

Caracterización mediante microtomografía de Rayos X en los procesos de metalurgia de polvos

Luis Olmos

Coordinación de la Investigación Científica, UMSNH.

Resumen

El proceso para la producción de partes mediante metalurgia de polvos ha sido analizado por microtomografía de rayos X. Procesos de conformado y consolidado de partes fueron estudiados a través de ensayos estáticos e *in situ*. Las ventajas de esta técnica sobre los métodos tradicionales son mostradas e información cualitativa y cuantitativa de procesos como vibración, prensado y sinterizado fueron obtenidos. Para estudiar la compactación en matriz cerrada y el sinterizado en estado sólido se utilizaron polvos de cobre. Los cuales fueron comprimidos en una matriz cerrada de $1 \times 1 \times 5 \text{ mm}^3$ a una presión de 700 MPa. El estudio de sinterizado se realizó vertiendo los polvos en un crisol de cuarzo de 1 mm de diámetro y después fue introducido en un horno a 1050 °C bajo una atmósfera reductora. Finalmente para el conformado mediante vibración horizontal se utilizaron granos de sílice, los cuales fueron vertidos en un molde de plástico de 1.5x1.5x8 cm. Finalmente fueron vibrados de manera horizontal utilizando diferentes velocidades angulares. Los resultados muestran el comportamiento heterogéneo de un sistema real de polvos que permiten su evaluación desde un punto de vista menos ideal y que permitirá que la reproducibilidad de las partes fabricadas por esta técnica sea más confiable.

Palabras clave: Microtomografía de rayos X, sinterizado, prensado, vibración horizontal, análisis de imágenes.

Abstract

X ray microtomography was used to analyze the fabrication of parts by the powder metallurgy technique (PM). Different processes that involve the PM industry like packing, cold forming and sintering were studied by both *in situ* and statically tests. Advantages over the traditionally post-mortem methods are shown. Additionally, qualitative and quantitative information from horizontal vibration, compaction and sintering processes were obtained from the 3D image analysis. Copper powders were used to analyze cold die compaction and sintering. In both cases little samples with a 1 mm^3 were used. Those experiments were performed up to 700 MPa and 1050 °C for cold compaction and sintering, respectively. Large grains of silica were used to study the 3D packing by horizontal vibration. For that case samples with $1.5 \times 1.5 \times 8 \text{ cm}$ were fabricated. Results show the heterogeneous behavior for a real mass of powders which will allow evaluating it from a more realistic point of view. This non ideal perspective will help to improve the accuracy for the mass production of parts.

Keywords: X ray microtomography, sintering, compaction, horizontal vibration, image analysis.

Introducción

La metalurgia de polvos es un proceso de manufactura primordialmente usado en la producción en masa de piezas. Este proceso es muy útil en la fabricación de partes con formas complicadas y propiedades específicas y es una técnica viable para producir materiales compuestos y nanoestructurados. Las etapas para la producción de partes mediante metalurgia de polvos son básicamente 3; fabricación de polvos, conformado de piezas y consolidación, en algunos casos las dos últimas etapas se realizan simultáneamente. Las propiedades y dimensiones finales de la pieza son determinadas en la última etapa, sin embargo son dependientes en cierta manera de las dos anteriores, por lo que para obtener piezas con las condiciones óptimas se requiere estudiar la influencia de cada etapa y determinar las mejores condiciones en cada una de ellas. Para analizar la evolución de la microestructura se usan métodos tradicionales como la observación de muestras, cortadas y pulidas, mediante microscopía óptica o electrónica. Sin embargo esta técnica presenta la gran desventaja de que la observación es en el plano cortado y se asume que al interior la microestructura es la misma, lo cual en la realidad no es cierto para todos los casos, en especial en materiales avanzados como los que se utilizan en la actualidad. Adicionalmente esta técnica es destructiva y no permite realizar análisis *in situ*. En la actualidad se han desarrollado algunas nuevas técnicas que permiten observar la microestructura interna de forma 3D sin destruir la pieza y es posible realizar ensayos que nos permitan seguir la evolución de la microestructura *in situ*. En particular, la tomografía de rayos X se adapta muy bien para analizar el proceso de la metalurgia de polvos, más específicamente para los procesos de conformado y consolidación. La eliminación de poros al interior de la piezas es parte primordial en

la fabricación de partes mediante esta técnica por lo que el buen contraste presentado entre la fase sólida y porosa permite que el análisis por tomografía de rayos X sea ideal para su estudio. La tomografía ha sido utilizada en el área de geología para el estudio de suelos y rocas y se han relacionado propiedades de resistencia mecánica y propiedades de transporte a partir de las características geométricas de los mismos (Biswale et al. 1999, Peth 2010). Otro campo de estudio ha sido seguir la solidificación de metales siendo posible observar la formación de dendritas (Limodin et al. 2009). Las esponjas metálicas, cerámicas y poliméricas también han sido ampliamente estudiadas mediante microtomografía obteniendo información relacionada con la conectividad, porcentaje y forma de porosidad (Trater et al 2005, Petrasch et al 2007, Goodall et al. 2007, Saadatfar et al 2009). Adicionalmente se han realizados estudios en el área de la biología, medicina y almacenamiento de alimentos con buenos resultados (Neethirajan et al 2008). En este trabajo nos enfocaremos a mostrar la utilidad y el alcance de la microtomografía de rayos X aplicada a los procesos de polvos, así como a la información que se puede obtener a partir de las imágenes 3D obtenidas de estos ensayos. En particular analizaremos los procesos de conformado y consolidado en caliente de polvos.

Procedimiento experimental

La técnica de caracterización mediante microtomografía de rayos X puede ser aplicada para examinar la mayoría de los materiales de manera tri-dimensional. Sin embargo, es más adecuada para materiales ligeros, es decir, de número atómico bajo debido a la menor absorción de los rayos X, por ende necesitando una menor energía para atravesar la muestra. En este caso en particular, materiales fabricados mediante metalurgia de polvos permite tener un buen contraste entre las fases presentes dentro del material, gracias a la combinación de porosidad y parte sólida, compuesta por los polvos. También es una técnica muy útil para la caracterización de materiales compuestos que son fabricados con dos componentes con diferencia suficiente entre sus coeficientes de absorción de rayos X.

El tamaño de las muestras que pueden ser analizadas por esta técnica es determinado por las características que se desean observar, entre más pequeñas sean esas características más pequeña será la muestra. Una gran desventaja de esta técnica es que por el momento no se puede acceder a tamaños nanométricos ya que la máxima resolución de un voxel es de alrededor 25 nm usando una radiación tipo sincrotrón y de 300 nm para un tomógrafo de laboratorio.

Una de las grandes ventajas que presenta la microtomografía es que no necesita preparación particular de las muestras, esto quiere decir que cualquier muestra puede ser analizada, claro teniendo en cuenta lo dicho anteriormente con respecto al tamaño.

Microtomografía de Rayos X

La microtomografía de rayos X puede realizarse de dos formas principalmente, la primera utilizando un tomógrafo de laboratorio y la segunda utilizando la radiación generada por un sincrotrón. El primer caso es más limitado para realizar ensayos *in situ* donde los procesos se realizan en cuestión de minutos debido a que las adquisiciones de imágenes pueden durar de 30 a 90 minutos dependiendo de los materiales a observar. Mientras que en un sincrotrón el tiempo de adquisición es inferior a un minuto lo que permite seguir la evolución *in situ* de procesos térmicos (Di Michiel et al. 2005]. Las dos formas pueden funcionar en el modo de absorción por lo que el método de adquisición descrito a continuación no cambia en función del método utilizado. La técnica consiste en hacer pasar un haz de rayos X a través de la muestra y rotarla para tomar radiografías a diferentes posiciones angulares, como se muestra en la figura 1. La resolución de la imagen dependerá del número de radiografías tomadas, de la absorción del material y del buen contraste de las fases que conformen el material a analizar. A continuación se reconstruye la imagen en tres dimensiones tomando en cuenta el coeficiente de absorción de los materiales a utilizar. Finalmente se realiza un tratamiento de las imágenes que nos permite obtener diferente información en función de nuestro interés.

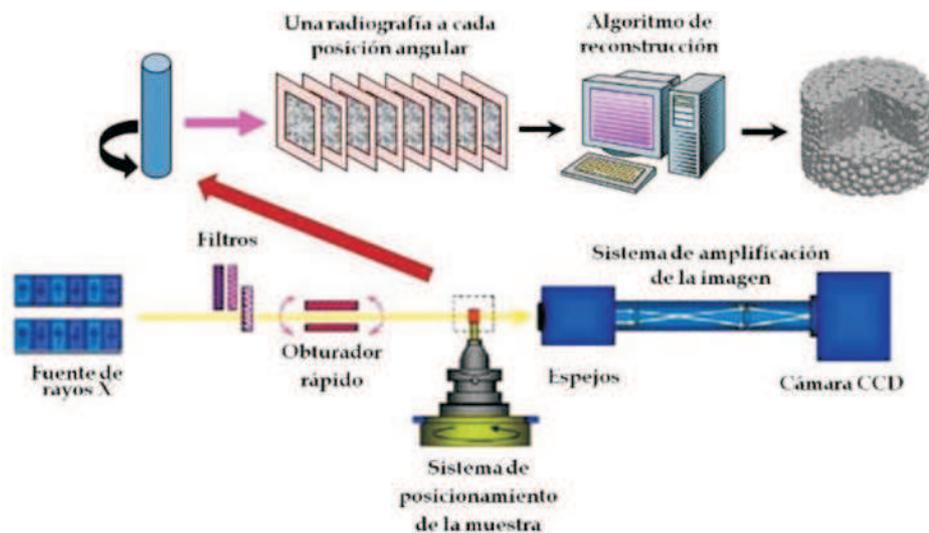


Figura 1. Esquema experimental de la adquisición de imágenes por microtomografía.

Tratamiento de imágenes

Las imágenes reconstruidas inicialmente presentan varios defectos y cierto ruido que afectaría la información que se puede adquirir de ellas, por lo que se realiza un tratamiento

de imágenes para limpiarlas por diferentes procesos. Los primeros pasos que se realizan es aplicar una serie de filtros que van desde calcular medias, máximos, mínimos y otro tipos de filtros como Kernel, Gaussianos o convoluciones, según la calidad de las imágenes el uso de estos filtros se hará en mayor o menor proporción. Este procesamiento de imágenes se puede realizar con varios programas que ya cuentan con estas funciones como ImageJ, Apehion y/o Avizo, entre otros. También se pueden programar con la ayuda de C++, Matlab y cualquier plataforma de programación. La figura 2 muestra una imagen inicial en 2D de la imagen inicial de polvos de cobre (fig. 2a) y la imagen después del tratamiento de filtrado (fig. 2b), así mismo se muestra un problema que sucede a menudo cuando se trabaja con metales, este defecto llamado "ring artefact" es difícil de eliminar y generalmente se tiene que convivir con él y tratar de minimizar su efecto sobre la información que se desea obtener (fig. 2c).

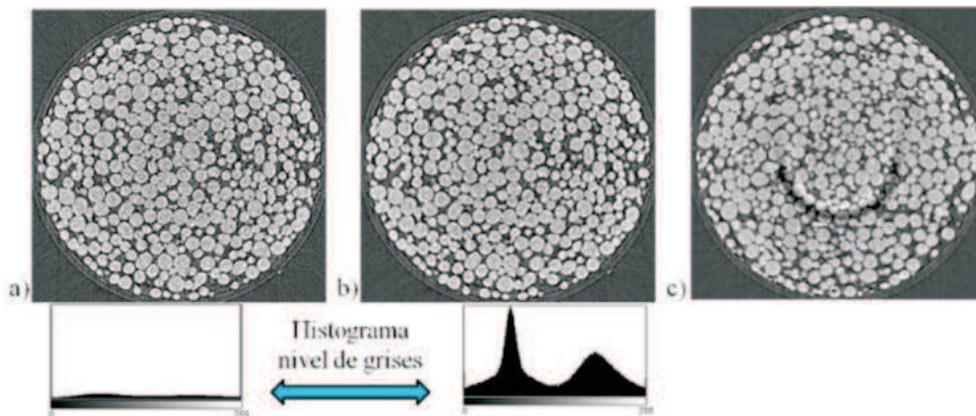


Figura 2. Cortes 2D de las imágenes obtenidas por microtomografía de rayos X. a) imagen inicial, b) imagen filtrada y c) defecto en la reconstrucción de imágenes (ring artefact) (Olmos et al. 2009).

Una vez que se tienen las imágenes filtradas de manera satisfactoria se transforman a imágenes binarias en donde a la fase de interés se le asigna un valor de 1 y a la(s) otra(s) fase(s) se les asigna un valor de 0. De esta manera podemos extraer información acerca de la densidad, forma, área específica y localización en el volumen analizado de esta fase. Para el caso de polvos es importante obtener información específica de cada partícula que se encuentra formando el empaquetamiento de polvos y para esto se requiere que las imágenes binarias sean segmentadas de tal forma que cada partícula aparezca de manera individual para su estudio. Este proceso se presenta esquemáticamente en la figura 3, y se realiza a partir de la línea de frontera entre las partículas, tomando en cuenta la curvatura de las mismas. Cabe mencionar que la efectividad de este proceso disminuye cuando la curvatura de las partículas es menos pronunciada, y puede causar que se corten las partículas por la mitad o que no se separen como se indica en la figura 3. Para más detalles acerca del pro-

ceso de separación de partículas el lector puede referirse a (Vagnon et al. 2008). A partir de las imágenes segmentadas se puede obtener información de la partícula, como su volumen, forma y posición dentro del volumen analizado y con un seguimiento de ellas se puede calcular su deformación, sus desplazamientos durante un proceso y su número de coordinación así como la interacción con sus vecinos [Olmos et al. 2009].

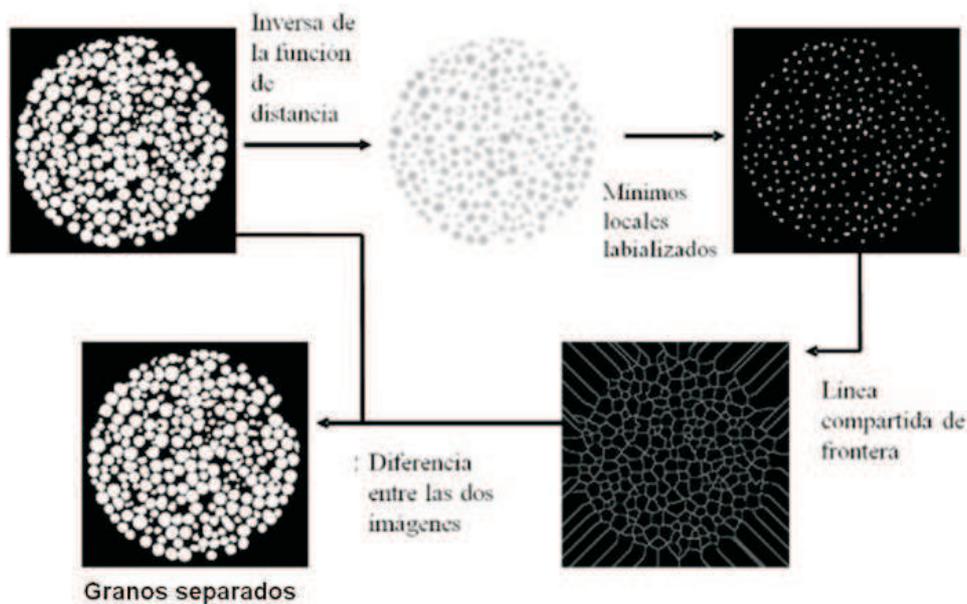


Figura 3. Método de separación de partículas a partir de las imágenes binarias.

Resultados

El principal objetivo durante la fabricación de partes mediante metalurgia de polvos es consolidar los polvos iniciales en un material sólido por lo cual densificar a una masa de polvos es el proceso más importante para esta técnica de fabricación. La densificación de sistemas de polvos puede realizarse por diferentes métodos; mediante vibración horizontal o vertical, por prensado en matriz cerrada en frío o en caliente y por sinterizado. En todos los casos hay un límite máximo de densificación que muy rara vez es el 100%, por lo general queda una porosidad remanente en la piezas. Por otro lado esto puede favorecer a la fabricación de materiales porosos que se utilizan en filtros para diversas aplicaciones. El primer ejemplo que mencionaremos aquí se centra en mostrar las ventajas de la caracterización por microtomografía de rayos X, al evaluar la densidad de las muestras. La cual en general mediante los métodos convencionales se puede obtener un valor de densidad o porosidad de las muestras con buena precisión, sin embargo no existe información acerca de la homo-

geneidad de la muestra y de la forma de la porosidad. En cambio a partir del análisis de imágenes podemos obtener con muy buena precisión la densidad y una distribución de densidad al interior de la muestra, así como la forma de poros, y detectar la posición de posibles defectos y analizar su entorno (Olmos et al. 2011). En la figura 4 se muestra una carta de densidad de un empaquetamiento de polvos que ha sido densificado por vibración horizontal. Durante este proceso se estudió el efecto causado por la aceleración relativa de vibración y se puede ver que la muestra presenta una zona de máxima densificación después de la vibración. Esta zona es más grande y se sitúa en una posición más lejana de la superficie de la muestra al aumentar la aceleración relativa de vibración.

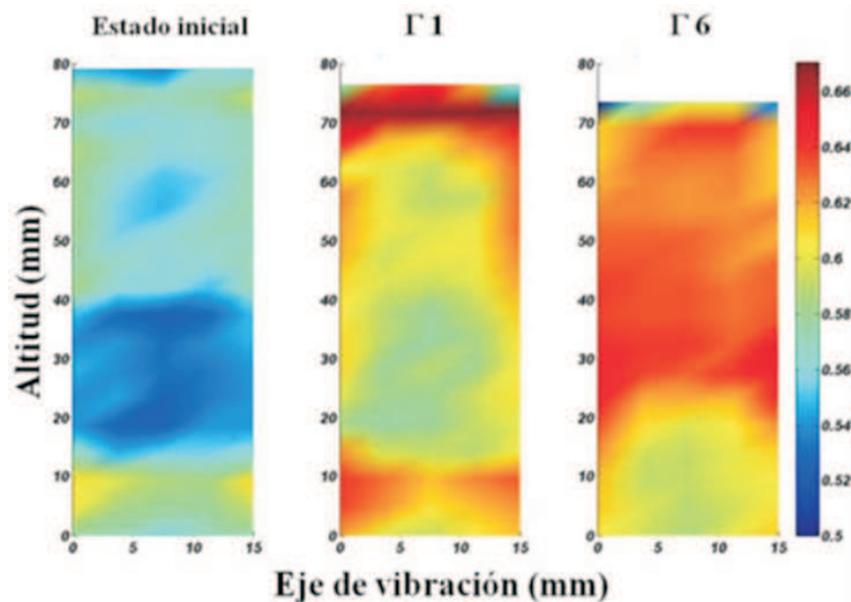


Figura 4. Distribución de densidad de empaquetamientos de arena vibrados horizontalmente.

La densificación mediante prensado en matriz cerrada es un método muy utilizado en la industria de fabricación mediante metalurgia de polvos. La principal problemática durante éste proceso se presenta en la etapa de descarga del compacto. En este momento se generan en la mayoría de los casos fisuras al interior de los compactos que son imperceptibles desde el exterior y que son causantes de fallas prematuras de las piezas durante su trabajo. En la figura 5 mostramos las fisuras que se producen después de la descarga de compactos de cobre prensados a 700 MPa en una matriz cerrada. Se puede observar también que existen poros más grandes en los bordes con las paredes de la matriz que en el centro de la pieza o cerca de los bordes en contacto con los punzones, esto es debido a la forma como se transfiere la presión de los polvos, la cual disminuye cerca de los paredes de la matriz debido

a la fricción que existe con los polvos que están en contacto con ella. En este caso de presado uniaxial se puede también encontrar una orientación preferencial de los poros, es decir que son más alargados en la dirección perpendicular a la carga.

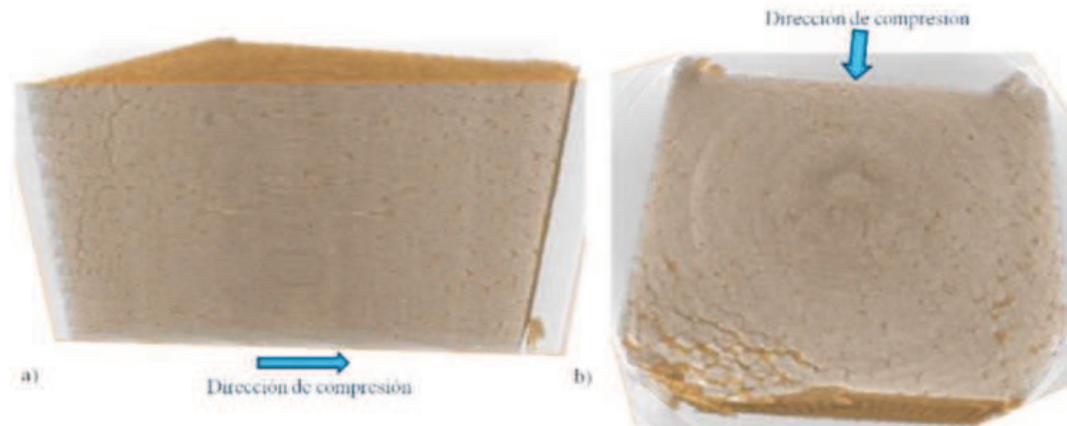


Figura 5. Defectos en un compacto de polvos de cobre presado uniaxialmente en matriz cerrada.

El sinterizado de polvos es un tratamiento térmico durante el cual existe un intercambio de materia entre las partículas a través de sus contactos. Durante este proceso la eliminación de la porosidad causa un cambio en las dimensiones del compacto de polvos y lo más importante es poder determinar este cambio de dimensiones para poder realizar un proceso industrial que permita la repetitividad de las piezas que se fabrican en serie. Para esto es necesario estudiar los cambios durante un ciclo térmico y obtener información acerca de la evolución de la microestructura para poder prever las características finales que se desean obtener de una pieza en particular. La figura 6 presenta la evolución micro estructural de una masa de polvos sometidos al proceso de sinterizado en diferentes tiempos durante el ciclo térmico utilizado que fue de 1050 °C durante 2 horas. En la figura 6b se comparan los resultados obtenidos mediante dilatometría y microtomografía de la densificación macroscópica de los polvos y se puede observar que los resultados obtenidos a partir de las imágenes son muy cercanos a los de dilatometría, indicando la confiabilidad de los mismos a nivel macroscópico.

La información adicional que se puede obtener a partir de las imágenes 3D de tomografía es acerca de la evolución a nivel microscópica, es decir partícula a partícula. En este caso presentamos en la figura 7a la evolución del cuello que se forma entre las partículas durante el proceso de sinterizado, también se puede observar la deformación en la forma de las partículas que inicialmente son casi esféricas. En la figura 7b se muestra la deformación microscópica entre partículas de diferente tamaño que se encuentran dentro del compacto.

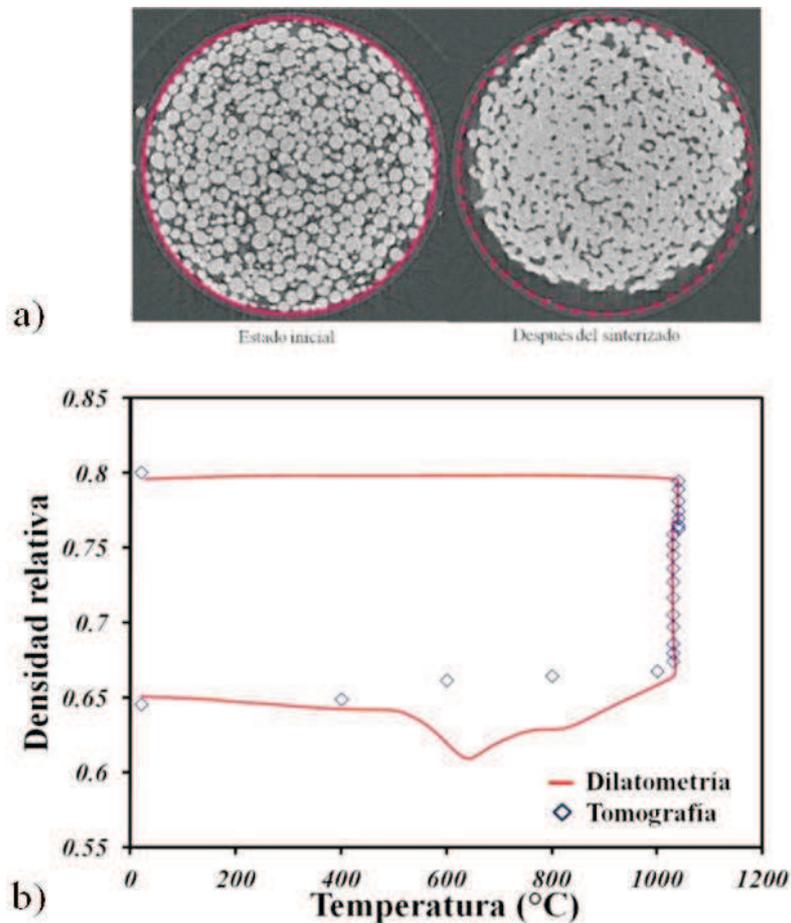


Figura 6. Evolución de la; a) microestructura del sinterizado de polvos de cobre, b) densificación macroscópica.

Se observa que la deformación microscópica es mayor para parejas de partículas de radio más pequeño, sin embargo se observó que la densificación macroscópica está controlada por las partículas que representan el tamaño medio de la distribución de tamaño de partícula, en este caso 20 micras. En la figura 7c se muestra un poro de tamaño mayor a los normales dentro del compacto con la idea de ilustrar la complejidad de su entorno. En general los defectos son medidos en 2D y se determina un radio o una forma del mismo, sin embargo en realidad se puede ver que es más compleja la forma de los poros o defectos en un material. Un estudio más a fondo puede contribuir a determinar de mejor manera su efecto sobre las propiedades finales.

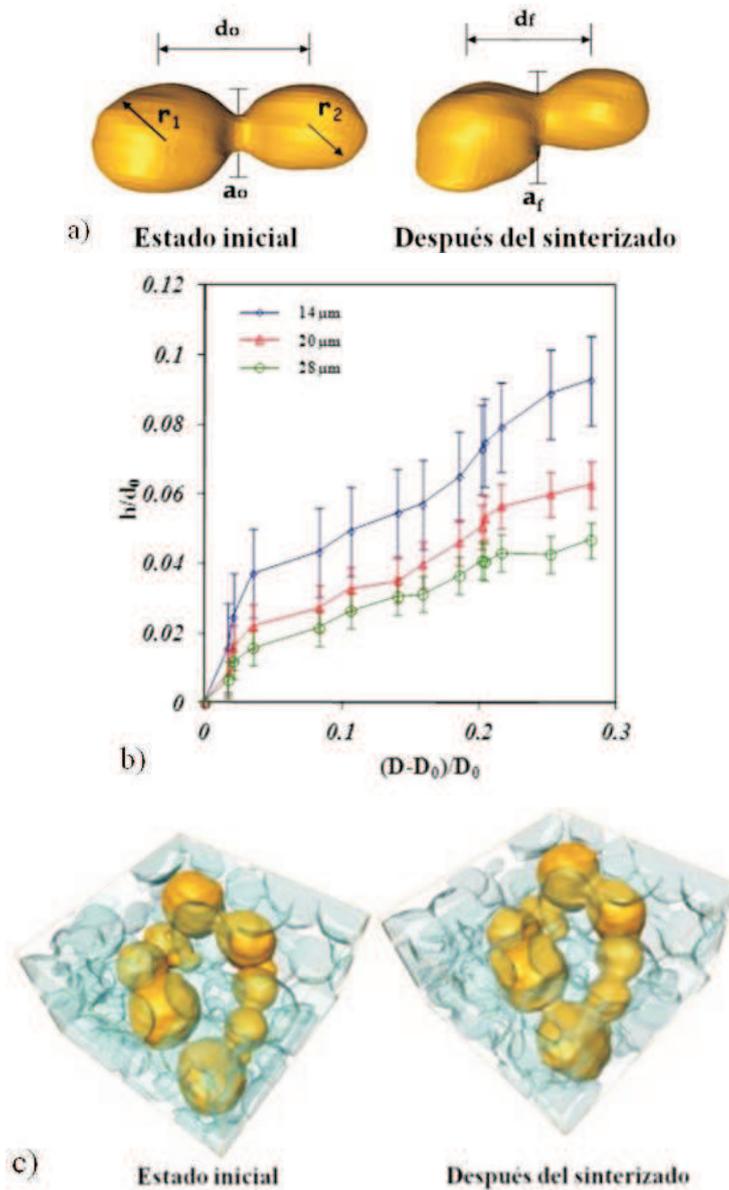


Figura 7. Evolución de la microestructura al interior del compacto durante el sinterizado, a) evolución del cuello de dos partículas, b) deformación microscópica de parejas de partículas y c) entorno de un gran poro al interior del compacto.

Conclusiones

La microtomografía por rayos X es una herramienta poderosa que permite caracterizar un empaquetamiento de polvos y los procesos de densificación de los mismos de manera no destructiva y nos da información adicional a la que se obtiene por métodos tradicionales de caracterización. Adicionalmente se mostró que se pueden seguir diferentes fenómenos *in situ*, lo que permite observar la evolución de la microestructura y obtener datos cuantitativos de la misma evolución que permiten y permitirán validar, modificar o proponer nuevos modelos que describan de manera más efectiva diferentes fenómenos relacionados con la fabricación de partes por metalurgia de polvos así como de otros procesos. El estudio de fenómenos de transporte a través de medios porosos es una perspectiva que permitirá confrontar las suposiciones geométricas realizadas por varios modelos y se podrán determinar coeficientes más realísticos y de manera general que puedan ser usados para cualquier sistema.

Agradecimientos

Al ESRF, al INPGrenoble y a la Ecole de Mines de Saint Etienne de Francia por permitir el desarrollo del trabajo de adquisición y tratamiento de las imágenes presentadas, durante el desarrollo del doctorado y postdoctorado del autor, así como a los profesores Didier Bouvard, Jean-Marc Chaix, Olivier Bonnefoy, Luc Salvo, y al Ingeniero responsable del proyecto de la empresa MERSEN Jean-Louis Gelet.

Referencias

- B. Biswal, C. Manwart, R. Hilfer, S. Bakke, P. E. Øren. (1999). Quantitative analysis of experimental and synthetic microstructures for sedimentary rock, *Physica A: Statistical Mechanics and its Applications*, Vol 273, 3-4, 15 P. 452-475.
- M. Di Michiel, J.M. Merino, D. Fernandez-Carreiras, P. Falus and T. Martins. (2005). Fast microtomography using high energy synchrotron radiation. *Review of Scientific Instruments*, Vol 76, P 043702-1-7.
- R. Goodall, A. Marmottant, L. Salvo, A. Mortensen. (2007). Spherical pore replicated microcellular aluminium: Processing and influence on properties, *Materials Science and Engineering: A*, Vol 465, 1-2, P 124-135.
- N. Limodin, L. Salvo, E. Boller, M. Suéry, M. Felberbaum, S. Gailliègue, K. Madi. (2009). In situ and real-time 3-D microtomography investigation of dendritic solidification in an Al-10 wt.% Cu alloy. *Acta Materialia*, Vol 57, 7, P 2300-2310.
- S. Neethirajan, D.S. Jayas, N.D.G. White, H. Zhang. (2008). Investigation of 3D geometry of bulk wheat and pea pores using X-ray computed tomography images. *Computers and Electronics in Agriculture*, Vol 63, 2, P 104-111.

- L. Olmos, T. Takahashi, D. Bouvard, C.L. Martin, L. Salvo, D. Bellet, M. Di Michiel. (2009). Analysing the sintering of heterogeneous powder structures by in situ microtomography. *Philosophical Magazine*. Vol. 89, 32, P 2949-2965.
- L. Olmos, C. L. Martin, D. Bouvard, D. Bellet and M. Di Michiel. (2009). Investigation of the sintering of heterogeneous powder systems by synchrotron microtomography and discrete element simulation. *Journal of the American Ceramic Society*. Vol 92, P 1492-1499.
- L. Olmos, J.-M. Chaix, S. Nadler, O. Bonnefoy, J.-L. Gelet, G. Thomas. (2011). Characterization of vibrated sand packing by x-ray microtomography. *Proceedings of the conference EUROMAT201*.
- S. Peth. (2010). Applications of Microtomography in Soils and Sediments. *Developments in Soil Science*, Vol34, Capítulo 3, P 73-101.
- J. Petrasch, P. Wyss, A. Steinfeld . (2007). Tomography-based Monte Carlo determination of radiative properties of reticulate porous ceramics. *Journal of Quantitative Spectroscopy and Radiative Transfer*, Vol 105, 2, P 180-197.
- M. Saadatfar, F. Garcia-Moreno, S. Hutzler, A.P. Sheppard, M.A. Knackstedt, J. Banhart, D. Weaire. (2009). Imaging of metallic foams using X-ray micro-CT, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, Vol 344, 1-3, P 107-112.
- S. Trater, S.S. Alavi, H. Rizvi. (2005). Use of non-invasive X-ray microtomography for characterizing microstructure of extruded biopolymer foams, *Food Research International*, Vol 38, 6, P 709-719.
- A. Vagnon, J.P. Rivière, J.M. Missiaen, D. Bellet, M. Di Michiel, C. Josserond, D. Bouvard. (2008). 3D statistical analysis of a copper powder sintering observed in situ by synchrotron microtomography. *Acta Materialia*, Vol 56, 5, P 1084-1093.