

FABRICACIÓN DE POLVOS FE-NI-GA CON MEMORIA DE FORMA MEDIANTE MOLIENDA MECÁNICA

A. Vázquez-Ruiz^a, F. Alvarado-Hernández^b, H.J. Vergara^a, O. Jiménez^c, E. Torres-Alonso^a, R.A. Ochoa-Gamboa^d, L. Olmos^e

^aPosgrado de Ciencias en Metalurgia, Instituto Tecnológico de Morelia, Av. Tecnológico # 1500, Colonia Lomas de Santiaguillo, Morelia, Michoacán, C.P. 58120 México.

^bMaestría en Ciencias de la Ingeniería, Universidad Autónoma de Zacatecas, Jardín Juárez 147 Centro Histórico, Zacatecas, Zacatecas, C.P. 98000, México.

^cDepartamento de Ingeniería de Proyectos, Universidad de Guadalajara, José Guadalupe Zuno # 48, Los Belenes, Zapopan, Jalisco, C.P. 45100, México.

^dCentro de Investigación en Materiales Avanzados CIMAV, Av. Miguel de Cervantes 120 Complejo Industrial Chihuahua, Chihuahua, Chihuahua, C.P. 31109, México

^eCoordinación de la Investigación Científica, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, Fco. J. Mujica S/N, Ed. C-2 C.U., Morelia, Michoacán, C.P. 58060, México, luisra24@gmail.com

Resumen

Las aleaciones con memoria de forma presentan propiedades que no se pueden obtener con otros materiales y debido a eso sus aplicaciones han crecido mucho en los últimos años. La mayoría de estas aleaciones son fabricadas mediante fundición. Sin embargo, su mayor desventaja es su fragilidad, lo que impide que sean trabajadas mecánicamente para darles formas complejas, limitado su campo de aplicación. Una forma de sobrepasar esta desventaja es fabricando partes mediante la técnica de pulvimetalurgia en la que la forma final de las piezas se realiza antes de la consolidación final. Por lo que este trabajo tiene como objetivo la fabricación de polvos mediante molienda mecánica de la aleación Fe-Ni-Ga con memoria de forma. Para llevarlo a cabo se realizará la fabricación de la aleación mediante fundición en horno de inducción y después será llevada a un molino de bolas para triturarla y fabricar polvos de esta aleación. Finalmente los polvos serán caracterizados mediante rayos X a altas temperaturas y microscopía electrónica de barrido. Las características de los polvos indican que la fase que genera las propiedades de memoria de forma se pierde durante la molienda a causa de los esfuerzos mecánicos generados durante el proceso. Un tratamiento térmico de recocido es necesario para recuperar la fase de memoria de forma. Adicionalmente el tamaño de partícula disminuye con el tiempo de molienda y su forma cambia de hojuelas a irregular.

Introducción

Las propiedades de recuperación de deformación y la buena resistencia a la corrosión así como una elevada dureza y excelentes propiedades magnéticas [1] han hecho que las aleaciones con memoria de forma se desarrollen para diferentes aplicaciones industriales. Recientemente se han fabricado materiales celulares, es decir porosos, con la aleación TiNi que presenta grandes propiedades para implantes quirúrgicos [2]. La principal desventaja que presentan estas aleaciones es su fragilidad lo que les impide ser trabajadas para darles una forma compleja [3]. Generalmente estas aleaciones son fabricadas mediante fundición y para poder obtener formas complejas es muy costoso y complicado [4,5]. Para ampliar el campo de aplicación, la fabricación partes han sido realizada mediante metalurgia de polvos con las aleaciones más utilizadas como son las de Ni-Ti [6,7]. Por otro lado, debido a las buenas propiedades magnéticas de la aleación FeNiGa, éstas pueden ser utilizadas en

la industria de la electrónica dándoles formas complejas. Sin embargo, debido a su fragilidad no pueden ser trabajadas con máquinas y herramientas, por lo que su fabricación mediante metalurgia de polvos sería idónea para ampliar su campo de aplicación. Gracias a su gran fragilidad, las aleaciones Fe-Ni-Ga permiten ser trituradas y seccionadas en pequeñas partes para formar polvos. Por lo anteriormente dicho, este trabajo se enfoca a la preparación de polvos mediante molienda mecánica y la caracterización posterior de los polvos fabricados a partir de un lingote fundido de la aleación, la cual fue producida mediante calentamiento por arco eléctrico.

Metodología

La aleación se fabrica con partes estequiometricamente calculadas para la formación de la aleación Fe-Ni-Ga, con materiales de una pureza del 99.99%. Los cuales son introducidos en un crisol de grafito recubierto con nitruro de boro para evitar contaminación. Enseguida el crisol es introducido en un horno de arco eléctrico que provee un calentamiento hasta la fusión de la aleación 1350°C aproximadamente, bajo atmosfera de Argón. Una vez solidificada la aleación es cortada en pequeños trozos e introducida en un molino de bolas. Enseguida es triturada en ambiente seco durante dos diferentes tiempos de molienda 30 y 60 minutos. Los polvos obtenidos para cada caso de moliendo son enseguida caracterizados mediante difracción de rayos X para determinar la composición de las fases presentes en los polvos y mediante microscopía electrónica de barrido (MEB) para determinar su forma y distribución de tamaño de partícula. La distribución de tamaño de partícula se obtuvo a partir de varias micrografía tomadas mediante MEB midiendo el diámetro de Ferret de cada partícula en la imagen con la ayuda del programa de análisis de imágenes ImageJ. Finalmente se realiza un estudio de la recuperación de la fase con memoria de forma mediante un tratamiento térmico de recocido hasta 800 °C al vacío, en donde es analizado *in-situ* mediante difracción de rayos X a diferentes temperaturas durante el ciclo térmico.

Resultados

La Figura 1 muestra la forma de las partículas obtenidas después de la molienda de los polvos. Se puede observar que la forma de las partículas molidas durante 30 minutos es de hojuelas alargadas y delgadas, Figura 1a. Mientras que para el caso de mayor tiempo de molienda, las partículas comienzan a tener una forma irregular con las puntas redondeadas y más gruesas, así como un tamaño menor, Figura 1b.

A partir de varias imágenes de los polvos se determinó la distribución de tamaño de partícula para cada tiempo de moliendo, como se muestra en la Figura 2. Se observa que el tamaño de partícula disminuye cuando el tiempo de molienda es incrementado, lo cual es un resultado lógico. El tamaño medio de partícula d_{50} encontrado para los tiempos de molienda de 30 y 60 minutos es de 129 y 66 μm respectivamente, lo que representa una reducción en el tamaño de partícula del 50%. Por el contrario, el “span value” que se utiliza para medir la amplitud de la distribución de tamaño, aumenta de 1.4 a 2 conforme el tiempo de molienda es el doble. Esto indica que aunque el tamaño de partícula es menor, la posibilidad de encontrar una partícula 2 veces más grande o más pequeña que la media es mayor que en los molidos durante 30 minutos. Este factor es importante a tomar en cuenta para el posterior tratamiento de los polvos durante el sinterizado, en donde el tamaño de partícula es de vital importancia para la eliminación de la porosidad.

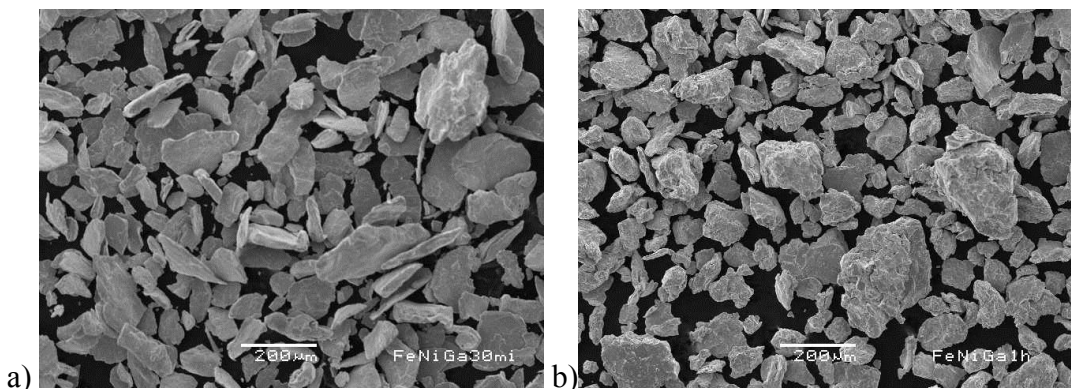


Figura 1. Micrografía de los polvos obtenidos después de la molienda a) 30 minutos y b) 60 minutos.

La Figura 3 muestra las fases de los polvos obtenidos después de la molienda a diferentes tiempos. Se encontró que conforme la aleación fue triturada por un mayor tiempo la fase con memoria de forma se desordena más, mostrando menores intensidades en los picos a 43 y 47, los cuales se van ensanchando a medida que el tiempo de molienda aumenta, lo cual también indica una disminución en el tamaño de grano.

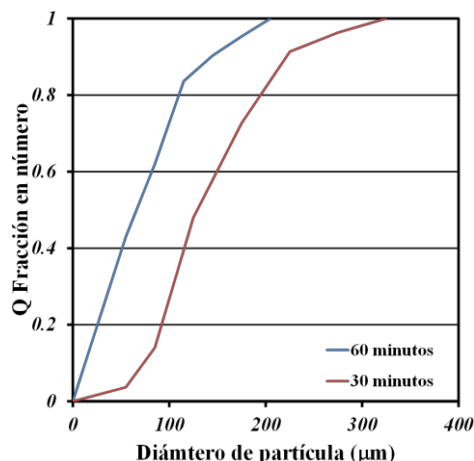


Figura 2. Distribución de tamaño de partícula de los polvos de FeNiGa.

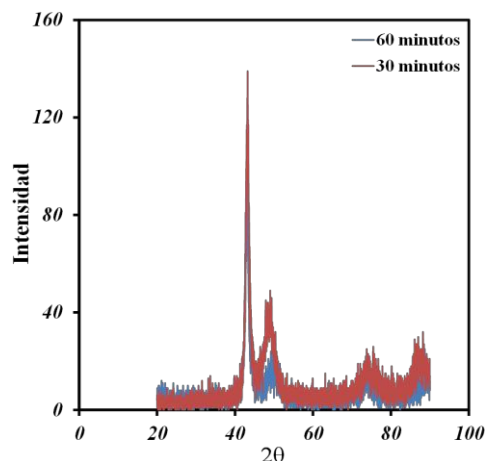


Figura 3. Difractograma de los polvos de FeNiGa después de la molienda.

La evolución del reordenamiento de la fase con memoria de fase se muestra en la Figura 4. Como se comentó en el párrafo anterior a causa de la molienda hay un desorden de la fase con memoria de forma en los polvos. Para recuperar la fase con memoria de forma se realizó un recocido a 900 °C, durante el cual se fue siguiendo la evolución de las fases presentes en ellos. Para reducir el tiempo de permanencia a las temperaturas a las cuales se realizó el difractograma de rayos X, se redujo el ancho de barrido 2θ a 20°, entre los valores de 35 y 55°, en donde se encuentran los picos representativos de las fases presentes (austenita y b2). Por simplicidad se muestran los resultados a 3 diferentes temperaturas, antes de la transformación, para cada caso, a la temperatura de transformación para los dos tipos de molienda. Como se puede observar en la Figura 4a, la temperatura de transformación de los polvos molidos durante 30 minutos es a los 700 °C, mientras que

para los polvos molidos durante 60 minutos la temperatura fue inferior, 550 °C, Figura 4b. La transformación ocurre primero eliminando el pico de menor intensidad a 48° y enseguida el reacomodo de la fase b2 comienza, reduciendo la fase austenítica. Los resultados sugieren que el tamaño de partícula juega un rol importante para reducir la temperatura de reordenamiento en de la fase con memoria de forma que se pierde durante la molienda. Como se puede observar a 700 °C los polvos molidos durante 60 minutos ya han logrado el reordenamiento completo mientras que los polvos molidos por la mitad del tiempo inician su transformación.

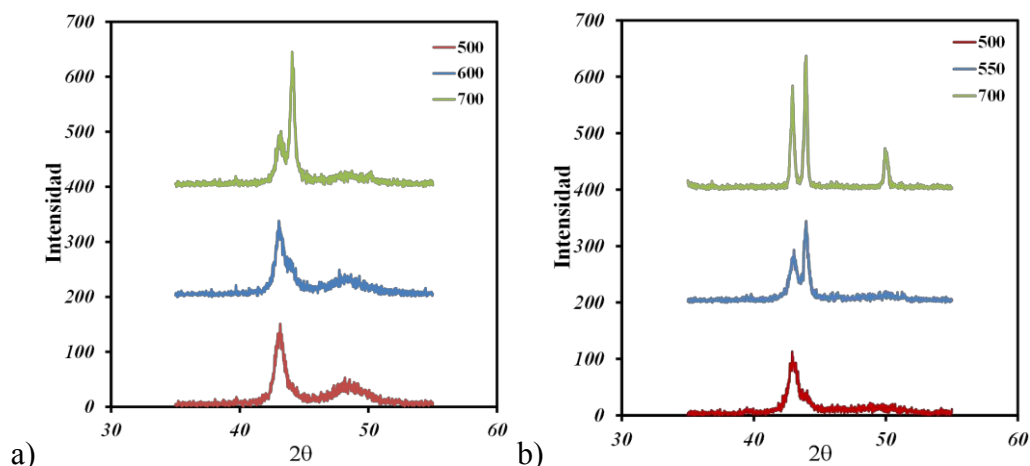


Figura 4. Difractograma durante el ciclo térmico de recocido a diferentes temperaturas de los polvos de FeNiGa con diferentes tiempos de molienda, a) 30 minutos y b) 60 minutos.

Conclusiones

La fabricación de polvos de la aleación FeNiGa con memoria de forma mediante molienda mecánica fue investigada en este trabajo y se encontró que la fase de memoria de forma se pierde con la molienda, sin embargo esta puede ser recuperada mediante un tratamiento térmico. Se observó que el tamaño de partícula es reducido aumentando el tiempo de molienda, así que la forma de las partículas cambia también. La temperatura de reordenamiento de la fase con memoria de forma fue reducida como el tamaño de partícula es más pequeño.

Los resultados obtenidos en este trabajo sirven como base para el estudio de la consolidación de los polvos y para determinar los parámetros óptimos para obtener piezas con buenas propiedades mecánicas y magnéticas con memoria de forma.

Referencias

- [1] R. Noebe, T. Biles, S.A. Padula, in: W.O. Soboyejo (Ed.), *Advanced Structural Materials: Properties, Design Optimization, and Applications*, Taylor and Francis Group, New York, 2006, pp. 145–186.
- [2] C.Y. Tang, L.N. Zhang, C.T. Wong, K.C. Chan, T.M. Yue, “Fabrication and characteristics of porous NiTi shape memory alloy synthesized by microwave sintering”, *Materials Science and Engineering A* 528 (2011) 6006–6011.
- [3] K. Weinert, V. Petzoldt, “Machining of NiTi based shape memory alloys”, *Materials Science and Engineering A* 378 (2004) 180–184.

Memorias del XXXIV Encuentro Nacional y III Congreso Internacional de la AMIDIQ
7 al 10 de mayo de 2013, Mazatlán, Sinaloa, México

- [4] S.K. Sadmezhaad, S.B. Raz, “Interaction between refractory crucible materials and the melted NiTi shape-memory alloy”, *Metallurgical and Materials Transactions B*, Vol. 36, (2005) 395-403
- [5] K. Weinert, V. Petzoldt, “Machining of NiTi based shape memory alloys” *Materials Science and Engineering A* 378 (2004) 180–184.
- [6] Panigrahi BB, Godkhindi MM, “Dilatometric sintering study of Ti–50Ni elemental powders” *Intermetallics* Vol. 14, (2006) 130–135.
- [7] Richard A. Portier, Patrick Ochin, Alexandre Pasko, Gennady E. Monastyrsky, Andrei V. Gilchuk, Victor I. Kolomytsev, Yuri N. Koval, “Spark plasma sintering of Cu–Al–Ni shape memory alloy”, *Journal of Alloys and Compounds* (2012), artículo in press.