

Proceso de caracterización de polvos para obtener mezclas de hierro e itria mediante pulvimetalurgia

Powder characterization process for Yttrium and Iron mixtures developed through powder metallurgy

Alejandro Mesa Heredia¹, Rudolf Zintl Ortíz², Irma Angarita Moncaleano³, Rodolfo Rodríguez Baracaldo⁴

¹ Ingeniería Mecánica, Universidad Nacional de Colombia, sede Bogotá, amesab@unal.edu.co

² Ingeniería Mecánica, Universidad Nacional de Colombia, sede Bogotá, rzintlo@unal.edu.co

³ Departamento de Ingeniería Mecánica y Mecatrónica, Universidad Nacional de Colombia, sede Bogotá, iangaritam@unal.edu.co

⁴ Departamento de Ingeniería Mecánica y Mecatrónica, Universidad Nacional de Colombia, sede Bogotá, rodriguezba@unal.edu.co

Fecha de recepción: 15/06/2016 Fecha de aceptación del artículo: 01/12/2016

Resumen

Actualmente los productos desarrollados para la industria, deben tener propiedades mecánicas adecuadas, y así cumplir con las expectativas de los diseñadores o fabricantes de productos. Por esta razón la industria colombiana está en la búsqueda de implementar y desarrollar procesos tales como la pulvimetalurgia, para elaborar elementos mecánicos con dichas propiedades. Mediante esta investigación se desarrolló un proceso de caracterización de un material compuesto metal cerámico, Hierro – Óxido de Itria, por medio del análisis de composición, tamaño de partícula, dispersión de partícula y propiedades mecánicas. Esto con el fin de tener el conocimiento adecuado para lograr endurecer el metal por dispersión de óxidos y a la vez conservar su capacidad de deformación.

Palabras clave

Caracterización, Endurecimiento, Óxidos dispersos, Pulvimetalurgia.

Abstract

Recently developed products for industry, must have suitable mechanical properties, in order to fulfill the expectations of designers and manufacturers. For this reason, the Colombian industry is looking to implement and develop processes such as powder metallurgy to produce mechanical elements with these

properties. With this research, it has been developed a characterization process of a ceramic metal composite material, Iron – Yttrium oxide, by analyzing composition, particle size, particle dispersion and mechanical properties. This in order to have adequate knowledge to achieve the hardening of the metal by oxide dispersion and at the same time to retain its formability.

Keywords

Characterization, Dispersed Oxides, Hardening, Powder metallurgy.

1. Introducción

Actualmente existe gran variedad de productos que se prefieren fabricar mediante pulvimetalurgia debido a las condiciones de trabajo que esta ofrece, como lo son la obtención de geometrías complejas de pequeño tamaño, la reducción de costos en comparación con procesos de fabricación de remoción de material, aleado mecánico entre metales y cerámicos y ventajas en la producción en series cortas [3], [4], [5].

Este trabajo tiene como objetivo final la obtención de una aleación de hierro y óxido de Itrio, que actualmente se investiga a nivel internacional por su aplicación en procesos de deformación en extrusión en caliente obteniendo propiedades de alta ductilidad [5] [2]. Desde la Universidad Nacional, se plantea el inicio de una línea de investigación en esta área, con el

fin de obtener los conocimientos necesarios para la elaboración de piezas por procesos de compactación y sinterización.

2. Métodos

Con el fin de obtener mejor control de las propiedades del material, se planteó la caracterización de los polvos, siguiendo estos pasos:

1. Producción de polvos mediante molino de bolas (Pulverisette 5), controlando las variables de tiempo de molienda, cantidad de carga (peso de las bolas y peso del polvo), control de energía de pulverización (velocidad de giro rpm del molino). Se seleccionaron tiempos de molienda de 30, 45 y 60 minutos, con relación de carga de 8/1 y 250 rpm.
2. Caracterización morfológica de los polvos de partida y las mezclas, mediante microscopio electrónico de barrido (SEM), evaluando tamaño promedio de partícula, distribución de tamaño y forma, ver Figura 1.
3. Caracterización de composición de elementos y fases presentes, mediante SEM y difracción de rayos X (DRX) respectivamente.
4. Medición de propiedades mecánicas mediante micro dureza.
5. Obtención de los compactos con prensado mecánico homogéneo longitudinal mediante el molde de compactación diseñado.
6. Obtenido el verde se procede a realizar el sinterizado del material.

Adicional a lo anterior se plantea el análisis de la deformación de los compuestos.

3. Resultados

A continuación, se presentan los resultados obtenidos de los ensayos establecidos para la óptima caracterización tanto de los materiales aleantes como de la aleación. Todos los ensayos mencionados se realizaron bajo la normatividad que los rigen.

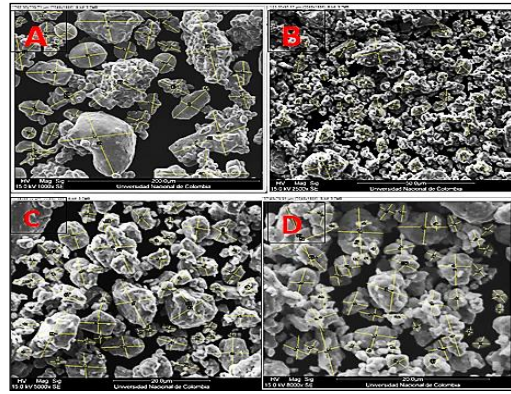


Figura 1: Imágenes SEM analizadas con Image J; A) Material sin moler B) Molienda 30 min C) Molienda 45 min D) Molienda 60 min

3.1. Análisis de tamaño de partícula mediante imágenes SEM

Se presentan las imágenes obtenidas por microscopía electrónica, para las diferentes moliendas realizadas del hierro, tal como se observa en la Figura 1.

De la mano de estas imágenes e implementando el software Image J se realiza la medición de tamaño de partícula para cada uno de los diferentes aleantes y para la aleación. Con la información anteriormente obtenida se realiza un perfil de distribución de tamaño de partícula para cada una de las diferentes configuraciones. También se realiza un análisis de la morfología obtenida en cada molienda.

Con la información obtenida de tamaño de partícula se determinó que la molienda apropiada para realizar la aleación eran las moliendas de 30 y 45 minutos debido a su tamaño de partícula y su distribución homogénea [Figura 2]. Estos factores sugerían el uso de estos dos tipos de molienda para realizar la aleación, mas era de suma importancia confirmar esta teoría mediante el ensayo de micro dureza, así, se logró tener una afinidad por tamaño de partícula, como se sugiere en la literatura [4].

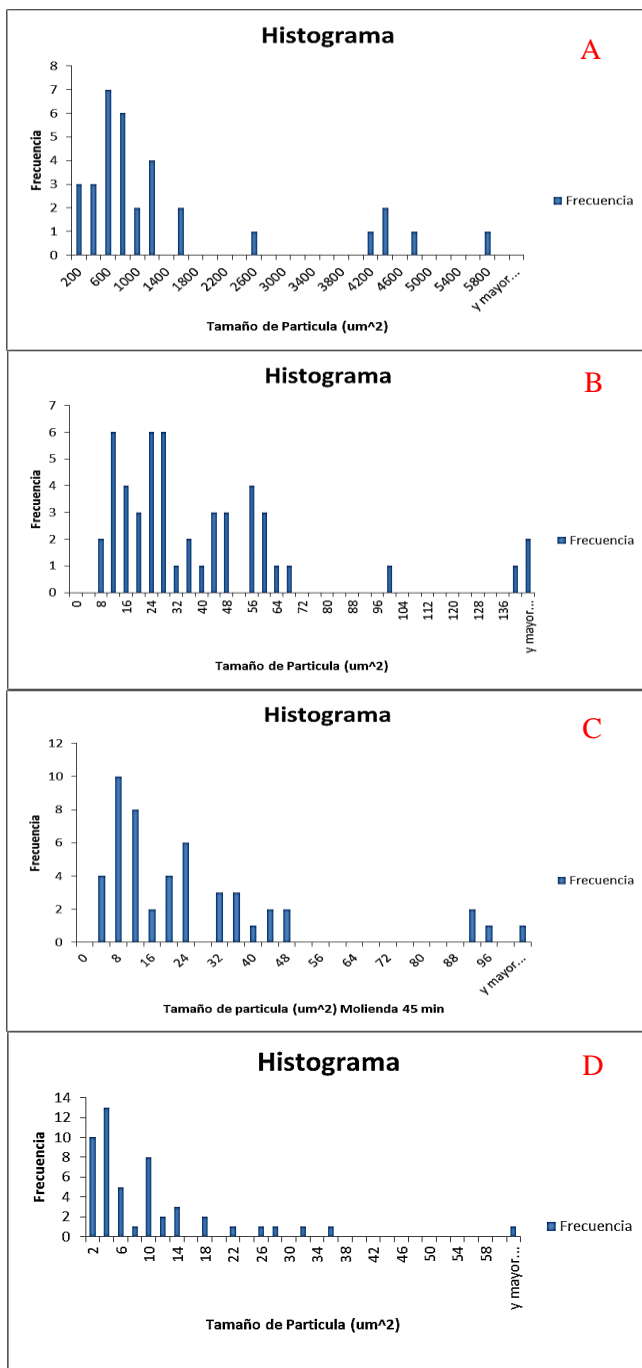


Figura 2: Histogramas distribución y tamaño de partícula A) Material sin molienda, B) Molienda 30 min, C) Molienda 45min, D) Molienda 60 min

3.2. Análisis de imágenes por difracción de rayos X

Fueron examinados por medio de DRX y posteriormente analizados con el programa HighScore Plus 3.0c con base de datos actualizada a 2014, el material base, las diferentes moliendas y las mezclas

realizadas [Figura 3], son presentadas las imágenes del material base, la molienda de 30 minutos, que fue la desarrollada inicialmente por las propiedades obtenidas, y la respectiva mezcla de este con itria.

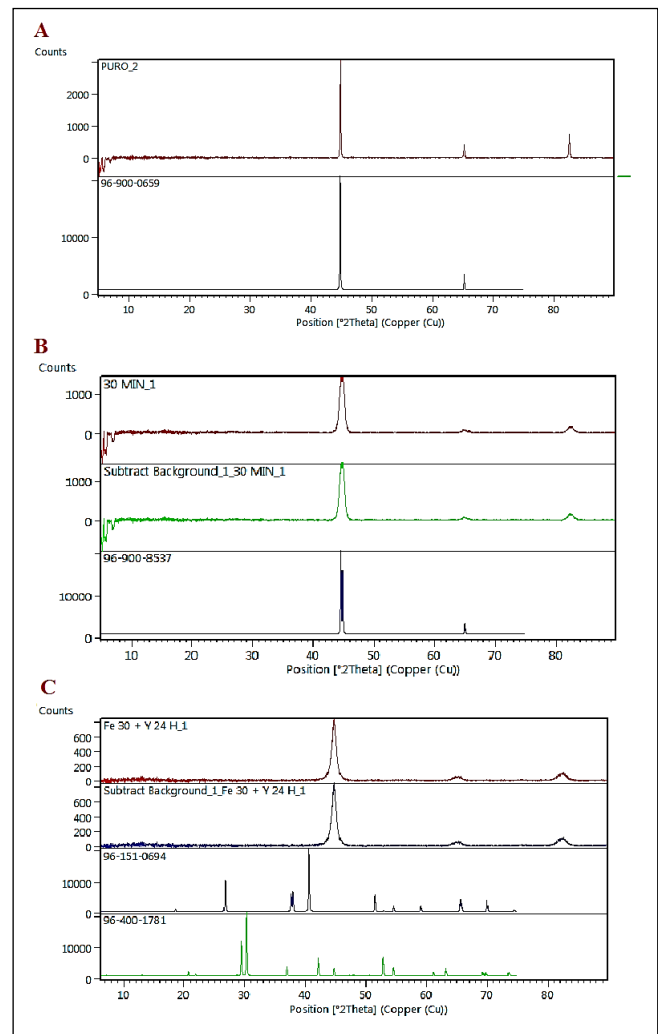


Figura 3: Imágenes Difracción de rayos X A) material base; B) molienda 30 minutos; C) Hierro a 30 minutos + Itria.

Esta molienda inicial no presenta variaciones en el material base, y se obtiene en la gráfica una composición de 100% hierro como era lo esperado con lista de picos que puede ser apreciada en la imagen [Figura 3.b].

Para el segundo difracto grama, correspondiente al material luego de la molienda, se observa como los picos son ensanchados [Figura 3.b].

Finalmente se observa el difracto grama del material aleado [Figura 3.c], como puede notarse el óxido de

itrio no genera huellas representativas en la gráfica del material base debido a la baja cantidad aplicada.

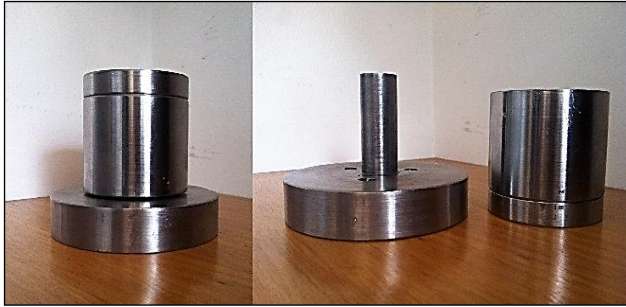


Figura 4: Fotografía del molde de compresión diseñado por el grupo de Investigación en pulvimetalurgia

3.3. Resultados del ensayo de micro dureza

En la tabla comparativa [Tabla 1] se muestran los datos de dureza encontrados para las diferentes moliendas que se realizaron; inicialmente con el fin de obtener mayor información de cuál sería la molienda más afín para ser aleada con el polvo de itria.

Esta información permitió realizar la selección de la molienda que sería utilizada, teniendo en cuenta que debía existir una relación entre los tamaños de partícula del hierro y la itria, al igual que una relación entre sus durezas. Esta última contribuye a que en el proceso de aleación mecánica las partículas de itria puedan distribuirse homogéneamente.

De igual forma se evidencia que la partícula ha presentado procesos de fractura, deformación y unión entre sí, sin observar aleado mecánico ni cambios de fase.

Adicionalmente la mezcla entre los elementos seleccionados (Hierro con 1,0% de itria) se presenta de forma homogénea y finalmente existe un aumento en la dureza a mayor tiempo de molienda.

Para el posterior análisis, mezcla y montaje para compactación se dispuso de los polvos obtenidos mediante el proceso de molienda de 30 minutos.

Luego de realizadas las mezclas, se procedió a la compactación de los polvos en el molde diseñado por el grupo investigativo, adaptable a las prensas

hidráulicas presentes en los laboratorios de diseño y física en la Universidad Nacional.

El molde utilizado [Figura 4] fue diseñado teniendo en cuenta el espesor de pared de la camisa para soportar los esfuerzos generados al interior por el material al ser compactado, con la característica adicional de ser apto para el montaje en las prensas disponibles en la Universidad, la presión de compactación sugerida para una compresión entre 35 y 45% de la altura inicial es de 400 a 800 Mpa [1].

Tabla 1. Valores de microdureza obtenidos luego de realizada la molienda de los polvos en dureza Vickers.

| TABLA COMPARATIVA DE MICRODUREZAS DE DIFERENTES MOLIENDAS (HARDNESS VICKERS) | | | |
|------------------------------------------------------------------------------|-------------------------|-------------------------|-------------------------|
| Fe Puro sin moler | Fe puro molienda 30 min | Fe puro molienda 45 min | Fe puro molienda 60 min |
| 40,1 | 269 | 276 | 280 |
| 41,6 | 197 | 231 | 353 |
| 37,1 | 237 | 321 | 401 |
| 30 | 242 | 269 | 256 |
| 38,7 | 224 | 193 | 392 |
| 40,5 | 182 | 248 | 298 |
| Promedio: 38 | Promedio: 225,2 | Promedio: 256,3 | Promedio: 330 |

3. Conclusiones

En general con este procedimiento se logra generar un material que tiene características mecánicas propias de los metales y funciona muy bien en altas temperaturas por su compuesto cerámico, además tiene la gran ventaja de poder elaborar productos con geometrías complejas, es útil para el filtrado de gases y líquidos al producir filtros y componentes metálicos porosos, otra aplicación de los polvos se presenta en la construcción de cojinetes que por la porosidad y los tamaños de grano son autolubricados, reteniendo una película de aceite que por antecedentes se estima entre el 20 y 30 por ciento del volumen de la pieza, además de esto se pueden obtener piezas dentadas de alta calidad, componentes metálicos e hidráulicos, entre otros.

Referencias

1. Beiss, P. (2007) “Shape Capability in Powder Compaction”. En: *Design and Capabilities of PM Components and Materials (2007 Course Figures Vol. 1)*, Kosice, Slovakia, European Powder Metallurgy Association, (6).
2. Darling, K. A., VanLeeuwen, B. K., Semones, J. E., Koch, C. C., Scattergood, R. O., Kecskes, L. J., Mathaudhu, S. N., (2011) Stabilized nanocrystalline iron-based alloys: Guiding efforts in alloy selection. *Materials Science and Engineering. A* 528, 4365–4371.
3. Metal Handbook, 9th ed., Vol. 7, (1989) *Powder Metallurgy*, American Society for Metals, Metals Park, Ohio.
4. Suryanarayana, C., Ivanov, E., Boldyrev, V.V., (2001) The science and technology of mechanical alloying. *Materials Science and Engineering. A* 304–306, 151–158.
5. Torralba, J. M., Amador D. R., (2003) Morphological and microstructural characterization of low-alloying Fe powder obtained by mechanical attrition, *Journal of Materials Processing Technology*. 143–144, 776–780.
6. Schatt, W., Wieters, K., Kieback, B., (2007). *Pulvermetallurgie Technologien und Werkstoffe*. Springer-Verlag, Berlin Heidelberg.