

OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN MECÁNICA DEL SISTEMA FeMnAlCCu.

C. González^{*1}, A. Santos^{*1}, G. A. Pérez Alcázar^{*2}, H. Sanchez^{*2}, J. Cuevas^{*3} O. Vanegas^{*3}
^{*1}Grupo de Investigación en Materiales GIM. Departamento de Ciencias Básicas. Universidad Pontificia Seccional Bucaramanga.

^{*2}Grupo de Metalurgia Física y Teoría de Transiciones de Fase, Departamento de Física, Universidad del Valle, A. A. 25360, Cali, Colombia

^{*3}Grupo de Materiales Compuestos, Escuela de Ingeniería de Materiales, Universidad del Valle, A. A. 25360, Cali, Colombia

Recibido Abril 14, 2010 - Aceptado Agosto 28, 2010

<http://dx.doi.org/10.18566/puente.v4n2.a05>

Resumen— En ese trabajo se reportan los resultados obtenidos de la Microdureza Vickers, de las aleaciones Fe₅₉Mn_{36.5}Al_{3.16}C_{3.56}Cu_{0.237} % wt. Los aleantes, fueron sometidos a un proceso de aleamiento mecánico durante 6 y 12 horas de molienda en un molino de alta energía, la relación masa polvos masa bolas fue 1:15. Posteriormente las muestras fueron sometidas a una compactación uniaxial en caliente (T = 250°C) usando presiones de 400, 600 y 800 MPa y finalmente las muestras fueron sinterizadas a una temperatura aproximada de 1150°C. Se comprobó que la relación masa polvos masa bolas, la compactación en caliente y la sinterización fueron adecuadas para obtener baja porosidad y alto valor de microdureza.

Palabras clave— Aleamiento mecánico, sinterización, sistema FeMnAlCCu

Abstract— In this work, it is reported the results obtained of the Vickers microhardness, to the alloys Fe₅₉Mn_{36.5}Al_{3.16}C_{3.56}Cu_{0.237} % wt. The alloys were processed mechanically during 6 to 12 hours of milling in a high energy mill, the relation mass – dust, mass – balls were 1:15. Then, the samples were compacted uniaxially in a hot atmosphere (T=250°C), using a pressure of 400, 600 and 800 MPa and finally the samples were sintered at 1150°C. By this work, it was demonstrated that the relation between mass – dust and

mass – balls, hot compacting and sinter were suitable to obtain a low porosity and high microhardness value.

Keywords— Mechanically alloying, sinterization, FeMnAlCCu system, Microhardness

I. INTRODUCCIÓN

Desde hace varias décadas el sistema de aleaciones Fe Mn Al desordenadas, ha sido de gran interés debido a sus propiedades mecánicas y de resistencia a la corrosión [1], [2]. A medida que crece el interés científico por su estudio, se han variado los métodos de preparación y se le han adicionando algunos aleantes [3]-[5]. Con el fin objetivo, de estabilizar la fase austenítica que, como se sabe, confiere a la aleación propiedades mecánicas óptimas, tanto a temperatura ambiente como a alta temperatura.

El objetivo del presente trabajo es reportar los más recientes resultados de adicionar 3.56 % wt C y 0.237 % wt de Cu al sistema Fe Mn Al, alear mecánicamente durante 6 y 12 h y luego sinterizar. Las muestras fueron analizadas por microscopia electrónica de barrido (SEM) y finalmente, se hicieron ensayos de microdureza Vickers con una carga de 500g y tiempo de indentación de 5s

II. PROCESO EXPERIMENTAL

Las muestras fueron preparadas con polvos de Fe, Mn, C y Cu con una pureza del 99.9% de acuerdo a la estequiometría específica. Para cada una de las muestras, los polvos se mezclaron en vicker's, posteriormente, los polvos fueron mecánicamente aleados (MA) durante 6 y 12h en un molino planetario tipo Fritch "pulverisett 5" con bolas y jarras de acero cromado inoxidable a una velocidad de rotación de 240 rev/min. Las jarras con el polvo y las bolas adentro, fueron cerradas herméticamente al vacío con una

¹ C. González, Docente Departamento de Ciencias Básicas, Universidad Pontificia Bolivariana, líder del Grupo de Investigación en Materiales GIM., e-mail: claudia.gonzalez@upb.edu.co;

A. Santos, Director Facultad de Ingeniería Mecánica, Universidad Pontificia Bolivariana, integrante del Grupo de Investigación en Materiales GIM. E-mail: Alfonso.santos@upb.edu.co

G. A. Pérez Alcázar, H. Sánchez, Grupo de Metalurgia Física y Teoría de Transiciones de Fase, Departamento de Física, Universidad del Valle, A. A. 25360, Cali, Colombia.

J. Cuevas O. Vanegas, Grupo de Materiales Compuestos, Escuela de Ingeniería de Materiales, Universidad del Valle, A. A. 25360, Cali, Colombia.

presión de 5×10^{-2} mbar. La síntesis de los materiales se hizo siempre de modo discontinuo: 1 h de molienda y 1 h de descanso, con el fin de limitar la adherencia de los polvos a las paredes de las jarras y minimizar la elevación de la temperatura. Se utilizó una razón masa polvos masa bolas 1:15. Posteriormente las muestras fueron sometidas a una compactación uniaxial en caliente ($T = 250^{\circ}\text{C}$) usando presiones de 400, 600 y 800 MPa obteniéndose pastillas (de $c/\text{presión}$ y de $c/\text{tiempo de medida}$) de 1.2235 cm de diámetro y ≈ 0.2294 cm de espesor. Finalmente, las muestras fueron sinterizadas por 30 min a una temperatura aproximada de 1150°C , la Rata de calentamiento usada fue de $12.5^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}$, en atmosfera de Ar a razón de 5 Pies cúbicos $\cdot$ minuto.

A la muestras sinterizadas se les hizo un corte transversal y se encapsularon en baquelita, las probetas se prepararon bajo procedimiento metalográfico, quedando con un acabado espejo, finalmente, se les hizo pruebas de microdureza HV con un carga de 500 g y un tiempo de indentación de 5 s.

III. RESULTADOS EXPERIMENTALES Y DISCUSIÓN.

A. Microscopia electrónica de barrido (SEM).

Las muestras fueron compactadas uniaxialmente a un temperatura de 250°C con presiones de: 400, 600 y 800 MPa por espacios de 30 min cada vez. En la tabla I están registrados los resultados para la densidad de las muestras en verde, donde hay una muy buena concordancia ya que la densidad aumenta al aumentar la compactación.

TABLA I
RESULTADOS DE LAS MUESTRAS EN VERDE

(h)	Esfuerzo (MPa)	Peso Compacto (g)	Espesor (cm)	ϕ (cm)	V (cm ³)	ρ verde (g/cm ³)
6	399,6	1,473	0,2838	1,2235	0,334	4,41
	599,6	1,492	0,2679	1,2235	0,315	4,74
	804,6	1,496	0,2496	1,2235	0,293	5,10
12	399,6	1,494	0,2769	1,2235	0,326	4,59
	600,5	1,514	0,2674	1,2235	0,314	4,82
	800,4	1,518	0,2493	1,2235	0,293	5,18

Las micrografías de la superficie transversal de las muestras con 6 horas de molienda son presentadas en la Figura 1, con sus respectivos espectros de dispersión de energías. La compactación de las muestras es buena pero adicionalmente se encontraron trazas de silicio que variaron de 0.42 a 0.52% de peso atómico y trazas de oxígeno que variaron de 0.36 a 2.26 % de peso atómico, para todos los compactos. La presencia de oxígeno en la superficie a pesar del flujo de Ar, puede ser atribuido al aire atrapado en los poros de la superficie compactadas, este oxígeno se difunde en la superficie por efectos térmicos [6].

De los diferentes, espectros de dispersión de energías, puede verse, los picos de los componentes y además se observa que las muestra sufren un proceso de oxidación, a pesar de la atmosfera inerte con que se hizo el proceso de sinterizado.

En comparación es mayor la oxidación en las caras superficiales que en la superficie transversal.

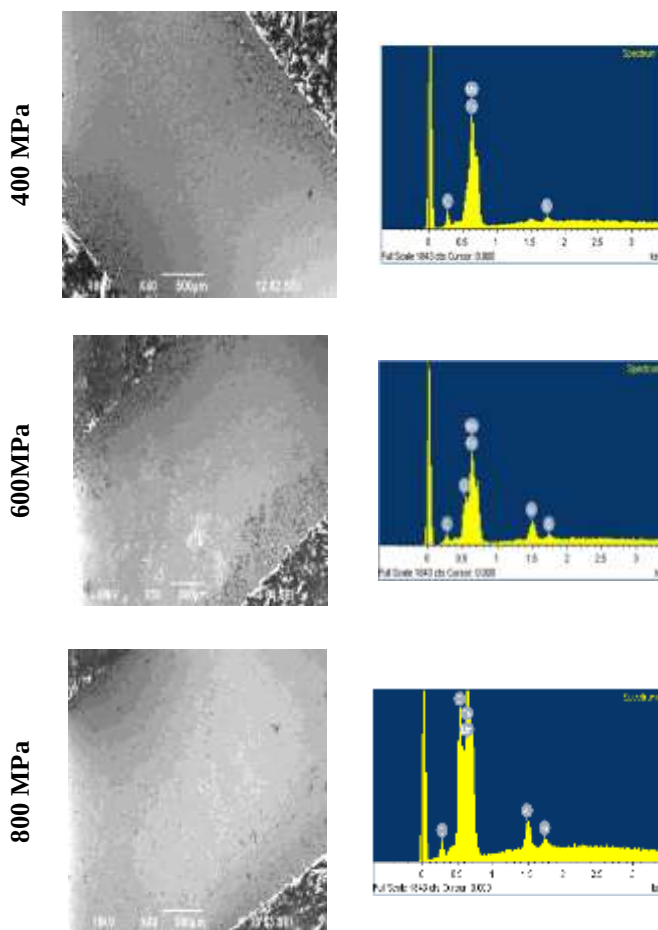


Fig. 1. Micrografías SEM y espectro de energía superficial de la superficie transversal de las muestras con 6h horas de molienda, sinterizadas con 400, 600 y 800 MPa

La Figura 2 se presenta las micrografías y los espectros de energía superficial para la superficie transversal de las mismas muestras pero con 12 horas de molienda. La porosidad en las caras transversales es baja y muy similar a la encontrada en las caras superficiales. En la superficie transversal sólo se observó trazas de oxígeno para las muestras compactadas a presiones de 400, 600 y 800 MPa.

Los valores del oxígeno oscilaron entre 0.26 y 2.96 % de peso atómico. Y trazas de silicio sólo para la muestra compactada con 800 MPa con el 0.27 % de peso atómico.

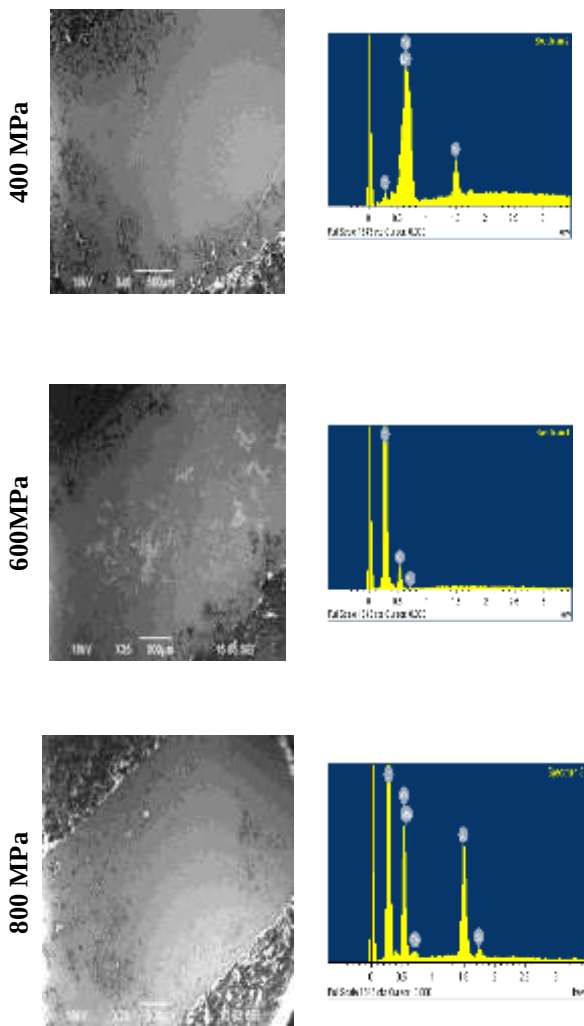


Fig. 2. Micrografías SEM y espectro de energía superficial de la superficie transversal de las muestras con 12 h horas de molienda, sinterizadas con 400, 600 y 800 MPa

A las muestras se le hizo también pruebas de microdureza Vickers, con una carga de 500g y tiempo de indentación de 5s.; se le realizaron 5 ensayos a cada muestra y se promediaron para cada uno de los rango de presión utilizados en la compactación de las monedas (400, 600 y 800 MPa).

Los resultados obtenidos se encuentran tabulados en las tablas II y III para tiempos de molienda de 6h y 12h, respectivamente.

En la Figura 3 se observa que tanto para tiempos de molienda de 6 y 12 horas la microdureza de la aleación aumenta linealmente con la presión de compactación utilizada para la fabricación de las muestras; este resultado es debido a que el espacio libre entre partículas es más bajo entre mayor sea la densidad de la muestra que se analiza, tal como se corrobora en la tabla I.

TABLA II
RESULTADOS PRUEBAS DE MICRODUREZA PARA MUESTRAS CON TIEMPOS DE MOLIENDA DE 6 H.

Esfuerzo (MPa)	Densidad en Verde (g/cm ³)	Microdureza HV/500(g)
400	4.41	191.20
600	4.74	218.40
805	5.10	244.52

TABLA III
RESULTADOS PRUEBAS DE MICRODUREZA PARA MUESTRAS CON TIEMPOS DE MOLIENDA DE 12 H

Esfuerzo (MPa)	Densidad en Verde (g/cm ³)	Microdureza HV/500(g)
400	4.41	224.80
600	4.74	245.32
805	5.10	275.80

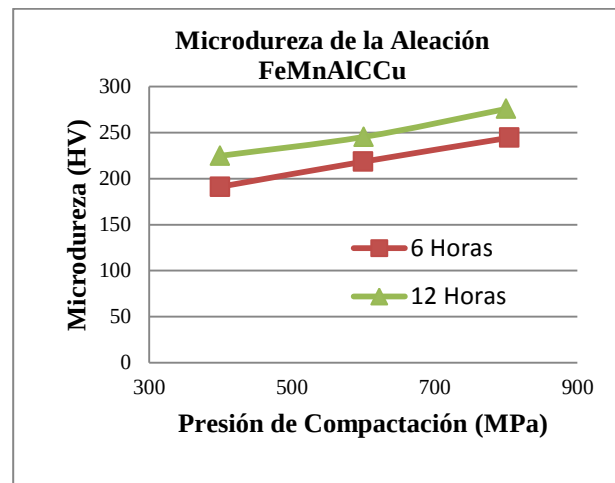


Fig. 3. Comparación de la microdureza para muestras con tiempos de molienda de 6 y 12 horas.

Otro factor que influye para este comportamiento es el proceso de sinterizado, el cual busca que las partículas se suelden y el componente resultante, muchas veces poroso, adquiere resistencia mecánica. Termodinámicamente, es

lógico que el sistema evolucione, hacia un sistema compacto, ya que la masa de polvo, debido a la gran cantidad de intercaras, tiene exceso de energía libre, la cual tenderá a eliminarse cuando las condiciones lo permitan. Estas condiciones se presentan precisamente, en el proceso de sinterización. Por otra parte desde el punto de vista cinético, la movilidad atómica en estado sólido es función de la temperatura. Por tanto, para que las partículas de polvo puestas en contacto se sintericen, es necesario que los átomos estén animados de cierta movilidad, lo que se consigue aumentando la temperatura del sistema, produciéndose así más zonas de contacto. Entre mayor sea la cantidad de superficies en contacto mayor será la cantidad de partículas soldadas, lo que permite obtener una estructura mucho más compacta y resistente.

Adicionalmente, la figura 3 muestra que entre mayor sea el tiempo de molienda en el proceso de aleación mecánica de los polvos utilizados, mayor será la microdureza que presenta la aleación final obtenida; esto puede deberse a que como se observa en las micrografías (SEM) para 6 h las partículas tienen diferentes tamaños que oscila entre 480 - 380 las más grandes y entre 140 - 90 μm las más pequeñas, mientras que para 12 h de molienda las partículas tienen tamaños más uniformes que oscilaron entre 130 - 100 las más grandes y 50 - 23 μm las más pequeñas. Cambios en el tamaño de las partículas son congruentes con los procesos de fractura y soldadura que se presentan en el proceso de aleación mecánica [7] -[9]. Esta diferencia en tamaño de las partículas permite suponer que entre más pequeñas sean mayor será la superficie de contacto entre ellas y por consiguiente la Sinterización producirá mayor cantidad de partículas soldadas entre si y una mayor resistencia mecánica.

IV. CONCLUSIONES

Las pruebas de microdureza realizadas a los polvos mecánicamente aleados que se compactaron en caliente a una temperatura de 250°C utilizando tres compactos 400, 600 y 800 MPa y luego se sinterizaron a 1150°C en atmosfera de Ar por 30 min; permiten mostrar una dependencia lineal de la microdureza en relación con el tiempo de molienda del proceso de aleación mecánica y la presión de compactación utilizada para la fabricación de las muestras.

Los resultados de microdureza obtenidos para estas muestras también mejoraron respecto a los reportados en otras investigaciones [6].

Otro factor que puede haber influido en los buenos resultados obtenidos es la relación masa bolas masa polvos utilizada 1:15.

AGRADECIMIENTOS

Los autores Claudia González y Alfonso Santos expresan un agradecimiento muy especial a los Laboratorios del Grupo de Metalurgia Física Teoría de Transiciones de Fase y al Grupo de Materiales Compuestos, por su Valiosa colaboración con el préstamo de los equipos e interés para el análisis de las muestras. Así mismo un agradecimiento especial al Dr. Modesto Fajardo. Agradecimiento a la Universidad Pontificia Bolivariana Seccional Bucaramanga a través de la Dirección de Investigaciones por el soporte financiero del proyecto 004-0705-9560.

BIOGRAFÍA



Claudia Paulina González Cuervo, Lugar de nacimiento Tunja, Licenciada en Ciencias de la Educación especialidad en Física y Matemáticas de la Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia, Tunja, Magíster y Doctorado en Ciencias Física de la Universidad del Valle, Cali. Intereses de investigación en Nanopartículas, aleaciones, espectroscopia Mössbauer, difracción de rayos x, Microscopia electrónica, Nuevos Materiales.



Alfonso Santos Jaimes, Ingeniero Mecánico de la Universidad Industrial de Santander y Magíster en Ingeniería Mecánica de la Universidad de Los Andes. Docente de la Facultad de Ingeniería Mecánica en las áreas de Materiales, Diseño de Maquinaria y Sistemas de Calidad. Las líneas de Investigación están orientadas al desarrollo y adaptación de maquinaria, energías renovables y nuevos materiales.

REFERENCIAS

- [1] Yung'Long Lin, and Chang'Chou. *Scripta Metall.* Vol 25 pp 1669, 1991.
- [2] Y. J. Gau, J. K. Wu T. *Matt. Scien. Lett.* Vo 11, pp 119, 1992.
- [3] M. M. Rico Castro, M. H. Medina and G. A. Pérez Alcazar, "Mössbauer spectroscopy and X-ray diffraction study of $\text{Fe}_x\text{Mn}_{0.70-x}\text{Al}_{0.30}$ ($0.40 < x < 0.70$) alloys prepared by mechanical alloying" *Hyp. Int.* vol 128, pp 503-510, 2000.
- [4] R. Rodríguez and G.A. Pérez Alcázar, *Phys. Stat. Sol. (b)* vol 220 pp 441, 2000
- [5] J.F.Valderruten, G. A. Pérez Alcázar and L. Civalé, *Journal of Materials Science*, vol 39, pp 5445, 2004.
- [6] B. Cruz and Peréz Alcázar, "Análisis Comparativo de las propiedades Estructurales de las aleaciones FeMnAlCu ", *Scientia et Technica Año XI No 28* pp 157 – 161, 2005.
- [7] J. S. Benjamin. *Metall. Trans.* Vol 1 pp 2943, 1970.
- [8] Le Caër. *Ann. Chim. Sci. Mat.* Vol 22 pp 341, 1997.
- [9] P. S. Groodwin, T. M. T. Hinder, A. Wisbey, and C. M. Ward-Close. *Mater. Sci. Forum.* Vol 53 pp 269 – 272, 1998.