

Morfología de polvo de aluminio por estereología

Aluminum powder morphology by stereology

R. Tolosa*, M. Ochoa y C. Núñez
Facultad de Ingeniería, Escuela de Ingeniería Mecánica, ULA
Mérida 5101A, Venezuela
*tolosa@ula.ve

M. Jáuregui
Facultad de Ingeniería, Instituto de Fotogrametría, ULA
Mérida 5101A, Venezuela

Resumen

La forma de las partículas de un polvo de aleación de aluminio se caracterizó cuantitativamente mediante el método estereológico. Parámetros estereológicos que califican la forma se determinaron mediante programas de computación, a partir de imágenes bidimensionales digitalizadas de las partículas. Los resultados se evaluaron estadísticamente y se graficaron para determinar su comportamiento en dependencia de los tamaños de las partículas. En general los resultados concuerdan con los fundamentos de la estereología, el parámetro Factor de Volumen es el más representativo de la forma, mientras que el Factor de Compacticidad es muy sensible a los cambios del tamaño de las partículas. Parámetros diferentes que determinan una misma peculiaridad de la forma presentan comportamientos similares.

Palabras claves: Aluminio, partículas, forma, estereología, caracterización.

Abstract

The aluminum alloy powder particle form was quantitatively characterized by means the stereological method. With two-dimensional digitized images of the particles, the stereological parameters that qualify the form were determined through the use of computer programs. The results were statistically evaluated and represented in graphics for determine their behavior in dependence of particles' size. In general the results agree with the fundament of stereology; the Bulkiness Factor parameter is the most representative of the form, while the Compactness Factor is very sensitive to the changes of particles size. Different parameters that determine a same peculiarity of the form present similar behavior.

Key words: Aluminum, particles, shape, stereology, characterization.

1 Introducción

La forma de las partículas de un polvo, cualquiera sea su naturaleza, es reconocida como una propiedad fundamental debido a que determina, junto con el tamaño, el comportamiento de este material en los procesos donde es empleado, alteran características del polvo como su fluidez, compresibilidad, y sinterabilidad, esta última solo en el caso de polvo metálico (ASM, 1984); por otra parte afecta el empaquetamiento del polvo, por lo tanto también propiedades como la densidad volumétrica, porosidad, permeabilidad, y cohesión (Hawkins, 1993).

Debido a la importancia de la forma se han desarro-

llado métodos cualitativos y cuantitativos con el objeto de definirla y caracterizarla adecuadamente, entre los primeros se tienen patrones gráficos o siluetas que incluyen aspectos externos de la forma como textura de la superficie y agudeza de bordes o vértices (Barret, 1980), plantillas de forma elaboradas a partir de análisis matemático y estadístico (Beddow, 1980), así como también patrones normalizados de fotomicrografías obtenidas por microscopía electrónica (Norma ISO 3252).

Los métodos cuantitativos están constituidos por la Estereología (Weibel, 1980; Beddow, 1980; Exner, 1984), las Series de Fourier (Schwarcz y col., 1969; Meloy, 1977), y la teoría de fractales (Mandelbrot, 1977; Kaye, 1984), a

partir de los cuales se obtiene un determinado número de parámetros numéricos que cuantifican las diversas peculiaridades de la forma de las partículas.

La estereología permite determinar parámetros tridimensionales que caracterizan la forma de las partículas de un polvo, por ejemplo metálico; se fundamenta en el estudio de secciones o cortes de las partículas, o de sus proyecciones bidimensionales en forma de perfiles. Estos parámetros pueden ser obtenidos manualmente o automáticamente mediante programas específicos, siendo esta última la opción más adecuada por ser menos propensa a errores, más rápida, y menos tediosa que la primera. Entre los parámetros estereológicos que se pueden obtener de las proyecciones bidimensionales de los perfiles tenemos los de Hausner (Hausner, 1966), el de Beddow (Beddow 1980), y los de Exner y Hougardy (Exner y col., 1984), los cuales se definen mediante ecuaciones matemáticas cuyas variables se determinan al evaluar los perfiles bidimensionales mediante una metodología específica, la cual es tratada en detalle en un trabajo previo de los autores (Tolosa y col, 2004).

La forma de las partículas de un polvo de aluminio fue caracterizada anteriormente mediante descriptores cualitativos (Tolosa y col, 1993); en el presente trabajo se determinan los parámetros cuantitativos de dichas partículas mediante el método estereológico utilizando programas de computación diseñados para tal fin, los cuales se describen en el trabajo previo antes citado de los autores.

2 Procedimiento experimental

Primero, mediante digitalización, se estructuró una base de datos con los perfiles bidimensionales de las partículas del polvo, esta información se introdujo al computador y mediante los programas diseñados se calcularon los parámetros estereológicos. Los resultados se evaluaron estadísticamente y finalmente se graficaron las distintas tendencias para observar su comportamiento, estableciéndose comparaciones con el estudio cualitativo previamente hecho.

Fotomicrografías de las partículas del polvo, obtenidas por microscopía electrónica, se digitalizaron para obtener los perfiles bidimensionales en forma de archivos con las coordenadas (X,Y) de sus puntos. La digitalización se realizó con el programa comercial ERDAS, creando archivos de datos en código ASCII, de lectura fácil por cualquier otro programa. La Fig. 1 muestra un conjunto de fotomicrografías donde se observan las formas diversas de las partículas presentes en el polvo, clasificadas por intervalos de tamaños según la norma ASTM B-214. Se estudiaron 60 fotomicrografías, de estas se seleccionaron adecuadamente y digitalizaron un total de 360 partículas para igual número de perfiles, distribuidos de acuerdo a la Tabla 1.

Los programas estereológicos diseñados calcularon los parámetros citados en la sección anterior para cada uno de los perfiles. El número de perfiles digitalizados constituyen una población estadísticamente representativa, no obstante que en el último intervalo su número es pequeño (Holman,

1990), de acuerdo a esto se determinan los valores de la media aritmética y la desviación típica (estándar) para procesar y evaluar mejor los resultados.

Tabla 1. Distribución de perfiles por tamaños de las partículas

Grupo	Tamaños (t) de las partículas (μm)	Número de fotomicrografías	Perfiles digitalizados
1	$t < 45$	10	51
2	$45 < t < 75$	10	30
3	$75 < t < 106$	10	43
4	$106 < t < 150$	10	64
5	$10 < t < 212$	10	167
6	$t > 212$	10	5 (*)

(*) El tamaño y ubicación relativa impidió seleccionar un número mayor.

Se tabularon y graficaron los resultados, con la particularidad que en los casos del Factor de Elongación (x) y la Relación de Aspecto Centroidal (RAC) se indican sus valores inversos, es decir $1/x$ y $1/\text{RAC}$ respectivamente, con el objeto que sus magnitudes oscilen entre cero y la unidad tal como ocurre con otros parámetros, de esta manera se pueden hacer comparaciones adecuadas entre aquellos que califican un mismo aspecto de la forma, aunque lo hagan por vías distintas, es el caso de los dos parámetros de Hausner antes indicados (x , RAC) y el de Elongación (f_{EL}) de Exner y Hougardy.

3 Resultados y análisis

En la Tabla 2 se observa que la media de los parámetros estereológicos para cualquier intervalo de tamaño de las partículas, excepto el de Compactividad (f_{COM}), presentan una desviación típica (D) pequeña, correspondiéndole al Factor de Volumen (y) el valor extremo más pequeño, lo que significa que es el parámetro que posee la menor dispersión de sus valores y por consiguiente el de menor error en su determinación experimental, a continuación se encuentran muy próximos: z , $1/x$, $1/\text{RAC}$, f_{EL} , finalmente con valores extremadamente elevados aparece f_{COM} .

La Fig. 2 muestra el comportamiento conjunto de varios parámetros que califican, por vías distintas, si la forma de las partículas es alargada o no (redondeada o esférica). Cuanto mayor sean los valores de los parámetros x , RAC, y menor el de f_{EL} , la forma de las partículas es más alargada, y viceversa, es decir, cuanto menor sean los dos primeros valores y mayor el último, más redondas serán, hasta ser inclusive esferas perfectas. Se observa que existe una clara y directa correspondencia entre la Fig. 1, que muestra las imágenes reales de las partículas del polvo, y la Fig. 2 de los parámetros estereológicos que las cuantifican, en esta última figura se manifiesta en general un comportamiento similar en todos los parámetros con la excepción de f_{EL} para el caso solamente de los dos intervalos de mayor tamaño, donde no se logra cuantificar acertadamente la forma. En todas las curvas se presenta una leve inflexión para el intervalo de tamaño ($75 < t < 106$), lo cual se explica por el hecho que en el se encuentran muchas partículas con la

forma que se muestra en el detalle ampliado de la Fig. 1 Grupo 3, un extremo del cuerpo es redondeado y el otro alargado, siendo este último quien en suma ejerce influen-

cia sobre la totalidad del grupo de partículas al realizarse los cálculos.

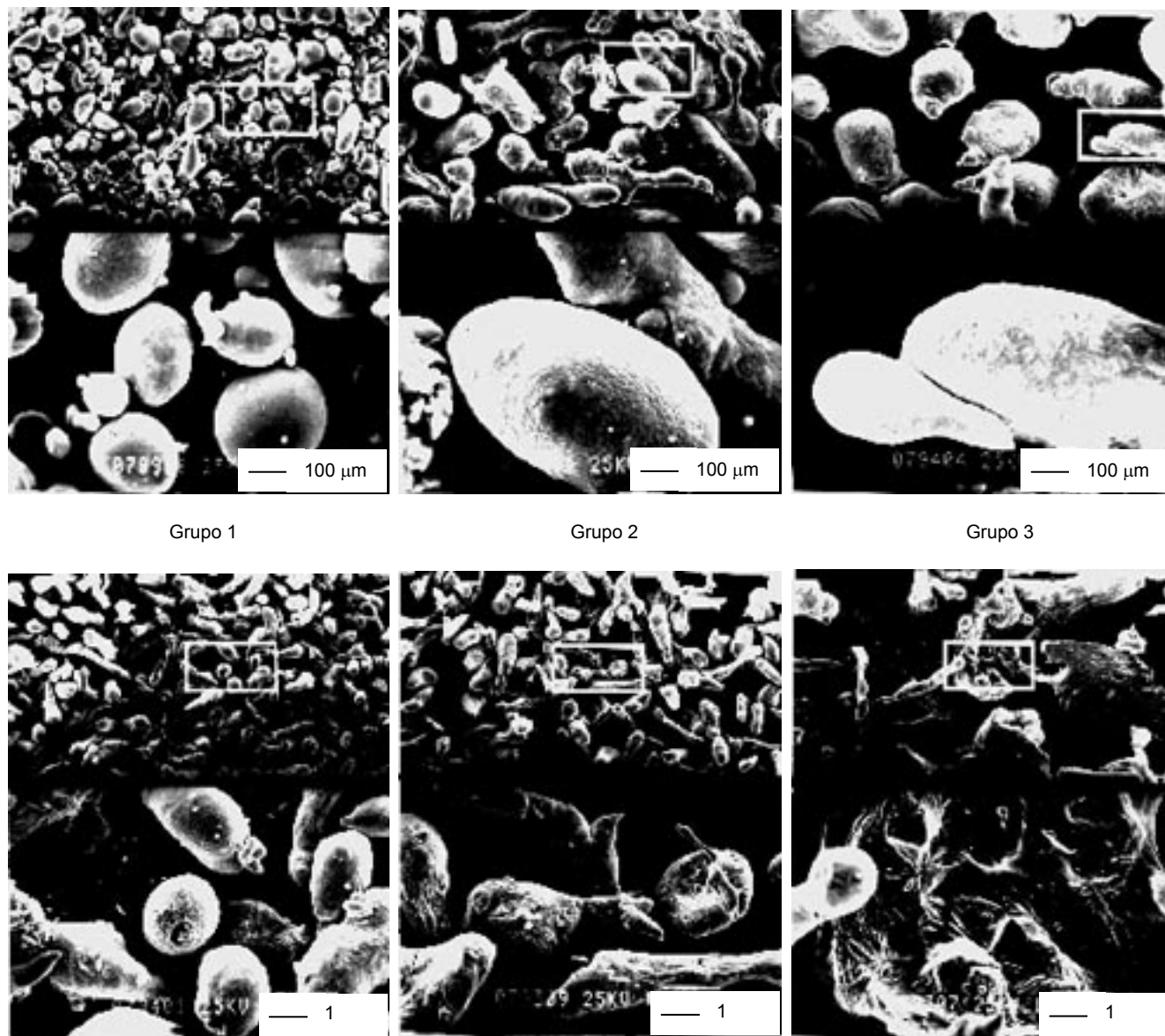


Fig. 1. Fotomicrografías del polvo de aluminio en función del tamaño de sus partículas, los grupos se definen en la Tabla 1. La barra de medida es válida para la zona de bajo aumento de las imágenes (parte superior).

Las partículas de menor tamaño ($t < 45$) según descriptores cualitativos (Tolosa y col., 1993) son cuerpos cuyas formas se encuentran entre redondeadas y/o esféricas, inclusive esferas en algunos casos, todo lo cual en el presente estudio se certifica cuantitativamente mediante los valores de la Tabla 2; de igual manera sucede con el resto de partículas, específicamente para los cuatro intervalos intermedios de tamaño ($45 < t < 212$) que cualitativamente se calificaron como cuerpos cuyas formas se encuentran entre redondeadas, elipsoidales, y/o ligamentos (alargados), les

corresponde aquí valores intermedios de los parámetros calculados; finalmente se encuentra el intervalo de mayor tamaño ($t > 212$) que cualitativamente se definieron como partículas tipo hojuela (forma laminar), y en menor cuantía ligamentos, les corresponde parámetros con los menores valores. Desde el punto de vista netamente gráfico, el parámetro RAC, específicamente $1/RAC$, es quien mejor manifiesta las características de las partículas del polvo por presentar menor grado de inflexión de su curva.

Tabla 2. Media y desviación típica (d) de parámetros estereológicos en función del tamaño de las partículas.

Parámetro	Código de tamaños de partículas (ver Tabla 1)					
	1	2	3	4	5	6
1/x	0,6276	0,6576	0,5150	0,5691	0,5718	0,4549
D. 1/x	0,2021	0,2141	0,1758	0,2151	0,1963	0,2401
y	0,7072	0,6656	0,6749	0,6657	0,6323	0,5062
D. y	0,0652	0,0973	0,0616	0,0842	0,0905	0,1099
z	0,6317	0,5509	0,5302	0,5220	0,4650	0,2966
D. z	0,1536	0,1540	0,1221	0,1441	0,1391	0,1199
1/RAC	0,5579	0,5671	0,4459	0,4710	0,4546	0,3032
D.1/RA	0,2069	0,2215	0,1890	0,2329	0,2111	0,2092
f _{EL}	0,6732	0,7009	0,5634	0,5927	0,6395	0,6544
D. f _{EL}	0,2276	0,2289	0,2382	0,2542	0,2207	0,2756
f _{COM}	3390,67	6971,82	1073,81	3925,66	2760,65	10314,5
D. f _{COM}	2488,70	5961,82	1689,99	11664,8	872,55	10537,3

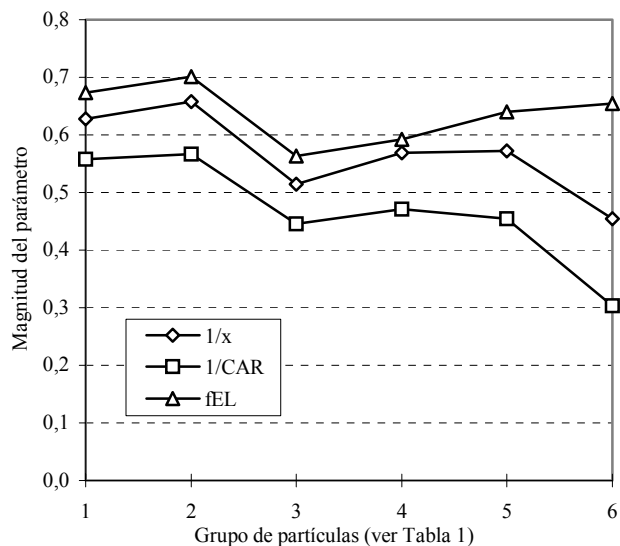


Fig. 2. Comportamiento de parámetros equivalentes

La Fig. 3 muestra un comportamiento similar entre los parámetros z e y, no obstante que cada uno califica aspectos distintos de la forma, esto se debe a que por sus naturalezas físicas y matemáticas ambas se interrelacionan (superficie y volumen). Se observa que disminuyen sus valores a medida que aumenta el tamaño de las partículas, siendo siempre el valor de y mayor que el de z, lo cual es correcto ya que es un hecho conocido que la relación superficie/volumen de un polvo, y en general de cualquier objeto, es siempre mayor cuanto más pequeño es su tamaño, hecho que se corrobora al observar la curva z/y.

La Fig. 4 muestra el comportamiento del parámetro compacticidad (f_{COM}), bastante distinto a los anteriores, al ocurrir cambios del tamaño de las partículas se producen variaciones significativas de la magnitud del parámetro, lo cual es indicativo que este es muy susceptible a esa variable.

Este fenómeno está en correspondencia con el planteamiento de los autores del parámetro (Exner y col., 1984) quienes señalan que este como el resto de sus parámetros son muy sensibles a los distintos aspectos de la forma, en

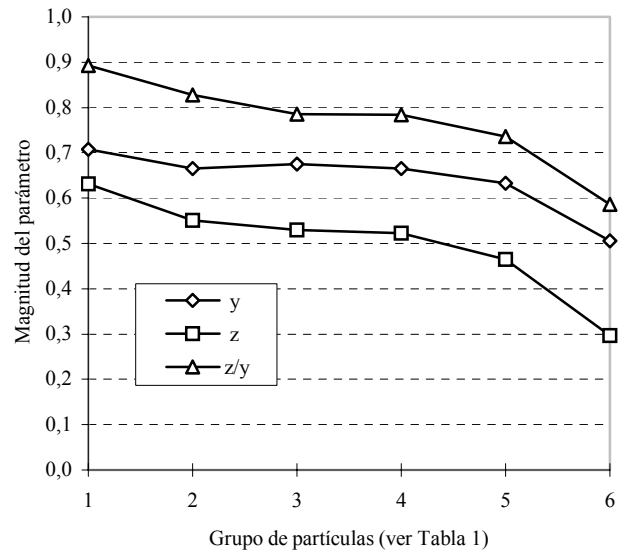


Fig. 3. Comportamiento de los parámetros Factor de Superficie (z) y Factor de Volumen (y).

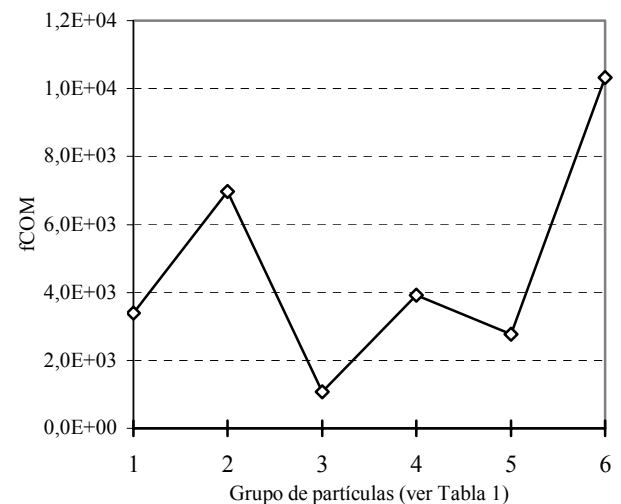


Fig. 4. Comportamiento del parámetro Compacticidad

este caso estaría ocurriendo algo similar pero con respecto al tamaño que poseen las partículas estudiadas.

4 Conclusiones

Los fundamentos estereológicos son aplicables al tipo de muestra experimental utilizada.

El parámetro Factor de Volumen (y) es el más representativo de todos los estudiados, presenta la menor desviación típica, y por ende el menor error experimental.

El parámetro Compacticidad (f_{COM}) es muy susceptible a los cambios dimensionales de las partículas del polvo.

La presencia de partículas cuya forma es la combinación de dos geometrías opuestas producen variaciones en la magnitud de los parámetros.

En general el comportamiento de los parámetros estereológicos estudiados se corresponde con la naturaleza física de las partículas del polvo.

5 Referencias

ASM Committee, 1984, Particle Shape Analysis, Metals Handbook, Ninth Edition, Vol 7, Powder Metallurgy, American Society for Metals, Metals Park, Ohio, USA.

Barret PJ, 1980, The Shape of Rock Particle, a Critical Review, Sedimentology, Vol. 27, pp. 291 - 303.

Bedow JK, 1980, Particle Science and Technology, Chemical Publishing, New York, USA.

Exner HE, 1984, Stereological Characterization of Shape, Metals Handbook, Ninth Edition, Vol 7, Powder Metallurgy, American Society for Metals, Metals Park, Ohio, USA.

Exner HE, y Hougardy HP, 1984, Quantitative Image Analysis of Microstructures, A Practical Guide to Techniques, Instrumentation and Assessment of Materials, Deutsche Gesellschaft für Metallkunde, Germany.

Hausner, HH, 1966, Planseeber, Pulvermetall, Vol. 14, N°2, pp. 75-84.

Hawkins AE, 1993, The Shape of Powder-Particle Outlines. Research Studies Press LTD and John Wiley & Sons INC. England.

Holman JP, 1990, Métodos Experimentales para Ingenieros. McGraw Hill, México.

Kaye BH, 1984, Fractals as Descriptors of P/M Systems, Metals Handbook, Ninth Edition, Vol 7, Powder Metallurgy, American Society for Metals, Metals Park, Ohio, USA.

Mandelbrot BB, 1977, Fractals, Form, Chance and Dimension. W.H. Freeman, San Francisco, USA.

Meloy TP, 1977, Fast Fourier Transforms applied to shape analysis of particle silhouettes to obtain morphological data, Powder Technology, Vol. 17, pp. 27-35.

Tolosa RA y Querales A, 1993, Estudio Dimensional y Morfológico de Polvo de Aluminio, Proceedings of Second Interamerican Congress on Electron Microscopy, Cancún, México.

Tolosa RA, Medina R, Ochoa M y Núñez C, 2004, Programas de computación para determinar parámetros estereológicos, Revista Ciencia e Ingeniería, Vol 25, No 3, pp. 155-159.