

CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES MAGNÉTICOS Fe50Ni EN VERDE OBTENIDOS POR COMPACTACIÓN DE POLVOS.

Characterization of magnetic materials Fe50Ni in green obtained by powder compactation

RESUMEN

Se utilizó una aleación Fe50Ni obtenida por metalurgia de polvos. Se caracterizaron polvos elementales, mezclados y compactados, para caracterizarlos se diseñaron y construyeron dispositivos. En los polvos elementales se caracterizó forma, tamaño, distribución de tamaños y composición química. En la mezcla se caracterizó fluidez, densidad aparente y de batida y compactabilidad. Para el compactado se midió micro-dureza y esfuerzo de ruptura, y se analizó fractura y unión mecánica entre polvos. Como resultado, los polvos de Fe tienen un tamaño medio de $20 \mu\text{m}$ y los de Ni de $60 \mu\text{m}$. Una presión de compactación por encima de 400MPa logra densidades entre 4 g/cm^3 y 6 g/cm^3 en el compactado y micro-durezas de 66,8 HV en la cara superior y de 47,3 HV en la lateral.

PALABRAS CLAVES: Materiales Magnéticos, Metalurgia de Polvos, Aleación Fe-Ni, Caracterización de Materiales.

ABSTRACT

The alloy of Fe50Ni by powder metallurgy was used. It was characterized when it was elemental, mixer and compacted. For this characterization were designed and builder devices. The elemental powders were characterized by shape, size, size distribution and chemical composition. The mixer was characterized by flow rate, apparent and shakes density and compactability. By the compacted pieces were measurement the micro-hardness and strength fracture, it was analyzed the fracture and the mechanical union between powders. The results show that the Fe powder has medium size of $20 \mu\text{m}$ and the Ni powder has a medium size of $60 \mu\text{m}$. A compactation pressure above of 400MPa made densities between 4 g/cm^3 y 6 g/cm^3 . The Green pieces had a micro-hardness of 66,8HV on the up face and 47,3HV on the lateral face.

KEYWORDS: Magnetic Materials, Powder metallurgy, Fe-Ni alloy, Materials Characterization.

1. INTRODUCCIÓN

Los materiales magnéticos se pueden clasificar en imanes suaves y duros en relación a la facilidad que hay para magnetizarlos, la cual depende del valor de la permeabilidad. Los imanes suaves tienen alta permeabilidad, lo cual los hacen muy usados en aplicaciones como bobinas para equipos de telecomunicación. Entre los principales materiales que son utilizados para fabricar imanes suaves aparecen las aleaciones Fe-Co y las aleaciones de Fe-Ni [9, 10]. Los materiales magnéticos han sido utilizados en el campo de las telecomunicaciones y la generación de energía en países como China, Alemania y Francia [9, 10].

Las investigaciones a nivel mundial [1-6, 8], se han enfocado en la caracterización magnética y optimización del Fe-Ni dentro de los procesos de producción.

Este trabajo está enfocado en la caracterización del material en polvo y conformado, y busca ampliar el conocimiento del Fe50Ni a través de la exploración en las

propiedades mecánicas del mismo. Teniendo esto en cuenta el proyecto tiene como objetivo estudiar, analizar y dar hipótesis del comportamiento del Fe50Ni, fijando como punto de referencia las propiedades mecánicas y la unión mecánica entre las partículas de polvo de las piezas en verde conformadas por compactación.

2. CONTENIDO

2.1 Procedimiento experimental

El proyecto se desarrolló en dos etapas, la primera fue un proceso de diseño y construcción de dispositivos necesarios para la caracterización y la segunda fue la caracterización de material en sí.

Los materiales utilizados en la caracterización fueron polvo elemental de Fe de QMP (Atommet 28) [18] y polvo elemental Ni, donado por OM Group [19].

2.1.1. Diseño y construcción de dispositivos.

Se diseñaron 3 dispositivos: un mezclador de flujo cruzado, un dado de compactación uniaxial de doble sentido en

RAFAEL GÓMEZ

Ingeniero Mecánico.
Estudiante Graduado
Universidad de los Andes
rafafeg@gmail.com

JAIRO A. ESCOBAR

Ingeniero Mecánico, Dr. Ing
Profesor Asociado
Universidad de los Andes.
jaiescob@uniandes.edu.co

CIPP-CIPEM GRUPO DE MATERIALES Y MANUFACTURA.

Depto. Ing. Mecánica
Universidad de los Andes

matriz de dado flotante y un montaje para realizar pruebas de flexión a 3 puntos. Para el mezclador se utilizó un motor Siemens 3 ~ 1LA7 0804YA60, un controlador Siemens Micromaster 420 y una estructura metálica.

Para el diseño del recipiente del mezclador los parámetros fueron la geometría y el material. La selección de la geometría se hizo basándose en los resultados de un trabajo de grado [22] y en la selección del material se tuvo en cuenta la manufactura, disponibilidad en el mercado y la resistencia a la corrosión y desgaste.

Para el diseño del dado de compactación uniaxial de doble sentido en matriz de dado flotante, se utilizaron como parámetros la geometría de la probeta, los rangos de operación de la prensa, la resistencia de los materiales y la distribución de esfuerzos en la probeta. La geometría de la probeta debería cumplir las especificaciones dadas en la norma ASTM B 312 [28]. Debido a que la carga máxima que ofrecía la prensa disponible era 25Ton, fue necesario rediseñar la geometría de la probeta, redondeado las puntas con una radio de 6,35mm, con el fin de disminuir el área de compactación.

Para la validación de los esfuerzos calculados teóricamente en el diseño del dado, se realizaron simulaciones en Ansys 10.0 con el elemento Solid95. El punzón se enmalló de 5226 nodos y una longitud de borde de elemento de 0.1 unidades y el dado se enmalló con 4742 nodos y con una longitud de borde del elemento de 0.147 unidades. Los valores de carga utilizados en la simulación fueron: para el punzón 600MPa sobre la cara superior y empotramiento en la cara inferior; y 200MPa para el dado sobre las paredes internas, y empotrado en el anillo inferior externo. El criterio de falla que se utilizó para todo el análisis fue Von Misses.

En el diseño del dispositivo para la flexión a tres puntos se siguieron las especificaciones de la norma ASTM B312 [28].

2.1.2. Caracterización del material

Para los polvos elementales se caracterizó la forma, tamaño, distribución de tamaño y composición química. Para la mezcla de Fe50Ni se caracterizó la tasa de flujo, la densidad aparente y de batida y la compactabilidad de los polvos. En la caracterización de las piezas en verde se midió micro-dureza, resistencia a la ruptura y se analizó la unión mecánica entre los polvos y la fractura de las piezas.

2.1.2.1. Polvos elementales y caracterización

La forma del polvo se determinó por medio de la comparación de micrografías obtenidas por SEM (Scanning Electron Microscope) con la literatura [11]. Las micrografías fueron tomadas con electrones secundarios a 2000X. El microscopio de barrido utilizado fue un FEI QUANTA 200.

El tamaño de las partículas fue medido por análisis de imagen utilizando micrografías tomadas con SEM usando electrones secundarios a un aumento de 500X. Para el Fe la medición se hizo sobre 2 micrografías; la primera con 128 polvos y la segunda con 135, dando un total de 263; en el Ni se tomaron 3 micrografías, con 38, 54 y 38 partículas de polvo para cada caso, dando un total de 130. Se tomó como parámetro de medición el diámetro de Feret's [11].

La composición química fue determinada con un EDS (Espectroscopia de Energía Dispersiva), acoplado al SEM. Se realizó una medición sobre la superficie de una partícula de polvo.

2.1.2.2. Polvos mezclados y caracterización

La mezcla de los dos polvos se realizó en el mezclador de flujo cruzado a 30rpm durante 30min [22]. Se mezcló 50% en peso de Fe con 50% de Ni.

Con un mapeo químico de elementos, sobre un lado de la cara superior de una pieza conformada, se evaluó la homogeneidad de la mezcla. Esto se hizo con un EDS acoplado a un SEM.

Para medir la tasa de flujo se trabajó con una masa de control y la metodología y los equipos utilizados están especificados en la norma ASTM 213 [29].

Para determinar las densidades se trabajó con un volumen de control y la metodología y los equipos utilizados están especificados en la norma ASTM 212 [30].

La compactabilidad fue medida en una matriz con dado flotante que conforma cilindros [25]. Se fijó una velocidad de 10mm/s, 1% en peso de ácido esteárico como lubricante [24] y un volumen de llenado de 0,31 cm³. Se inició con una presión de 600MPa y se disminuyó hasta que la pieza no permitió su manipulación. La variable de entrada fue la presión de compactación y la salida la densidad de la pieza. Para calcular la densidad se midió el volumen con un calibrador con precisión de $\pm 0,01$ mm y para el peso se utilizó una balanza digital con una precisión de $\pm 0,001$ g.

2.1.2.3. Conformación de piezas en verde y su caracterización.

Para la compactación de las piezas, se utilizó la máquina de ensayos universal Instron 5586 y el dado de compactación diseñado y construido.

Se utilizó una carga de 150kN a una velocidad de 10mm/min, con un volumen de 3758,32cm³ de polvo. Se utilizó 1% en peso de ácido esteárico como lubricante, estos valores fueron obtenidos por la curva de compactación hallada en la caracterización de la mezcla.

En la caracterización de las piezas en verde se evaluó la microdureza, el esfuerzo a la fractura y se analizó la fractura y la unión mecánica entre los polvos.

Para la microdureza se utilizó un micro-durómetro Vickers WPM, con una carga de 5 kilopondios durante 30 segundos como lo especifica la norma ASTM E384 [31]; la medición se hizo en tres puntos, que son señalados en la **Figura 1**, para determinar homogeneidad y gradientes de densificación en la pieza.

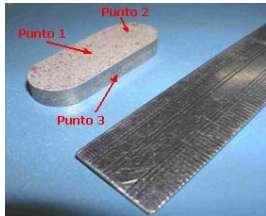


Figura 1. Ubicación de los puntos de medición de micro-dureza en la probeta compactada.

El análisis de la unión mecánica se hizo con ayuda de micrografías tomadas con SEM.

La medición del esfuerzo a la fractura se realizó con una prueba de flexión a tres puntos en la máquina de ensayos universal Instron 5586, con el dispositivo diseñado según la norma ASTM B312 [28]. Se fracturaron 18 probetas, se midió la carga de fractura y la deflexión máxima. A partir de los cuales se calculó el esfuerzo de fractura con un análisis estadístico de Weibull.

Para la fractografía se analizaron las imágenes obtenidas con el estereoscopio Olympus. Se tomaron 8 muestras de forma aleatoria y se utilizó un aumento de 20X.

2.2. Resultados y discusión

2.2.1. Diseño y construcción de dispositivos.

En la **Figura 2** se ve el mezclador terminado.

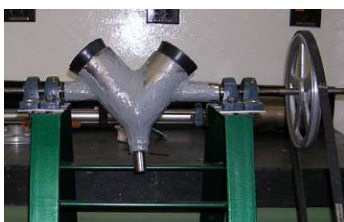


Figura 2. Fotografía del mezclador de flujo cruzado.

La **Figura 3 a. y b.** muestran las simulaciones realizadas en Ansys 10.0. En la **Figura 3 a.** los esfuerzos máximos en el punzón aparecen en los bordes de la cara superior con un valor de 967MPa y en la **Figura 3 b.** los esfuerzos máximos están en las paredes internas del dado con 928MPa, en ninguno de los dos casos los esfuerzos superan el esfuerzo de fluencia del material que es de 1,6GPa, lo cual indica que los dispositivos no van a fallar mecánicamente.

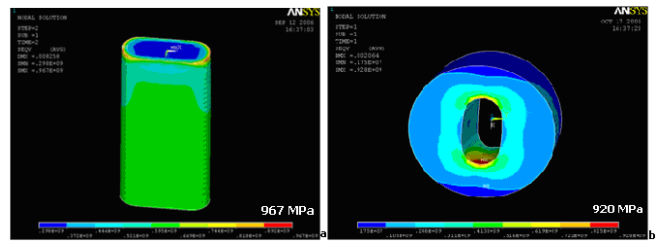


Figura 3. a. Resultado de la simulación del esfuerzo sentido por el punzón por medio de contornos de colores. **b.** Resultado de la simulación del esfuerzo sentido por el dado por medio de contornos de colores.

El último criterio fue la distribución de esfuerzos en las dos probetas. En la **Figura 4**, los círculos rojos encierran la zona crítica de la pieza; se demuestra que las probetas ubican el esfuerzo máximo en el mismo punto y los valores de los esfuerzos van variando de la misma forma.

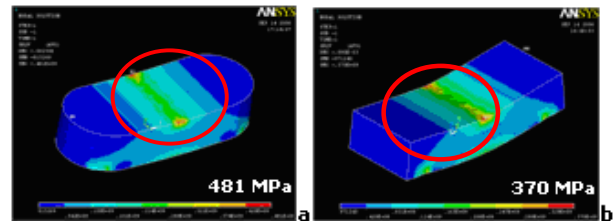


Figura 4. Simulación del esfuerzo en las probetas (a. probeta diseñada y b. probeta de la norma ASTM) por medio de contornos de colores.

La **Figura 5** muestra el montaje final que fue construido para la prueba de flexión a tres puntos.



Figura 5. Foto del dispositivo para la prueba de flexión a tres puntos.

2.2.2. Caracterización de material

Los resultados corresponden a análisis, mediciones y micrografías.

2.2.2.1. Polvos elementales y caracterización

En la **Figura 6** se muestra la micrografía de polvos de Fe, a partir de la cual se puede decir que los polvos tienen una forma irregular al compararlos con la literatura [11].

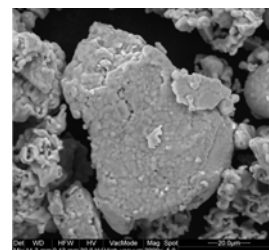


Figura 6. Micrografía de un polvo de Fe, para la determinación de la forma.

En la **Figura 7** se muestran los polvos de Ni a partir de los cuales se puede decir que tienen una forma granular.

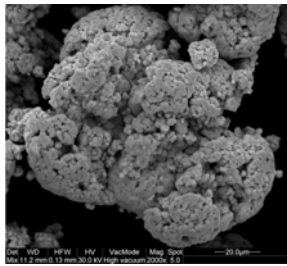


Figura 7. Micrografía de un polvo de Ni, para la determinación de la forma.

Estas formas demuestran que los polvos fueron fabricados por atomización de polvos.

En la **Figura 8** se muestran los histogramas de los tamaños de partícula de polvos de Fe y Ni, los rangos fueron determinados por el tipo y agrupamiento que mostraron las mediciones. Los primeros tienden a tener tamaños cerca de 20 μm , mientras que los polvos de Ni se encuentran cerca de 60 μm .

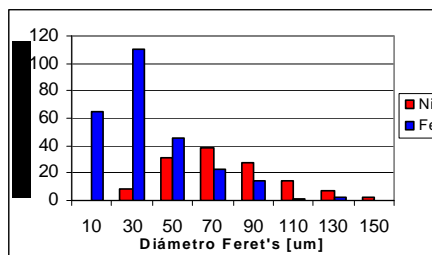


Figura 8. Histograma de tamaños de cada uno de los polvos elementales.

Un tamaño de 20 μm es apropiado para procesos de moldeo por inyección [12, 26] y 60 μm es utilizado para compactación [12, 26]. Esta combinación de tamaños permitió la compactación de los polvos, ya que los polvos más grandes ofrecen uniones fuertes que permiten mantener la forma, en razón a que requieren menos esfuerzo para deformarse, y los pequeños complementan los espacios dejados por los grandes, como consecuencia de su tamaño.

El análisis químico arrojó como resultado que los polvos de Fe y Ni se encuentran con alta pureza, como se observa en la **Figura 9**.

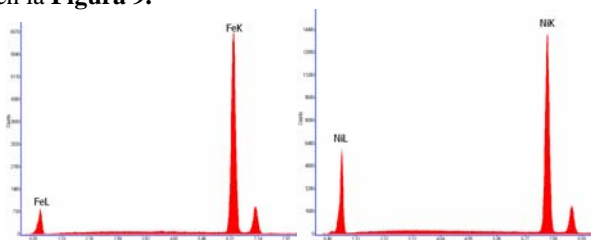


Figura 9. Espectro de elementos químicos realizado por EDS (izquierda Fe, derecha Ni).

2.2.2.2. Polvo mezclado y caracterización

El mezclador de flujo cruzado y los parámetros seleccionados para la mezcla, permitieron tener la presencia de los dos materiales en la pieza compactada, como se observa en la **Figura 10**.

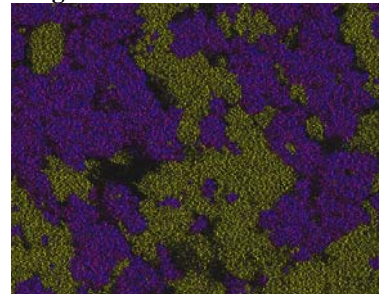


Figura 10. Mapeo de elementos químicos de una pieza compactada. El color morado corresponde a Ni, el amarillo a Fe y el azul a C.

La tasa de flujo de Fe50Ni fue 9,62g/s; la densidad aparente 3,136g/cm³ y la de batida 3,484g/cm³. La densidad aparente es coherente si se compara con el hierro [27], de la misma forma la densidad de batida cumple con ser mayor a la aparente. Si se tiene en cuenta que la densidad teórica de Fe50Ni es 7,4g/cm³ [20], se puede decir que la densidad del polvo es 42,38% y 47,08% respectivamente a la densidad teórica.

En la **Figura 11** se observa el comportamiento de la densidad a medida que aumenta la presión de compactación.

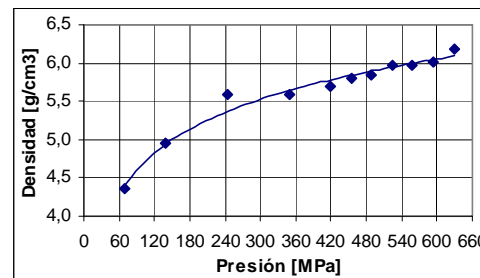


Figura 11. Curva de compactación de Fe50Ni.

De la **Figura 11**, se obtuvo que la densidad del compactado está entre 4 g/cm³ y 6 g/cm³ y que una presión de compactación adecuada está por encima de 400MPa, ya que el cambio en la densidad no es significativo si se compara con el aumento de presión.

Los valores encontrados en la curva de compactación están cerca de lo esperado, ya que la densidad del Fe@500 en verde es de aproximadamente 6,81 g/cm³ [15].

2.2.2.3. Conformación de piezas en verde y su caracterización

La primera propiedad evaluada fue la microdureza de las probetas. Los resultados se muestran en la **Tabla 1**.

Promedio		
HV	Ubicación	Desviación
64,9	Superior-centro	3,27
66,8	Superior-extremo	2,52
47,3	Lateral-centro	3,79

Tabla 1. Dureza de las piezas en verde de Fe50Ni.

La dureza en la cara superior es de 64,9 HV en el centro y de 66,8 HV en los extremos, esto indica que la pieza es homogénea si se tiene en cuenta las desviaciones. La medición de microdureza sobre la cara lateral es de 47,3 HV, lo cual muestra que en esa zona la densidad es baja, es decir, existe un gradiente de densificación producto de la compactación del polvo [26].

Si se compara la microdureza medida con lo encontrado en la literatura [7] se observa que el Fe50Ni es superior al Fe₅₀₀, dando evidencias de un apropiado proceso de fabricación.

Los parámetros de Weibull (X₀: valor mín. garantizado, B: tipo de distribución y Theta: valor que supera el 63,2% de los resultados) resultantes del análisis de la medición del esfuerzo a la fractura del Fe50Ni en verde están reportados en la **Tabla 2**.

X₀	2,159
Theta	6,335
B	3,245

Tabla 2. Parámetros de Weibull para probetas en verde de Fe50Ni.

Estos valores son inferiores al comparar con la literatura [15, 27], ya que para piezas de hierro en verde alcanzan una resistencia por encima de 12MPa para este tamaño de polvo. Esto se puede deber a que la presión de compactación utilizada en estos casos se encuentra cerca de los 800MPa, mientras que en este proyecto se compactó con una presión de 407MPa.

En la **Figura 12** se muestra que la fractura se origina en donde la combinación del esfuerzo de tensión y resistencia del material crean las peores condiciones [13,14, 15, 26]. De la misma forma se muestra que después de nucleada la grieta esta se propaga hacia el centro, la dirección se justifica con el gradiente de densificación; ya que es la zona que ofrece menor resistencia a la propagación de la grieta [14 - 17, 26].

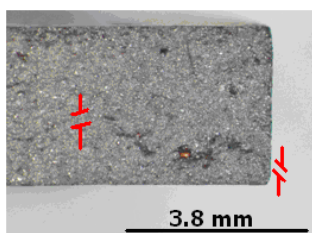


Figura 12. Fotografía del origen y la propagación de una grieta en una probeta en verde de Fe50Ni.

Para observar la unión mecánica entre los polvos luego de la compactación, fueron analizadas diversas regiones del compactado. En la **Figura 13** se resaltan algunas zonas con variable grado de unión mecánica

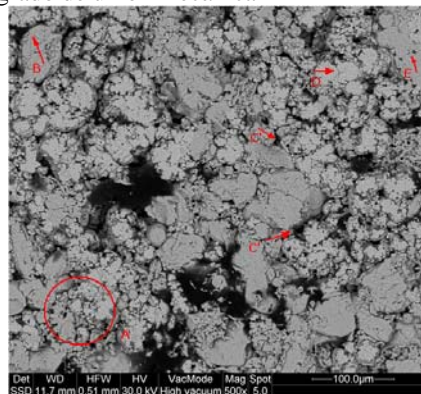


Figura 13. Micrografía de las partículas de polvo compactadas de Fe50Ni (unión mecánica de las partículas de polvo).

La zona A, muestra una buena mezcla entre el polvo de Ni y Fe, haciendo difícil la diferenciación de cada uno.

En la zona B hay un patrón diferente, acá se observa dificultades en la unión entre los polvos; esto se aclara al observar el espacio entre el polvo de Fe y los de Ni.

La zona C es mostrada por dos flechas C', en donde hay una línea de división entre los elementos, si se sigue la línea desde arriba hasta abajo, se observa que el polvo se encuentran inicialmente muy cerca y luego se separa. A diferencia de la zona A, el inicio de esta línea muestra una división entre las partículas de polvo de Fe y de Ni.

Las siguientes zonas son la D y E, donde se ve la unión entre los polvos de Ni por un lado y los de Fe por el otro.

La variedad en las uniones mecánicas puede ser resultado de la geometría de los polvos. Las deformaciones que sufren se originan en los puntos de contacto que hay entre ellos [36]; a mayor irregularidad, mayor variedad en las uniones mecánicas.

3. CONCLUSIONES

El buen proceso de diseño y construcción de dispositivos, la correcta selección de las variables al momento de llevar a cabo la compactación y la homogeneidad en las mismas, permite una gran confiabilidad en los resultados de la caracterización.

Con este trabajo se logró demostrar la existencia y ubicación del gradiente de densificación de las piezas compactadas en matrices de doble acción en dado flotante. El cual se ubica en la mitad de las caras laterales de la pieza compactada.

También se determinó que implicaciones tiene el gradiente de densificación en el comportamiento y fractura del

material; ya que al analizar la fractura en la probetas sometidas a flexión de tres puntos, se determinó que las grietas se nuclearon en una zona en donde se combinan grandes esfuerzos de tensión como resultado de la carga de flexión, y una baja resistencia del material producto de la disminución de densidad de la pieza hacia el centro de las caras laterales de la misma. Después de nucleada esta se propaga por las uniones de los polvos hacia el centro de la probeta en donde se encuentra el gradiente de densificación.

4. AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen al CIFI (Centro de Investigación de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de los Andes) por la financiación del proyecto y a OM Group por su donación de polvos de Ni a este proyecto.

5. BIBLIOGRAFÍA

Referencias de publicaciones periódicas:

- [1]. Bodo Gehrmann; Nickel-iron alloys with special soft magnetic properties for specific applications; Journal of Magnetism and Magnetic Materials; 2004.
 - [2]. D. Oleksáková, S. Roth, P. Kollár, J. Fúzer; Soft magnetic properties of NiFe compacted powder alloys; Journal of Magnetism and Magnetic Materials; 2006.
 - [3]. J.A. Verduzco, I. Betancourt, N. Ortiz, L.R. Olmos, J. García; Electric and magnetic properties of Fe-Ni powders-polymeric matrix composites; Materials Letters; 2005.
 - [4]. R. Hamzaouia, O. Elkedim, E. Gaffet, J.M. Greneche; Structure, magnetic and Mössbauer studies of mechanically alloyed Fe-20 wt. % Ni powders; Journal of Alloys and Compounds; 2005.
 - [5]. Walt Benecki; Magnetics: Industry Overview; Magazine MAGNETICS BUSINESS & TECHNOLOGY; summer 2002.
 - [6]. Port Wheeler; Magnetics: World Update; Magazine MAGNETICS BUSINESS & TECHNOLOGY; summer 2003.
 - [7]. G. Straffelini, V. Fontanari, A. Molinari; Comparison of impact and show bend behavior of PM ferrous alloys; Materials Science and Engineering; 1997.
 - [8]. Haorong Zhang and Randall M. German; Homogeneity and properties of injection molded Fe-Ni alloys; Metal Powder Report (MPR); June 2001.
- Referencias de libros:
- [9]. LALL, Chaman. Soft magnetism: Fundamentals for powder metallurgy and metal injection molding. Monographs in P/M series. USA. 1992.
 - [10]. CHEN, Chih-Wen. Magnetism and metallurgy of soft magnetic materials. Dover publication, Inc. USA. 1986.
 - [11]. American Society of Metal. ASM Metals Handbook. V.7. Powder Metallurgy. American Society of Metal. 10th ed. USA. 1990.
 - [12]. GERMAN, Randal M. Injection molding of metals and ceramics. Metal powder industries federation. USA. 1997.
 - [13]. Shigley, Joseph Edgard. Mechanical Engineering Desing. 7th Ed. Mc Graw Hill. Singapore. 2004.
 - [14]. LEANDER F., Pease III and WILLIAM G., West. Fundamentals of powder metallurgy. MPIF. 2002.
 - [15]. GERMAN, Randall M. Powder Metallurgy of Iron and Steel. A Wiley Interscience publication. USA. 1998.
 - [16]. HULL, Derek. Fractography: observing, measuring and interpreting fracture surface topography. Cambridge University Press. 1999.
 - [17]. American Society of Metal. ASM Metals Handbook. V.12. Fractography. American Society of Metal. 10th ed. USA. 1990.
- Reportes Técnicos:
- [18]. QMP. Data Sheet Fe Atomet 28.
 - [19]. OM Group. Data Sheet Ni.
 - [20]. <http://www.matweb.com/search/SpecificMaterial.aspx?bassnum=NGOODF188> 12 de Julio del 2006.
- Disertaciones:
- [21]. Juan Sebastián Rodríguez P. Diseño y construcción de un molino y un mezclador para el procesamiento de polvos metálicos. Universidad de los Andes. Colombia. 2005.
 - [22]. Gómez Gutiérrez Diego Javier; Compactación y diseño de un sistema de inyección de polvos Ti. Universidad de los Andes. Colombia. 2007.
 - [23]. Fritz Andrés Campo Schickler. Montaje de laboratorio para el procesamiento de polvos metálicos y sinterización por plasma. Universidad de los Andes. Colombia. 2004.
 - [24]. Carlos Hernando Serrano Vergel. Caracterización, acondicionamiento y compactación a partir de polvos de carburo de tungsteno y cobalto nanométricos y micrométricos. Universidad de los Andes. Colombia. 2006.
 - [25]. Jairo Arturo Escobar; Memorias del curso "Metalurgia de polvos"; Primer semestre 2006.
 - [26]. Félix Sánchez. Relación del tamaño medio de partícula con las propiedades de mezclas y compactados de polvo de hierro. Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo. México.
- Normas:
- [27]. American Society of Testing Materials (ASTM); Standard test method for green strength for compacted metal powders specimens; ASTM B312.
 - [28]. American Society of Testing Materials (ASTM); Standard test method for flow rate of metal powders; ASTM B213.
 - [29]. American Society of Testing Materials (ASTM); Standard test method for apparent density of metal powders; ASTM B212.
 - [30]. American Society of Testing Materials (ASTM); Standard test method for measurement of micro hardness; ASTM E384.