



Universitat de Girona
Escola Politècnica Superior

Proyecto/Trabajo Final de Carrera

Estudio: Ingeniería Técnica Ind. Química Ind. Plan 1994

Título:

“Comparativa de equipos de síntesis mecánica:
Aleaciones de base Al-Cu y Fe-Ni”

Documento: Resumen

Alumno: M^a Carmen Muñoz Sánchez

Director/Tutor: J.J. Suñol Martínez

Departamento: Física

Área: Física aplicada

Convocatoria (mes/año): Septiembre 2006

RESUMEN DEL PROYECTO

1. INTRODUCCIÓN

La síntesis mecánica es un proceso basado en la molturación de una mezcla de polvo sometida a altas energías que se producen por los choques entre las partículas y las bolas de un micromolino, entre las partículas y las paredes del recipiente y entre las mismas partículas. Los dos procesos involucrados en el proceso de síntesis mecánica son la soldadura en frío y la fractura.

El proyecto que se presenta es una continuación de los diferentes estudios realizados en el departamento de *Recerca de Materials i Termodinàmica* de la *Universitat de Girona* sobre el proceso de aleado mecánico, en especial del proyecto de Ivan Darnés (Abril 2005) donde se realizaba un estudio comparativo de los micromolinos Pulverisette 7 (P7) y SPEX8000 a partir de dos aleaciones en polvo de base Fe.

El presente proyecto tiene como objetivo principal realizar nuevamente una comparación de los equipos P7 y SPEX8000, pero utilizando otras mezclas de polvo iniciales y modificando los parámetros del proceso. Para tal comparación se estudiarán las muestras obtenidas a nivel estructural, térmico y morfológico.

Se ha partido de cuatro muestras de 12 gramos, dos de ellas con porcentaje atómico $(AlCu)_{95}Fe_5$ (mezclas A) y las otras dos $Fe_{40}Ni_{40}Nb_{10}B_{10}$ (mezclas B). Las mezclas escogidas pertenecen al grupo de materiales tecnológicamente denominados magnéticamente blandos y duraluminios respectivamente. Esta elección se realizó, en el caso de las mezclas A, para establecer una comparativa entre el presente estudio y el proyecto antecedente, puesto que sus mezclas también poseen una base Fe. En el caso de las mezclas B, la elección se realizó para estudiar el material que se obtiene al someter una mezcla de base Al-Cu al proceso de aleado mecánico en uno y otro micromolino, ya que es un tipo de material que no se había probado de sintetizar anteriormente en la Universidad de Girona.

2. PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS

PASO 1: Se recogió una muestra homogénea a tiempo de molienda cero horas de cada mezcla.

PASO 2: Las mezclas en polvo se colocaron en los recipientes específicos para el proceso, se introdujeron las bolas y se les aplicó una atmósfera de argón.

PASO 3: Posteriormente se molturaron una mezcla A y una mezcla B en el micromolino planetario P7 extrayendo muestras a las 10, 20, 30, 40 y 50 horas de molturación. Se realizó el mismo procedimiento con las mezclas restantes en el micromolino agitador SPEX8000.

Tabla 1. Nomenclatura de las muestras objeto del presente estudio.

Mezcla inicial	Micromolino utilizado	Muestras con tiempo de molienda: 0, 10, 20, 30, 40 y 50 horas respectivamente.
A	P7	AP7t0, AP7t10, AP7t20, AP7t30, AP7t40, AP7t50
A	SPEX8000	ASPEXt0, ASPEXt10, ASPEXt20, ASPEXt30, ASPEXt40, ASPEXt50
B	P7	BP7t0, BP7t10, BP7t20, BP7t30, BP7t40, BP7t50
B	SPEX8000	BSPEXt0, BSPEXt10, BSPEXt20, BSPEXt30, BSPEXt40, BSPEXt50

3. TÉCNICAS DE ANÁLISIS UTILIZADAS

Difracción de rayos X: mediante esta técnica, utilizando un difractómetro de polvo, se han identificado las fases presentes en cada muestra y se ha obtenido una información a nivel estructural.

Calorimetría diferencial de barrido: la aplicación de esta técnica ha proporcionado información del comportamiento térmico de las muestras obtenidas. El análisis se ha realizado entre 50°C y 600°C a una velocidad de calentamiento de 20°C/min y con un caudal de N₂ de 30 ml/min como gas de purga.

Microscopía Electrónica de Barrido: El estudio de las muestras mediante el microscopio electrónico de barrido ha permitido recoger información sobre la

morfología de las partículas y se ha permitido observar los procesos de soldadura en frío y fractura.

4. RESULTADOS

En este apartado se describen los resultados más importantes de los diferentes análisis realizados.

4.1. Análisis estructural

Al aumentar el tiempo de molturación en las muestras, el parámetro de celda tiende a disminuir. En las muestras obtenidas del micromolino SPEX se ha observado un parámetro de celda inferior que en las muestras obtenidas mediante el micromolino P7.

El método de Williamson-Hall no ha reflejado una linealidad en ninguno de los casos, hecho que se justifica por la gran cantidad de defectos cristalográficos que presentan las muestras.

En las muestras base Fe-Ni, apareció una fase básicamente amorfa a las 20 horas de molturación con el micromolino P7, en cambio el micromolino SPEX produjo un material con estructura nanocristalina.

4.2. Análisis térmico

En todas las muestras analizadas aparecieron los fenómenos de relajación estructural del material tensionado mecánicamente.

En las muestras Al-Cu, tanto las procedentes del micromolino P7 como las procedentes del micromolino SPEX, al realizar el análisis calorimétrico, a las 10 horas de molturación apareció una fase cristalográfica en el rango de temperatura estudiado. A partir de las 20 horas de molturación, en las curvas DSC de las muestras obtenidas mediante el micromolino P7 aparecieron tres fases cristalográficas diferenciadas, en cambio, en las curvas de las muestras procedentes del micromolino SPEX justo comenzaba a aparecer una segunda fase cristalográfica minoritaria incluso en la muestra con tiempo de molturación de 50 horas.

Para las muestras obtenidas con el micromolino SPEX, las temperaturas de los procesos exotérmicos eran más elevadas respecto las del micromolino P7.

En las muestra Fe-Ni, el área de los procesos exotérmicos y el fenómeno de relajación estructural aumentan con el tiempo de molienda.

4.3. Análisis morfológico

La morfología de los materiales obtenidos es típica del aleado mecánico, presentan aglomeraciones y cavidades que aparentemente aumentan el valor de la superficie específica, y presentan formas redondeadas y suaves.

En las aleaciones base Al-Cu existe una tendencia decreciente en cuanto al tamaño de grano respecto al tiempo de molienda, sobretodo en el paso de 0 a 10 horas de molturación. Por lo tanto, el proceso de fractura predomina sobre el proceso de soldadura en frío.

En cuanto a la comparación entre los dos micromolinos respecto a las muestras Al-Cu, el micromolino P7 a las 50 horas de molturación consiguió un mayor porcentaje de muestras con un diámetro entre 0 a 0,15 μm . Con el micromolino P7 se consiguió en mayor brevedad la estabilización dentro del intervalo citado.

En las aleaciones base Fe-Ni a diferencia de las muestras base Al-Cu, la tendencia del tamaño de grano es a aumentar hasta estabilizarse en el intervalo entre 5 y 30 μm , indicando que el equilibrio se desplaza levemente hacia la soldadura en frío. Con el micromolino P7 se vuelve a necesitar un menor tiempo de molturación para alcanzar un tanto por ciento más elevado del intervalo citado.

5. CONCLUSIÓN

La conclusión principal es que utilizando dos equipos diferentes en el proceso de molturación, el producto obtenido posee características diferentes respecto la estructura del material, el comportamiento térmico y el tamaño de partículas.

Cabe destacar, que en el proyecto de Ivan Darnés se dedujo que la molienda era más energética con el equipo SPEX que con el P7, en cambio, los resultados obtenidos en

este estudio, apuntan al P7 como el micromolino que proporciona una mejor molienda sobre las dos muestras utilizadas.

6. PERSPECTIVAS

- Estudio de las propiedades magnéticas de las aleaciones base Fe-Ni obtenidas.
- Análisis de la compactación y consolidación de los polvos obtenidos, así como de las propiedades mecánicas, especialmente en la muestra de base Al-Cu.

7. PLANIFICACIÓN Y PRESUPUESTO

La duración estimada para la realización del T/PFC con título “Estudio de síntesis mecánica: Aleaciones de base Fe-Ni y Al-Cu” es de ocho semanas, considerando una dedicación del 100% de una persona, es decir 8 horas al día, y 5 días a la semana.

El presupuesto para la realización del proyecto es de 8.525,35 €, impuestos no incluidos.

M^a Carmen Muñoz Sánchez
DNI: 40353665-G

Girona, 4 de septiembre de 2006