida compactada la probeta, se saca del molde, y se le realizan 8 medidas de altura con un pie de rey, y otras 8 medidas del diámetro con similar instrumento de medida, de las cuales 4 serían en las bases, 2 en cada una y las 4 restantes serían en la parte central de la probeta.
5. Mediante las medidas obtenidas de la probeta, junto con las relaciones de alturas y las cargas en las que se tomaron las mismas podemos determinar, mediante una serie de operaciones matemáticas, las cuales vamos a obviar aquí por no ser de relevancia en el tema que se desarrolla en el trabajo, la curva de compresibilidad.



**Figura 6:** Máquina universal de ensayos MALICET ET BLIN U-30, con el montaje para realizar la curva de compresibilidad.

#### ***4.4 PROCESO DE COMPACTACIÓN DE LOS POLVOS***

Una vez determinadas las características generales de los polvos, se comienzan a desarrollar los ensayos necesarios para la consecución de los objetivos del proyecto. Y para la realización de los mismos, el primer paso es la compactación de los polvos para formar probetas, que posteriormente serán sinterizadas y analizadas.

Con ánimo de una mejor comprensión del proceso que se ha llevado a cabo, en primer lugar se expondrá el proceso general realizado y posteriormente se indicarán las excepciones realizadas al proceso, y los distintos problemas y peculiaridades del mismo. Pero antes de entrar en detalle sobre la descripción del proceso, hay que puntualizar que los parámetros en función de los cuales se han seleccionado las cargas de compactación, han sido seleccionados de forma que la densidad de partida fuera la menor posible, esto se debe a que con una densidad menor de partida el campo para analizar la evolución de la misma es mucho mayor, como es lógico.

A la hora de seleccionar la carga de compactación de los polvos, se tuvo en cuenta el criterio de obtener un valor determinado de porosidad normalizada ( $\Theta_R$ ), cuyo valor se determina mediante la relación  $\Theta_R = \Theta / \Theta_M$ , siendo  $\Theta$  la porosidad de la muestra y  $\Theta_M$  la porosidad de golpeo del polvo. Esto se llevo a cabo de esta manera, con el fin de que los puntos de partida de los distintos polvos tengan unas características comunes, para dar posibilidad a una posterior comparación de los resultados. Las porosidades normalizadas de partida eran de 0.75 y 0.6, pero debido a que la compactación del bronce para porosidades tan altas no es posible y las muestras se deshacían, se tomaron como porosidades normalizadas de referencia, los valores de 0.6 y 0.4. Esta decisión fue tomada porque para porosidades normalizadas mayores de 0.6, las probetas de bronce no se mantienen con la suficiente compactación como para poder trabajar con ellas.

Partiendo de las porosidades normalizadas anteriormente mencionadas, y teniendo conocimiento de la porosidad de golpeo, que se calculó en la caracterización de los polvos, es inmediato obtener el valor de la porosidad con el cual también es inmediata la obtención del valor de la densidad del polvo. Con dicho valor y junto con la curva de compresibilidad se obtiene la carga de compresión.

Con el valor de la carga de compresión, se obtiene el valor de secuencia, que es el valor que se introduce en el software de la máquina de compresión, SUZPECAR MUE-60 (Figura 7) de forma que se aplique la carga que es requerida a la probeta. Este valor de secuencia se obtiene mediante una tabla de correlaciones entre el mismo y la carga, en función del tipo de probeta a comprimir, que se proporciona con la máquina. El proceso de compresión esta controlado todo el rato mediante el software anteriormente mencionado.



**Figura 7:** SUZPECAR MUE-60

La matriz del molde, en el cual se produce la compactación, debe ser lubricada con similar lubricante al aplicado en el caso de la obtención de la curva de compresibilidad, y los valores de la masa de polvos son similares, igualmente, al caso anteriormente mencionado.

Una vez expuesto el caso general, vamos a comenzar con la exposición de las particularidades que se tuvieron que tener en cuenta para la obtención de las distintas muestras.

En primer lugar, es muy importante resaltar, una vez más, la enorme fragilidad de los compactos de bronce que se obtienen, por ello es muy importante tener en cuenta que a la hora de sacar del molde la probeta, el proceso debe realizarse con enorme cuidado, sin dejar que la probeta al desprenderse del molde, tenga apenas caída, puesto que sino se deshará quedando inútil. Esto debe tenerse en cuenta, tanto para la probeta de 0.6, como para la probeta de 0.4, ya que ni siquiera esta, a pesar de tener mayor densidad, alcanza una compactación grande.

La segunda consideración a tener en cuenta, incumbe al aluminio de porosidad normalizada 0.6. Debido a que las cargas de compresión del aluminio son muy bajas, la carga necesaria para obtener la densidad que necesitamos para obtener la porosidad antes mencionada es extremadamente pequeña. La carga antes mencionada no se puede alcanzar con la máquina SUZPECAR MUE-60, debido a que antes de someter la muestra a carga, la somete a una precarga, cuyo valor es mayor que el necesario para obtener la densidad buscada. Por ello, se busco un nuevo método para realizar la compactación de las probetas con la máquina universal de ensayos MALICET ET BLIN U-30. A la hora de la determinación de las cargas en la misma, el tiempo al que debe someterse la probeta a la misma y la velocidad de crecimiento, para llegar a ella, son completamente desconocidos. Para solucionar este problema, se parte de una velocidad de crecimiento, que en este caso fue de 1 Tm /min, y un tiempo de estancia en la carga

de 2 minutos. Esto dos parámetros de proceso, se determinaron en base a una optimización del proceso, en cuanto al tiempo, el menor posible, como a cercanía con la carga teórica elegida, y se ajustaron durante el desarrollo totalmente empírico con el cual se determinó la carga.

Para la determinación de la carga, se partió de la velocidad antes mencionada, y de un tiempo de estancia de 1 minuto, sometiendo a la probeta a la carga teórica obtenida mediante la curva de compresibilidad, dando como resultado un valor de la densidad menor al buscado. A continuación se fue amentando la carga, en sucesivas pruebas, hasta obtener un valor de carga en el cual la densidad era bastante parecida a la buscada, aunque un poco menor a la misma, el valor era 800 Kg. Una vez determinada la carga se ajustó el tiempo de estancia en la misma, que fue aumentando progresivamente, hasta obtener los dos minutos, cuyo valor ajustaba la densidad al valor deseado.

En resumen, el aluminio para ser prensado con una porosidad normalizada de 0.6, debe prensarse en la máquina universal de ensayos MALICET ET BLIN U-30, con las siguientes condiciones:

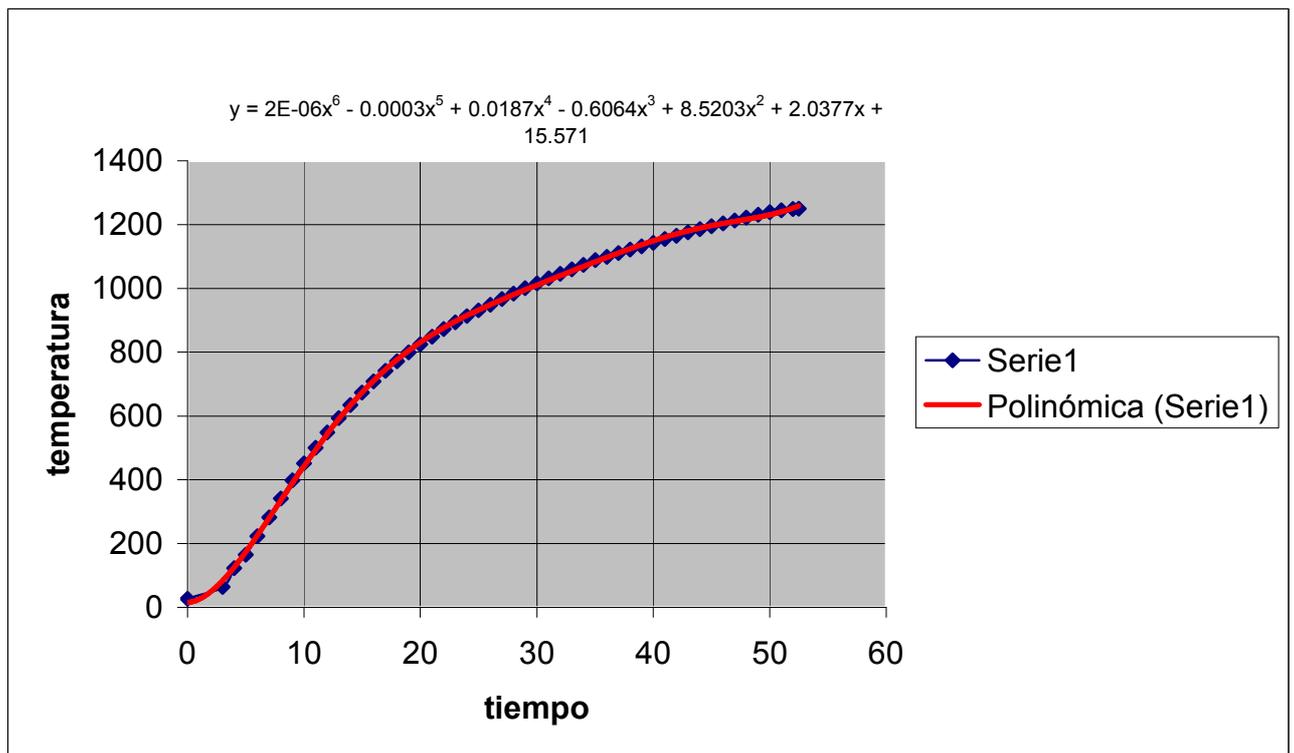
- Carga: 800 kg.
- Tiempo de permanencia en carga: 2 min.
- Velocidad de crecimiento de carga: 1 Tm / min.

#### ***4.5 SINTERIZACIÓN DE LAS PROBETAS***

Una vez compactadas las probetas, el siguiente paso consiste en la sinterización de las mismas, la cual se realizó con el Horno cerámico de tubo horizontal CARBOLYTE type STF 15/75/450 (Figura 9). La sinterización de las mismas, se baso en las siguientes premisas fundamentales:

- El tiempo de sinterización isoterma debe ser el mismo en todas las probetas. Específicamente 30 minutos.
- El tiempo de crecimiento de temperatura debe ser el mismo en todos los casos, y menor o igual en caso extremo al de sinterización isoterma. En este caso, debido a causas que más tarde se especificaran se tuvo que tomar un valor igual a 30 minutos, aunque con algunas peculiaridades que más tarde se explicarán.
- La temperatura más alta de sinterización, para cada uno de los polvos, no debe producir sinterización en fase líquida.

Una vez sentadas las pautas a seguir, para poder determinar las distintas velocidades de calentamiento del horno, se calculó una curva de velocidad máxima de calentamiento del horno (Figura 8), obtenida de forma empírica, para de esa forma poder determinar los tiempos mínimos que tardará el horno en llegar a cada temperatura, y poder de esa forma evaluar las distintas características del proceso de sinterización.



**Figura 8:** Curva de velocidad de calentamiento máxima del horno de tubo cerámico

Una vez mostrada la curva, se puede ver que a la máxima temperatura a la que se puede llegar está en torno a unos 1000° C, para ser más exactos entre 1016 y 1032° C. Debido a esto, y que a las condiciones de sinterización del acero inoxidable eran superiores a 1032° C., en las experiencias realizadas se llega a 1050 ° C, el tiempo de calentamiento del horno, es forzosamente de 30 minutos, en el caso de 1050° C será de un poco más, pero no más de dos minutos, pudiéndose despreciar ese error.

A pesar de las limitaciones técnicas que obligan a una situación límite, se busca una forma de darle preponderancia a la zona de sinterización isoterma, que es una de las premisas de partida del trabajo. Para conseguir esto se determina, aproximadamente, la temperatura máxima en la cual no ha comenzado la sinterización, en función de cada polvo, datos que se tomaron del proyecto fin de carrera de Luis Lozano [9], y que posteriormente fueron comprobados empíricamente demostrando su validez. Una vez determinadas estas temperaturas, se toman como punto intermedio de calentamiento, de forma que los primeros 15 minutos de calentamiento sean para llegar a calentar el horno a la temperatura antes mencionada, y los siguientes 15 minutos para, a partir de ella, llegar hasta la temperatura de sinterización isoterma. De esta forma el tiempo en el que sí hay sinterización de forma probada será similar en todos los casos y ascenderá a 15 minutos, la mitad del de sinterización isoterma, intentando resaltar de esta forma la misma.

**Tabla 1:** Tabla de temperaturas máximas en las cuales no se produce sinterización.

MATERIAL	TEMPERATURA
Bronce	550° C
Acero inoxidable	750° C
Aluminio	400° C

Una vez explicado el porque de la forma de sinterizar, se va a pasar a describir como se ha realizado la sinterización en sí. Para ello se introducen las probetas (2 en cada ocasión, ya que son el número de probetas con iguales condiciones de sinterización) en el horno eléctrico de tubo cerámico, con ayuda de una varilla, hasta dejarlas en la longitud media del tubo.

Este horno consta de varias resistencias cercanas al tubo cerámico, que por efecto Joule, serán los focos de calor del horno. En los extremos del horno se tienen sendos cierres refrigerados. Por uno de ellos se hace el vacío, mediante una conexión, con una manguera especial para ello, al equipo de vacío y por el otro se introducirá el gas reductor, mediante una conexión con un tubo de goma a la bombona que contiene dicho gas. [10]

El horno consta también de una pequeña pantalla digital con pulsadores para realizar la programación de las rampas de temperatura-tiempo que se quiera dar al proceso.



**Figura 9:** Horno cerámico de tubo horizontal CARBOLYTE tipo STF 15/75/450.

Una vez situada la pieza en el interior del horno, se introduce una pieza tubular, compuesta por discos refractarios, que como su propio nombre indica, impedirá en

cierta medida, el escape por radiación del calor generado por el horno por el lado de la tapa.

Posteriormente se coloca la tapa metálica con su junta de estanqueidad toroidal y se atornilla, se conecta la refrigeración para que las juntas no se deterioren con el calor. Se enchufa la manguera del equipo de vacío (Figura 10) a la conexión de la tapa, por la parte por la que se introdujo la pieza, conectando, posteriormente, la goma de entrada del gas, en este caso será argón, desde la bombona a la otra tapa.



**Figura 10:** Equipo de vacío.

A continuación se realiza un primer vacío en el interior del tubo del horno, para ello en primer lugar se estrangulará la goma de entrada del gas de la bombona, para evitar que su manómetro sufra daños al hacerse el vacío.

Se realizará un vacío hasta que el sistema digital de medida del equipo de vacío marque aproximadamente unos 10 mbar. En ese momento se retirará la pinza de la goma, abriendo lentamente la llave del gas de la bombona, esperaremos cierto tiempo para que se restablezca una presión en el interior del tubo del horno de aproximadamente 0,1 bar. Seguidamente se repetirá un mínimo de tres veces el mismo procedimiento anteriormente expuesto, a esto se le denomina barrido del gas interior del horno. Finalmente se llena, hasta 0,1 bar de gas reductor, el horno, dejando ese pequeño flujo de gas durante todo el proceso de sinterización.

Seguidamente se describe, de forma detallada, el proceso de programación del horno:

1. Se pulsa el botón 6 unos tres segundos para entrar en el modo de programación de rampas, apareciendo las letras OPER.
2. Se vuelve a pulsar el botón 6, apareciendo las letras PROG.

3. Se pulsa el botón 1, entonces aparecerá PR1, que corresponde a la calibración de la velocidad de calentamiento, la cual se calibrará de forma que el horno tarde en llegar, a la temperatura máxima en la que no se produce sinterización, 15 minutos. Los valores de la rampa se modificarán con los botones 4 y 5.
4. Se pulsa el botón 6, nuevamente, apareciendo en pantalla las siglas PL1, las cuales corresponden a la temperatura en que terminará esta primera rampa que se está programando, obviamente debido a lo anteriormente expuesto, la temperatura será la máxima temperatura en la cual no se produce sinterización. Los valores se modifican de la manera explicada en el mismo punto, esto se obviará en los siguientes puntos, dándose por supuesto que el método es similar en el resto de los pasos.
5. Se pulsa el botón 6, apareciendo las siglas PD1, que nos indican el tiempo de permanencia a la temperatura antes programada, en este caso el tiempo es 0.
6. Se vuelve a pulsar el botón 6, lo que da paso a la programación de la segunda rampa, apareciendo las siglas PR2, en este caso el valor de la velocidad de calentamiento se dictaminará de forma que desde la temperatura máxima sin sinterización, hasta aquella en que sinterizará la muestra, se tarde 15 minutos.
7. Pulsando nuevamente el botón 6, aparecerán las siglas PL2, a las que asociaremos la temperatura de sinterización.
8. Se pulsa el botón 6, y pasamos a la opción PD2, que va a indicar el tiempo de sinterización isoterma, el cual será de 30 min.
9. Se pulsa el botón 6, apareciendo PR3, que como queremos finalizar la rampa, se asociará al valor STEP.
10. Se pulsa el botón 6, apareciendo PL3, que se colocará en 0° C.
11. Se pulsa el botón 6, apareciendo PD3, que se colocará en 180 minutos.
12. Por último, se pulsa el botón 6, apareciendo PR4, al que se le asociará el valor END, que indicará el final del proceso.

Una vez programado el horno, se pulsará el botón 2 del mismo de forma que el programa se ejecute, produciéndose de esta forma la sinterización en la forma deseada. Cuando el horno haya realizado todo el proceso y se haya enfriado, hasta la temperatura ambiente, se sacará la pieza del horno, ayudándose de nuevo con la varilla metálica. Antes de abrir el horno se cortará el flujo de gas y la refrigeración. Las muestras de salida, ya estarán sinterizadas y listas para su estudio posterior.

#### ***4.6 MEDICIÓN MEDIANTE MASA Y DIMENSIONES DE LA DENSIDAD***

Con el objetivo de determinar la densidad en función de la temperatura de sinterización, cada vez que una probeta sea sinterizada se le someterá a este proceso, por

el cual conoceremos la densidad de la misma, en función de sus características físicas exteriores.

Una vez que la probeta esta sinterizada y fuera del horno, mediante un pie de rey, se medirá la altura y el diámetro de la misma, se procederá de manera similar al caso de la curva de compresibilidad. Se tomaran dos medidas del diámetro en cada base, y otras cuatro en la parte central de la probeta. También se tomarán ocho medidas de la altura, y tomando las medias de estas dos dimensiones y sabiendo que la probeta es cilíndrica, podremos determinar el volumen de la misma. Seguidamente mediante una balanza obtendremos la masa de la probeta. Un vez que conocemos la masa y el volumen de la probeta es inmediato el conocimiento de la densidad, la cual relacionaremos con la absoluta del material.

#### ***4.7 PREPARACIÓN DE LAS PROBETAS PARA EL ANÁLISIS DE IMAGEN***

En este apartado se trata el proceso de preparación de las probetas, con la finalidad de que puedan ser estudiadas mediante métodos de análisis de imagen. A la hora de desarrollar la forma de preparación, apareció un escollo fundamental, que era la poca compactación que tenían las probetas, con el consiguiente riesgo de desprendimiento de partículas a la hora de cortar, lijar y pulir las mismas. Por ello tendremos dos métodos de preparación en función de la compactación de la probeta, después de la sinterización. El proceso varía exclusivamente en el corte y la infiltración con resina, por lo que se explicarán las dos formas de realizar los mismos, continuando seguidamente con la exposición del proceso general. Pero antes hay una consideración general a estudiar, y es la forma de corte de la probeta. En este caso se cortaron paralelas a las bases de las mismas, debido a varias razones:

- El área a estudiar mediante análisis de imagen era muy pequeña y por tanto era indiferente la forma de corte.
- La forma de los moldes donde se aplicaba la resina, en el procedimiento que luego se verá, era cilíndrica, lo que hacía aconsejable este tipo de corte, ya que mejoraba la eficiencia y la eficacia del proceso.
- La superficie a cortar era menor, lo cual era aconsejable, ya que disminuía el riesgo de desprendimiento de partículas.

Una vez analizadas las particularidades de este caso, es conveniente dar constancia de que en el caso del estudio se refiera a toda la superficie, es altamente recomendable el corte por un plano axial a las bases, debido a que el cambio de la porosidad se refleja especialmente en esta dimensión, como luego se podrá apreciar en los resultados.

Las probetas que tienen poca compacidad se tratarán del siguiente modo:

1. Se coloca la probeta en un molde, que se introduce en un cápsula de vacío (Figura 11), la cual se conecta a la máquina de vacío, y también se conecta a una manguera, la cual a su vez se une a un vaso con resina, y que esta cerrada por

medio de un tornillo estrangulador. La resina esta compuesta de un 89.3 % de resina y un 10.7 % de compuesto endurecedor.

2. Una vez que la probeta se encuentra en la cápsula, se hace vacío en la misma, intentando llegar a unos 10 mbar. Cuando se alcanza esta cifra, se abre el tornillo estrangulador de forma que la resina cubra completamente la probeta, momento en el cual se vuelve a cerrar. Esto se realiza de este modo para que la resina penetre lo más profundamente que pueda dentro del material.
3. Se saca la probeta de la cápsula y se deja secar entre 1 y 2 días.
4. Se corta la probeta embebida en resina, mediante la máquina de corte (Figura 12)
5. Se pule lija la superficie de corte, con una lija de 1000, que se nueva, para evitar la contaminación de la muestra.
6. Se vuelve a meter la probeta en la cápsula de vacío, y se vuelve a infiltrar con resina, pero esta vez solo con una ligera capa de resina sobre la superficie anteriormente lijada, de forma que la misma penetre lo más profundamente posible en la superficie de la misma.
7. Se saca la probeta de la cápsula, dejándola secar otra vez, entre 1 y 2 días.

Una vez realizado este proceso, la probeta ya está lista para ser sometida al procedimiento general.

En el caso de que las probetas tengan la compacidad suficiente para que no se desprendan partículas al ser cortadas, se prepararán de la siguiente manera:

1. Se cortará la probeta con la máquina cortadora.
2. Se introducirá la probeta, una vez cortada en la máquina de empastillado (Figura 13), saliendo de la misma ya preparada para pasar al procedimiento general.

En la Tabla 2 se recogen las temperaturas a partir de las cuales se realizó el segundo tratamiento a las probetas.

**Tabla 2:** Temperaturas a partir de las cuales se realiza el segundo proceso de infiltración de resina y corte

MATERIAL	TEMPERATURA
Bronce	700° C
Acero inoxidable	900° C
Aluminio	550° C



**Figura 11:** Cápsula de vacío.



**Figura 12:** Máquina cortadora.



**Figura 13:** Máquina de empastillado

Una vez expuestos los dos métodos de realización la primera parte del proceso, se detalla como se continúa la preparación de la probeta, la cual es común en ambos casos, como anteriormente se indicó. Los pasos a seguir son los siguientes:

1. Se lija la probeta con una lija de 1000, en el equipo de desbaste y lijado (Figura 14)
2. Seguidamente se lija la probeta con una lija de 2400.
3. Una vez lijada la probeta, se pule la superficie, mediante una máquina de pulido (figura 4.17), que contiene un paño en el que se colocará el abrasivo, que será de polvo de diamante, cuyo tamaño variará en función del material, estando expuestos en la Tabla 3. En el caso del aluminio es más fino porque sino la eliminación de las rayas de la superficie es prácticamente imposible.

**Tabla 3:** Tamaño del abrasivo de diamante en función de la temperatura.

MATERIAL	Tamaño del abrasivo de diamante
Bronce	0.3 $\mu\text{m}$
Acero inoxidable	0.3 $\mu\text{m}$
Aluminio	0.1 $\mu\text{m}$

4. Por ultimo, se pule de forma manual, y con un paño fijo, la probeta, usando MAGOMET como abrasivo, el cual es similar en todos los casos. Una vez terminado este pulido la probeta ya está preparada para el análisis de imagen.



**Figura 14:** Equipo de desbaste y lijado.



**Figura 15:** Máquina de pulido.

#### ***4.8 ANÁLISIS DE IMAGEN***

El objetivo del análisis de imagen es la determinación de la porosidad, y por ende de la densidad por medio del mismo, de forma que se pueda contrastar la misma con la medición mediante masa y dimensiones, que anteriormente se realizó. También se ha realizado un estudio de la porosidad y de los poros, teniendo en cuenta varias características de los poros, como por ejemplo el tamaño, la forma, etc.

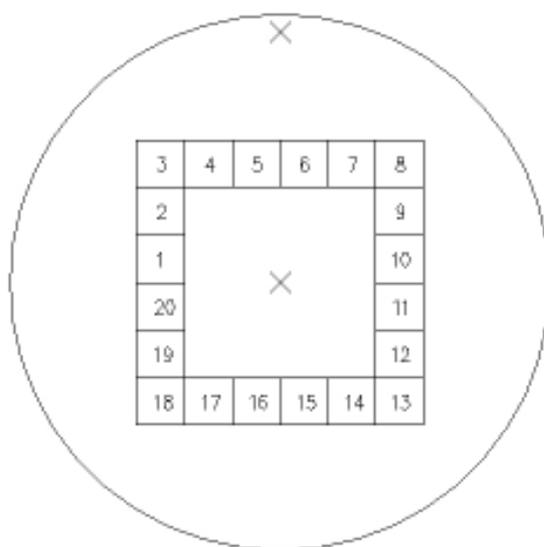
Para llevar a cabo este estudio se cuenta con un microscopio óptico, NIKON EPIPHOT MODELO 200 (Figura 16), el cual está conectado a un ordenador, mediante una cámara. Las imágenes que proporciona la cámara son tratadas con el programa de análisis de imagen MIP 4 Advanced. El procedimiento de estudio de imágenes, es de carácter manual, es decir la imagen que se selecciona para el estudio la toma el usuario, en lugar de que se realice un barrido de forma automática de toda la superficie, que fue la primera intención, pero que no pudo realizarse por limitaciones técnicas.



**Figura 16:** Microscopio óptico.

Con el objetivo de que el procedimiento de estudio no sea arbitrario, se han dictaminado unas pautas a seguir, de forma que se elimine, lo máximo posible, la arbitrariedad de los resultados en función de la zona elegida para estudiarla. A continuación se exponen:

1. Se busca el centro de la probeta y se marca, mediante un punzón o con un medidor de dureza. Se coloca también un punto de referencia en la parte exterior de la probeta que servirá para considerar esta zona como la parte superior de la zona de estudio.
2. Se coloca la probeta en el microscopio de forma que la marca antes hecha este en la parte superior, y a continuación se enfoca el microscopio en el punto central.
3. A continuación se traslada la imagen hacia la izquierda dos unidades de longitud, que serán lo más cercanas posibles al tamaño del área de observación del microscopio. Una vez realizado este paso, esta será la primera imagen a analizar por el programa.
4. Se continúan estudiando imágenes, de forma que se tomen una serie de muestras que rodeen completamente el centro de la probeta. Se procurará que la toma de imágenes sea lo más fidedigna a la Figura 17, la imagen no esta a escala, con la finalidad de que se vea de forma clara la distribución de imágenes que se ha tomado.



**Figura 17:** Esquema de la forma de analizar la probeta.

Hay que tener en cuenta un último punto, que son los aumentos de observación de la muestra, que en este caso han sido de 200 aumentos, y cuyo valor ha buscado el equilibrio entre la exhaustiva observación de los poros y la perspectiva del conjunto de la muestra.

- 
- <sup>1</sup> HAUSNER, H.  
*Int. J. Powder Metallurgy* 3(1967) 7.
- <sup>2</sup> ASTM B 215-89.  
*Annual Book of ASTM Standard 02.05, (1989).*
- <sup>3</sup> MPIF Standard 01.  
*Standard Test Methods for Metal Powders and Powder Metallurgy Products, (1999).*
- <sup>4</sup> MUÑOZ DE RIVERA MORILLO, J.  
*Fabricación y optimización de aleaciones de aluminio con Al 12Si como aditivo de sinterización, Proyecto fin de carrera, Departamento de Ingeniería Mecánica y de los Materiales, Universidad de Sevilla, 2004.*
- <sup>5</sup> ASTM B 213-83.  
*Annual Book of ASTM Standards 02.05, Editorial Staff, Philadelphia (USA) (1989).*
- <sup>6</sup> STANFORD, M.K. ; DELLA CORTE, C.; EYLON D.  
*Particle size effects on flow properties of PS304 Plasma Spray Feedstock Powder Blend. (2002).*
- <sup>7</sup> ASTM B 212-89.  
*Annual Book of ASTM Standards 02.05, Editorial Staff, Philadelphia (USA) (1989).*
- <sup>8</sup> ASTM 527-85.  
*Annual Book of ASTM Standards 02.05, Editorial Staff, Philadelphia (USA) (1989).*
- <sup>9</sup> LOZANO, L.  
*Estudio del recorrido eléctrico efectivo a través de una muestra porosa. Proyecto fin de carrera, Departamento de Ingeniería Mecánica y de los Materiales, Universidad de Sevilla, 2006.*
- <sup>10</sup> MASERO BALLESTEROS, J.  
*Experiencia de sinterización de cobre usando el modelo de alambres. Proyecto fin de carrera, Departamento de Ingeniería Mecánica y de los Materiales, Universidad de Sevilla, 2006.*