

Capítulo 3

Materiales

Contenido

3.1. POLVOS DE ALUMINIO Y DE ALUMINIO-TITANIO.	23
3.1.1. INTRODUCCIÓN.	23
3.1.2. PROCESO DE OBTENCIÓN.	24
3.1.2.1. ALEADO MECÁNICO.	24
3.1.2.2. RECOCIDO DE LOS POLVOS.	25
3.1.3. PROPIEDADES.	25
3.1.3.1. GRANULOMETRÍA.	25
3.1.3.2. MICRODUREZA.	26
3.1.3.3. MORFOLOGÍA.	27
3.1.3.4. COMPOSICIÓN Y MICROESTRUCTURA.	29
3.1.3.5. TAMAÑO DE CRISTALITA.	32
3.1.3.6. OTRAS PROPIEDADES	32
3.2. RESINAS.	33
3.2.1. INTRODUCCIÓN.	33
3.2.1.1. GENERALIDADES.	33
3.2.1.2. FABRICACIÓN Y CURADO DE LAS RESINAS.	34
3.2.2. RESINAS EMPLEADAS.	35
3.2.2.1. RESINA DE POLIÉSTER.	35
3.2.2.2. RESINA EPOXI.	35
3.2.2.3. RESINA ACRÍLICA.	36

Materiales

3.1. POLVOS DE ALUMINIO Y DE ALUMINIO-TITANIO.

3.1.1. INTRODUCCIÓN.

En este estudio se han empleado diversos tipos de polvos de aluminio y aluminio-titanio aleados mecánicamente en molienda de alta energía, que fueron obtenidos, así como las propiedades que se presentan en este capítulo, en estudios realizados previamente^{[18][19][20]}. Más concretamente se han utilizado:

- Polvos de Al aleados en atmósfera de N_2 .
- Polvos de Al aleados en atmósfera de N_2 y recocidos a 600 °C.
- Polvos de Al-5% Ti aleados en atmósfera de N_2 .
- Polvos de Al-5% Ti aleados en atmósfera de N_2 y recocidos a 575 °C.
- Polvos de Al-10% Ti aleados en atmósfera de N_2 .

La notación empleada será respectivamente:

- Al- N_2 .
- Al- N_2 -600
- Al5Ti- N_2 .
- Al5Ti- N_2 -575.

- Al₁₀Ti-N₂.

Los procesos llevados a cabo para su obtención y sus propiedades se detallan a continuación.

3.1.2. PROCESO DE OBTENCIÓN.

3.1.2.1. ALEADO MECÁNICO.

En un molino vertical de bolas tipo Attritor de alta energía, con las condiciones de operación^{[18][19][20]}:

- Atmósfera de N₂.
- 500 r.p.m.
- 10 horas de molienda.
- Refrigeración con agua a 25 °C.
- Relación bolas / carga de 50:1.

se han introducido 72 g de una mezcla compuesta por:

- *Polvo de Aluminio en estado de recepción*: Designado como ECKA aluminium AS 61 y suministrado por la empresa ECKART-WERKE, radicada en Fürth (Alemania). Es un aluminio en polvo manufacturado por atomización de aluminio fundido con aire comprimido de pureza nominal superior al 99.5%.
- *Polvo de Titanio*: Denominado como Titanium Powder Grade P150 y suministrado por la empresa DECIDE TITANIUM LIMITED. Para reducir el tamaño del polvo original con vistas a asimilarlo al tamaño del polvo de aluminio se realiza una premolienda durante 10 minutos^[21].
- *Cera en polvo*: Denominada como Cera Micropolvo CPM para Pulvimetalurgia de HOECHST que es etilen bis -estearoil-amida. Se emplea como lubricante en la molienda, actuando como agente controlador del proceso, para equilibrar los procesos de rotura y soldadura de las partículas de aluminio además de evitar que éstas se suelden con piezas del molino.

La proporción de estos tres componentes en la alimentación ha sido:

- Cera en polvo: 1.08 g (1.5%).
- Titanio: Según porcentaje deseado. Se ha calculado en base a 70.92 g.
- Aluminio: El resto hasta completar los 72 g..

3.1.2.2. RECOCIDO DE LOS POLVOS.

El recocido de los polvos (también denominado como desgasificado) es un tratamiento térmico que persigue como objetivos fundamentales la eliminación total de la cera remanente y aliviar tensiones generadas en las partículas de polvo, ambos productos del proceso de molienda.

El proceso de recocido se ha llevado a cabo a la temperatura pertinente en cada caso durante 2 horas, en un horno de tubo horizontal LINDBERG modelo 54553-H de 12 KW, con resistencias de CSI. Se ha trabajado con un vacío de 5 Pa.

3.1.3. PROPIEDADES.

3.1.3.1. GRANULOMETRÍA.

La granulometría de los diversos tipos de polvo en su forma de masa acumulada se presenta en la gráfica 3.1.^{[18][19][20]} y en la tabla 3.1. No aparecen los polvos recocidos porque este proceso no altera el tamaño de la partícula. Para la obtención de la granulometría, se ha empleado el método de tamizado en seco de acuerdo con la norma ASTM B214-86 empleando muestras de 50 g.

Como puede observarse en la figura 3.1, la adición de titanio produce una disminución en el tamaño del polvo. Esta disminución se debe a que al adicionar polvo de titanio en la molienda junto con los polvos de aluminio, se forma una solución sólida de titanio en aluminio, la cual endurece las partículas de polvo, desplazando ligeramente el equilibrio ruptura-soldadura que existe en la molienda, hacia mayor índice de ruptura^{[20][21]}.

Tipo partícula	D<45	D<62	D<106	D<150	D<180
Al-N ₂	5.71	20.25	79.74	96.09	97.14
Al5Ti- N ₂	69.60	90.16	97.19	99.04	99.55
Al10Ti- N ₂	88.80	92.88	96.76	98.57	99.01

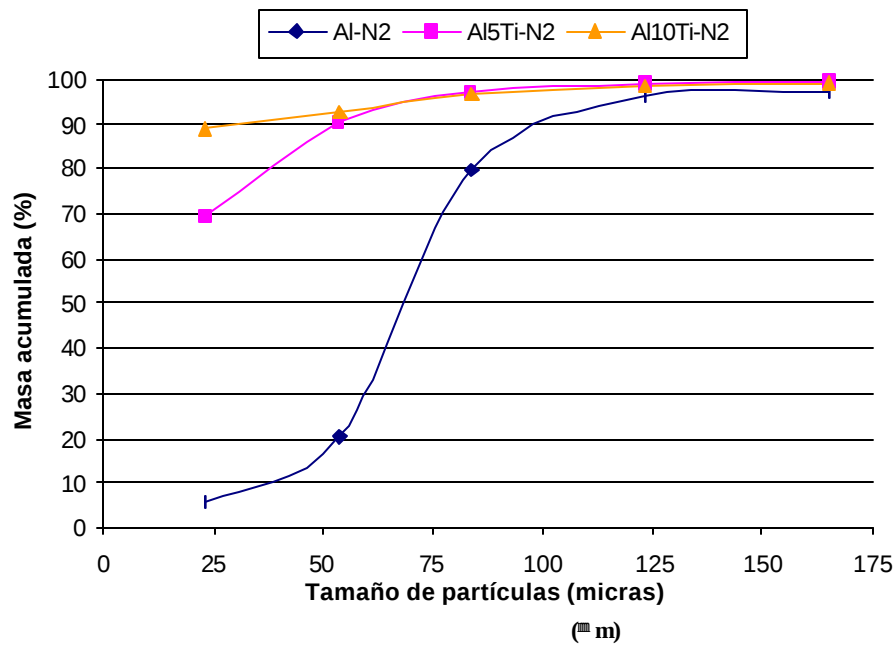
Tabla 3.1. Granulometría en % de masa acumulada con D en μm .

Figura 3.1. Distribución de tamaños en % de masa acumulada.

3.1.3.2. MICRODUREZA.

Debido a que la puesta a punto de la medida de la microdureza de los polvos de Al y Al-Ti ha sido el objetivo de este estudio, no se va a plasmar en este apartado ningún valor concreto de microdureza. Los valores obtenidos, de mayor a menor, estarían en el siguiente orden:

- 1°. Polvos de Al 10% Ti aleados en atmósfera de N_2 .
- 2°. Polvos de Al 5% Ti aleados en atmósfera de N_2 .
- 3°. Polvos de Al aleados en atmósfera de N_2 .
- 4°. Polvos de Al 5% Ti aleados en atmósfera de N_2 y recocidos a 575 °C.
- 5°. Polvos de Al aleados en atmósfera de N_2 y recocidos a 600 °C.

Las dos razones en las que se basa esta jerarquía son:

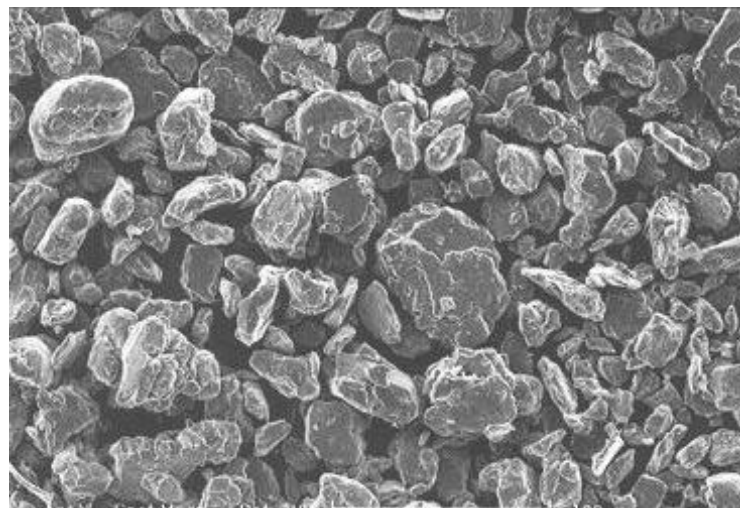
- La adición de Titanio endurece el polvo.
- El recocido de los polvos a temperaturas del orden de 600 °C reduce sensiblemente el valor de la microdureza. La influencia de este factor es sensiblemente más acusada sobre el valor de microdureza que la adición de titanio.

3.1.3.3. MORFOLOGÍA.

La morfología de los distintos tipos de polvo empleados se representa en las figuras 3.2, 3.3 y 3.4^{[18][19][20]}, obtenidas en un microscopio electrónico de barrido PHILIPS XL-30 trabajando con electrones secundarios. La morfología no se ve afectada por el proceso de recocido.



Figura 3.2. Morfología de Al-N₂.



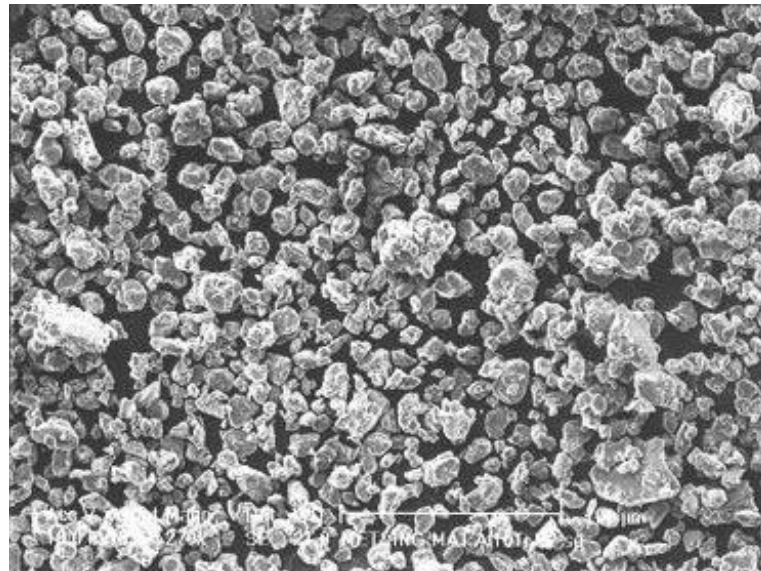


Figura 3.4. Morfología de Al10Ti-N₂.

La mayoría de las partículas son irregulares, lo cual resulta muy positivo para su empleo pulvimetalúrgico. Las paredes de muchas partículas aparecen rectas, debido a los continuos choques contra las bolas y las otras partículas en el proceso de molienda..

Como se ha comentado en la secc. 3.1.3.1, se observa como disminuye el tamaño del polvo conforme aumenta la adición de titanio. En el caso de polvos que contienen titanio (especialmente con 10%Ti), algunas partículas están formadas por unión de muchas partículas pequeñas. Esto se conoce como aglomerados de partículas.

3.1.3.4. COMPOSICIÓN Y MICROESTRUCTURA.

La composición de los distintos tipos de polvos, obtenida en un equipo de difracción de rayos X mediante el método de Rietveld, se presenta en la tabla 3.2^{[18][19][20]}.

La microestructura de los distintos tipos de polvo, obtenidas en un microscopio electrónico de barrido trabajando con electrones retrodispersados, se presenta en las figuras 3.5, 3.6, 3.7, 3.8 y 3.9^{[18][19][20]}. En el caso de las partículas que no tienen titanio, las zonas blancas corresponden partículas de Al-Fe provenientes del polvo de recepción, de la vasija y de las bolas de la molienda. En los casos de partículas que contienen titanio, además de por lo anterior, las zonas blancas corresponden a pequeñas cantidades de titanio sin disolver. Al recocer, se observa un aumento en la cantidad de Al_3Ti .

POLVO	Al (p/p)	Ti (p/p)	Al_3Ti (p/p)	C_3Al_4 (p/p)
Al- N_2	100	0	0	0
Al- N_2 -600	(*)	0	0	(*)
Al5Ti- N_2	97.4	2.6	0	0
Al5Ti- N_2 -575	83.8	0	11.9	4.3
Al10Ti- N_2	99.6	0.4	0	0

Tabla 3.2. Composición de los distintos tipos de polvo. (*) No se tienen datos.

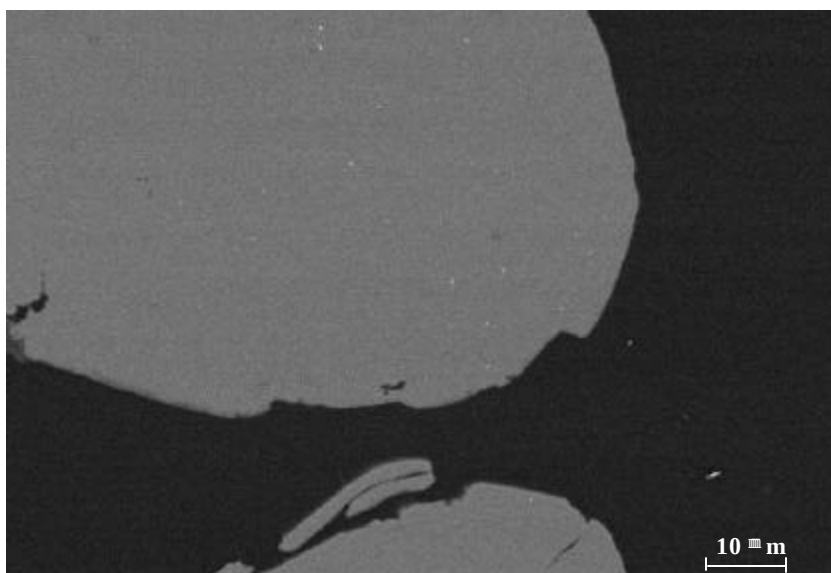


Figura 3.5. Microestructura del Al- N_2 .

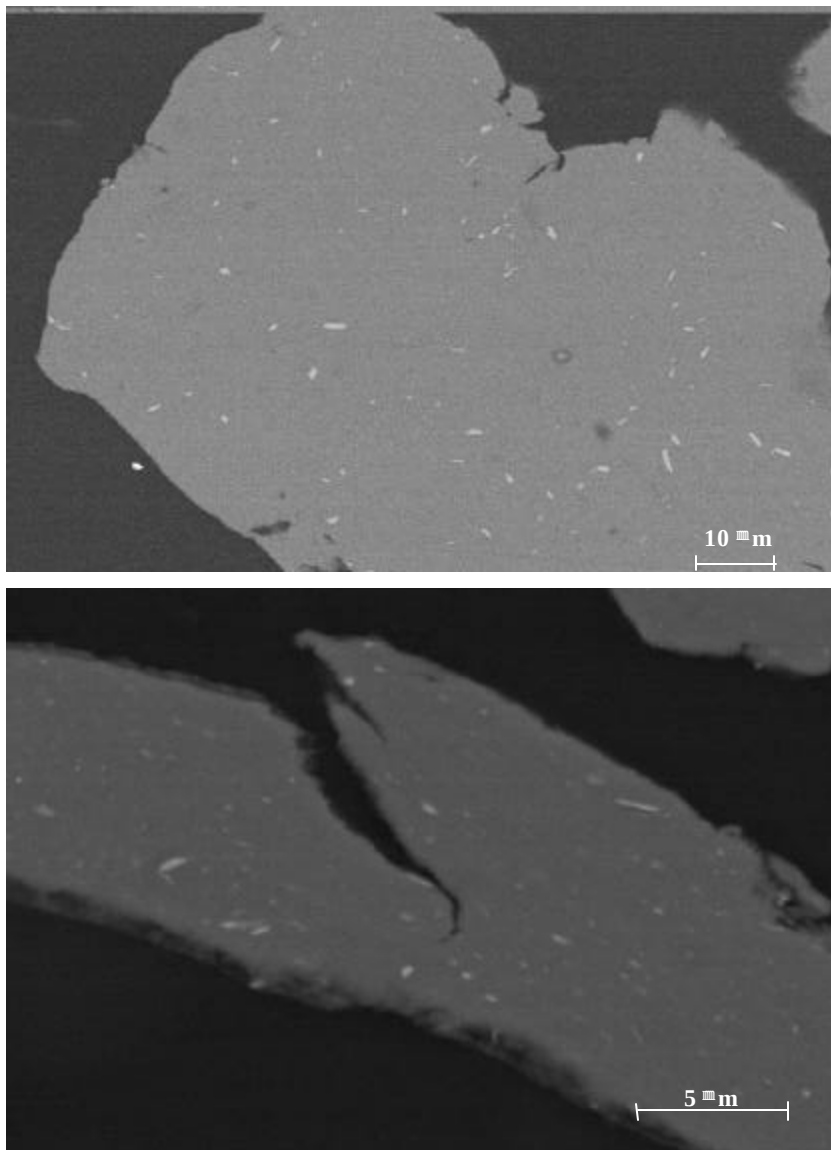
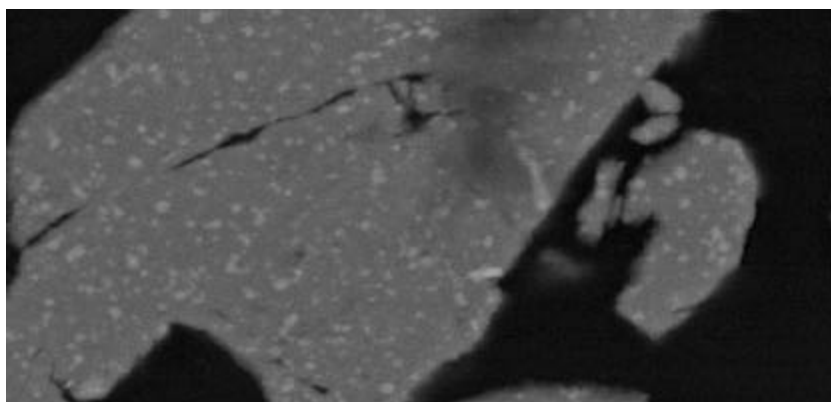


Figura 3.7. Microestructura del Al₅Ti-N₂.



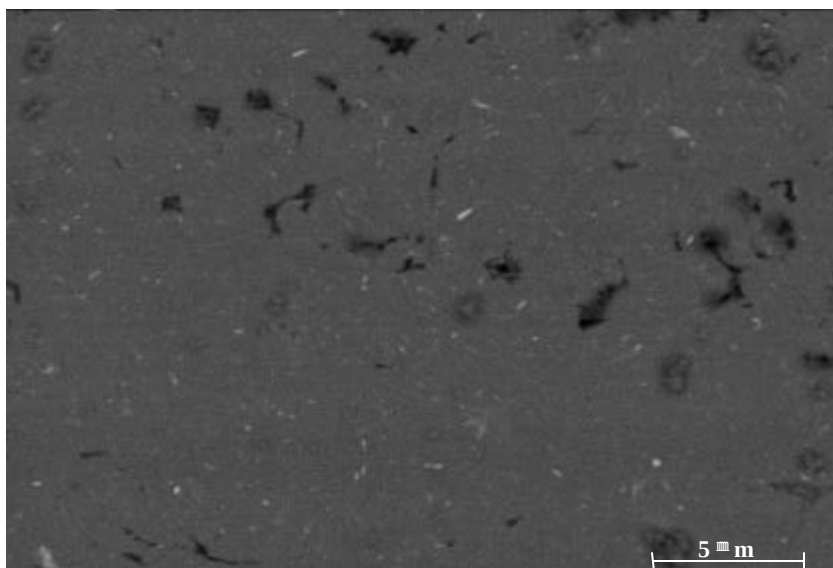


Figura 3.9. Microestructura del Al10Ti-N₂.

3.1.3.5. TAMAÑO DE CRISTALITA.

El tamaño de cristalita de los diversos tipos de polvo, resultado del análisis de los diagramas obtenidos mediante difracción de rayos X, se presenta en la tabla 3.3^{[18][19][20]}.

Tipo	Al (111)	Al ₃ Ti (112)
Al-N ₂	(*)	0
Al-N ₂ -600	(*)	0
Al5Ti-N ₂	20	0
Al5Ti-N ₂ -575	120	124
Al10Ti-N ₂	13	0

Tabla 3.3. Tamaño de cristalita (nm) en los diversos tipos de polvo.
(*) No se tienen datos.

Debido a que la diagonal de las huellas producidas en el ensayo Vickers en estas partículas está alrededor de 20 μm , el tamaño de cristalita (100 ÷ 1000 veces menor) no influirá en la desviación de los valores de microdureza.

3.1.3.6. OTRAS PROPIEDADES

3.1.3.6.1. FLUIDEZ.

La fluidez de los polvos ha sido medida empleando el fluidímetro de Hall, midiendo el tiempo que tarda en atravesarlo una muestra de 50 g. La fluidez de los diversos tipos de polvo se presenta en la tabla 3.4^{[18][19][20]}. No aparecen los polvos recocidos porque este proceso no altera la fluidez.

Tipo partícula	Fluidez (s)
Al-N ₂	40
Al5Ti- N ₂	No fluye
Al10Ti- N ₂	No fluye

Tabla 3.4. Fluidez de las partículas empleadas.

3.1.3.6.2. DENSIDAD.

La densidad absoluta de los diversos tipos de polvo se ha medido bien por media ponderada de sus microconstituyentes, o bien midiendo la porosidad de un compacto. Los valores de densidad se presentan en la tabla 3.5^{[18][19][20]}.

Tipo partícula	Densidad (g/cm ³)
Al-N ₂	2.74
Al-N ₂ -600	2.74
Al5Ti-N ₂	2.71
Al5Ti-N ₂ -575	2.78
Al10Ti-N ₂	2.75

Tabla 3.5. Densidad absoluta de las partículas empleadas.

3.2. RESINAS.

3.2.1. INTRODUCCIÓN.

3.2.1.1. GENERALIDADES.

Para la realización del ensayo de microdureza Vickers sobre polvos metálicos, de tamaños micrométricos, es necesario el uso de algún soporte para los mismos. Una posibilidad consiste en el uso de resinas. Éstas pueden ser naturales (almidón, caucho, celulosa, etc.) o sintéticas (poliéster, acrílica, epoxi, alquídica, etc.). En el presente estudio sólo se ha trabajado con las sintéticas, por lo que serán las únicas a tratar.

Las resinas son productos polimerizados a partir de sus correspondientes monómeros. Pueden ser de dos tipos:

- Resinas *termoendurecibles*: Su estructura es la de una red tridimensional, por lo cual es imposible conseguir la rotura completa de todos los enlaces. Estas resinas endurecen a temperaturas elevadas.
- Resinas *termoplásticas*: Su estructura tiene partes amorfas y cristalinas. Una vez endurecidas, pueden fundirse y volver a ser moldeadas. Se ablandan o funden a temperaturas elevadas y se endurecen durante el enfriamiento.

Las resinas pueden ser utilizadas para muy diversos fines, tales como:

- Componentes estructurales como matriz de fibras.
- Reparación de muebles.
- Piezas de relleno.
- Soportes electrónicos.
- Revestimientos protectores.
- Etc.

3.2.1.2. FABRICACIÓN Y CURADO DE LAS RESINAS.

Para llegar a tener la resina solidificada y con la forma adecuada para su uso final, deben ocurrir varios procesos. El estudio de estos procesos no es objetivo de este proyecto fin de carrera por lo que se remite al lector a la bibliografía recomendada^{[22][23][24]}. No obstante, se hará una breve constatación de los mismos:

1. *Fabricación del monómero*: Se obtiene a partir de los productos obtenidos del crudo petrolífero, tales como metano, etileno, benceno, etc.
2. *Obtención del polímero*: Se obtiene a partir del monómero, creándose cadenas de éste por algún tipo de polimerización, bien “por adición” o bien “por condensación”.
3. *Proceso de curado*: Hasta este momento se tiene la resina en estado de líquido o viscoso, o en estado de partículas de polvo. Para obtener una pieza sólida con las propiedades mecánicas apropiadas para su uso final, se le somete a un proceso de curado. En general, las reacciones que se producen en este paso son exotérmicas con lo que puede ser necesaria cierta refrigeración. La resina se introduce en un molde que le dará forma mientras se cura. Procesos de este tipo pueden ser, entre otros:
 - a. *Curado por adición de un catalizador*: Este es aplicable cuando se tiene la resina en estado líquido. Con la adición de un catalizador, se produce una reacción de enlace entre cadenas lo que lleva a la solidificación. Este es el proceso de endurecimiento de las resinas empleadas en este Proyecto.
 - b. *Curado por calentamiento y enfriamiento*: Este es aplicable cuando se tiene la resina en estado de partículas de polvo. Como se ha comentado, las resinas termoplásticas funden durante el calentamiento y solidifican durante el

enfriamiento. Esta propiedad se aprovecha para someterla a procesos de calentamiento-enfriamiento sucesivos obteniendo así la pieza deseada.

4. *Mecanizado*: Puede que en el paso anterior no se haya obtenido la forma final deseada, por lo que habrá que someter a la resina, ya endurecida, a procesos de corte, lijado, fresado, etc.

3.2.2. RESINAS EMPLEADAS.

3.2.2.1. RESINA DE POLIÉSTER.

La resina empleada tradicionalmente en este Laboratorio para empastillar las partículas de polvo es una Resina de Poliéster Ortoftálica cuyo endurecedor es Peróxido de Metiletilacetona. Su denominación es ESTRATIL AL-100. Ambos componentes son líquidos y transparentes.

Para conseguir la resina solidificada se mezclan 100 partes (en peso) de resina con 2 partes de endurecedor. Algunas de sus propiedades (extraídas de su ficha técnica) se presentan en la tabla 3.6.

En este estudio será conocida como “resina de poliéster” o “resina A”.

3.2.2.2. RESINA EPOXI.

La resina epoxi que ha sido utilizada en este estudio ha sido la referenciada como EPOFIX, suministrada por la casa STRUERS. La composición de la resina es Bisfenol-A-eter glicidílico mientras que el endurecedor es trietilenotetramina. Ambos son líquidos y transparentes.

La mezcla se lleva a cabo con la proporción de 25 partes (en peso) de resina con 3 partes de endurecedor. En la tabla 3.6 se presentan algunas propiedades típicas de una resina epoxi.

Según el fabricante, debido a la baja contracción que experimenta esta resina, la adherencia a las partículas es excelente.

En este estudio será conocida como “resina epoxi” o “resina B”.

3.2.2.3. RESINA ACRÍLICA.

La resina acrílica que ha sido utilizada en este estudio ha sido la referenciada como DUROFIX-2, suministrada por la casa STRUERS. La composición de la resina es metacrilato de metilo reforzada con relleno mineral y se presenta en forma líquida y transparente. El endurecedor es dibutiloftalato y se presenta en polvos.

La mezcla se lleva a cabo con 1.6 partes (en peso) de endurecedor por cada parte de resina.

La resina solidificada presenta un color amarillo y es opaca. Se caracteriza por su rápida solidificación (minutos). En la tabla 3.6 se presentan algunas propiedades típicas de una resina acrílica.

En este estudio será conocida como “resina de acrílica” o “resina C”.

PROPIEDADES	UNIDADES	POLIÉSTER	EPOXI	ACRÍLICA
Densidad	g/cm ³	1.20	1.1-1.4	1.18
Modulo Young	GPa	2.5	3-6	2.1-2.8
Resist. tracción	MPa	60	40-90	41-61
Alarg. rotura	%	2	1-6	2
Dureza	N/mm ²	212	117	173
Absor. agua	%	0.3	0.1-0.4	0.6
Coef. dilatación	10 ⁻⁶ °C	60	100-200	80

Tabla 3.6. Algunas propiedades de resinas.