

CUATRO ESTUDIOS EN MATERIALES CON APLICACIONES EN LA INDUSTRIA DEL TRANSPORTE

Instituto Mexicano del Transporte

Secretaría de Comunicaciones y Transportes

**Publicación Técnica No.79
Sanfandila, Gro. 1996**

**INSTITUTO MEXICANO DEL TRANSPORTE
SECRETARIA DE COMUNICACIONES Y TRANSPORTES**

**Cuatro Estudios en Materiales
Con Aplicaciones
en la Industria del Transporte**

**Publicación Técnica No.79
Sanfandila, Gro. 1996**

Presentación

Estos estudios fueron realizados en el Instituto Mexicano del Transporte por el M. en C. Francisco Javier Carrión Viramontes, la M. en C. Angélica del Valle Moreno, M. en C. Agustín Salvador Morales, el Ing. Jorge Terán Guillén y el Ing. Andrés Hernández Guzmán; todos de la División de Laboratorios de Equipamiento para el Transporte. Por parte del Instituto Politécnico Nacional, de la Escuela Superior de Ingeniería Química e Industrias Extractivas participó el Dr. Jorge Luis González V., y el Dr. Heberto Balmori Ramírez. Los autores reconocen el apoyo que el CIDETEQ brindó para realizar el análisis químico y las pruebas de dureza descritas en estos trabajos y la participación del CENAM con los análisis de difracción de rayos-X que se realizaron en estos estudios. Asimismo agradecen al Dr. Alejandro Lozano sus comentarios.

ÍNDICE

1. ANÁLISIS DE FALLA EN UNA FLECHA DE TRANSMISIÓN.	1
1.1. INTRODUCCIÓN.	1
1.2. DESCRIPCIÓN DE LA FALLA, DEL MATERIAL Y DEL PROCESO DE MANUFACTURA.	1
1.2.1. Fractografía.	3
1.2.2. Características del material.	4
1.2.3. Proceso de fabricación de la flecha.	7
1.3. ANÁLISIS DE LA FALLA.	7
1.4. CONCLUSIONES.	9
1.5. BIBLIOGRAFÍA.	9
2. PROPAGACIÓN DE GRIETAS POR FATIGA EN UN ACERO 8620 PARA FLECHAS DE TRANSMISIÓN.	11
2.1. INTRODUCCIÓN.	11
2.2. PRUEBAS.	12
2.3. RESULTADOS.	14
2.3.1. Metalografía.	14
2.3.2. Propiedades mecánicas	15
2.3.3. Pruebas de propagación de grietas por fatiga.	16
2.3.2. Fractografía.	17
2.4. DISCUSIÓN.	20
2.5. CONCLUSIONES.	21
2.6. BIBLIOGRAFÍA.	21
3. CRITERIO DE ACEPTACIÓN PARA ENDEREZADO DE FLECHAS DE TRANSMISIÓN.	23
3.1. INTRODUCCIÓN.	23
3.2. DETERMINACIÓN DEL ESFUERZO MÁXIMO PARA EL ENDEREZADO.	24
3.2.1. Flechas con capa endurecida.	24
3.2.2. Flechas sin capa endurecida.	25

3.3. CÁLCULO DE LA DEFORMACIÓN MÁXIMA PERMISIBLE.	26
3.4. ESTUDIO DEL CASO DE UNA FLECHA SECUNDARIA DE TRANSMISIÓN.	28
3.5. VIDA REMANENTE DE LAS FLECHAS DE TRANSMISIÓN CON GRIETAS PREEXISTENTES.	29
3.6. CONCLUSIONES.	31
3.7. BIBLIOGRAFÍA.	32
4. PRODUCCIÓN DE $Al_2O_3-\alpha$ CONTROLANDO SU CINÉTICA Y TEMPERATURA DE TRANSFORMACIÓN MEDIANTE LA ADICIÓN DE SEMILLAS DE $Al_2O_3-\alpha$.	33
4.1. INTRODUCCIÓN.	33
4.2. EXPERIMENTACIÓN.	35
4.2.1. Obtención del hidróxido de aluminio precursor	35
4.2.2. Caracterización de los hidróxidos de aluminio precipitados.	37
4.3. RESULTADOS.	38
4.3.1. Identificación de las especies precipitadas.	38
4.3.2. Secuencia de la transformación bayerita $\rightarrow Al_2O_3-\alpha$.	40
4.3.3. Efecto de las semillas sobre la temperatura de la transformación $Al_2O_3-\theta \rightarrow Al_2O_3-\alpha$.	45
4.3.4. Cinética de la transformación $Al_2O_3-\theta \rightarrow Al_2O_3-\alpha$.	47
4.3.5. Morfología y tamaño de los polvos producidos.	49
4.4. DISCUSIÓN.	51
4.5. CONCLUSIONES.	53
4.6. BIBLIOGRAFÍA.	54

1. ANÁLISIS DE FALLA EN UNA FLECHA DE TRANSMISIÓN.

1.1. INTRODUCCIÓN.

Recientemente se han reportado casos de fractura en la flecha secundaria de la transmisión de camiones de carga de fabricación nacional (Figura 1). Las fallas se presentan en aproximadamente el 5% de las flechas nuevas instaladas y ocurre entre el 5% y el 30% de la vida útil garantizada. Dada la importancia del sector autotransporte en México y de la necesidad de elevar los niveles de calidad y competitividad de las industrias nacionales fabricantes de camiones y autopartes, es impostergable la necesidad de llevar a cabo estudios serios que permitan desarrollar las tecnologías y establecer las especificaciones adecuadas para producir autopartes de alta calidad que cumplan con las exigentes condiciones de servicio que imperan en el sector transporte terrestre de carga.

Por lo anterior, se llevó a cabo el presente estudio y tiene por objetivos:

- I. Determinar las causas que originaron la falla de las flechas.
- II. Establecer las acciones correctivas necesarias para eliminar o minimizar las causas de las fallas.
- III. Establecer las especificaciones dimensionales, mecánicas y metalúrgicas mínimas para asegurar un desempeño adecuado de la flecha, cumpliendo con la expectativa de vida útil estimada [1-3].

1.2. DESCRIPCIÓN DE LA FALLA, DEL MATERIAL Y DEL PROCESO DE MANUFACTURA.

La flecha secundaria de transmisión mide 50 cm de largo y tiene un diámetro de 5.8 cm. Se manufactura con un engrane en un extremo y cinco cuñeros para montar cinco engranes de diversos diámetros para las diferentes relaciones de transmisión (Figura 2). La fractura se presentó sistemáticamente en el segundo cuñero, situado aproximadamente en el centro de la flecha (Figuras 1 y 2), y se presentó cuando la transmisión se encontraba en operación. En estos casos se redujo la vida útil de la

pieza desde un 70% hasta un 95%. De los datos obtenidos, se estima que dicha falla, en este tipo de flecha, ha ocurrido en aproximadamente un 5% de las flechas producidas.

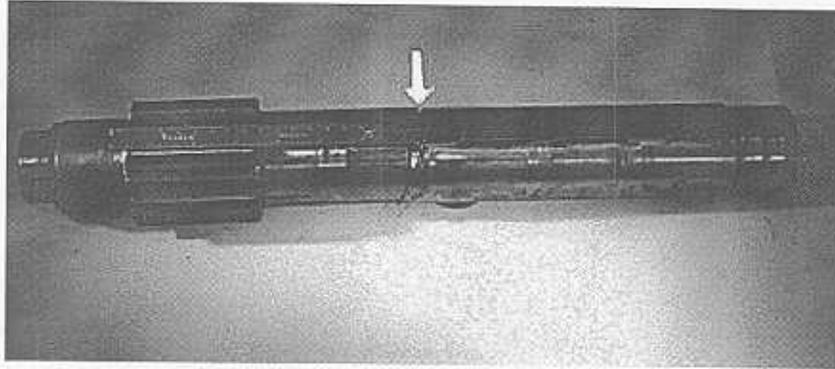


Figura 1. Flecha de transmisión fracturada. El indicador muestra la zona donde ocurrió la fractura.

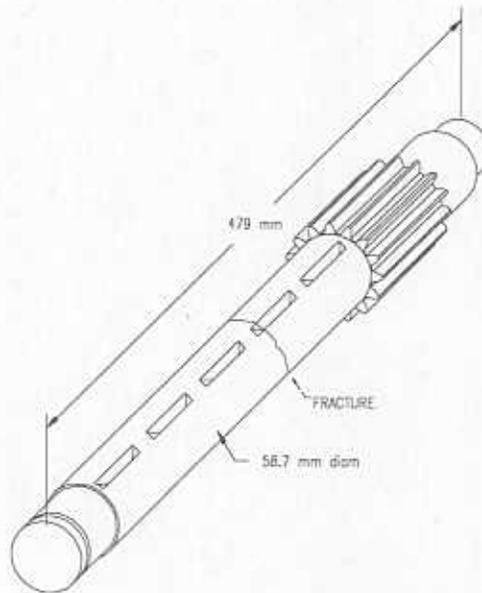


Figura 2. Diseño y dimensiones de la flecha secundaria de transmisión fracturada.

1.2.1. Fractografía.

La superficie de fractura se encuentra en posición transversal al eje de la flecha y consta de dos zonas: una lisa con marcas tipo "playa" y bordes radiales, típica de fracturas por fatiga; otra, rugosa y opaca con gran deformación plástica, característica de una fractura dúctil (Figura 3). Este tipo de superficie ha sido claramente identificada como una fractura por fatiga, producida por cargas cíclicas de flexión en la flecha [4-6]. El inicio de la grieta se presenta en la esquina del cuñero (indicado por la flecha). La ruptura final ocurre cuando la fractura ha avanzado a más del 70% del área transversal de la flecha, indicando que el nivel de esfuerzo era bajo con respecto a la resistencia del material.



Figura 3. Fractografía de la zona donde inició la fractura de la flecha.

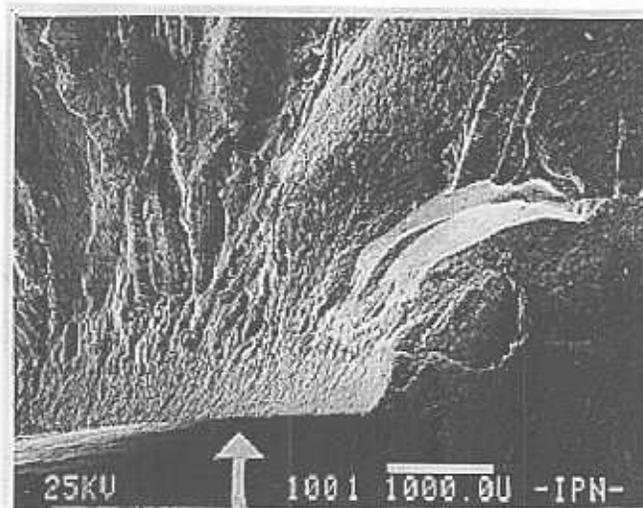


Figura 4. Fractografía por microscopía electrónica de barrido de la esquina del cuñero. La flecha indica la zona donde inició la grieta.

En la Figura 4, se presenta una fotografía obtenida por microscopía electrónica de la zona de inicio de la grieta. Se observa una superficie de fractura diferente en el borde, en un plano paralelo al eje de la flecha, con una profundidad de aproximadamente 0.5 mm, que corresponde al espesor de la capa cementada y que es característica de fracturas frágiles causadas por impacto. El resto de la superficie de la fractura corresponde al inicio de fracturas por fatiga [6-8].

1.2.2. Características del material.

El material con que se fabrican las flechas es un acero AISI 8620, el cual después del proceso de maquinado es tratado térmicamente en un horno de difusión gaseosa para incrementar su dureza superficial produciendo una capa cementada de aproximadamente 0.5 mm de espesor (Figura 5).

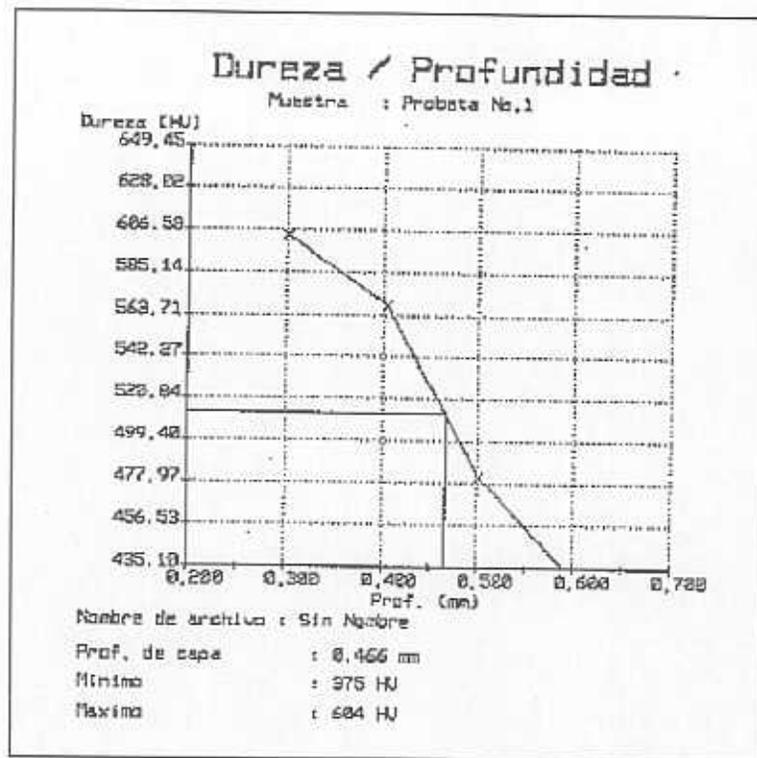


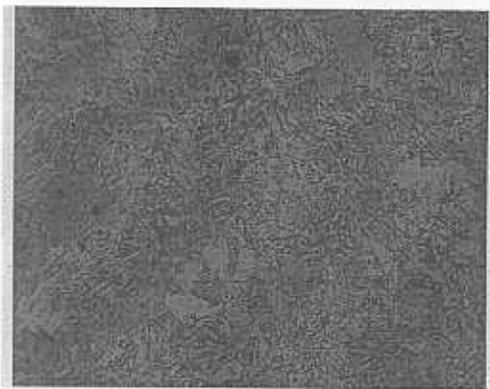
Figura 5. Perfil de microdureza de la capa cementada.

Se realizaron pruebas de tensión, mediciones de dureza y mediciones de microdureza. De lo anterior se obtuvo que la dureza superficial promedio es de 60 HRc, la dureza promedio en el núcleo es de 20 HRc, el esfuerzo de cedencia σ_y es de 79,733 psi (549 MPa) y el esfuerzo último a la tensión σ_{RT} es de 136,686 psi (942 MPa). Las propiedades en tensión corresponden a la dirección longitudinal. El perfil de microdureza se muestra en la Figura 5, con base en el cual se determinó un espesor efectivo de la capa cementada de 0.466 mm y, asimismo, se constata que el tratamiento térmico fue correcto.

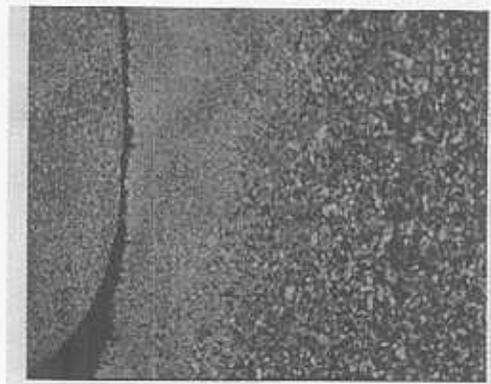
La Tabla 1 muestra el análisis químico del acero de la flecha, el cual, corresponde al acero AISI 8620:

Tabla 1. Análisis químico del material de la flecha de transmisión.

C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo	Cu	Al
0.210	0.820	0.248	< 0.015	0.025	0.521	0.473	0.159	0.148	0.122



a)



b)

Figura 6. a) Microestructura del núcleo de la flecha. 500X.
b) Microestructura de la capa cementada e interfase (capa cementada-matriz bainítica). 500X.

La Figura 6 muestra las microestructuras de la flecha fracturada observadas en el microscopio óptico. El análisis de la microestructura comprendió la capa cementada, la zona intermedia de difusión y el núcleo de la flecha. El tamaño de grano ASTM es entre 7 y 8 (Figura 6). La microestructura de la capa cementada y la interfase están constituidas por martensita y bainita superior [9]. El núcleo contiene bainita y ferrita [9].

1.2.3. Proceso de fabricación de la flecha.

El proceso de manufactura de las flechas de transmisión, en términos generales, se divide en cuatro etapas. La primera, correspondiente al proceso de maquinado de la flecha "en verde", es decir, antes del tratamiento térmico. En esa primera etapa se maquinan los cuñeros, el engrane y en general toda la pieza. En la segunda etapa, las flechas se introducen en un horno industrial, donde se realiza el proceso de cementación gaseosa para que la pieza obtenga la dureza superficial deseada, lo cual le dará una alta resistencia al desgaste; posteriormente las flechas pasan por un proceso de templado y revenido. En la tercera etapa, se enderezan, rectifican y se les da el acabado final. En el proceso de enderezado, la fuerza suministrada depende del grado de distorsión que obtiene la flecha después del tratamiento térmico y el punto de apoyo donde se aplica dicha fuerza es a la altura del segundo cuñero, que es donde ocurre la falla. La cuarta etapa, corresponde al ensamble, en la cual se montan los engranes con sus cuñeros y se integra el conjunto total de la transmisión.

1.3. ANÁLISIS DE FALLA.

En un principio, se plantearon tres hipótesis de la posible causa de la falla. La primera, debido a defectos en las propiedades del material ocasionados por una mala selección del mismo o a un deficiente tratamiento térmico de la pieza; la segunda, por una desalineación de la flecha en el ensamble de la transmisión y la tercera la introducción de defectos durante el proceso de manufactura.

De acuerdo al estudio de las propiedades mecánicas y microestructurales del material de la flecha, se descarta la primera hipótesis ya que los valores se encuentran dentro de los límites aceptables para este tipo de acero y su tratamiento térmico.

En cuanto a la segunda hipótesis, con base en los cálculos de las condiciones de operación, se descartó la desalineación como causa de la falla ya que los valores de esfuerzo máximos no ocurren en el punto de falla.

La desalineación tiene como efecto incrementar los niveles de esfuerzo nominales, por lo tanto, se puede decir que, en general, los puntos que se

verían mayormente afectados son aquellos que tienen el nivel más alto de esfuerzos, lo cual implica que la falla se hubiera presentado en otros cuñeros además del segundo, ya que todos, en alguna combinación de velocidades, presentan niveles altos de esfuerzo.

Finalmente, como resultado del estudio del proceso de manufactura se encontró que en el tratamiento térmico se presentan algunas anomalías que favorecen una amplia dispersión en el nivel de deformación de las flechas. Por ejemplo, los dispositivos sujetadores de las flechas no garantizan la posición vertical de todas las piezas. Esto, aunado al hecho de que no existe un criterio en la máxima deflexión aceptable, ocasiona que en el proceso de enderezado se trabajen todas las flechas, sometiendo a un nivel mayor de deformación aquellas flechas que presentan una mayor distorsión. Se encontró que la excentricidad promedio después del tratamiento térmico es de 0.0048 in (0.121 mm) con un valor máximo de 0.0116 in (0.294 mm) y un valor mínimo de 0.0003 in (0.00762 mm). Cuando estas deformaciones sobrepasan un determinado valor de excentricidad, la concentración de esfuerzos en el cuñero excede la resistencia a la fractura de la capa cementada, que es la más frágil, produciendo la grieta que se observa en la figura 3, la cual posteriormente, al entrar la pieza en servicio se propaga por fatiga. Por lo tanto, la duración de la pieza dependerá de los ciclos de carga a los que se someta en las condiciones de servicio.

Lo anterior, sugiere realizar un estudio sobre la propagación de grietas por fatiga en un acero 8620, para establecer un criterio que permita determinar el esfuerzo máximo que se debe aplicar en la etapa de enderezado, para no inducir tamaños de grieta críticos que provocan la falla prematura de las flechas de transmisión.

1.4. CONCLUSIONES.

La causa principal de la falla es ocasionada en aquellas piezas que sobrepasan un determinado valor de deformación, cuando la fuerza de impacto para enderezarlas es de tal magnitud que origina el agrietamiento de la capa cementada de la pieza. Por lo tanto, es urgente determinar un criterio de control de calidad que permita establecer los niveles de esfuerzo máximos durante la etapa de enderezado que minimice la salida al mercado de flechas que presenten falla prematura.

La distorsión de las flechas durante el proceso de enderezado es posible minimizarla empleando un tratamiento térmico con sales.

1.5. BIBLIOGRAFÍA.

- [1] Anderson, T. L., (1991), Fracture Mechanics., CRC Press, Boston, Mass., U.S.A.
- [2] Trevelyan, J. y Niku, S. M., (1994), Stopping Cracks in Their Tracks., Computer Aided Engineering, 10, pp 56-58.
- [3] González, J. L., (1992), Mecánica de la Fractura. Bases y Aplicaciones., Memorias del 1er Seminario Nacional de Aplicaciones de la Mecánica de la Fractura, pp 51-73, Veracruz, Ver.
- [4] Colangelo, V.J. y Heiser, F. H., (1987), Analysis of Metallurgical Failures., John Wiley & Sons, New York, N.Y.
- [5] Wulpi, J. D., (1993), Understanding How Components Fail., ASM Publication, Metals Park Ohio.
- [6] American Society for Metals, (1992), Metals Handbook. Failure Analysis and Prevention. ASM Handbook, Vol. 11, 10ª Ed.
- [7] Forrest, P. G., (1972), Fatiga de los Metales., Ediciones Urmo, España.
- [8] Madayag, A. F., (1969), Metal Fatigue: Theory and Design., John Wiley & Sons, New York, N.Y.

- [9] American Society for Metals, (1992), Metals Handbook. Metallography and Microstructures., ASM Handbook, Vol. 9, 10^a Ed.
- [10] Annual Book of ASTM Standards, (1989), Metals Test Methods and Analytical Procedures., ASTM, Philadelphia, PA.
- [11] Hallen, J., (1992), Procedimientos de Prueba de Mecánica de la Fractura., Memorias del 1er Seminario Nacional de Aplicaciones de la Mecánica de la Fractura, pp 109-113, Veracruz, Ver.
- [12] Rooke, D. P., Baratta, F. I. y Cartwright, D. J., (1981), Simple Methods of Determining Stress Intensity Factors., Engineering Fracture Mechanics, Vol. 14, pp 397-426.
- [13] Kenninen, M. F. y Popelar, C. H., (1985), Advanced Fracture Mechanics., Oxford University Press, New York, N.Y., 1^a Ed.
- [14] Dieter, G. E., (1976), Mechanical Metallurgy., McGraw-Hill, Tokyo, 2^a Ed..
- [15] Hertzberg, R. W., (1989), Deformation and Fracture Mechanics of Engineering Materials. John Wiley & Sons, New York, N.Y.
- [16] Nguyen-Duy, P., Blanchette, Y. y Lanouette, C., (1993). Use of Linear Elastic Fracture Mechanics in the In-Service Fracture Analysis of Structural Components., Canadian Metallurgical Quarterly, 32, pp 213-222.

2. PROPAGACIÓN DE GRIETAS POR FATIGA EN UN ACERO 8620 PARA FLECHAS DE TRANSMISIÓN

2.1. INTRODUCCIÓN.

Las flechas secundarias de transmisión de vehículos pesados son fabricadas con acero 8620, mediante el siguiente proceso: A partir de barras redondas laminadas, se maquina la flecha y se somete a un tratamiento térmico de cementación gaseosa, seguido de un temple y revenido. Posteriormente las flechas son enderezadas debido a la distorsión que sufren en el tratamiento térmico y en el ensamble[1]. Durante este proceso algunas flechas sufren un agrietamiento de la capa cementada, el cual durante el servicio, propicia la falla por fatiga de estas piezas.

Dependiendo de la longitud de la grieta inicial, las condiciones de servicio y de las propiedades del material, las fallas por fatiga pueden presentarse con una pérdida de hasta en un 90% de la vida útil esperada del componente. Dos problemas específicos en este tipo de piezas son: (a) La escasez de datos de propagación de grieta por fatiga de este tipo de materiales y (b) La variación de propiedades de mecánicas de fractura a través de la sección transversal de la flecha debido a la inhomogeneidad de la misma (diferente microestructura entre capa cementada periferia y centro).

Los datos de rapidez de propagación de grieta por fatiga, son necesarios para predecir la vida útil del componente y caracterizar su resistencia a la fatiga y a la fractura, y para realizar una mejor selección de materiales. El problema de la inhomogeneidad es de interés para su estudio, ya que la grieta, al propagarse a través de la sección transversal de la flecha, de hecho va encontrando a su paso un material con diferentes propiedades mecánicas (hasta la fecha no se ha logrado encontrar una publicación o datos acerca de esta característica, de ahí la importancia del presente estudio).

Los objetivos de este trabajo son:

- 1) Evaluar las velocidades de propagación de grietas por fatiga (da/dN) en función de la amplitud del factor de intensidad de esfuerzos (ΔK) en el

extremo de la grieta, en el material de fabricación de la flechas de transmisión .

2) Evaluar el efecto de la variación de microestructura y propiedades mecánicas a través de la sección transversal de la flecha, en las propiedades de fatiga y tensión del material.

2.2. PRUEBAS.

A fin de determinar las propiedades mecánicas (acero 8620) en las diferentes zonas de la sección transversal (superficie y núcleo), la flecha se seccionó por corte por electroerosión, como se muestra en la Figura 1a. Las muestras obtenidas consistieron en bloques rectangulares de 63 X 15 X 6 mm, a partir de las cuales se maquinaron probetas de flexión en 3 puntos para los ensayos de fatiga y probetas de tensión en concordancia con las normas ASTM E-399 y ASTM E-8, respectivamente y cuya geometría y dimensiones se muestran en la Figuras 1b y 1c. La muesca iniciadora de grieta para las probetas de fatiga se maquinó en la dirección paralela a la dirección de propagación de grieta observada en la pieza.

Las pruebas de propagación de grieta por fatiga se realizaron de acuerdo a la norma ASTM E-647. Esta norma recomienda el uso de probetas tipo compactas de tensión (CT), o placas de grieta central, sin embargo, limitados por el tamaño y heterogeneidad de la pieza, se decidió utilizar probetas de flexión en tres puntos similares a las empleadas para la prueba de tenacidad en deformación plana. La geometría y dimensiones se obtuvieron siguiendo la recomendación de la norma ASTM E-399, excepto para el espesor.

Para las pruebas de fatiga, se empleó una máquina servohidráulica de ciclo cerrado Instron modelo 8503, controlada con la señal de carga. Se aplicó una onda de carga sinusoidal con una frecuencia de 15 Hz y una relación carga mínima a máxima $R=0.1$. Se utilizó un Esteromicroscopio Olympus modelo SHZ, colocado sobre una montura adaptada al marco de la máquina para observar y medir el avance de la longitud de grieta. Mediante el registro del tamaño de grieta (a) y el número de ciclos de carga (N) se obtuvieron curvas "a vs. N", se determinó el da/dN por el método ajuste polinomial de séptimo orden propuesto por la norma ASTM E-647. Los valores de ΔK con respecto al tamaño de grieta para cada valor de da/dN , se calcularon empleando la expresión recomendada por la misma norma.

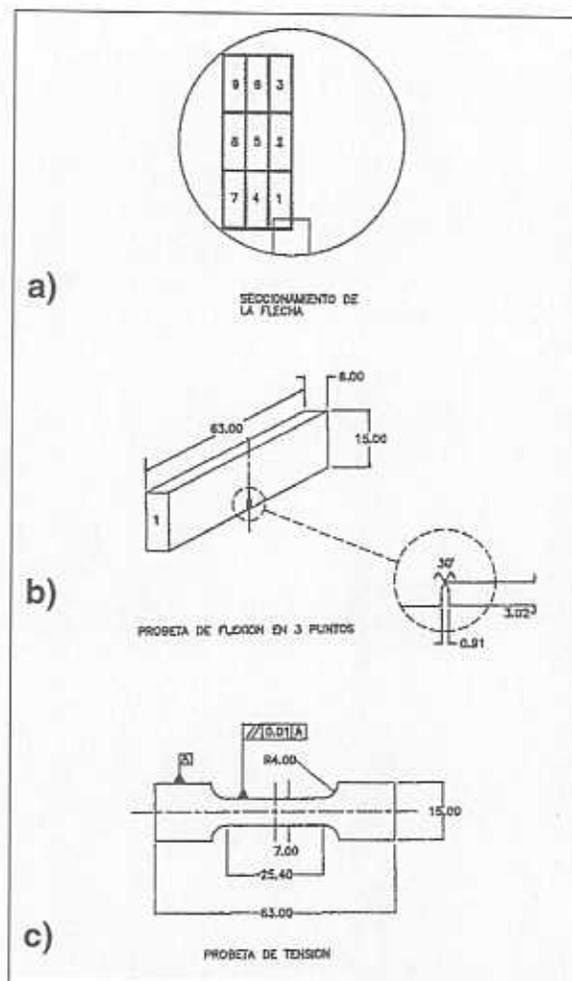
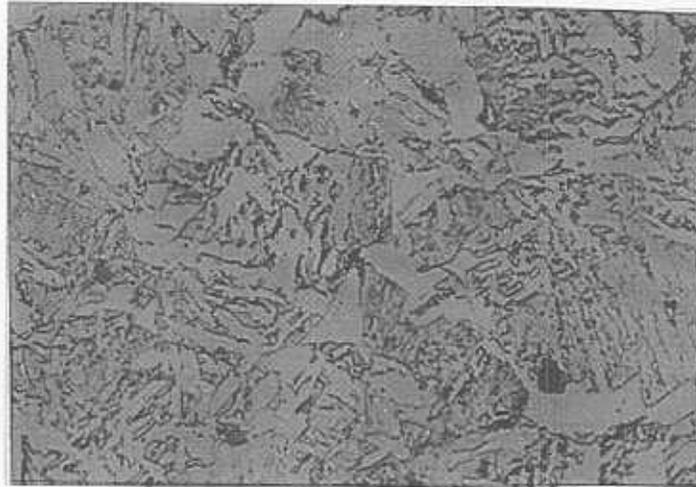


Fig. 1. a) Esquema indicando el seccionamiento de la flecha.
b) Geometría y dimensiones de la probeta de flexión en 3 puntos.
c) Probetas de tensión.

La fatiga se llevó hasta el punto de fractura, de modo que el tamaño de grieta justo antes de la fractura se tomó como tamaño crítico, y con este valor y el de carga máxima, se calculó el valor provisional de la tenacidad a la fractura de la probeta K_Q que se aproxima al K_{IC} . Como la fractura ocurrió cuando la plasticidad en la punta de la grieta no se extendía hasta el borde de la probeta, se asume que los valores de tenacidad reportados son razonablemente válidos, por lo tanto, útiles para fines de comparación.

2.3. RESULTADOS.

2.3.1. Metalografía.



**Fig. 2. Microestructura de la sección transversal de la flecha.
Bainita (zonas oscuras), Ferrita (zonas claras).**

La Figura 2 muestra la microestructura observada en el núcleo y periferia de la flecha. La microestructura consta de una mezcla de bainita (zonas oscuras) en una matriz ferrítica (zonas claras); siendo esta microestructura más gruesa en el centro que en la periferia.

2.3.2. Propiedades mecánicas.

Los resultados de las pruebas de tensión y tenacidad a la fractura de las muestras extraídas de la flecha se presentan en la Tabla 1. La Figura 3 muestra el perfil de microdureza desde la superficie hasta el centro de la sección transversal de la flecha.

Tabla 1. Propiedades mecánicas de las diferentes probetas.

	2	3	4	5	6	7	8	9
σ_{YS} (Mpa)	531	539	530	526	559	578	569	643
σ_{UTS} (Mpa)	811	1000	916	892	883	844	868	1042
HRC	17	20	18	18	18	20	19	25
K_{IC} (Mpa \sqrt{m})	107	66	134	104	107	101	98	97

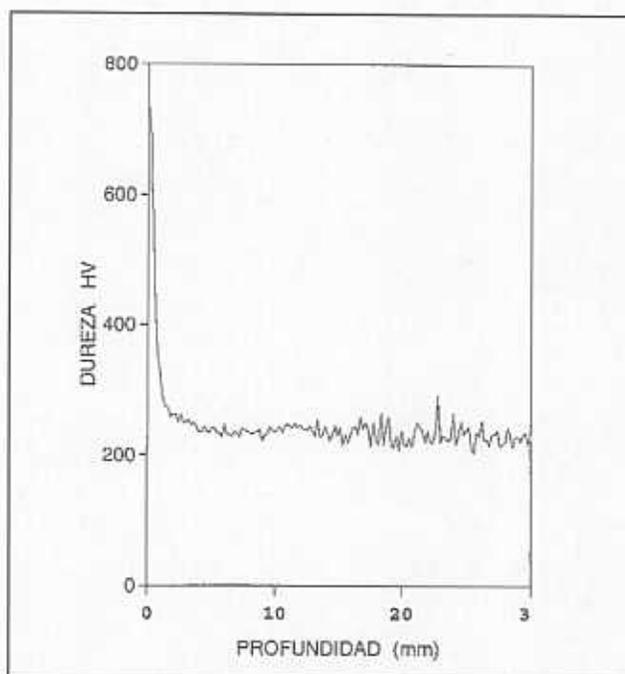


Fig. 3. Perfil de microdureza Vickers desde la superficie hasta el centro de la sección transversal de la flecha.

2.3.3. Pruebas de propagación de grietas por fatiga.

Las velocidades de propagación de grietas por fatiga para las diferentes probetas ensayadas se muestran en la Figura 4. Se observa que todos los datos están dentro de un mismo rango de valores; siendo la probeta 2 (núcleo) la que tiende al límite superior y las probetas 4 y 7 (periferia) tienden a valores inferiores de da/dN , es decir, estas últimas tienden a mostrar la mayor resistencia a la fatiga.

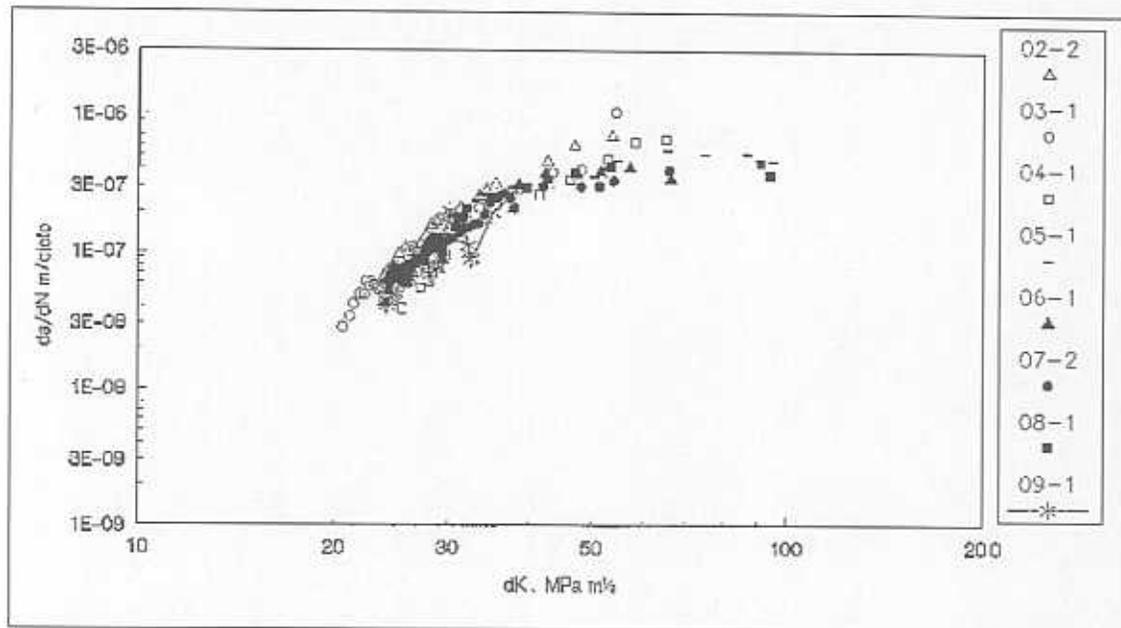


Fig. 4. Rapidez de propagación de grietas por fatiga de las diferentes probetas.

2.3.4. Fractografía.

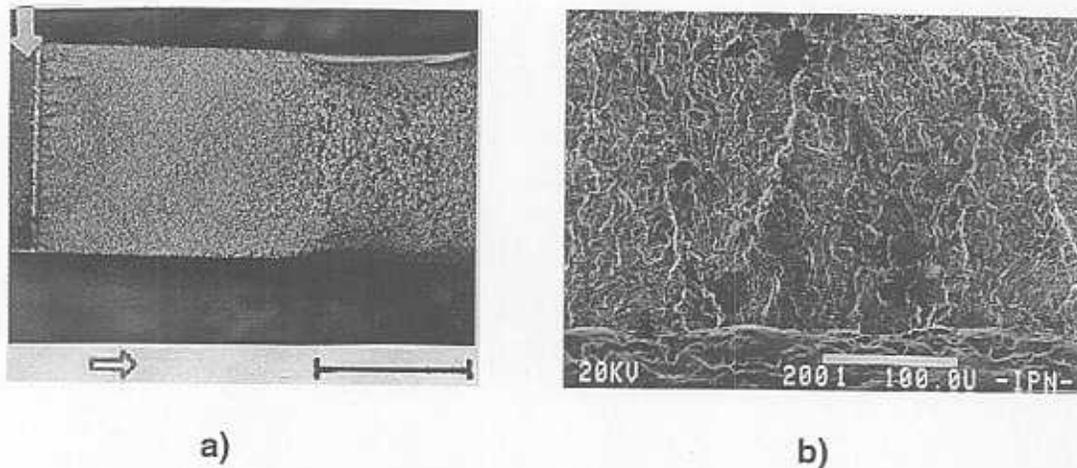


Fig. 5. Aspectos típicos de la superficie de fractura por fatiga de las probetas de flexión en 3 puntos.
a) Aspecto macroscópico.
b) Microfotografía de barrido de la zona del preagrietamiento de la probeta.

La Figura 5 muestra los diferentes aspectos de la fractura típicos por fatiga de las probetas ensayadas. En la Figura 5a se observa el plano de la fractura y la zona de fractura final. Nótese que no hay escalonamiento ni ramificaciones y la fractura es perpendicular a la dirección de abertura. La Figura 5b muestra la superficie de fractura, obtenida de un microscopio electrónico de barrido (MEB) con pocos aumentos, de la zona de inicio y propagación de grieta con ΔK de aproximadamente $20 \text{ Mpa}\sqrt{\text{m}}$, se observa una superficie de rugosidad uniforme y con un frente de propagación paralelo a la muesca iniciadora. Las características anteriores indican que la prueba se realizó correctamente, de acuerdo a las restricciones de la mecánica de fractura lineal elástica y por lo tanto los resultados son válidos.

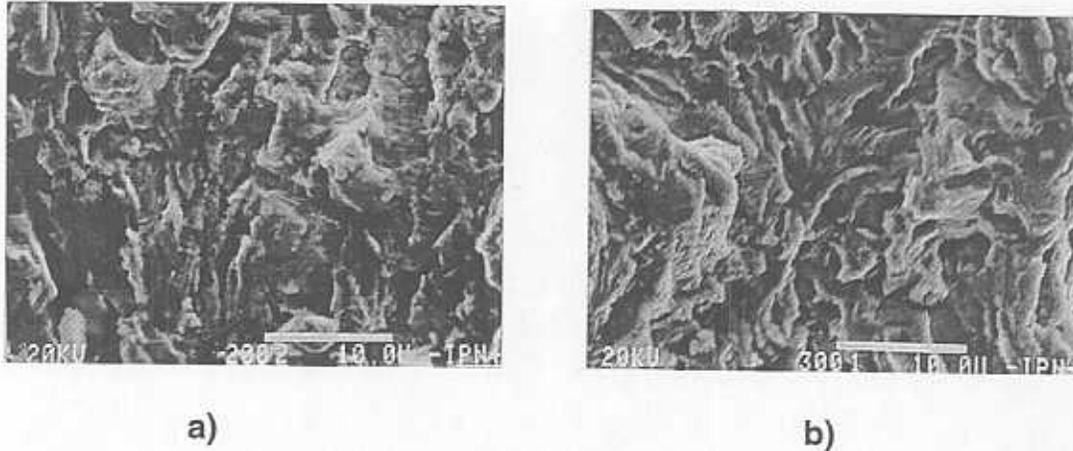


Fig. 6. Superficie de fractura vista en el MEB correspondiente a una zona de bajo Δk (aproximadamente $25 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$).
a) Probeta 2 (centro).
b) Probeta 3 (periferia).

En las Figuras 6a y 6b se comparan las superficies de fractura de dos probetas, una del centro de la flecha (probeta 2) y la otra en la periferia (probeta 3). En ambas probetas se observa la zona de inicio ($\cong 20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$) mostrando una misma rugosidad y pseudoclivaje con estrías escasas y mal definidas. En la Figura 7 se observa la superficie de fractura en la zona de propagación estable a ΔK mayor de $60 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, correspondiente a probetas del centro (Figura 7a) y periferia (Figura 7b). En estas dos últimas figuras se observa una superficie rugosa con microagrietamiento secundario y pocas estrías; para la probeta de la periferia se presentan menos estrías, un aspecto menos rugoso y un mayor agrietamiento secundario, lo que indica una mayor fragilidad.

La falla final se muestra en las Figuras 8a y 8b. Se observa en general, una fractura dúctil por coalescencia de cavidades y cráteres equiaxiales de tamaño heterogéneo. En la probeta correspondiente a la periferia se observan cráteres menos profundos y que indican una menor ductilidad. Nótese que la Figura 8a está aproximadamente a 1.4 veces más aumentos que la Figura 8b.

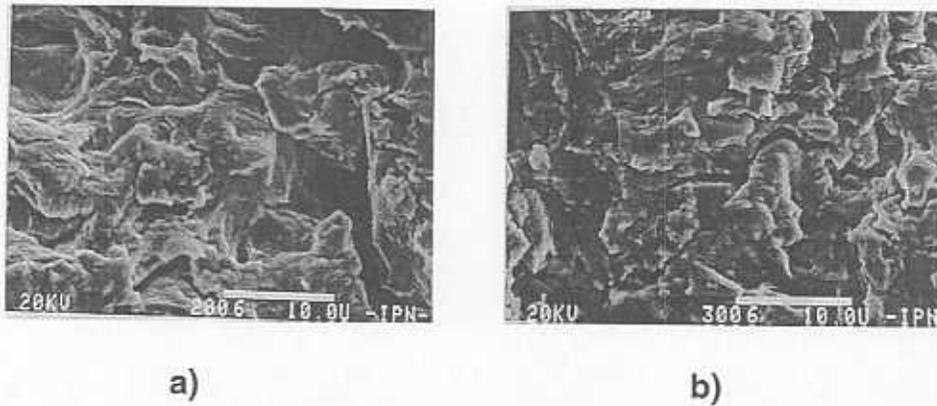


Fig. 7. Microfotografías de barrido de las superficies de fractura de una zona con alto ΔK (aproximadamente $60 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$).
a) Probeta 2 (centro). b) Probeta 3 (periferia).

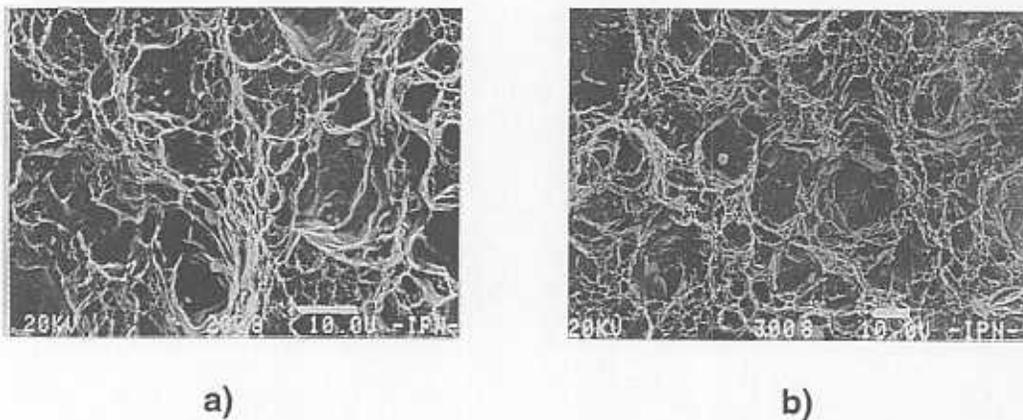


Fig. 8. Microfotografía de barrido de la zona de fractura.
a) Probeta 2 (centro). b) Probeta 3 (periferia).

2.4. Discusión.

La variación de dureza y propiedades tensiles no resultó muy significativa a través de la sección transversal de la flecha, observándose una ligera tendencia a valores más altos en la periferia; esto se debe a que la mayor rapidez de enfriamiento en esta zona produce una microestructura con tamaño de segunda fase más fino que aporta mayor dureza y resistencia mecánica que la microestructura más gruesa localizada en el núcleo de la pieza. Por otra parte la tenacidad a la fractura mostró una tendencia inversa a la resistencia tensil, es decir, el K_{IC} centro fue mayor que K_{IC} de la periferia. Esto es de esperarse ya que el K_{IC} es usualmente inversamente proporcional a σ_{UTS} bajo condiciones normales [9,12].

Los resultados muestran que la mayor resistencia a la propagación de grietas por fatiga se obtiene con la microestructura de la periferia que es de mayor resistencia aunque un poco menos tenaz, esto implica que la reducción de K_{IC} no es lo suficientemente grande para tener un efecto en la resistencia a la fatiga, de manera que la combinación de propiedades de tensión y tenacidad es la que controla la resistencia a la fatiga y no una sola de ellas.

Las observaciones de la superficie de fractura por fatiga reafirman las conclusiones anteriores, ya que básicamente se observan las mismas características fractográficas. A bajos niveles de ΔK se observa una menor influencia de la microestructura, lo cual se refleja en superficies de fractura muy similares y prácticamente iguales da/dN . A altos niveles de ΔK la dispersión de datos en la curva da/dN versus ΔK se hace más evidente, lo que indica una mayor influencia de la microestructura y de las propiedades en tensión específicas, notándose una ligera tendencia hacia una mayor resistencia a la propagación de grietas por fatiga en las muestras correspondientes a la periferia (datos con símbolos sólidos en la Figura 4) que poseen una microestructura más fina y mayor resistencia mecánica.

2.5. Conclusiones.

En este tipo de flechas (acero 8620, 5.8 cm de diámetro, templadas y revenidas) las variaciones microestructurales a través de la sección transversal no muestran una variación significativa de las propiedades de tensión, dureza y tenacidad a la fractura y por lo tanto las velocidades de propagación de grieta por fatiga son relativamente uniformes en la sección transversal; no obstante se nota una leve tendencia a mayor resistencia a la fatiga en la zona de la periferia, cuya microestructura es más fina. El efecto de este resultado es disminuir la velocidad de propagación de grieta por fatiga cuando la grieta se propaga por esta zona y aumenta ligeramente al atravesar la zona del núcleo.

Por otra parte, el presente estudio ha sido útil para demostrar que las probetas de flexión en tres puntos pueden ser utilizadas para evaluar las velocidades de propagación de grieta por fatiga, con la ventaja de que por su tamaño reducido permiten estudiar efectos de heterogeneidad macroscópica en piezas de tamaño medio, esto es, cuya sección transversal es del orden de varios centímetros.

2.6. Bibliografía.

- [1] González, J.L., et al. Análisis de Falla en una Flecha de Transmisión. Parte I.. Por publicarse, 1995.
- [2] Anderson, T.L. Fracture mechanics. Boston: CRC Press, 1991.
- [3] Wulpi J. Donald. How Components Fail. 7a Impresión. USA. American Society for Metals, 1993.
- [4] American Society Metals. Handbook Committee. (Eds.). Failure analysis and prevention. ASM Handbook. Vol. 11 Décima Edición, 1992.
- [5] Colangelo, V.J., Heiser, F.H. Analysis of metallurgical failures. New York: John Wiley & Sons, 1987.
- [6] Dieter, G.E. Mechanical metallurgy. (2da. ed.) Tokyo: McGraw-Hill, 1976.

- [7] González, J.L. (1992). Mecánica de fractura. Bases y aplicaciones. Memorias del 1er. seminario nacional de aplicaciones de la mecánica de fractura. IMICORR. Veracruz, Ver. 1, 2 y 3 de junio de 1992, pp. 51-73.
- [8] Hallen, J. (1992). Procedimientos de prueba de mecánica de la fractura. Memorias del 1er. seminario nacional de aplicaciones de la mecánica de fractura. IMICORR. Veracruz, Ver. 1, 2 y 3 de junio de 1992, p.p. 108-113.
- [9] Hertzberg, R.W. Deformation and fracture mechanics of engineering materials. New York: John Wiley & Sons, 1989.
- [10] Madayag, A.F. Metal fatigue: Theory and design. New York: John Wiley & Sons, 1969.
- [11] Nguyen-Duy, P., Blanchette, Y., & Lanouette, C. Use of linear elastic fracture mechanics in the in-service fracture analysis of structural components. Canadian Metallurgical Quarterly, 1993, No 32: 213-222.
- [12] Waterman, N.A., Ashby, M.F. (Eds.) CRC-Elsevier materials selector. (Vol. 1). Boston: CRC Press, 1993.

3. CRITERIO DE ACEPTACIÓN PARA EL ENDEREZADO DE FLECHAS DE TRANSMISIÓN

3.1. INTRODUCCIÓN.

Las flechas de transmisión comúnmente son tratadas térmicamente para mejorar las propiedades mecánicas del material con que son fabricadas. En particular, se busca aumentar la resistencia a la torsión y, en algunos casos, endurecer la capa superficial de las flechas para incrementar su resistencia al desgaste. Este endurecimiento superficial se logra normalmente con un carburizado o nitrurado.

El tratamiento térmico de una pieza por lo general comprende varios ciclos térmicos de templado y revenido que inducen una deformación final en las piezas tratadas [1,2]. Para el caso de las flechas de transmisión, controlar la deformación que se induce en ellas es particularmente importante ya que las tolerancias en las dimensiones son muy estrictas para evitar vibraciones, ruido y fallas por fatiga del sistema de transmisión. En ocasiones, cuando la excentricidad por deformación de la flecha excede la tolerancia aceptable, se aplica un proceso de enderezado, que si bien permite recuperar la forma de la pieza, también produce esfuerzos residuales e inclusive puede agrietar la flecha [3,4]. A pesar de que se reconoce que el proceso de enderezado presenta algunos problemas potenciales, resulta ser, en algunos casos, la única opción; ya que recuperar la geometría mediante un maquinado o rectificado sería costoso, especialmente cuando la dureza superficial es de 50 a 60 HRC.

El objeto de este trabajo es presentar un procedimiento analítico que permita determinar la deformación máxima aceptable en una flecha para que pueda someterse a un proceso de enderezado sin que se presenten problemas de agrietamiento superficial. Para obtener este valor máximo se calcula el esfuerzo máximo que se le puede aplicar a la flecha utilizando como aproximación la mecánica de la fractura lineal. De ese esfuerzo máximo se obtiene el momento máximo de flexión utilizando expresiones de la teoría de plasticidad y de ese momento flexionante se obtiene el correspondiente valor de excentricidad máximo.

3.2. DETERMINACIÓN DEL ESFUERZO MÁXIMO PARA EL ENDEREZADO.

Para lograr enderezar una flecha de manera permanente es necesario sobrepasar el esfuerzo de cedencia del material, por lo tanto, es necesario establecer un criterio basado en la mecánica de la fractura y la teoría de plasticidad para calcular el esfuerzo máximo flexionante que se puede aplicar a la pieza en el enderezado de manera tal que no se agriete; o bien, si esto llega a pasar, que la grieta sea lo suficientemente pequeña para que no se propague durante la operación de la transmisión.

Esto último implica que el factor de concentración de esfuerzos está por debajo del valor límite a la fatiga para el tamaño de grieta producido y las condiciones de operación de la transmisión [5-7].

En el análisis se consideraron dos casos. El primero es para aquellas flechas que se tratan térmicamente para que tengan una capa superficial endurecida. El segundo, es aquel en el que la flecha no recibe un tratamiento especial de endurecimiento superficial y, por tanto, tiene una sección transversal más uniforme y la dureza superficial no es muy diferente a la del núcleo.

3.2.1. Flechas con capa endurecida.

Por lo general, una flecha que se trata térmicamente para tener una alta resistencia al desgaste tiene una dureza superficial de aproximadamente 60 HRC; mientras que el núcleo tiene valores entre 20 y 30 HRC, dependiendo del proceso térmico. Como consecuencia de lo anterior, la fragilidad de la capa dura superficial es mucho mayor que la del núcleo y, por tanto, la zona crítica para la iniciación de grietas ante cargas flexionantes es la capa dura.

Para determinar el valor del esfuerzo máximo en la capa dura de una flecha por cargas flexionantes durante el proceso de enderezado, se utiliza la siguiente aproximación de la mecánica de la fractura [5]:

$$\sigma_{max} = \frac{K_{IC} \cdot \sqrt{Q}}{1.12 \cdot \sqrt{\pi} \cdot \beta} \quad (1)$$

donde se emplea el valor crítico del factor de intensidad de esfuerzos del material endurecido (K_{IC}) y el tamaño de grieta β corresponde al espesor efectivo de la capa cementada.

Para una flecha cilíndrica, el factor geométrico Q se define de manera aproximada [8,9] con la siguiente expresión:

$$Q = 1 - 1.32 \left(\frac{\beta}{2r} \right)^2 \quad (2)$$

3.2.2. Flecha sin capa endurecida.

A diferencia del caso anterior, en este tipo de flechas la fragilidad de la capa superficial tiene un valor relativo mucho menor con respecto al núcleo. A pesar de que la dureza superficial casi siempre tendrá un valor más alto, no se puede determinar un espesor efectivo de capa dura, por lo que no es posible aplicar el mismo procedimiento para calcular el esfuerzo máximo de flexión con el procedimiento descrito en el punto 3.2.1.

Para este segundo caso, se propone desarrollar el análisis determinando el esfuerzo máximo de flexión al que se puede someter la flecha de manera que, en el peor de los casos, se produzca una grieta de un tamaño tal que durante la operación no se propague por fatiga.

Para esto, se requiere conocer las condiciones de operación y de ahí determinar el incremento en el esfuerzo máximo de carga cíclica de fatiga ($\Delta\sigma_M = \sigma_{m\acute{a}x} - \sigma_{m\acute{i}n}$). Así también, hay que conocer el valor límite a la fatiga del factor de intensidad de esfuerzos del material (K_{th}).

De la siguiente expresión [5,6],

$$\Delta\sigma_M = \frac{\Delta K_{th} \cdot \sqrt{Q}}{1.12 \cdot \sqrt{\pi \cdot a}} \quad (3)$$

se calcula el valor del tamaño de grieta a , a partir del cual, con la ecuación (1) se obtiene el valor de esfuerzo máximo que se le puede aplicar a la flecha de manera que produzca una grieta que no sobrepase el valor límite a la fatiga y, por lo tanto, no se propagará durante la operación normal. De las ecuaciones 1 y 3, cuando $a \rightarrow \beta$ se obtiene que:

$$\sigma_{max} = \frac{\Delta\sigma_M \cdot K_{IC}}{\Delta K_{th}} \quad (4)$$

3.3. CÁLCULO DE LA DEFORMACIÓN MÁXIMA PERMISIBLE.

De la teoría de plasticidad se obtiene la relación que determina el valor de deformación residual o permanente ϵ_{res} en una flecha de transmisión ante la aplicación de un esfuerzo que sobrepasa el nivel de cedencia σ_y [10,11] y que está dado por la ecuación siguiente:

$$\epsilon_{res} = \epsilon - \epsilon_e \quad (5)$$

donde ϵ es la deformación total y $\epsilon_e = \frac{\sigma}{E}$ es la deformación elástica.

Para una deformación por flexión pura, se toma la relación:

$$\epsilon = k \cdot Y \quad (6)$$

donde k es la curvatura por flexión y corresponde al recíproco del radio de curvatura de flexión de la flecha y Y es la distancia al eje neutro.

En el análisis, primeramente se considerará un material elástico-plástico puro, cuya relación esfuerzo deformación [10,11] se define por:

$$\sigma = \begin{cases} E\epsilon, & \text{para } \epsilon \leq \frac{\sigma_y}{E} \\ \sigma_y, & \text{para } \epsilon > \frac{\sigma_y}{E} \end{cases} \quad (7)$$

El momento por flexión [11] para la flecha se obtiene de:

$$M = \int \sigma \cdot y \cdot dA \quad (8)$$

Para el caso de una flecha de sección transversal circular con un material elástico-plástico puro, el momento resultante [10] está dado por:

$$M(k_0) = \frac{2M_E}{\pi} \left[\frac{1}{3} \left(5 - \frac{2k_E^2}{k_0^2} \right) \cdot \sqrt{1 - \frac{k_E^2}{k_0^2}} + \frac{k_0}{k_E} \cdot \arcsin \left(\frac{k_E}{k_0} \right) \right] \quad (9)$$

donde $M_E = \frac{\sigma_y \cdot I}{c}$ y $\kappa_E = \frac{\sigma_y}{Ec}$. Este último es la curvatura cuando el esfuerzo máximo corresponde al esfuerzo de cedencia.

Para obtener el valor de deformación residual máximo para el esfuerzo máximo de flexión calculado en 3.2.2, es necesario relacionar el esfuerzo con el momento a través de la siguiente expresión:

$$\sigma = \frac{M_c}{I} \quad (10)$$

De las ecuaciones 9 y 10 se obtiene que:

$$\sigma = \frac{2\sigma_y}{\pi} \left[\frac{1}{3} \left(5 - \frac{2k_E^2}{k_0^2} \right) \cdot \sqrt{1 - \frac{k_E^2}{k_0^2}} + \frac{k_0}{k_E} \cdot \arcsin \left(\frac{k_E}{k_0} \right) \right] \quad (11)$$

De esta ecuación 11, con $\sigma = \sigma_{\max}$, se calcula numéricamente el valor de κ_0 . Con el valor de κ_E ya conocido, se determina el valor de κ_{res} con la expresión siguiente que se deriva de la ecuación 5:

$$\kappa_{res} = \kappa_0 - \kappa_E \quad (12)$$

Debido a que el material no es elástico plástico puro, sino más bien tiene un comportamiento plástico que obedece a la ecuación $\sigma = C \cdot \varepsilon^n$, es necesario utilizar un factor de corrección para la ecuación 9. Se propone aproximar a este factor a partir de una relación semejante que se obtiene del caso de una flecha rectangular [11] y que nos permite tener una expresión analítica:

$$f = \frac{2}{2+n} \cdot \frac{\left\{ 3 \left(\frac{k_0}{k_E} \right)^n - (1-n) \left(\frac{k_E}{k_0} \right)^2 \right\}}{\left\{ 3 - \left(\frac{k_E}{k_0} \right)^2 \right\}} \quad (13)$$

3.4. ESTUDIO DEL CASO DE UNA FLECHA SECUNDARIA DE TRANSMISIÓN.

Esta metodología se aplicó para el caso de una flecha secundaria fabricada con acero AISI 8620 tratada térmicamente. La dureza de la capa cementada es de 60 HRC con un espesor efectivo de 0.466 mm. Si el valor de K_{IC} para la capa cementada es $30 \text{ MPa}\sqrt{m}$ [12], se encuentra que $\sigma_{\max} = 101,605 \text{ psi}$ (700.06 MPa).

Si para este material $\sigma_y = 79,733 \text{ psi}$ (549.36 MPa) [3] y $\kappa_E = 3.5 \times 10^{-3} \text{ in}^{-1}$. De la ecuación 11 se tiene $\kappa_0 = 4.641 \times 10^{-3} \text{ in}^{-1}$. De la ecuación 13, el factor de corrección que se obtiene es $f = 1.0117$ con $n = 0.13$.

De la ecuación 12, resulta que $\kappa_{res} = 2.234 \times 10^{-4} \text{ in}^{-1}$, lo cual, se relaciona geoméricamente con la excentricidad residual e_{res} de la flecha a través de la siguiente relación:

$$e_{res} = \frac{1}{k_{res}} - \sqrt{\left(\frac{1}{k_{res}} \right)^2 - \left(\frac{l}{2} \right)^2} \quad (14)$$

El resultado final para el cálculo anterior es $e_{res} = 0.0104$ in. Debido a que este valor corresponde a un factor límite, se aplica un criterio de aceptación del 80%, de donde se propone un valor de excentricidad máximo de aceptación de 0.00832 in para las flechas de transmisión estudiadas.

Del análisis estadístico realizado a un lote de flechas secundarias de una transmisión después del proceso de tratamiento térmico [3], se encontró que el promedio de excentricidad era de 0.0048 in., el valor menor fue de 0.0003 in. y el valor mayor de 0.0116 in. Suponiendo que la función de probabilidad obedece a una distribución normal, se encuentra que el límite para el 95% de las flechas está en 0.0089 in, que es comparable con el cálculo aquí realizado y también corresponde con los reportes de operación, en los cuales se reportó un 5% de piezas falladas por fatiga y que equivale al porcentaje de las piezas que tuvieron una excentricidad mayor a la permisible [3].

3.5. VIDA REMANENTE DE LAS FLECHAS DE TRANSMISIÓN CON GRIETAS PREEXISTENTES.

El cálculo de vida remanente que se presenta a continuación es para determinar la tolerancia máxima a la presencia de grietas en la esquina del cuñero de la flecha de transmisión antes mencionada. Los requisitos para predecir la vida remanente de un componente sometido a fatiga con grietas preexistentes son : (I) conocer el factor de intensidad de esfuerzos (K) como función del esfuerzo (σ), el tamaño de grieta crítico (a_c) y de la geometría de la pieza; (II) Conocer los niveles de esfuerzos, frecuencia, esfuerzo promedio y tamaño de grieta inicial en condiciones de servicio; y (III) conocer las propiedades de Mecánica de la Fractura, específicamente el valor crítico del factor de intensidad de esfuerzos (K_{IC}) y la función de rapidez de crecimiento de grietas por fatiga. La vida remanente se expresa como el número de ciclos de falla a partir del momento de detección de una grieta de tamaño conocido [2].

Con los datos de mecánica de fractura del acero 8620 que se obtuvieron del estudio de propagación de grietas por fatiga del acero 8620 para flechas de transmisión, se puede calcular la vida remanente de las flechas de transmisión con grietas preexistentes tomando en cuenta las siguientes consideraciones:

1.- El tamaño de grieta inicial corresponde a la profundidad de capa cementada, agrietada por impacto durante el enderezado.

2.- La $\Delta\sigma$ es constante. Esto significa que se ignoran efectos de retardamiento debido a incrementos de $\Delta\sigma$. Esto dará un valor subestimado de la vida remanente ya que, como se sabe, las sobrecargas en las transmisiones de vehículos de carga terrestre son la regla; sin embargo, los modelos para calcular el retardamiento son complejos y consideramos que el ignorar el retardo da resultados conservadores.

3.- El factor de intensidad de esfuerzos para la geometría estudiada aquí, no está reportado en los compendios [11,12], por lo que se emplea la siguiente aproximación:

$$K = \frac{1.12 \cdot \sigma \sqrt{\pi \cdot a}}{\sqrt{Q}} \quad (1)$$

donde Q es un factor de forma determinado empíricamente por la relación:

$$Q = 1 - 1.32 \left(\frac{a}{2r} \right)^2 \quad (2)$$

donde a es el tamaño de la grieta y r es el radio de la flecha y que en este caso vale 29.21 mm.

La vida remanente se estima integrando la ecuación (11) con las constantes obtenidas en las pruebas de fatiga,

$$N = \frac{1}{1.644 \times 10^{-11}} \int_{a_i}^{a_f} (\Delta K)^{-2.3} \cdot da \quad (11)$$

el tamaño inicial de grieta a_i es igual a la profundidad de la capa cementada (0.466 mm) y el tamaño final a_f se toma del tamaño de grieta en la zona estable de la grieta de la figura 1 (44 mm). El valor promedio del esfuerzo $\Delta\sigma$ se estima en 124 MPa. Integrando resulta un valor de $N = 1.867 \times 10^6$ ciclos que correspondiente a un recorrido de 1,630 Km aproximadamente. Este último valor se encuentra muy por debajo del peor

de los casos reportados de la falla en servicio, que corresponde a 10,000 Km de operación. Esta diferencia se puede atribuir a los siguientes factores:

- a) Se desprecian los efectos de retardamiento por cargas variables.
- b) Se considera propagación en la etapa II de fatiga, despreciando la etapa I de crecimiento lento, que debe significar una contribución importante.
- c) Se toma un K_{IC} muy severo, ya que éste considera una grieta recta en la sección transversal.
- d) Se ignora la etapa de cambio de orientación de la fractura (inicia en plano paralelo al eje y cambia al plano transversal).

A pesar de lo anterior, esta estimación de vida remanente es útil para evaluar sobre bases cuantitativas la severidad relativa de una grieta preexistente; así, por ejemplo, si se considera una grieta inicial de la mitad del tamaño de la profundidad de la capa cementada, el número de ciclos se incrementa a 2.313×10^6 .

Asimismo, se puede evaluar el impacto de la variación de propiedades del material, por ejemplo, si se sustituye por un metal de mayor tenacidad, con este método se puede estimar el incremento de vida remanente.

3.6. CONCLUSIONES.

Con base en los resultados obtenidos de la aproximación de la mecánica de la fractura lineal y de la teoría de plasticidad, se concluye que la metodología propuesta para determinar un criterio de control de calidad para el enderezado de flechas es adecuado. Asimismo, este análisis puede ser empleado en el diseño y evaluación de flechas.

El procedimiento de cálculo desarrollado para estos casos se puede refinar mediante el empleo de métodos numéricos para calcular las integrales y derivadas que se requieren para obtener los momentos flexionantes en el caso más general.

3.7. BIBLIOGRAFÍA.

- [1] Howes, M.A.H., (1992), Factors Affecting Distortion in Hardened Steel Components., Proceedings of the First International Conference on Quenching and Control of Distortion, Chicago, Ill., U.S.A.
- [2] Von Bergen, R.T., (1992), The Effect of Quenchant Media Selection and Control on the Distortion of Engineered Steel Parts., Proceedings of the First International Conference on Quenching and Control of Distortion, Chicago, Ill., U.S.A.
- [3] González, J. L., Del Valle, A., Terán, J., Hernández, A. y Carrión, F. J., (1995), Análisis de la Propagación de Grieta por Fatiga en una Flecha de Transmisión. Parte I, Análisis de Falla y Determinación de Propiedades., Por publicarse.
- [4] Hertzberg, R. W., (1989), Deformation and Fracture Mechanics of Engineering Materials. John Wiley & Sons, New York, N.Y.
- [5] Anderson, T. L., (1991), Fracture Mechanics., CRC Press, Boston, Mass., U.S.A.
- [6] González, J. L., (1992), Mecánica de la Fractura. Bases y Aplicaciones., Memorias del 1er Seminario Nacional de Aplicaciones de la Mecánica de la Fractura, pp 51-73, Veracruz, Ver.
- [7] Nguyen-Duy, P., Blanchette, Y. y Lanouette, C., (1993). Use of Linear Elastic Fracture Mechanics in the In-Service Fracture Analysis of Structural Components., Canadian Metallurgical Quarterly, 32, pp 213-222.
- [8] Rooke, D. P., Baratta, F. I. y Cartwright, D. J., (1981), Simple Methods of Determining Stress Intensity Factors., Engineering Fracture Mechanics, Vol. 14, pp 397-426.
- [9] Rooke, D. P. y Cartwright, D. J., (1976), Compendium of Stress Intensity factors., London.
- [10] Chakrabarty, J., (1988), Theory of Plasticity., McGraw-Hill, Singapore, 2ª Ed.
- [11] Lubliner, J., (1990), Plasticity Theory., Macmillan Publ. Co., New York, N.Y., 1ª Ed.

4. PRODUCCIÓN DE $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$ CONTROLANDO SU CINÉTICA Y TEMPERATURA DE TRANSFORMACIÓN MEDIANTE LA ADICIÓN DE SEMILLAS DE $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$

4.1. INTRODUCCIÓN.

En la actualidad alúmina (Al_2O_3) es uno de los cerámicos técnicos más importantes. Sus propiedades catalíticas, mecánicas, térmicas, electrónicas y ópticas hacen que este cerámico tenga aplicaciones potenciales en el sector transporte en las áreas de control de emisiones (catalizadores y soportes catalíticos), recubrimientos anticorrosivos, cementos y vidrios de alta tecnología, reflectores con alta luminosidad con bajo consumo de energía, aislantes térmicos y en general en elementos mecánicos que requieran baja densidad, alto módulo de rigidez y alta resistencia a la corrosión, al desgaste y a la termofluencia. Cada una de estas aplicaciones requiere para su manufactura de polvos de muy alta pureza (99.99%) con tamaños submicrométricos. Esto para bajar las temperaturas de sinterización, reducir los defectos críticos del material a escala nanométrica y aumentar su homogeneidad microestructural. Para satisfacer estas demandas que no puede cumplir el método convencional de fabricación de alúmina (proceso Bayer), recientemente se han venido desarrollando una serie de técnicas químicas de obtención de polvos, dentro de las cuales destaca la técnica llamada sol-gel[1], por su gran versatilidad en la producción de polvos de muy alta pureza con tamaños nanométricos. Dentro de esta técnica existen 2 rutas de procesamiento; la orgánica y la inorgánica. La ruta inorgánica es en la que se basa el presente trabajo.

Para producir $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$ mediante la ruta inorgánica sol-gel, inicialmente se parte de un gel de hidróxido de aluminio obtenido a partir de la reacción de precipitación de una sal de aluminio con un álcali. Las propiedades y características finales de este hidróxido dependen del tipo y la concentración iónica de la sal precursora, del tipo y la concentración del álcali, del tiempo y del pH de envejecimiento. Variaciones en estos parámetros conducen a la formación de diferentes tipos de hidróxidos de aluminio tales como la bayerita, la gibbsita, la bohemita y la nordstrandita[2], los cuales mediante su descomposición térmica son los principales precursores de la $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$.

Durante la descomposición térmica de cualquiera de estos hidróxidos se presentan una serie de reacciones topotácticas¹ que dan lugar a varias alúminas de transición (λ , χ , η , ρ , κ , γ , δ y θ)[3]. Sin embargo, la última reacción que corresponde a la transformación $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\theta \rightarrow \text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$, ocurre de manera reconstructiva por mecanismos de nucleación y crecimiento[3,4]. Esto requiere vencer una alta energía de activación consumida durante el fuerte reacomodo atómico que se lleva a cabo durante esta reacción.

Como el mecanismo que gobierna la transformación $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\theta \rightarrow \text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$ es la nucleación y se necesitan elevadas temperaturas para que ocurra esta transformación, se ha buscado la manera de disminuir la temperatura de transformación de la $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$ venciendo la barrera a la nucleación. En sistemas polimórficos como SiO_2 [5,6], TiO_2 [4], y ZrO_2 [7] que también presentan transformaciones por mecanismos de nucleación y crecimiento, ya se han disminuido sus temperaturas de transformación introduciendo durante su preparación partículas externas llamadas semillas que actúan como sitios preferenciales de nucleación que disminuyen la energía de activación necesaria para la transformación. Estas semillas además de disminuir las temperaturas de transformación de los sistemas mencionados, han acelerado sus cinéticas de transformación, han aumentado la densificación de piezas sinterizadas y proporcionan un único medio para establecer un control microestructural. Por la importancia que tienen estos logros en el procesamiento de los materiales cerámicos, el empleo de esta técnica (sembrado de semillas) se ha extendido a otros sistemas con las mismas características[8,9].

En el caso de la alúmina, Messing[3,4], Bye[10], Suwa[11] y otros investigadores[12-16] han trabajado sobre la disminución de la temperatura de transformación de la $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$, empleando como precursores geles de bohemita sembrados con diferentes tipos de semillas. Sin embargo, en estos trabajos sólo se ha empleado como precursor bohemita comercial y las semillas simplemente se han mezclado con suspensiones de bohemita, las cuales posteriormente se gelifican. Por lo tanto, aún se desconoce la influencia de las semillas sobre la temperatura y la cinética la transformación $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\theta \rightarrow \text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$, empleando otros precursores (bayerita, gibbsita, nordstrandita).

¹La estructura del cristal se transforma sin destruir la morfología del cristal original.

De acuerdo con lo anteriormente expuesto, el presente estudio tiene por objetivo, producir polvos de alúmina- α para aplicaciones mecánicas que reúnan los requisitos de alta pureza, tamaños submicrométricos y baja temperatura de sinterización, y estudiar el efecto de las semillas sobre la temperatura y la cinética de la transformación $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\theta \rightarrow \text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$ empleando como precursor un hidróxido de aluminio llamado bayerita.

4.2. EXPERIMENTACIÓN.

4.2.1. Obtención de los polvos de Bayerita.

Para la producción de los polvos de bayerita se emplearon como reactivos $\text{AlCl}_3\cdot 6\text{H}_2\text{O}$, NH_4OH y partículas de alúmina- α de $0.25 \mu\text{m}$ con purzas grado analítico (99.99%).

La obtención de los polvos de bayerita se llevó a cabo en 3 etapas: a) Precipitación de un gel de hidróxido de aluminio, b) Envejecimiento o cristalización del gel, c) Eliminación de los subproductos de reacción.

a) La precipitación de los polvos se realizó en un dispositivo como el mostrado en la Figura 1. En un reactor de vidrio con capacidad de 2 litros colocado dentro de un baño isotérmico a 60°C , se introducían un litro de una solución de $\text{AlCl}_3\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ con una concentración de 13 g de Al^{3+} por litro y el porcentaje de semillas indicado en la Tabla 1. Con un agitador del tipo de propelas se agitaba la solución durante media hora y se medía el pH inicial de la solución. Enseguida, con una bureta se comenzaba a agregar al reactor una solución de NH_4OH 4N a una velocidad de 18 ml/min. manteniendo una agitación constante. Durante toda la precipitación, el pH de la suspensión se monitoreaba y se dejaba de agregar el NH_4OH al llegar al pH de envejecimiento indicado en la Tabla 1.

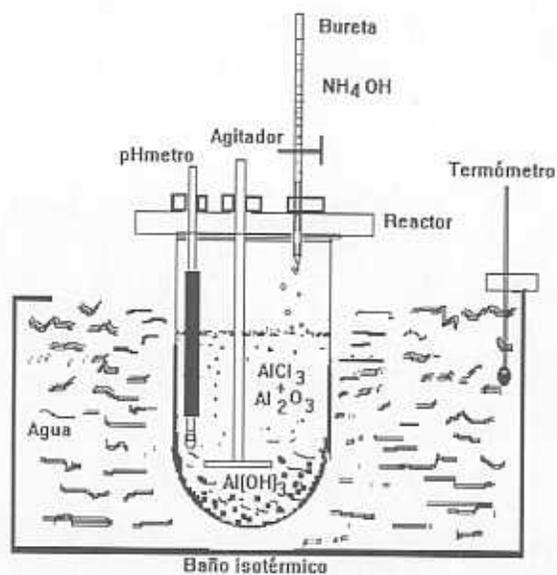


Fig. 1. Dispositivo para obtener los polvos de bayerita

Tabla 1. Procesos de envejecimiento empleados en la producción de los polvos de bayerita.

Muestras % en peso de semillas de $Al_2O_3-\alpha$	Envejecimiento		
	pH	Tiempo (h)	Temperatura (°C)
0	8.5	24	60
0.17	8.5	48	60
1.74	8.5	72	60
1.7	8.9	24	60
0	9.5	24	60
3.5	9.5	24	60
3.5	9.5	24	20

- b) Alcanzando el pH deseado, los polvos se dejaban reposar en el reactor el tiempo indicado en la Tabla 1.
- c) Durante la precipitación de los polvos como subproducto de la reacción de precipitación se obtiene NH_4Cl , el cual se tiene que eliminar antes de calcinar los polvos. La eliminación de este compuesto se llevaba a cabo inicialmente drenando las aguas madres del reactor ricas en NH_4Cl . Enseguida, los polvos precipitados se aforaban en el mismo reactor a 2 litros con agua caliente a 60°C , se agitaba la suspensión por 10 minutos y los polvos se dejaban asentar libremente durante una hora. Después de este tiempo, la fase líquida se drenaba nuevamente y se volvía a repetir los pasos anteriores de 4 a 5 veces hasta ya no percibir olor a amoníaco en la suspensión.

Después de las etapas de envejecimiento y lavado, los polvos se filtraban y secaban en una estufa a 115°C durante 24 h.

4.2.2. Caracterización de los hidróxidos de aluminio precipitados.

Los polvos obtenidos se caracterizaron por varias técnicas. En primer lugar, el producto de cada condición de envejecimiento fue analizado por difracción de rayos-X empleando un difractómetro SHIMADZU XD-3A, con radiación de Cu K_α , a 30 KV/30 mA, con colimadores de 0.6° , 1° y 1° , a una velocidad de barrido de $2^\circ/\text{min}$. y utilizando un ángulo de barrido de 80 a 10° . Luego, para determinar los eventos térmicos que sufren los polvos durante su transformación en $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$ y observar el efecto de las semillas introducidas en los precipitados, se empleó un equipo Setaram TG/ATD 92 que permite la medición simultánea de la pérdida en peso y las temperaturas de transformación o descomposición de la muestra. De esta manera se determinaron las temperaturas de calcinación apropiadas para estudiar la secuencia de formación de la $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$ y las temperaturas de la transformación $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\theta \rightarrow \text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$ influenciadas por la cantidad de semillas introducidas en los polvos precursores. Posteriormente, los polvos precipitados fueron tratados térmicamente a diferentes tiempos y temperaturas en un horno Carbolite tipo mufla con rampas de temperaturas programables, con el fin de seguir mediante difracción de rayos-X la secuencia de formación de la $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$ y cuantificar la cinética de la transformación $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\theta \rightarrow \text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$ a 1000 , 1100 y 1200°C . El grado relativo de transformación de cada tratamiento se cuantificó[17] comparando el área

de los 4 picos principales de reflexión de una $Al_2O_3-\alpha$ estándar con las áreas de los 4 picos principales de cada tratamiento. Los 4 picos de reflexión localizados en los ángulos 2θ : 43.2° , 35.05° , 57.5° y 25.3° , corresponden a las reflexiones con 100, 90, 80 y 75 I/I_1 , respectivamente. La morfología y el tamaño de los polvos se observaron en un microscopio de barrido JEOL JSM 5400LV después de recubrirlos con una capa de grafito.

4.3. RESULTADOS.

4.3.1. Identificación de las especies precipitadas.

La Tabla 2 muestra las especies químicas identificadas por difracción de rayos-X encontradas en cada uno de los polvos producidos de acuerdo con las condiciones de envejecimiento establecidas en la Tabla 1. Todos los polvos envejecidos entre pH 8.5 y 9 presentan una mezcla de bayerita-bohemita, mientras que los polvos envejecidos a pH 9.5 producen sólo bayerita.

Tabla 2. Procesos empleados en la producción de los polvos de bayerita.

Muestras % en peso de semillas de $Al_2O_3-\alpha$	Envejecimiento			Especies Identificadas (DR-X)
	pH	Tiempo (h)	Temperatura (°C)	
0	8.5	24	60	Ba ¹ + Bo ²
0.17	8.5	48	60	Ba + Bo
1.74	8.5	72	60	Ba + Bo + α^3
1.7	8.9	24	60	Ba + Bo + α
0	9.5	24	60	Ba
3.5	9.5	24	60	Ba + α
3.5	9.5	24	20	Ba + α

¹ Bayerita, ² Bohemita, ³ Alúmina- α

La variable que define la fase prevaeciente después del proceso de envejecimiento es el pH. La Figura 2 presenta la influencia del pH en la formación de la bayerita.

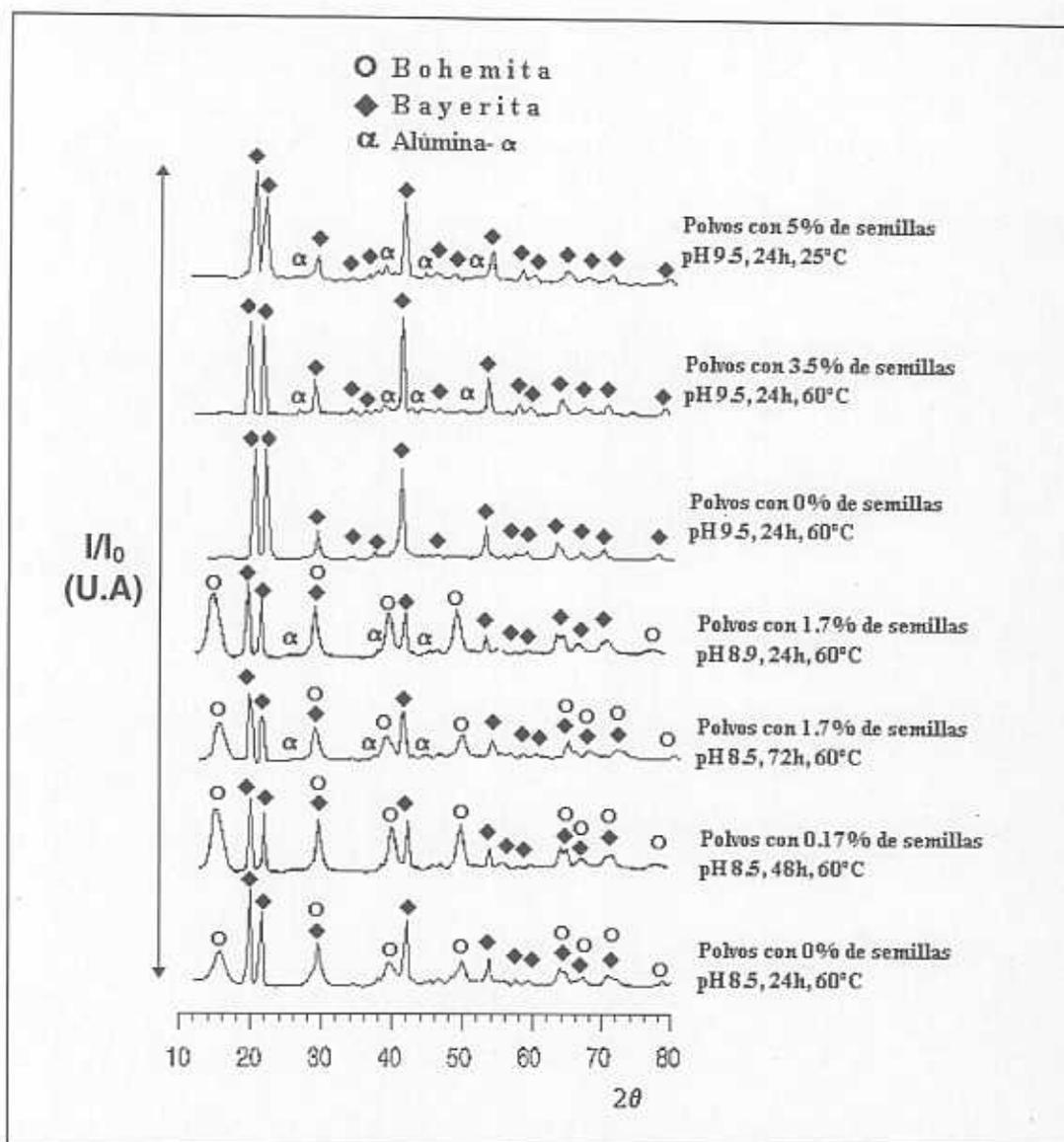


Fig. 2. Influencia del pH en la formación de la bayerita.
Escala vertical en unidades arbitrarias de intensidad.

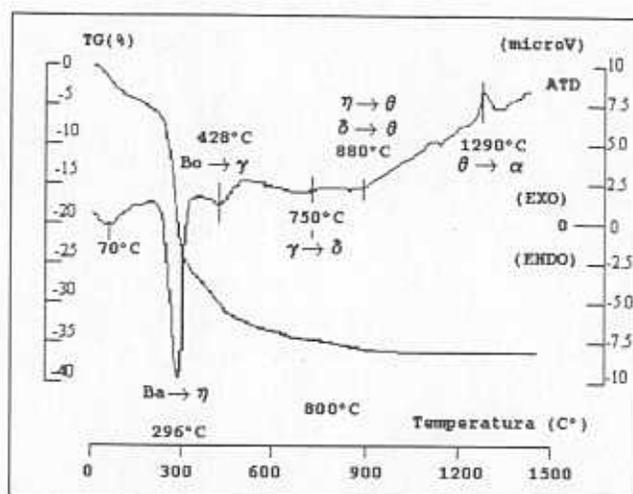
4.3.2. Secuencia de la transformación bayerita \rightarrow $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$.

Los eventos térmicos que ocurren durante la formación de la $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$ a partir de la descomposición térmica de los hidróxidos de aluminio producidos, se pueden apreciar en los ATD/TG de la Figura 3 y en la Tabla 3. Los ATG de cada uno de los precipitados muestran que durante su transformación a alúmina- α pierden aproximadamente un 30% de su peso original. La presencia de la bohemita en los polvos envejecidos a pH 8.5 (Figura 3a) hace que durante la descomposición térmica de los mismos, se presenten 2 eventos adicionales a los presentados por la simple bayerita. Estos eventos corresponden a la transformación de la bohemita en $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\gamma$ (428°C) y a la transformación de la $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\gamma$ en $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\delta$ (750°C). Las demás transformaciones que ocurren se muestran en la Tabla 3.

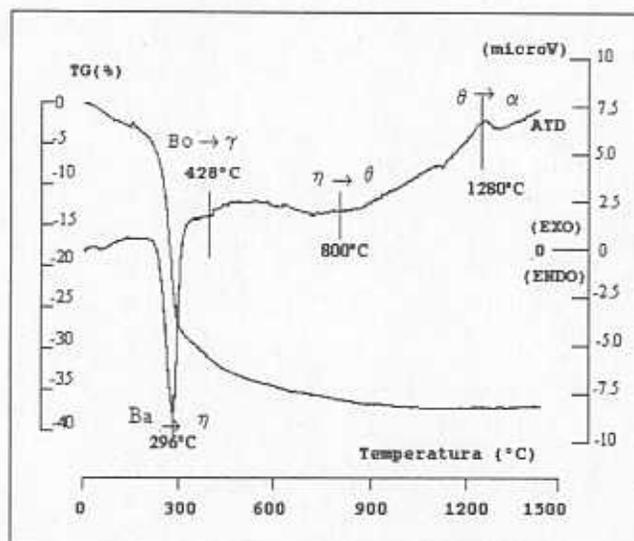
Tabla 3. Descomposición térmica de los hidróxidos de aluminio producidos.

Muestras			Eventos térmicos					
% en peso semillas de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$	pH	Especies	Temperaturas de las Transformaciones (°C)					
			Pérdida agua absorbida	Ba \rightarrow η^4	Bo \rightarrow γ^5	$\gamma\rightarrow\delta^6$	$\delta\rightarrow\theta^7$	$\theta\rightarrow\alpha$
0	8.5	Ba ¹ + Bo ²	70		428	750	880	1290
0.17	8.5	Ba + Bo + α^3	70		428	750	880	1230
1.70	8.5	Ba + Bo + α	70		428	750	880	1215
0	9.5	Ba	70	296			800	1280
3.5	9.5	Ba + α	70	296			800	1245

¹Bayerita, ²Bohemita, ³ $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$, ⁴ $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\eta$, ⁵ $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\gamma$, ⁶ $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\delta$, ⁷ $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\theta$.



a)

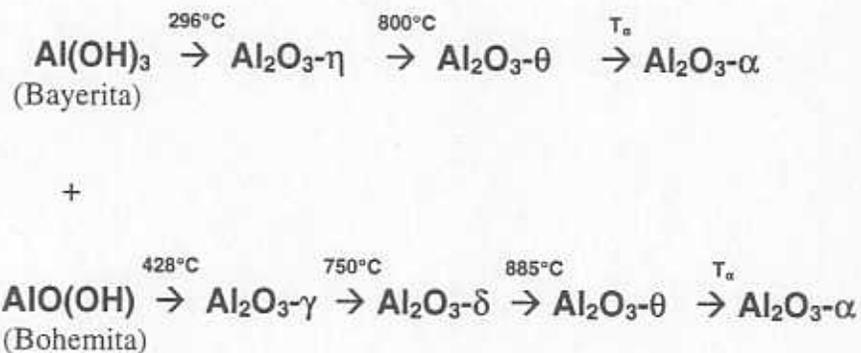


b)

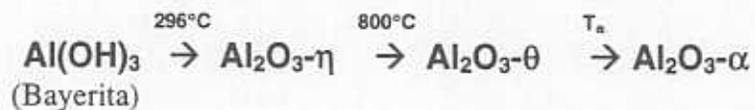
Fig. 3. Eventos térmicos durante la transformación bayerita → $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$.
a) Polvos envejecidos a pH 8.5.
b) Polvos envejecidos a pH 9.5.

Las secuencias de formación de la $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$ a partir de los diferentes hidróxidos de aluminio producidos, se pueden apreciar en los difractogramas mostrados en las Figuras 4 y 5. Todos los polvos envejecidos al mismo pH siguen la misma secuencia de transformación a $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$.

1) Formación de la $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$ a partir de los polvos envejecidos a pH 8.5.



2) Formación de la $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$ a partir de los polvos envejecidos a pH 9.5.



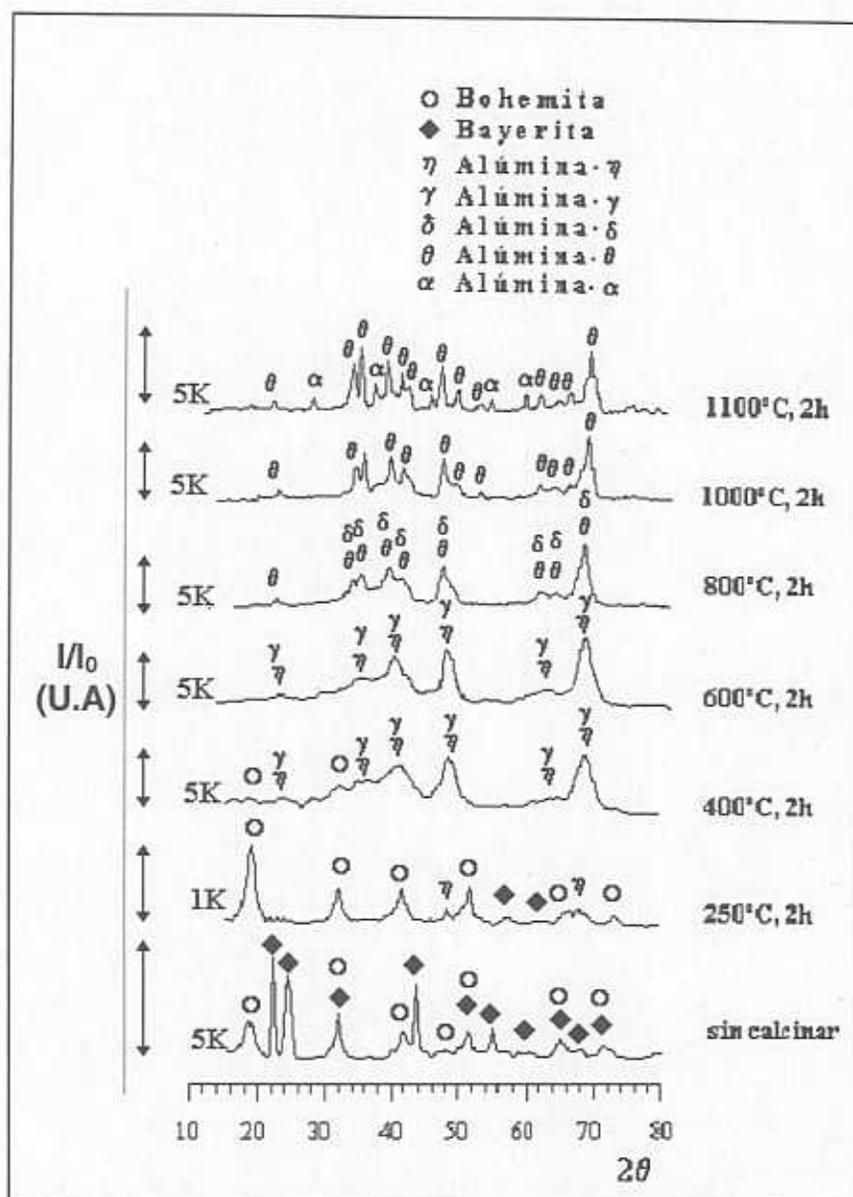


Fig. 4. Descomposición térmica de los hidróxidos de aluminio envejecidos a pH 8.5.

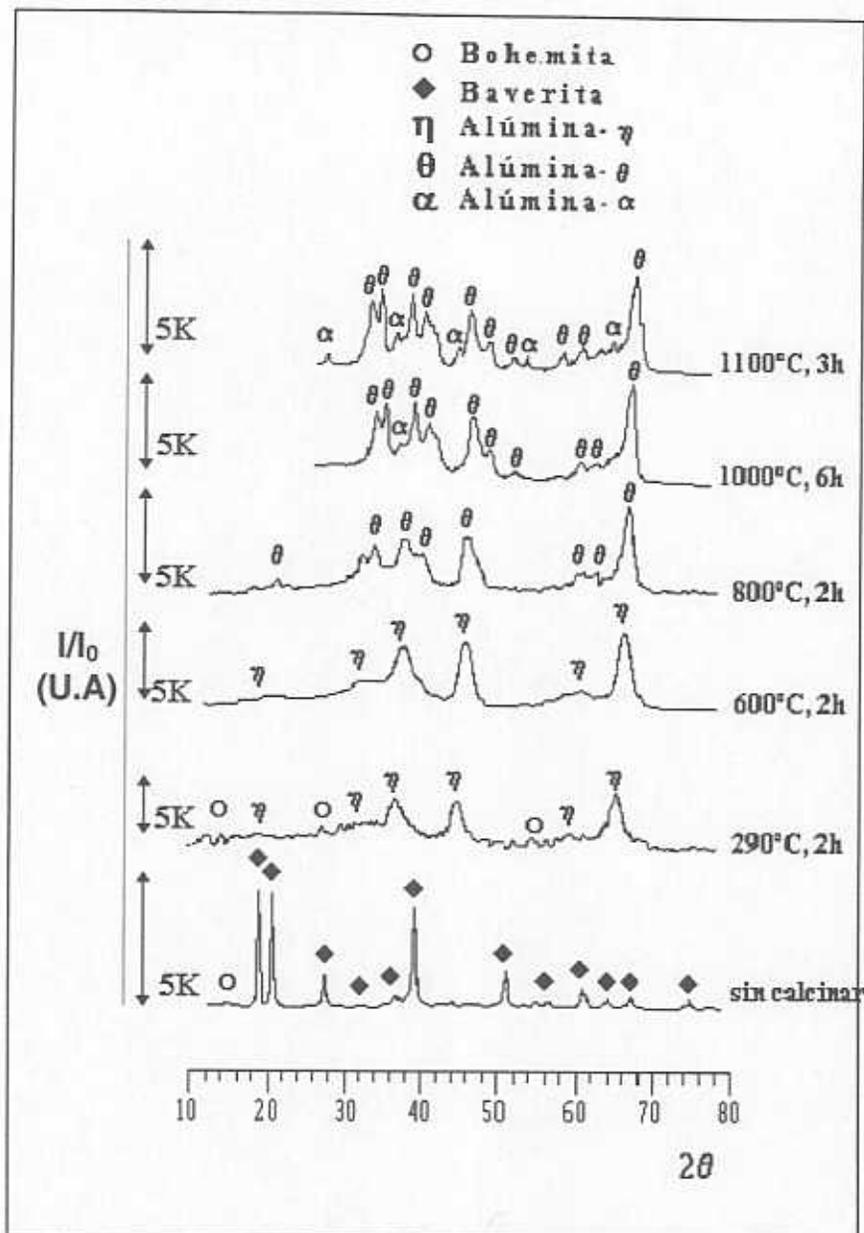


Fig. 5. Descomposición térmica de los hidróxidos de aluminio envejecidos a pH 9.5.

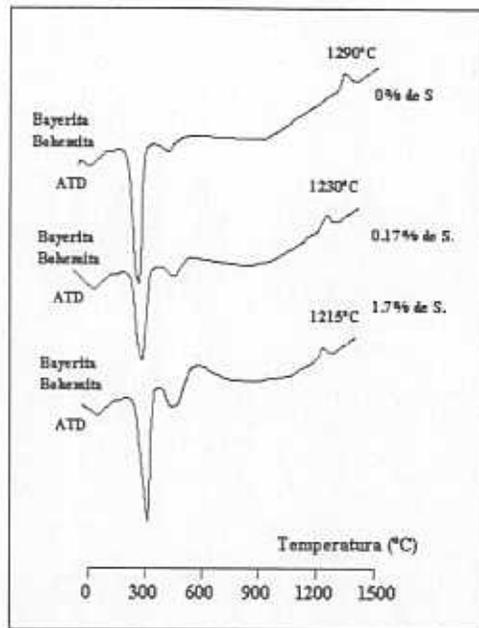
4.3.3. Efecto de las semillas sobre la temperatura de la transformación $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\theta \rightarrow \text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$.

La influencia de las semillas introducidas en los polvos sobre la temperatura de formación de la $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$ se puede apreciar en la Tabla 4 y en los termogramas de la Figura 6. A mayor contenido de semillas menor es la temperatura de transformación de la $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$. Sin embargo, la influencia de las semillas sobre esta temperatura también depende de las especies precursoras. Empleando como precursor una mezcla de bayerita-bohemita con 1.7% de semillas, la temperatura T_α se abatió 75 °C, mientras que partiendo de simple bayerita con 3.5% de semillas, esta temperatura sólo se logró disminuir 35 °C.

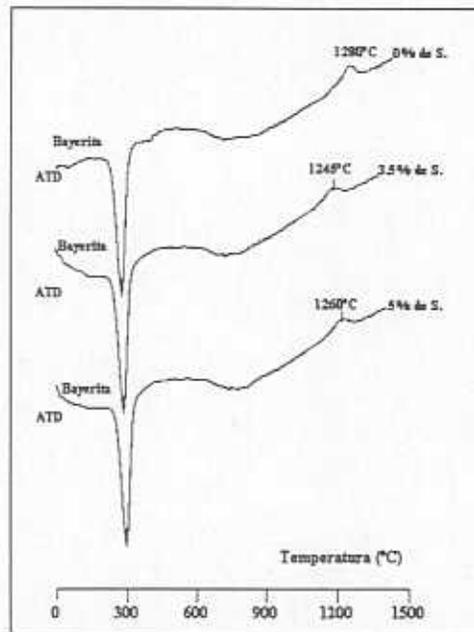
Tabla 4. Influencia de las semillas sobre la temperatura de cristalización la $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$.

Muestras			Temperatura T_α $\theta \rightarrow \alpha$ (°C)
% en peso de semillas de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$	pH	Especies	
0	8.5	Ba + Bo	1290
0.17	8.5	Ba ¹ + Bo ² + α ³	1230
1.70	8.5	Ba + Bo + α	1215
0	9.5	Ba	1280
3.5	9.5	Ba + α	1245

¹Bayerita, ²Bohemita, ³ $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$.



a)



b)

Fig. 6. Influencia del precursor y las semillas sobre la temperatura de la transformación $\theta \rightarrow \alpha$.

4.3.4. Cinética de la transformación $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\theta \rightarrow \text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$.

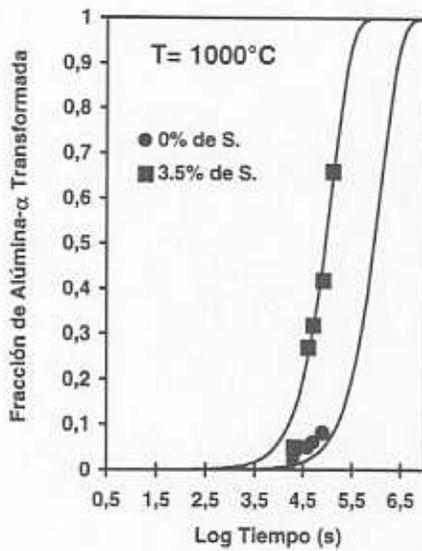
La cinética de transformación $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\theta \rightarrow \text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$ sólo se estudió en los polvos envejecidos a pH 9.5. El efecto de las semillas sobre la cinética de esta transformación se observa en la Tabla 5 y en la Figura 7. Comparando la cinética de los polvos con 3.5% de semillas de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$ con la de los polvos que no tienen semillas, los polvos con semillas muestran una notable disminución del tiempo requerido para la transformación.

Tabla 5. Cinética de la transformación $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\theta \rightarrow \text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$.

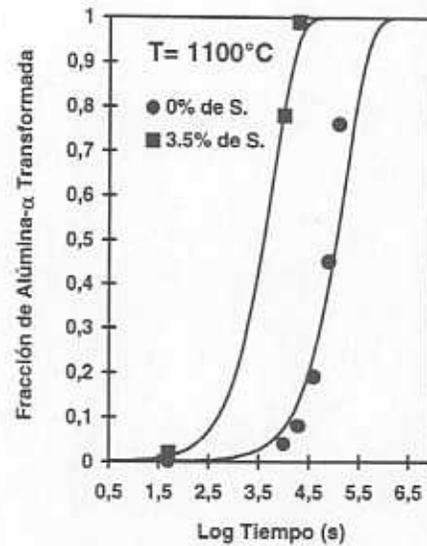
Tratamientos térmicos	% en peso de alúmina- α	
	Polvos con 0% de semillas $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$	Polvos con 3.5% de Semillas de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$
1000°C, 0 h	0	5
1000°C, 6 h	2	17
1000°C, 12 h	5	27
1000°C, 16 h.	6	32
1000°C, 22 h	8	42
1000°C, 36 h		66
1000°C, 45 h		88
1000°C, 60 h		95
1100°C, 0 h	0	5
1100°C, 3 h	4	78
1100°C, 6 h	8	100
1100°C, 12 h	19	
1100°C, 24 h	45	
1100°C, 36 h	79	
1200°C, 0 h	1.7	22
1200°C, 1.5 h	48	100
1200°C, 3 h	83	

A 1000°C la transformación es muy lenta y la influencia de las semillas es muy marcada (Figura 7). Con 22 horas de tratamiento los polvos con 3.5% de semillas casi han alcanzado un 50% de transformación, mientras que los polvos sin semillas sólo muestran un 8% de conversión. Al llevar a cabo esta transformación a 1100°C se observa una gradual disminución en el tiempo requerido por la transformación. Con 6 h de tratamiento a 1100°C, los polvos con 3.5% de semillas alcanzan el 100% de transformación, en tanto los polvos sin semillas sólo forman un 10% de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$. Aumentando la

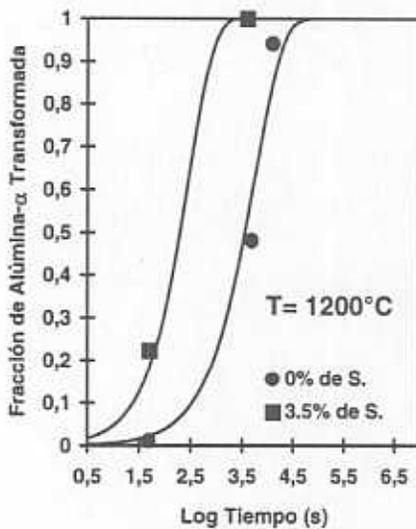
temperatura hasta 1200°C la velocidad de la transformación se hace mucho más rápida, tal que con 1.5 h de tratamiento los polvos con 3.5% de semillas son 100% $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$, mientras que los polvos sin semillas presentan un 50% de transformación (Figura 7).



a)



b)



c)

Fig. 7. Influencia de la semillas sobre la cinética de la transformación $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\theta \rightarrow \text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$ a diferentes temperaturas. a) 1000°C , b) 1100°C y c) 1200°C

4.3.5. Morfología y tamaño de los polvos producidos.

La morfología de los polvos de bayerita envejecidos a las diferentes condiciones de pH no cambia. En todos los polvos se observa una morfología nodular (Figura 8). Dependiendo del estado de aglomeración de los polvos, su tamaño varía entre 3 y 50 μm .

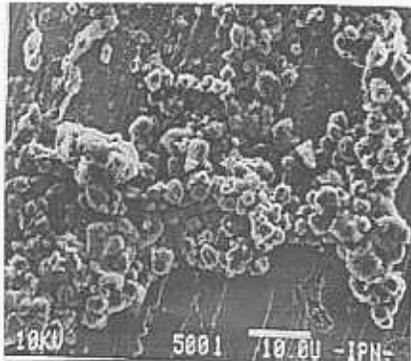


Fig. 8a. Microfotografía de barrido de los polvos con 3.5% de semillas, envejecidos a pH 9.5. Aglomerados nodulares de 2.5 μm .

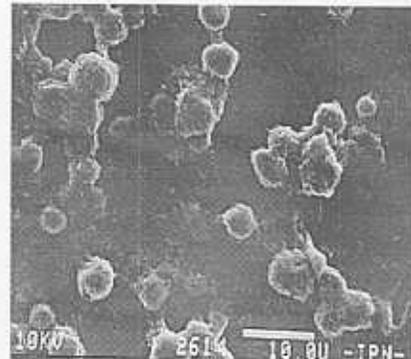


Fig. 8b. Microfotografía de barrido de los polvos sin semillas, envejecidos a pH 9.5. Aglomerados nodulares de 3 μm .

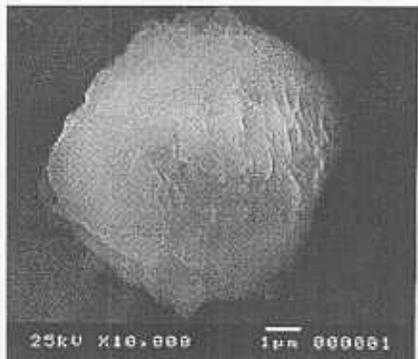


Fig. 8c. Microfotografía de barrido de los polvos con 0.17% de semillas, envejecidos a pH 8.5. Aglomerado nodular de 10 μm .

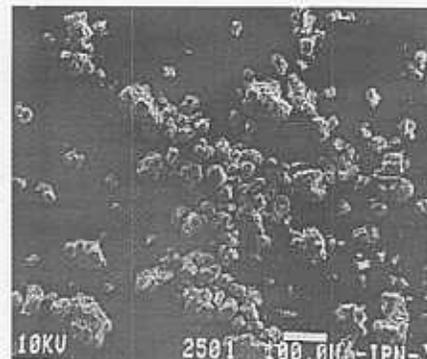


Fig. 8b. Microfotografía de barrido de los polvos con 1.17% de semillas, envejecidos a pH 8.5. Aglomerados nodulares de 50 μm .

Fig. 8. Morfología y tamaño de los hidróxidos de aluminio producidos.

El efecto de las reacciones topotácticas que sufrieron los polvos durante su transformación hasta $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\theta$, hace que los polvos de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\theta$ calcinados a 1000°C (Figuras 9a y 9b), muestren la misma morfología esférica de sus polvos madres (Figura 8). Por la forma en que se molieron (mortero de ágata) estos polvos, su tamaño es de aproximadamente $2\ \mu\text{m}$.

Los polvos transformados hasta $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$ (Figuras 9c y 9d) presentan formas tabulares que alcanzan tamaños de hasta $2\ \mu\text{m}$. Cabe mencionar que por la porosidad que se observa en los polvos de la figura 9d, es posible seguir reduciendo el tamaño de estos polvos empleando un molino de bolas o un atricionador.

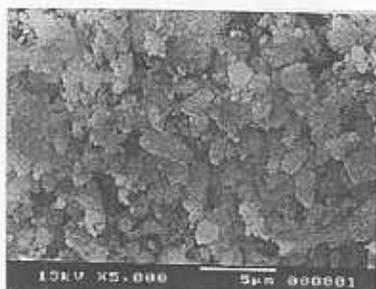


Fig.9a. Microfotografía de barrido de los polvos sin semillas, envejecidos a pH 9.5, calcinados a 1000°C , 0 min. Aglomerados nodulares de $3\ \mu\text{m}$.

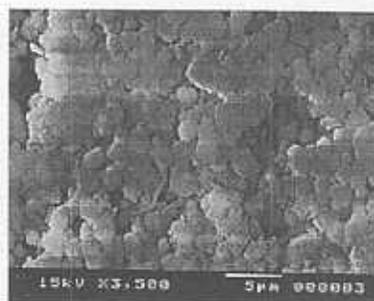


Fig.9b. Microfotografía de barrido de los polvos sin semillas, envejecidos a pH 9.5, calcinados a 1100°C , 0 min. Aglomerados nodulares de $2\ \mu\text{m}$.

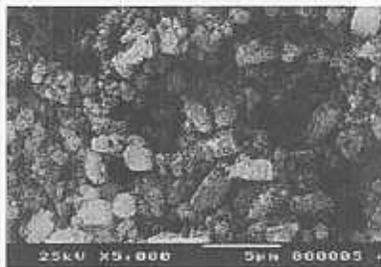


Fig. 9c. Microfotografía de los polvos con 3.5% de semillas, envejecidos a pH 9.5, calcinados a 1100°C . Aglomerados Tabulares de $3\ \mu\text{m}$.

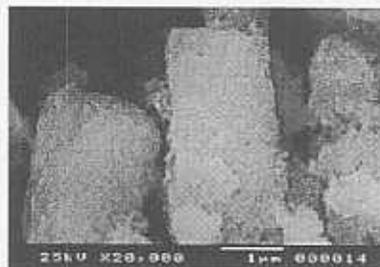


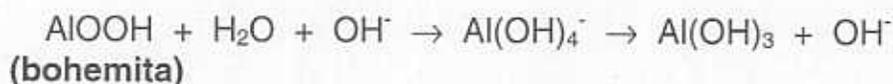
Fig. 9d. Microfotografía de los polvos con 3.5% de semillas, envejecidos a pH 9.5, calcinados a 1200°C . Aglomerados Tabulares de $3\ \mu\text{m}$.

Fig. 9. Morfología y tamaños de los hidróxidos de aluminio transformados en $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$.

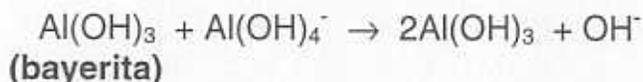
4.4. DISCUSIÓN.

Como la reacción de la cual se partió para formar el hidróxido de aluminio precursor de la alúmina- α , puede generar gel amorfo, bohemita y bayerita dependiendo de las condiciones de envejecimiento, durante la precipitación de los hidróxidos precursores se llevaron a cabo varias pruebas de envejecimiento que permitieron determinar las condiciones ideales para producir solamente bayerita.

De los resultados mostrados en la Tabla 2 se observa que la variable que determina la formación de la bayerita es el pH de envejecimiento. El tiempo si no se alcanza un $\text{pH} > 9.5$ no influye en su formación (Figura 2). Esto se debe a que la bayerita requiere para su formación un sobreexceso de iones OH^- y una relación molar de $\text{H}_2\text{O}:\text{Al}_2\text{O}_3$ mayor que 20. Las siguientes reacciones describen el mecanismo para la formación de la bayerita[2]:



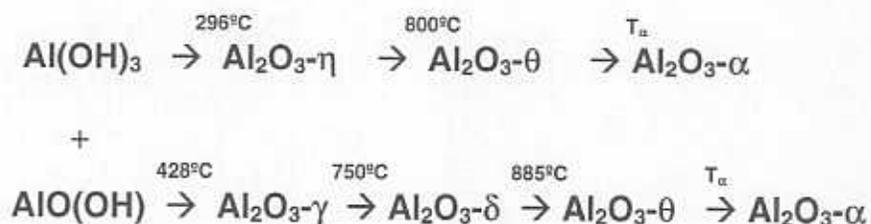
y



Bach[15] en su trabajo reportó que se obtiene bayerita a $\text{pH} > 10$. Sin embargo, debido a que el NH_4Cl subproducto de la reacción de precipitación estabiliza el pH de la suspensión, no se pueden alcanzar pHs mayores a 8.5 sin antes hacer un prelavado que elimine la mayor cantidad de este compuesto. Prelavando los polvos y dejándolos envejecer a un pH de 9.5 se logró obtener únicamente bayerita.

Debido a que el pH determina las especies prevaletientes después del proceso de envejecimiento de los polvos, cada una de las especies químicas producidas a las mismas condiciones de envejecimiento presentan la misma secuencia de transformación a $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$.

1) Polvos envejecidos a pH 8.5



2) Polvos envejecidos a pH 9.5



Sin embargo, estas secuencias de transformación se ven influenciadas por el tamaño de las partículas, las condiciones hidrotermales de transformación y por el contenido de impurezas[2].

Los resultados de los termogramas de los polvos envejecidos tanto a pH 8.5 como a pH 9.5 (Figura 4) y los resultados de la cinética de la transformación $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\theta \rightarrow \text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$ (Figura 7), muestran que las semillas introducidas en los polvos disminuyen la temperatura de transformación de la alúmina- α y reducen el tiempo requerido para su formación. Sin embargo, estos efectos dependen de la secuencia de transformación de las especies precursoras, de la distribución y la fracción volumétrica de las semillas sembradas en los polvos, del tamaño y la fase cristalina de las semillas y del ángulo de mojado entre las semillas y la fase matriz^[2]. Por lo tanto, los datos obtenidos sólo son válidos para los precursores empleados producidos a las mismas condiciones. Cabe mencionar que a pesar de la cantidad de variables que están en juego, los resultados obtenidos son comparables con los reportados por otros autores[3,4,10-14].

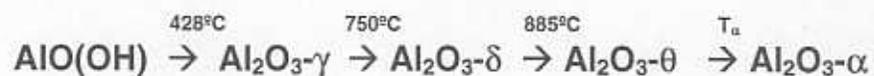
La influencia de la semillas sobre la cinética de la transformación $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\theta \rightarrow \text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$ a 1000 y 1100°C es muy marcada. Sin embargo a 1200°C la influencia de la semillas ya no es tan notoria. Esto se debe a que conforme se aumenta la temperatura de transformación, el tiempo requerido para la nucleación es más corto, por lo tanto, la contribución de las semillas a la etapa de nucleación ya no es apreciable.

La forma y el tamaño de los polvos de bayerita son el producto de las condiciones de precipitación y no de las condiciones de envejecimiento. La concentración de las soluciones precursoras, la temperatura y la velocidad de precipitación determinaron la forma y el tamaño de los polvos de bayerita, mientras que las condiciones hidrotermales de transformación y la molienda de estos polvos determinaron las características de la $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$ producida.

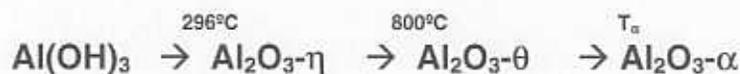
4.5. CONCLUSIONES.

1. En el procesamiento de la bayerita el pH determina las especies químicas prevalecientes después del proceso de envejecimiento. A pH entre 8.5 y 9 se obtiene una mezcla de bayerita-bohemita, mientras que a pH igual 9.5 se obtiene bayerita.
2. La bayerita y la bohemita obtenidas a partir de AlCl_3 se transforman en $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$ de acuerdo con las siguientes secuencias de transformación:

a) Bohemita



b) Bayerita



3. La temperatura y la cinética de la transformación de la $Al_2O_3\text{-}\theta$ en $Al_2O_3\text{-}\alpha$, se modifica por la secuencia de transformación del o los hidróxidos precursores y por el contenido de semillas.
4. Para un mismo precursor entre mayor es el contenido de semillas menor es la temperatura y el tiempo requerido para la formación de la $Al_2O_3\text{-}\alpha$.

4.6. BIBLIOGRAFÍA.

- [1] B.D. Fabes and D.R. Uhlmann, "Sol-Gel processing of glasses and ceramic", pp. 127-143 in Innovations in materials processing using aqueous, colloid and surface chemistry, ed. por F. M. Doyle, S. Raghavan, P. Somasundaran y G.W. Warren, The Minerals, Metals and Materials Society, 1988.
- [2] K. Waffers, C. Misra, "Oxides and Hydroxides of Aluminum", Alcoa Tech. Paper 19, Alcoa Tech Center, Alcoa, Pa., 1987.
- [3] M. Kumagai and G.L. Messing, "Enhanced Densification of Bohemite Sol-Gels by α -Alumina Seeding", J. Am. Ceram. Soc., 67[11]C-230-31(1984).
- [4] M. Kumagai and G.L. Messing, "Controlled Transformation and Sintering of Bohemite Sol-Gel by α -Alumina Seeding", J. Am. Ceram. Soc., 68[9] 500-505(1985).
- [5] G. Vilmin, S. Komarneni, and R.Roy, "Crystallization of $TiSiO_4$ from Structurally and/or Compositionally Diphasic Gels," J. Mater. Res., 2[9]489-493(1987).
- [6] A. M. Kazakos, S. Komarneni, and R.Roy, "Sol-Gel Processing of Cordierite: Effect of Seeding and Optimization of Heat treatment," J. Mater. Res., 5[5]1095-1103(1990).
- [7] G. Vilmin, S. Komarneni, and R.Roy, "Lowering Crystallization Temperature of Zircon by Nanoheterogeneous Sol-Gel Processing," J. Mater. Sci., 22[10]3556-3560(1987).

- [8] G. L. Messing, M. Kumagai, R. A. Shelleman, "Seeded Transformations for Microstructural control of Ceramics," Presented at the Second International Conference on Ultrastructural Processing of Ceramic, Glasses, and Composites, Palm Cost, Fl, Feb 26, 1985.
- [9] J.C. Huling and G.L. Messing, "Fundamental Concepts For Epitactic Regulation of Ceramic Phase Transformation", PP 401-423 in Ceramic Powder Science IV, vol.22, Ceramic Transaction. Ed. By S. Hirano, G.L Messing and Hausner, Am. Ceram. Soc. 1991.
- [10] G. C. Bye and G. T. Simpkin,"Influence of Cr and Fe on Formation of $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ from $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ Gels," J. Am. Ceram., 57[8]367(1974).
- [11] Y. Suwa, S.Komarmeni and R.Roy, "Solid-State epitaxy demonstrated by thermal reactions of structurally diphasic xerogels: the system Al_2O_3 ", J. Am. Ceram. Soc.,68[9]C-238(1985).
- [12] X. Yang, A. C. Pierre y D. R. Uhlmann, "TEM Study of Bohemite Gels and Their Transformation to α -Alumina", J. of Non-Cristalline Solids, 100[9]371-377(1988).
- [13] L. Pach, R. Roy, S. Komarneni, "Nucleation of Alpha Alumina in Bohemite Gel",J. Mater. Res.,5[8]278-285(1990).
- [14] T. Yeh and M.D. Sacks, "Low Temperature Sintering of Alumina Oxide", J. Am Ceram. Soc., 71[10]841-44(1988).
- [15] J. P. Bach,"Elaboration et Caracterisation de Composites Céramiques Alumine-Zircone Préparés a Partir de Différents Précurseurs", Tesis de Doctorado, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, Francia, 1988.
- [16] H. Balmori, L. Carrasco, L. Leal, J. Reyes, G. Román, "Producción de Alúmina- α a partir de AlCl_3 ", Mem. XV. Enc. Inv. Met, pg 20-39, I.T. De Saltillo, Saltillo, Coah, México, 1993.
- [17] B. D. Cullity, Elements of X-Ray Diffraction, 2ª Ed., De Addison Wesley, pp., 1978.