

Desarrollo de un Equipo de Atomización para la Producción de Polvos Metálicos

A. OZOLS y H. SIRKIN

LABORATORIO DE SÓLIDOS AMORFOS -FACULTAD DE INGENIERÍA UNBA
COLÓN 850 (1063) BUENOS AIRES -ARGENTINA
e-mail: aozols@aleph.fi.uba.ar

Introducción

Se describe el desarrollo de un equipo para la producción de polvos metálicos, obtenidos por procesos de atomización y solidificación.

El método consiste en la fusión local del material en forma de disco, que gira a velocidades de hasta 450 r.p.s. La fusión de la aleación se hace por medio de la descarga de un plasma de nitrógeno o argón. El metal fundido es eyectado centrífugamente y forma gotas que solidifican en partículas esféricas en una cámara presurizada con Ar o N₂.

Se describen los primeros resultados, obtenidos en aleaciones base Fe-Ni-Cr. Los granos son de 30 a 250 µm de diámetro y tienen una estructura de solidificación predominantemente dendrítica.

El material producido tiene interés para el estudio de los procesos de atomización y de solidificación rápida de diversas aleaciones y para un amplio espectro de aplicaciones industriales.

Introduction

The development of an equipment for metal powder production in convective atmosphere, obtained by means of atomization and solidification processes, is described.

The method is based on local melting of the material shaped as disk, which spin up to 450 r.p.s. The alloy fusion is made by means of nitrogen or argon plasma discharge. The melt is centrifugally eyected and it forms droplets which solidify in spherical particles in Ar o N₂ pressurized chamber.

The first experimental results, obtained in Fe-Ni-Cr alloys, are described. The grains are 30-250 µm in diameter and they have a mainly dendritic solidification structure.

The produced material is interesting for the study of atomization and rapid solidification processes on different alloys, and for a wide range of industrial applications.

Descripción del equipo

1- Sistema de fusión

Consiste en un plasma de Nitrógeno o Argón de 45 a 90 A generado en la boquilla de un soplete. El gas es suministrado a un caudal de 250 l min⁻¹ por un compresor de 2 HP o de una batería de tubos conectados en serie con un pulmón de 250 litros. La descarga se realiza sobre el disco puesto a tierra a través del sistema de rulemanes del mecanismo de giro (fig.1).

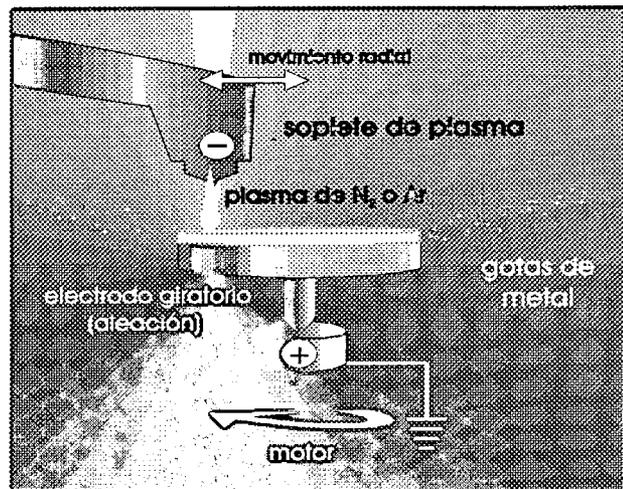


figura 1: Principio de funcionamiento del atomizador.

2- Cámara de atomización

Es el recipiente de acero (fig.2) que aloja el soplete de plasma y la muestra a atomizar, y cuyas dimensiones internas son 1100 mm de diámetro interno y 800 mm de alto. El mismo está provisto de bridas para la entrada de conexiones del plasma, refrigeración de gas y agua, sensores de temperatura y velocidad, conexiones a la bomba de vacío, ventanillas para la observación y control del proceso, y puertas de acceso al interior.

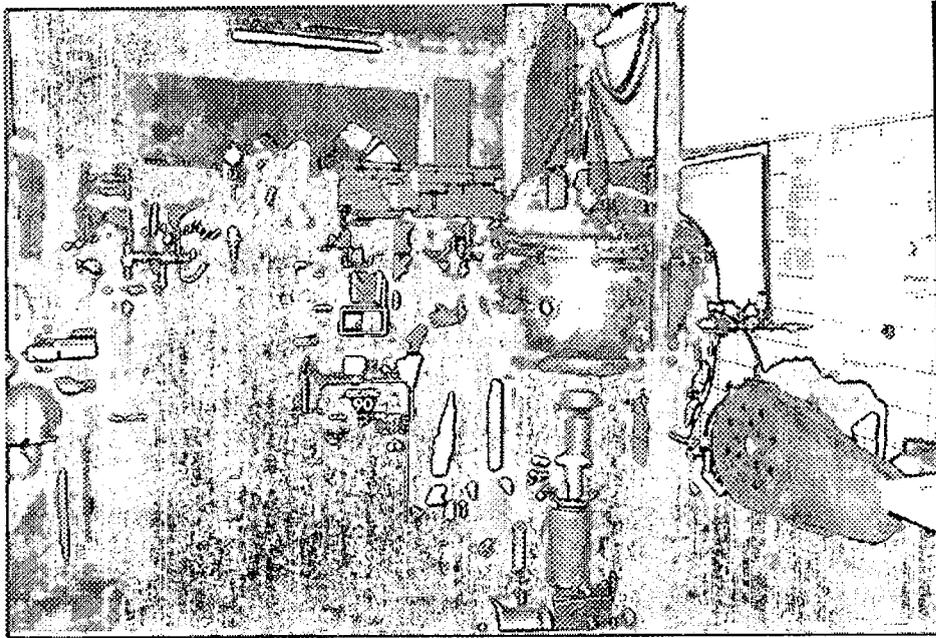


figura 2: Equipo de Atomización: depósitos de gas (izquierda); fuente de plasma con instrumentos de control (centro izquierda), cámara de atomización (centro derecha) y compresor(derecha).

3- Sistema de vacío

Una bomba de vacío Leybold de 2 HP evacua la cámara hasta un vacío de 10^{-2} Torr, a través de cañerías de 2 pulgadas de diámetro, conectadas en la parte inferior de la misma.

4- Sistema de rotación

Está compuesto por un motor eléctrico, alojado en una torre metálica en el centro de la cámara. La velocidad se puede medir ópticamente y variar, por medio de un microprocesador, de 200 a 450 r.p.s. El sistema de suspensión consistente en cojinetes anti-vibratorios y un eje flexible refrigerado por agua.

5- Sistema de extracción del polvo

El material producido se desliza sobre un cono de 45° , ubicado en el interior de la cámara, y cae en una tolva inferior. Allí puede ser retirado desde una brida lateral ubicada en la parte inferior del equipo o bien, según está previsto, envasado directamente en recipientes presurizados de acero conectados al equipo a través de una válvula de 1 pulgada.

Operación del equipo

Esta se realiza por medio de comandos externos a la cámara que controlan el disparo de plasma y la ubicación del mismo. El soplete se desplaza radialmente vía un servomecanismo controlado desde una PC. El proceso continúa

hasta consumir completamente al material a atomizar.

El observación del proceso de producción se puede realizar a través de 2 ventanillas laterales separadas 90° entre sí y otra ubicada en la tapa de la cámara (fig.2), a través de las cuales se pueden tomar fotografías o imágenes de vídeo, y verificar la posición correcta del plasma y su desplazamiento sobre el disco.

Resultados obtenidos

Para la puesto a punto del equipo fueron atomizados los aceros comerciales AISI 304, 308 y 310, que son aleaciones base Fe-Ni-Cr, cuyas composiciones nominales fueron verificadas por análisis EDAX.

En todos los casos, las partículas producidas exhiben simetría esférica en un porcentaje superior al 95 %. Las observaciones en microscopía óptica muestran superficies brillantes libres de inclusiones de carburos.

Las micrografías SEM, fueron obtenidas con un microscopio Phillips 550 provisto de un sistema de digitalización.

Velocidades de enfriamiento

La velocidad de enfriamiento, dT/dt , está relacionada con los mecanismos de transferencia de calor convectivo-radiativo mediante [10]:

$$\frac{dT}{dt} = 6 \frac{h(T_m - T_g) + \varepsilon\sigma(T_m^4 - T_g^4)}{\rho_m d C_{Pm}} \quad (1)$$

donde, T_m y T_g son las temperaturas del metal líquido y del gas en contacto con el mismo respectivamente, ρ_m la densidad del metal líquido, d el diámetro de la gota, C_{Pm} la capacidad calorífica del metal, ε la emisividad del metal, σ la constante de Stefan Boltzmann ($5.67 \cdot 10^{-8} \text{ W m}^{-2} \text{ }^\circ\text{K}^{-4}$) y h es el coeficiente de transferencia de calor convectivo. Este último tiene varias expresiones [4, 10, 13], siendo la más apropiada para el sistema de atomización empleado [10]:

$$h = \frac{\lambda}{d} \left(2 + 0.69(\text{Re})^{\frac{1}{2}} (\text{Pr})^{\frac{1}{3}} \right) \quad (2)$$

donde λ es la conductividad térmica del gas, y Re y Pr son los números de Reynolds y Prandtl:

$$\text{Re} = \frac{\omega d D}{v_g} \quad \text{y} \quad \text{Pr} = \frac{v_g \rho_g C_{Pg}}{\lambda} \quad (3)$$

siendo ω es la velocidad angular de giro, D el diámetro del electrodo, v_g la viscosidad cinemática, C_{Pg} la capacidad calorífica y ρ_g la densidad del gas.

Tomando los parámetros del proceso de atomización, detallados en la tabla I, con partículas de $100 \mu\text{m}$ se obtienen los siguientes valores de $h = 4.1 \cdot 10^3 \text{ W m}^{-2} \text{ }^\circ\text{K}^{-1}$ y $dT/dt = 5.6 \cdot 10^4 \text{ }^\circ\text{K s}^{-1}$. En esta intercambio de calor el efecto de la radiación es despreciable respecto al total en acuerdo a otras estimaciones [5, 10, 13, 16].

TABLA I: PARÁMETROS DEL MATERIAL Y GAS

Parámetros	Acero	Gas (N)
densidad ρ (Kg m^{-3})	7700 [8]	1.10 [12]
conductividad térmica λ ($\text{W m}^{-1} \text{ }^\circ\text{K}^{-1}$)		0.028 [10]
capacidad calorífica C_p ($\text{J Kg}^{-1} \text{ }^\circ\text{K}^{-1}$)	760 [8]	1007 [12]
viscosidad cinemática v_g ($\text{m}^2 \text{ s}^{-1}$)		$1.79 \cdot 10^{-5}$ [12]
temperatura ($^\circ\text{K}$)	1673	323

Estructura de solidificación

La morfología superficial de los granos obtenidos muestra que aproximadamente el 80% de las partículas tiene esta estructura de solidificación dendrítica equiaxiada (fig 3), correspondiente a una situación en la que los gradientes térmicos en la muestra son menores que el subenfriamiento del líquido [1, 2]. En este caso la nucleación se inicia en todo el volumen de la gota y da como resultado una partícula con la misma estructura en todo el volumen, lo que se confirma en las micrografías electrónicas.

Los espaciados interdendríticos secundarios, Λ , (separación entre las ramas secundarias de las dendritas) están relacionados con la velocidad de [3, 5]:

$$\Lambda = A \left(\frac{dT}{dt} \right)^{-b} \quad (4)$$

donde A y b son constantes características de la aleación.

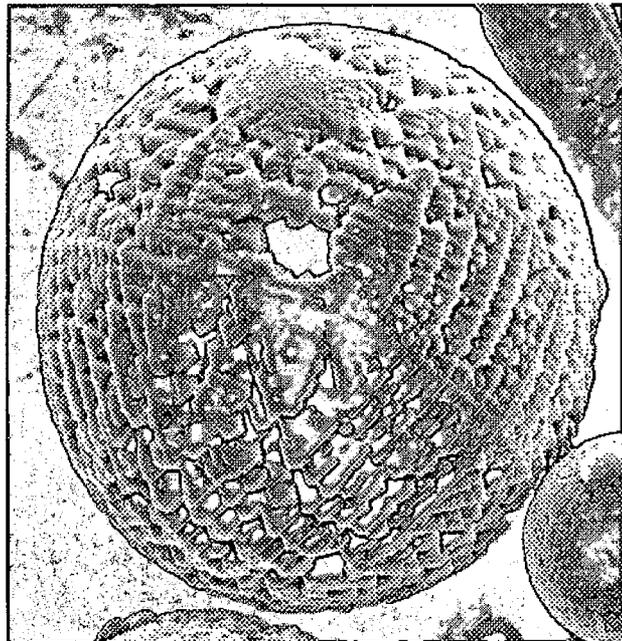


figura 3: Estructura de solidificación de la superficie de una partícula de $94.8 \mu\text{m}$ de acero AISI 304 (composición obtenida por EDAX, % en peso: 54.5 % Fe, 24 % Cr, 18.5% Ni, 1.4% Mn, 0.9% Al y 0.7% Si).

Por otro lado, Λ describe la estructura de solidificación, la que se hace más fina a medida que disminuye el tamaño de las partículas y se incrementa la velocidad de enfriamiento (tabla II).

El resto de las partículas, con tamaños menores a 50 μm , no presenta una estructura superficial discernible (fig.4), indicio de la ausencia de segregación superficial [14] y velocidades de enfriamiento mayores [15].

TABLA II: TAMAÑO DE PARTÍCULAS Y ESPACIADO INTERDENDRÍTICO

diámetro (μm)	Λ (μm)	h ($\text{W m}^{-2} \text{ }^\circ\text{K}^{-1}$) $\times 10^3$	dT/dt^* ($^\circ\text{K s}^{-1}$) $\times 10^4$
103	2.8	4.0	5.6
76	1.6	4.8	8.7
66	0.6	5.2	10.9

* calculada con los parámetros de atomización: $\omega = 450 \times 2\pi$ rad s^{-1} , $D = 5 \times 10^{-2}$ m, $\text{Re} = 394$, $\text{Pr} = 0.72$

Distribución del tamaño de las partículas

El tamaño de las partículas es función de la velocidad angular de giro, ω , del electrodo de diámetro D [6]:

$$d = \frac{H}{\omega} \sqrt{\frac{\gamma}{\rho D}} \quad (5)$$

donde γ es la tensión superficial, ρ la densidad del líquido y H una constante característica del equipo, que para nuestro caso es aproximadamente 2,6. Para las aleaciones empleadas, con $\rho = 7700 \text{ kg m}^{-3}$ [4, 9], $\gamma = 1.9 \text{ N m}^{-1}$ [7], $D = 50 \text{ mm}$ y velocidad de rotación de 450 r.p.s., el tamaño medio de las partículas es de 65 μm .

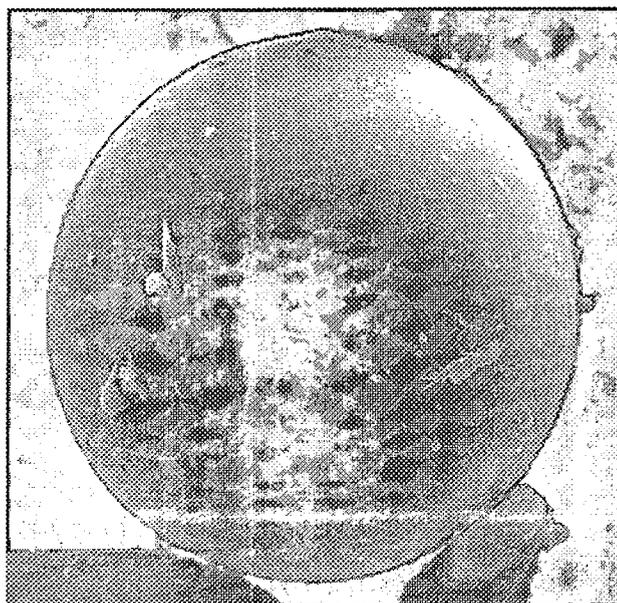


figura 4: Partícula de 49 μm de acero AISI 304, con

superficie lisa.

Conclusiones

El equipo desarrollado está en condiciones de producir polvos con granos esféricos de tamaños medios menores que los 100 μm a velocidades de enfriamiento comprendidas entre 10^4 y $10^5 \text{ }^\circ\text{K s}^{-1}$.

Referencias

- 1- Trivedi, R. and W. Kurz, *Int. Mat. Rev.* **39**, 49-74 (1994).
- 2- Aller, A.J. and A. Losada, *Powder Metall. Int.*, **21**, 15-19 (1989).
- 3- Kim, W.T., D.L. Zhang and B. Cantor, *Metall. Trans. A* **22**, 2487-2501 (1991).
- 4- Nyborg, L. and Y. Olefjord, *Pow. Metall. Int.* **20** 11-16 (1988).
- 5- Nichiporenko, O.S., A.G. Tsipunov and Y. F. Ternovoi, *Sov. Powder Metall. Met. Ceram.* **23**, 1-6 (1984).
- 6- Klar, E., *Metals Handbook, Powder Metallurgy*, 9th ed., 7., American Society for Metals, Ohio, 25-51 (1984).
- 7- Mc Mallan, M.J. and T. Debroy, *Metall. Trans.* **B22**, 557-560 (1991).
- 8- Lewis, R. J., *Handbook of Stainless Steels*, Peckner, D. and Bernstein, I.M. Eds., Mc. Graw Hill, New York, cap.19, 1-4 (1977).
- 9- Jones, H., *J. Mat. Science* **19**, 1043 (1984).
- 10- Zdujic, M., M. Sokic, V. Petrovic and D. Uskokovic, *Powder Metall. Int.* **18**, 325-329 (1986).
- 11- Nichiporenko, O.S., *Sov. Powder Metall. Met. Ceram.*, 665-669 (1976).
- 12- *Handbook of Chemistry and Physics*, 52nd edn., R.C. West ed., CRC, Cleveland, Ohio (1971-1972).
- 13- Merabian, R., S. C. Hsu, C.G. Levi, y S. Kou. *Advances in Metal Processing*. Ed. Plenum Press, 13-43 (1981).
- 14- Mehrabian, R, *Int. Metals Rev.* **27**, 185-208 (1982).
- 15- Fischmeister, H.F., A.D. Ozerskii and L. Olsson, *Powder Metall.* **25**, 1-9 (1982).
- 16- Tewaki, S.N., and Mahendra Kumar, *Metall. Trans. A* **17**- 2099-2102 (1986).