

UNIVERSIDAD AUTONOMA DE NUEVO LEON

FACULTAD DE INGENIERIA MECANICA Y ELECTRICA

DIVISION DE ESTUDIOS DE POSTGRADO



EVALUACION DE METODOS PARA LA
MEDICION DE DUREZA EN MATERIALES
CERAMICOS Y REFRACTARIOS DE
INGENIERIA

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL GRADO DE MAESTRO
EN CIENCIAS DE LA INGENIERIA MECANICA
CON ESPECIALIDAD EN MATERIALES

PRESENTA:

Oscar Mendoza Gamboa

SAN NICOLAS DE LOS GARZA, N.L.

MAYO DE 2004



1020146153

UNIVERSIDAD AUTONOMA DE NUEVO LEON

FACULTAD DE INGENIERIA MECANICA Y ELECTRICA

DIVISION DE ESTUDIOS DE POSTGRADO



EVALUACION DE METODOS PARA LA
MEDICION DE DUREZA EN MATERIALES
CERAMICOS Y REFRACTARIOS DE
INGENIERIA

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL GRADO DE MAESTRO
EN CIENCIAS DE LA INGENIERIA MECANICA
CON ESPECIALIDAD EN MATERIALES

PRESENTA:

Oscar Mendoza Gamboa

SAN NICOLAS DE LOS GARZA, N.L.

MAYO DE 2004

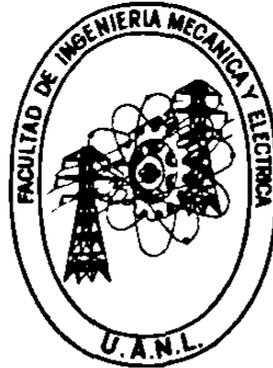
979 918

TH
Z5853
.M2
FINE
2004
.M4



FONDO
TESIS

**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN
FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA
DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSTGRADO**



**EVALUACIÓN DE MÉTODOS PARA LA MEDICIÓN DE DUREZA
EN MATERIALES CERÁMICOS Y REFRACTARIOS DE
INGENIERÍA**

TESIS

**QUE PARA OBTENER EL GRADO DE MAESTRO EN CIENCIAS
DE LA INGENIERÍA MECÁNICA CON ESPECIALIDAD EN
MATERIALES**

PRESENTA

OSCAR MENDOZA GAMBOA

SAN NICOLÁS DE LOS GARZA, N. L.

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN
FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA
DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSTGRADO

Los miembros del comité de tesis recomendamos que la tesis " Evaluación de métodos para la medición de dureza en materiales cerámicos y refractarios de ingeniería, realizada por el Químico Industrial Oscar Mendoza Gamboa sea aceptada como opción al grado de Maestro en Ciencias de la Ingeniería Mecánica con Especialidad en Materiales.

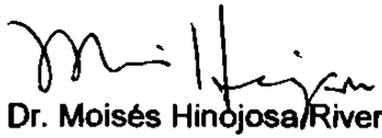
El Comité de Tesis.


Dr. Juan Antonio Aguilar Garib.

Asesor.

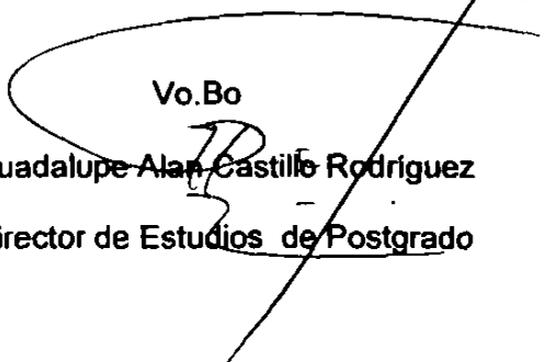

Dr. Carlos Alberto Guerrero Salazar

Revisor


Dr. Moisés Hinojosa/Rivera

Revisor

Vo.Bo


Dr. Guadalupe Alan Castillo Rodríguez

Subdirector de Estudios de Postgrado

San Nicolás de Los Garza, N. L. Abril de 2004

AGRADECIMIENTOS.

A la Universidad Autónoma de Nuevo León, por el apoyo otorgado vía personal docente para cumplir con la meta de alcanzar el grado de maestría.

Agradecimiento a los profesores integrantes del plantel de enseñanza de la Maestría de la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica, Dr. Ubaldo Ortiz Méndez, Dr. Carlos Guerrero Salazar, M.c. Roberto Villarreal Garza, Dr. Moisés Hinojosa Rivera y en especial al Dr. Juan Antonio Aguilar Garib por su valiosa asesoría.

Agradecimiento a los compañeros con los que compartí experiencias en el transcurso de los estudios; y a las personas que de una forma u otra me brindaron su apoyo para la conclusión de estos estudios.

A todos, mis agradecimientos.

INDICE

	Página
RESUMEN.	1
CAPÍTULO. 1 INTRODUCCION	3
Problemática: Descripción	3
CAPÍTULO. 2. MATERIALES CERÁMICOS	5
2.1. Introducción a los materiales cerámicos	5
2.2. Componentes de los materiales cerámicos	6
2.3. Materiales refractarios.	7
2.4. Estructura y propiedades del óxido de magnesio	9
2.5. Estructura y propiedades del $MgAl_2O_4$	11
2.6. Estructura y propiedades del grafito	14
2.7. Dureza de los materiales cerámicos.	16
CAPÍTULO. 3. DETERMINACIÓN DE LA DUREZA.	19
3.1. Pruebas para medir la dureza de los materiales	19
3.2. Escalas de medición de dureza.	22
3.3. Métodos de medición de dureza	24
3.4. Método y probador de dureza Rockwell	25
3.4.1. Descripción de la prueba de dureza Rockwell	25
3.5. Método y probador de dureza Brinell.	28
3.6. Método y probador de dureza Vickers.	30

3.7. Método y probador de dureza Knoop.	33
CAPÍTULO 4. COMPARACIÓN DE MÉTODOS DE DUREZA.	35
4.1. Introducción.	35
4.2. Selección del método de dureza.	37
CAPÍTULO. 5. DESARROLLO EXPERIMENTAL.	39
5.1. Preparación de las muestras.	39
5.2. Horneado de muestras	40
5.3. Composición de las muestras.	42
5.4. Preparación de muestras para determinación de dureza	43
CAPÍTULO. 6. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.	45
6.1. Resultados de dureza.	45
6.2. Observaciones a pruebas de dureza.	47
6.3. Gráficas de dureza y de composición. Fotografías.	48
CAPÍTULO 7. CONCLUSIONES	56
Referencias Bibliográficas	57
Lista de Tablas	58
Lista de Figuras.	59
Resumen autobiográfico.	60

RESUMEN

El objetivo del presente trabajo es evaluar y seleccionar la técnica y el método de prueba más apropiado para determinar la dureza de materiales cerámicos refractarios de ingeniería, en particular óxido de magnesio (MgO), óxido de aluminio (Al_2O_3) y grafito.

Con este propósito se revisaron las técnicas y métodos de prueba que proporcionan el valor de la dureza de los materiales, con énfasis en aquellos que tienen más uso en la industria; se evaluaron las ventajas de cada método recurriendo a la experimentación y al análisis bibliográfico.

Es importante hacer notar que un valor de dureza no puede utilizarse directamente en trabajos de diseño, como se hace con un valor de resistencia a la tensión, pues los números de dureza no tienen un significado intrínseco, la dureza está relacionada con las propiedades elásticas y plásticas y no es una propiedad fundamental de un material.

Tradicionalmente se supone que la prueba Vickers o Knoop son las más adecuadas para determinar dureza en materiales cerámicos, sin embargo, en algunos casos se presentan dificultades para observar la huella, como ocurrió en este trabajo. El uso de análisis de imágenes incrementa el grado de confianza en la determinación del tamaño de la huella pero esto en cierta medida limita la practicidad de la prueba

Dentro del análisis de las pruebas efectuadas en este trabajo se propuso aplicar otro método que es bastante práctico, ya que el valor de dureza se obtiene directamente. Este método es el Rockwell superficial que ofrece además la ventaja de tomar un área mayor de la muestra, lo que da valores promedio que no se afectan por la localización de la huella.

CAPÍTULO. 1

INTRODUCCIÓN

Los cerámicos representan algunos de los materiales de ingeniería más antiguos y durables. Los materiales cerámicos han logrado un buen avance en la industria eléctrica debido a sus propiedades eléctricas (aislantes, semiconductores, piezoeléctricas, etc) y en la industria de refractarios debido a sus propiedades físicas (punto de fusión, alta resistencia mecánica a temperaturas elevadas, estabilidad dimensional etc.) y propiedades térmicas (baja conductividad).

Aprovechando la alta porosidad, la cual puede ser controlada, la baja reactividad química y su moldeabilidad los materiales cerámicos éstos se aplican como relleno en torres de absorción, en columnas de destilación e inclusive en torres de enfriamiento. Además se usan como relleno filtrante en dispositivos de limpieza de gases.

Los materiales cerámicos refractarios han extendido su uso en la industria de la fundición, la cual requiere de procesos donde se trabaja con hornos a altas temperaturas de cocción, de fundición, de recocido, de tratamientos térmicos, de sinterización. Por esta razón el estudio de los materiales cerámicos se ha intensificado, pretendiendo mejorar sus propiedades, así como el proponer los materiales más adecuados para producir compuestos que superen su desempeño en los procesos y operaciones industriales donde

se utilizan. [1].

Una de las propiedades físicas fundamentales de los compuestos cerámicos es su dureza, y ésta se evalúa para los cerámicos utilizados en procesos y operaciones donde se produce abrasión por corrientes de fluidos que están en contacto con el material cerámico, como es el caso donde se utiliza relleno cerámico como empaque en columnas de absorción, destilación y torres de enfriamiento, e incluso en boquillas o toberas donde existen materiales que fluyen a alta velocidad.

En el material cerámico se evalúa la dureza con el objeto de proveer un material adecuado para soportar el efecto abrasivo de partículas sólidas, como es el caso del alto horno, hornos de fabricación de coque, y hornos donde los materiales combustibles son sólidos. La dureza de los materiales cerámicos se evalúa inclusive para los materiales que se utilizan en procesos y operaciones de transporte de partículas sólidas donde la abrasión es inherente.

El objetivo de este trabajo es seleccionar una técnica y proponer un método para determinar la dureza de material formado con $\text{MgO-Al}_2\text{O}_3$ -Grafito en concentraciones diferentes, utilizado como material base para producir refractarios. Los resultados de dureza obtenidos se evalúan contra la composición de las muestras, para determinar si el método detecta relaciones de composición con dureza. Conocida la dureza del material base, se estaría en la posibilidad de predecir la dureza del refractario producido, conociendo la composición del material base y su concentración en el refractario producido.

CAPITULO. 2

MATERIALES CERÁMICOS.

2.1. INTRODUCCIÓN.

En este capítulo se proporciona una discusión general de los materiales cerámicos; haciendo una descripción de los componentes base que los forman, procesos de producción, clasificación, caracterización y sus usos en la industria. Se hace énfasis en los materiales utilizados para el propósito de este trabajo.

Los materiales cerámicos son compuestos y soluciones complejas inorgánicas que contienen elementos tanto metálicos como no metálicos, unidos por enlaces iónicos o covalentes. Estos materiales se manufacturan en artículos útiles preparando una forma o compacto, compuesto por materias primas en forma de polvo fino. Los polvos se aglutinan después mediante diversos mecanismos, que incluyen una reacción química, fusión parcial o completa y el sinterizado. [1]. El sinterizado es un proceso por medio del cual partículas muy finas, en contacto directo unas con otras, forman un cuerpo sólido cuando se calientan a una temperatura determinada.

Los materiales cerámicos tradicionales se clasifican en tres grandes grupos que son:

- 1). Productos de arcilla,
- 2). Refractarios.
- s). Vidrios.

En general los materiales cerámicos están formados por una amplia gama de Silicatos, óxidos metálicos y por combinaciones de óxidos metálicos. Los materiales sumamente refractarios son cuerpos cristalinos relativamente simples, compuestos de óxidos metálicos puros, carburos, boruros, nitruros y sulfuros. Aproximadamente el 40 por ciento de los materiales refractarios consiste de silicatos que tienen como base la arcilla horneada. Los materiales cerámicos en general son duros y frágiles, tienen baja tenacidad y baja ductilidad; se comportan como buenos aislantes o no conductores de electricidad y tienen alta resistencia a temperaturas elevadas [1].

2.2. COMPONENTES DE LOS MATERIALES CERÁMICOS.

Los materiales cerámicos clasificados como productos de arcilla o también llamados tradicionales están constituidos por tres componentes básicos: que son: arcilla, sílice y feldespato.

ARCILLA: Lo que se designa técnicamente como arcilla es una mezcla de minerales casi siempre en forma de laminillas, entre los que se encuentran silicatos de aluminio e hidratados ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$). Las Arcillas constituyen los sedimentos geológicos más difundidos y su composición es aproximadamente: $\text{Al}_2\text{O}_3(0.3-0.8)$, $\text{SiO}_2 (0.5-19)$ H_2O . Mineralógicamente todas las arcillas están constituidas en su mayor parte por filosilicatos de aluminio, magnesio y hierro, entre los que merecen mencionarse la caolinita, $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$.

montmorilonita $\text{Al}_2(\text{SiO}_5)_2(\text{OH})_2$, etc. Otros componentes de la arcilla son sílice, carbonato de calcio, compuestos de hierro y materia orgánica.

CAOLÍN: Son arcillas de calcinación blanca, generalmente de baja plasticidad y alta refractariedad. Es una de las Arcillas más ricas en alúmina y de las más infusibles. Sirve indistintamente como elemento refractario y como elemento plástico, como tal tiene la particularidad de mantener en suspensión las fritas vidriadas y permite un mejor esmaltado. La estructura básica de la caolinita se compone de átomos de oxígeno dispuestos de forma que dan lugar a capas alternadas de huecos tetraédricos y octaédricos.

En un sistema cerámico el logro de las condiciones de equilibrio está impedido por la escasa movilidad de los átomos a las temperaturas de cocción, esta escasa movilidad es necesaria en los componentes de cualquier masa cerámica para no sufrir deformación de los objetos, ya que son modelados en la forma deseada antes de la cocción y su forma no debe sufrir modificaciones sustanciales durante la misma.

2.3. MATERIALES REFRACTARIOS.

Son materiales especiales de construcción, en procesos y operaciones industriales capaces de soportar temperaturas elevadas con una alta dureza y elevadas propiedades mecánicas. La mayoría son cuerpos sólidos complejos hechos de óxidos, con temperatura de fusión elevada o combinaciones de óxidos de Si, Al, Mg, Ca, y Zr con algunas impurezas de otros elementos.

La capacidad refractaria de un material es su resistencia a la acción del calor sin ninguna deformación apreciable o reblandecimiento en una acción

particular de uso. Los materiales refractarios más comunes se utilizan en procesos y operaciones a temperaturas elevadas, por su costo relativamente bajo y su fácil obtención.

Los materiales refractarios están constituidos por materias cristalinas o parcialmente amorfas, que se conservan unidos por una matriz más o menos vítrea de composición variable. El material más utilizado es una mezcla de alúmina y sílice que varía desde el sílice casi pura hasta la alúmina casi pura y que incluye también al óxido de magnesio (MgO) puro y la magnesita rica en MgO .

VIDRIO: El vidrio se puede definir como el producto inorgánico de fusión, que se ha enfriado hasta un estado rígido, sin cristalización. La sílice es un material perfecto para elaborar vidrio, pero posee un punto de fusión muy elevado y puede fundirse sólo a un costo excesivo; por ello se agregan óxidos metálicos para disminuir el punto y la viscosidad de la fusión, facilitando así la fabricación del vidrio. Al agregar cantidades adecuadas de óxido de calcio se obtiene vidrio de sosa y cal, que es insoluble en el agua.

Tipos de vidrio: Los vidrios comerciales se clasifican en vidrios de sosa y cal o vidrios de cal, " vidrios de plomo", vidrios de borosilicato y vidrios con alto contenido de sílice. Al agregar pequeñas cantidades de alúmina y magnesio se mejora la resistencia química y la durabilidad del vidrio. Para disminuir los colores que producen los compuestos de hierro que contiene el vidrio, se agregan pequeñas cantidades de agentes colorantes. Los vidrios de sosa y cal se producen en cantidades mayores, debido a que son de bajo costo.

Son resistentes a la desvitrificación y al agua; también son fáciles de trabajar en caliente y se utilizan ampliamente en donde no es necesaria resistencia a altas temperaturas ni estabilidad química.

Los llamados vidrios de plomo suelen contener del 5 al 30 por ciento de óxido de plomo. Se utilizan para artículos de gran calidad, en la industria óptica y en objetos de arte debido a su gran brillantez. Los vidrios de borosilicato contienen solo sílice y boro, con una cantidad pequeña de alúmina y aún menos de óxidos alcalinos. En los vidrios de sosa y cal, la sustitución de los álcalis y óxidos básicos por boro y aluminio produce un vidrio de bajo coeficiente térmico de expansión y gran resistencia química conocido con la marca Pyrex.

2.4. ESTRUCTURA Y PROPIEDADES DEL ÓXIDO DE MAGNESIO.

Los mismos tipos de estructuras encontradas en los metales ocurren en los materiales cerámicos. En la figura 1 se muestra la estructura cúbica centrado en las caras del óxido de magnesio. [2]

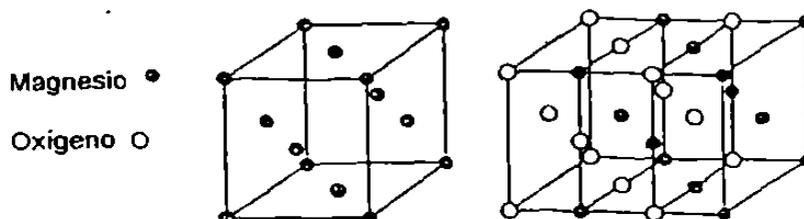


Figura.1 Estructura del cristal de Óxido de Magnesio

La estructura del cristal y la estequiometría química generalmente se satisfacen en los materiales cerámicos cristalinos. En comparación del cubo de cara centrada de la estructura metálica tal como la de la plata, la estructura del óxido de magnesio debe mantener la razón de átomos de magnesio a un átomo de oxígeno. Al óxido de magnesio se le conoce también como "magnesia", producto que se obtiene al calcinar la magnesita (MgCO_3) a temperaturas mayores de 900°C . La reacción química se puede representar como sigue:



Es importante mencionar que es posible producir sintéticamente el MgO en dos formas distintas, una de ellas es producirlo a partir de agua de mar, y la otra a partir de salmuera; fundamentalmente haciendo reaccionar al MgCl_2 con Ca(OH)_2 para obtener Mg(OH)_2 y luego calcinar a más de 900°C .

La magnesia sintética producida a partir de salmuera es la que más se utiliza para producir materia prima para la industria de refractarios, pues es de mayor pureza. El óxido de magnesio es un cerámico con propiedades aislantes a la corriente eléctrica, sus características térmicas lo hacen ser un material para fabricar refractarios térmicos aislantes; su punto de fusión alcanza 2800°C y antes de alcanzar esta temperatura presenta buena resistencia mecánica, así como resistencia a las reacciones químicas. Los refractarios básicos incluyen óxido de magnesio puro (MgO), la magnesita (rica en MgO) y la dolomita ($\text{MgO}+\text{CaO}$), se utilizan en la manufactura del acero y algunas otras aplicaciones para alta temperatura.

2.5. ESTRUCTURA Y PROPIEDADES DEL ESPINEL. ($MgAl_2O_4$)

La estructura cristalina del espinel incluye a una familia de cerámicas magnéticas basadas en la estructura de la espinel ($MgAl_2O_4$). Su estructura característica es cúbica compacta con intersticios tetraédricos, su nombre proviene del italiano "espinella", diminutivo de spina (espina) y se debe a la forma de cristales agudos similares a espinas. Su fórmula estequiométrica es AB_2O_4 , donde A representa a un ión metálico con valencia de +2 y B representa a un ión metálico con valencia de +3.

En la estructura tipo espinel, los iones oxígeno forman una red cúbica centrada en las caras (FCC) y los iones A y B ocupan las posiciones tetraédricas y octaédricas intersticiales, dependiendo del tipo de espinel en particular.

Los iones A^{2+} y los iones B^{3+} pueden ser reemplazados por otros iones bivalentes y trivalentes, por lo que es posible dar origen a una gran variedad de espineles. Dentro de los materiales más conocidos de esta familia se encuentra el espinel magnesio-alúmina ($MgAl_2O_4$); y entre los materiales típicos que comparten esta estructura se encuentran el $NiAl_2O_4$, $ZnAl_2O_4$, $ZnFe_2O_4$. [2]

La celda unitaria del espinel está formada por 8 moléculas de $MgAl_2O_4$, es decir 8 iones de magnesio, 16 iones de aluminio y 32 iones de oxígeno para dar un total de 56 iones.

En la figura 2 se muestra la estructura cristalina de un espinel.

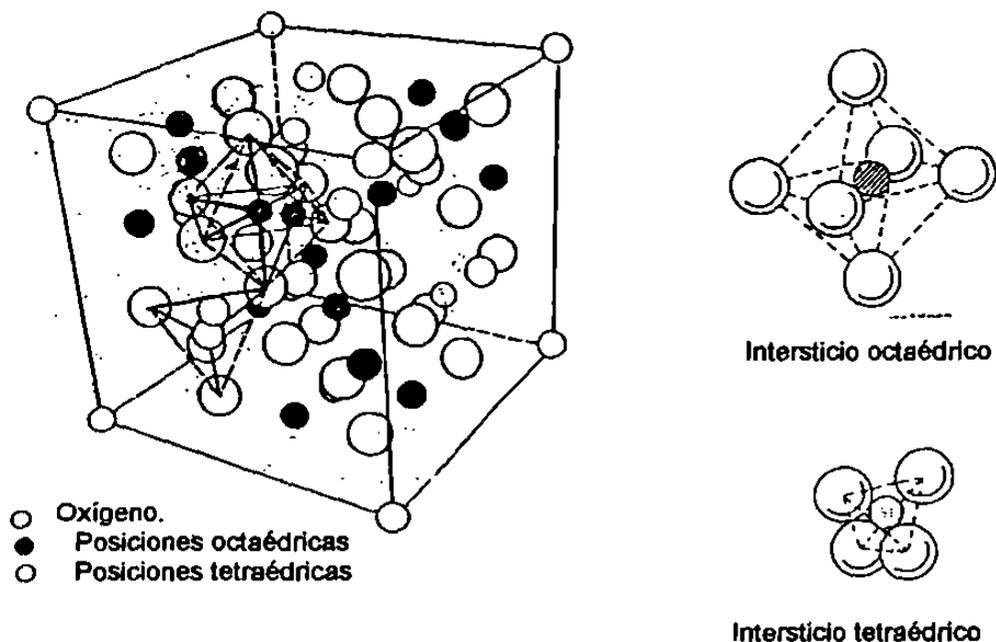


Figura. 2 Estructura cristalina del Espinel. $MgAl_2O_4$. [2]

En la estructura tipo espinel, la distribución de los cationes en los sitios A y B puede variar. Cuando los cationes están arreglados como en la fórmula general, $A B_2O_4$; la estructura se conoce como normal y ésta se observa en compuestos tales como el $ZnFe_2O_4$, $MgAl_2O_4$, $FeAl_2O_4$, $NiAl_2O_4$, $ZnAl_2O_4$.

Cuando el cincuenta por ciento de los cationes B se intercambian con los cationes A, el arreglo es transformado como sigue: $B(AB)O_4$, en este caso la estructura se conoce como inversa. Este tipo de estructura se observa en compuestos como $FeMgFeO_4$, $FeTiFeO_4$, Fe_3O_4 . También se encuentran otras ferritas que son de importancia por sus propiedades magnéticas.

Existen varios tipos de espinéles en la naturaleza, algunos se han preparado en laboratorio a temperaturas de 1450°C a 1600°C, otros se han preparado a temperaturas inferiores de 800°C utilizando distintas técnicas químicas. [5]

Excepto por algunos depósitos naturales donde el espinel se encuentra en la naturaleza como un mineral raro, no existen fuentes naturales suficientes para satisfacer las demandas industriales; esto es causa del porqué debe producirse sintéticamente.

El método más directo para producir el espinel consiste en fundir una mezcla teórica de magnesio de alta pureza y alúmina en horno de arco eléctrico. Así se produce una masa densa de material refractario que se deja solidificar para luego someter a molienda y sinterizado para tener un producto homogéneo de baja porosidad [5]

El espinel $MgAl_2O_4$ tiene un punto de fusión de 2135°C y ninguna fase líquida está presente a temperaturas inferiores a 1900°C, debido a lo anterior se considera una excelente materia prima para la fabricación de materiales refractarios, contando también alta resistencia a la corrosión y al choque térmico y soporta altas cargas.

El espinel es utilizado en hornos para fabricación de cerámicas especiales, refractarios especiales para la industria de producción de acero, en la industria petroquímica donde su resistencia al ataque químico es importante así como en la industria de producción de metales no ferrosos para reemplazar a los productos que contienen cromo.

2.6. ESTRUCTURA Y PROPIEDADES DEL GRAFITO.

El Carbono existe en dos formas cristalinas, diamante y grafito. En el cristal de grafito los átomos de carbono están dispuestos en capas de hexágonos regulares, en las que cada carbono está enlazado a otros tres carbonos con el ángulo de enlace de 120° y la distancia de enlace C-C de 1.42 \AA . Las capas se conservan unidas por fuerzas débiles de Van der Waals, pueden por consiguiente deslizarse una sobre otra fácilmente. Esto da al grafito una consistencia grasosa y un carácter lubricante, también permite la penetración de ciertas sustancias entre las capas. Por otro lado el enlace covalente dentro de la capa explica su resistencia en altas temperaturas. En la figura 3 se muestran las formas polimórficas del carbono. [4]

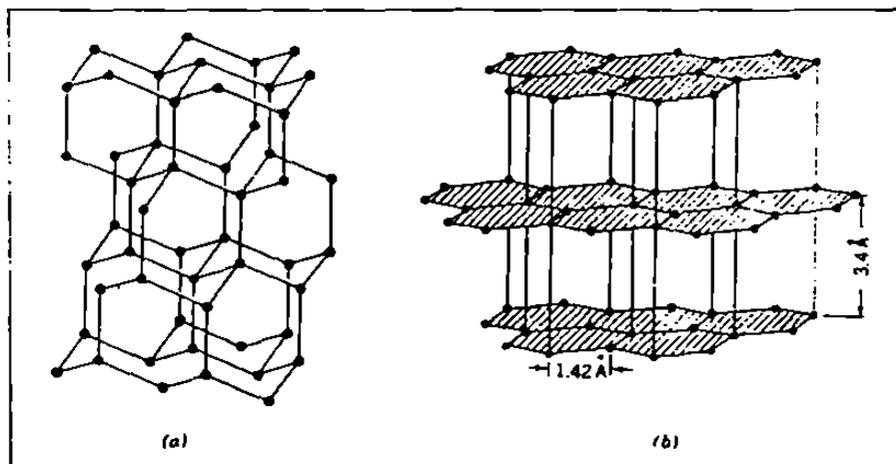


Figura 3. Formas polimórficas del Carbono . (a Estructura del Diamante, b). Estructura del grafito

Se considera que todas las formas del carbono amorfo, tales como el negro de carbono, la hulla, el coque y el carbón, están constituidos por microcristales y al respecto, la estructura grafitica muestra disposición aleatoria. Las variedades amorfas del carbono muestran fuertes propiedades absorbentes debido a sus extensas superficies disponibles internas. La densidad de un carbono amorfo es de 1.8 en promedio, mientras que las densidades del grafito y del diamante son de 2.3 y 3.5 respectivamente.

A temperaturas y presiones ordinarias todas las formas del carbono son estables, y se transforman en grafito si son sometidas a temperaturas altas. El diamante puede ser transformado en grafito a temperaturas que fluctúan entre 1700°C a 1900°C. La transformación del grafito en diamante es factible solamente a altas temperaturas (1400°C a 1500°C) bajo presiones extremadamente altas (40 a 80 Kbars) y con la presencia de catalizadores. El grafito artificial se puede producir del carbono amorfo, por ejemplo, del coque de petróleo, calentándolo en un horno eléctrico a unos 3000°C.

El grafito es considerado como un material refractario que tiene bajo coeficiente de expansión térmica y alta resistencia al choque térmico, su desventaja es que presenta baja resistencia a la oxidación, la cual comienza al iniciar calentamiento. Para materiales refractarios el tipo de grafito utilizado es cristalino de alta pureza; teniendo como característica la pérdida de peso cuando al calentarse a temperaturas de trabajo, debido a las reacciones producidas entre el carbón y los óxidos contenidos en sus cenizas.

2.7. DUREZA DE LOS MATERIALES CERÁMICOS.

La dureza es una propiedad de los materiales más estudiada y una de las más difíciles de comprender. La dureza superficial se define como resistencia del material al rayado y a la deformación plástica usualmente por indentación. La dureza se expresa en términos de un número de dureza calculado de una prueba de indentación, sin embargo también puede referirse a resistencia a la abrasión o corte. [6]

La dureza se define también como la habilidad de un metal a resistirse a ser deformado permanentemente, o a cambiar de forma cuando se le aplica una carga. En mineralogía se define a la dureza como la propiedad de un material a resistirse a ser rayado por otro material. La indentación es el tipo de prueba de dureza en la que un indentador se presiona contra la superficie del espécimen por un período de tiempo, con una fuerza dada y midiendo algún aspecto de la indentación, el indentador puede ser una bola, un cono o una base cuadrada piramidal.

La dureza es una de las propiedades de un cerámico más frecuentemente medida. Su valor ayuda a caracterizar la resistencia a la deformación, densificación y fractura. De hecho muchas cerámicas tienen como especificación requerimientos de dureza mínima. Aunque la interpretación de la medida de dureza de los cerámicos es de rutina, abundan las controversias.

Debe tenerse en cuenta que un valor de dureza no puede utilizarse

directamente en trabajos de diseño, como se puede hacer con un valor de resistencia a la tensión, ya que los números de dureza no tienen un significado intrínseco. La dureza no es una propiedad fundamental de un material, sino que está relacionada con las propiedades elásticas y plásticas.

Los números de dureza se usan principalmente como base de comparación de los materiales, especificaciones de fabricación y tratamiento térmico, control de calidad y correlación con otras propiedades y comportamiento de los materiales.

Intrínsecamente la dureza es una condición de la superficie del material y no representa ninguna propiedad fundamental de la materia. El ensayo de dureza es útil para evaluar propiedades de los diferentes componentes microestructurales del material. La dureza se correlaciona de modo estrecho con la resistencia al desgaste. La dureza de los materiales depende del tipo de las fuerzas de enlace entre los átomos, iones o moléculas y aumenta en forma semejante a la resistencia con la magnitud de dichas fuerzas.

De este modo los sólidos moleculares como los plásticos son relativamente blandos, los sólidos iónicos y metálicos son más duros que los moleculares y los sólidos covalentes son los materiales más duros. Dentro de éstos últimos se encuentran los materiales cerámicos que son compuestos y soluciones complejas con uniones tanto covalentes como iónicas.

Los materiales cerámicos tienen la mayor dureza de los materiales de ingeniería, de hecho el diamante que se considera ser cerámico tiene la mayor dureza de los materiales conocidos. La alta dureza de los materiales cerámicos los hace ideales para trabajar otros materiales.

Se emplean materiales cerámicos con alta dureza como abrasivos y en operaciones de pulverización de materiales. Solamente los materiales cerámicos que tienen dureza Knoop cerca de 1000 o mayor se utilizan por sus características abrasivas. [4].

CAPÍTULO 3

DETERMINACION DE LA DUREZA.

3.1. PRUEBAS PARA MEDIR DUREZA DE MATERIALES.

Las diversas pruebas para medir la dureza de un material se pueden dividir en tres categorías:

- a). Resistencia al corte o abrasión,
- b). Dureza elástica,
- c). Resistencia a la indentación.

a). Resistencia al corte o abrasión: Esta prueba la ideó Friederich Mohs, la escala consta de 10 minerales estándar arreglados siguiendo un orden de dureza. El talco es el número 1 y el 10 corresponde al diamante. La escala completa de dureza está formada como se muestra en la tabla I. [1]

TABLA I

Escala de dureza de Mhos

Número	Nombre	Fórmula	Número	Nombre	Fórmula
1	Talco	$Mg_3(SiO_3)_4$	6	Ortoclase	$KAl(Si_3O_8)$
2	Yeso	$CaSO_4$	7	Cuarzo	SiO_2
3	Calcita	$CaCO_3$	8	Topacio	$AlF(SiO_4)$
4	Fluorita	CaF	9	Corindón	Al_2O_3
5	Apatita	$Ca(CaF)PO_4$	10	Diamante	C 100 %

En la escala anterior la dureza del grafito se ubica entre el talco y el yeso, al espinel ($MgAl_2O$) se le ubica en el número 8 que corresponde al topacio y el óxido de magnesio se coloca en el número 5 correspondiente a la apatita

Prueba o ensayo de lima: La pieza a prueba se somete a la acción de corte de una lima de dureza conocida, para determinar si se produce un corte visible. Las pruebas comparativas con una lima dependen del tamaño, forma y dureza de la lima, la velocidad, presión y ángulo de limado durante la prueba. La prueba de lima se usa en la industria para la aceptación o rechazo de una pieza. [7]

b). **Dureza elástica:** Este tipo de dureza se mide mediante un escleroscopo, que es un aparato con dispositivo para medir la altura de rebote de un pequeño martillo con emboquillado de diamante, después de que cae por su propio peso desde una altura definida sobre la superficie de la pieza a prueba.

El instrumento tiene por lo general un disco autoindicador tal que la altura de rebote se indica automáticamente. Cuando el martillo es elevado a su posición inicial, tiene cierta cantidad de energía potencial, cuando es liberada esta energía se convierte en energía cinética hasta que golpea a la superficie de la pieza a prueba. Alguna energía se absorbe al formar la impresión por lo que la altura de rebote será menor que la inicial

La altura de rebote se indica por un número sobre una escala arbitraria; cuando el rebote sea más grande mayor será la altura y mayor la dureza de la pieza a prueba.

Esta prueba es realmente una medida de la resistencia del material, o sea es la energía que puede absorber en el intervalo elástico. Los números de dureza son arbitrarios y comparables solamente cuando se obtienen de materiales similares. El número de dureza del escleroscopo HSC o HSD, es un número de dureza relacionado con la altura de rebote del martillo. La dureza es medida en una escala determinada, dividiendo el promedio de altura de rebote del martillo de un block de prueba de alta dureza en 100 unidades. El peso del martillo es de 40 gramos, la altura de rebote de acero endurecido es cercanamente a 100 en la escala o cerca de 6-1/4 pulgadas, mientras la caída total es cerca de 10 pulgadas o 254 milímetros, esta prueba es una indentación dinámica. En la figura 4 se muestra un tipo de Escleroscopo.

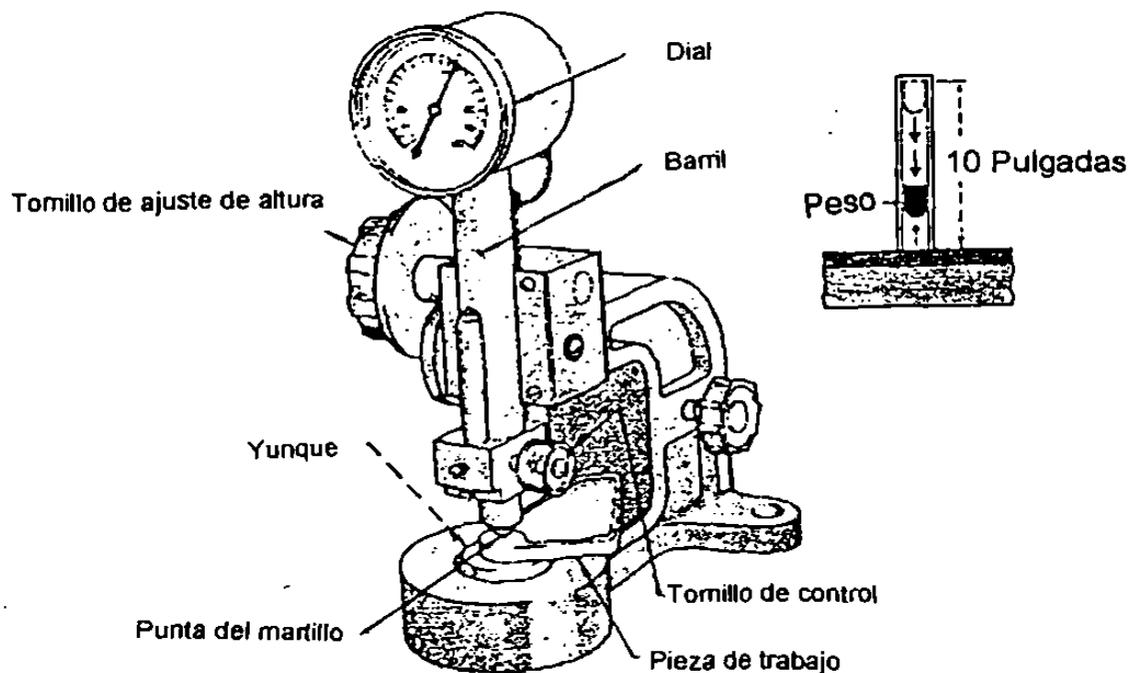


Figura 4. Aparato Escleroscopo

c). Resistencia a la indentación:

La dureza se define como la resistencia a la penetración. Sobre el material de prueba se apoya un penetrador y se aplica una carga determinada, la dureza se deduce de las dimensiones de la huella producida. La prueba se realiza generalmente imprimiendo en la muestra, que está fija y en reposo sobre una platina rígida o yunque, un marcador o indentador de geometría determinada que puede ser de bola, de cono plano, truncado o piramidal, de material acero duro o de diamante y aplicando una carga medida, los que producen una profundidad dada en el material.

3.2. ESCALAS DE MEDICIÓN DE DUREZA.

Para la medición de la dureza se emplean escalas de macro, micro y nano dureza, de acuerdo a las fuerzas aplicadas y desplazamientos obtenidos. La medición de la macrodureza de materiales es un método simple y rápido para obtener datos de propiedades mecánicas para el total del material a partir de una pequeña muestra, éste es también ampliamente usado para el control de la calidad de superficies en procesos de tratamiento.

En el caso de los materiales que tienen una microestructura fina, con multifases no homogéneas o susceptibles de agrietarse, las mediciones de macrodureza tienden a ser altamente variables y a no identificar las características de la superficie individual, es aquí que las mediciones de microdureza son las más apropiadas.

La microdureza es la dureza de un material determinado, cuando se fuerza a un indentador en la superficie del material bajo cargas entre 15 a

1000 gramos-fuerza usualmente, las indentaciones en la superficie son pequeñas de tal forma que son medidas con microscopio.

Los microindentadores trabajan presionando una punta en una muestra y midiendo continuamente la carga aplicada, la profundidad de penetración y el tiempo del ciclo. El tiempo del ciclo es un factor fundamental en las pruebas de indentación, pues éste determina la exactitud de una prueba de dureza; en las muestras suaves la profundidad de la indentación varía con el tiempo de aplicación de la carga.

Las pruebas de nano-indentación para medir dureza, utilizan cargas muy pequeñas, del orden de 1 nano-Newton. Estas pruebas están basadas en la nueva tecnología que permite mediciones precisas de la profundidad de indentación y control de las fuerzas para efectuar la indentación

3.3. MÉTODOS DE MEDICIÓN DE DUREZA.

El ensayo de dureza es simple y de alto rendimiento ya que este ensayo no destruye la muestra y particularmente útil para evaluar propiedades de los diferentes componentes microestructurales del material. Los métodos existentes para la medición de la dureza se distinguen básicamente por la forma de la herramienta empleada penetrador, por las condiciones de aplicación de la carga y por la propia forma de calcular (o de definir) la dureza. La elección del método para determinar la dureza depende de factores tales como tipo, dimensiones y espesor de la muestra, entre otros.

La preparación del material y el ensayo mismo tienen pequeños efectos en las lecturas de dureza. Las características de varios materiales o el espesor del espécimen tienden a determinar el tipo de prueba de dureza. El operador debe verificar y conocer que tipo de prueba específica usar para una muestra dada, la metodología indica que:

La superficie de prueba debe de ser representativa del material.

La superficie de prueba debe ser pulida para que la indentación sea clara y definida, particularmente a bajas cargas.

La superficie a prueba debe ser paralela y perpendicular al indentador.

Usar la carga mayor posible sin romper las leyes siguientes:

- a). Cargas mayores crean grandes indentaciones, que mejor representan al material de prueba.**
- b). El espesor mínimo del material a probar es 10 veces la profundidad de penetración.**

3.4. METODO Y EQUIPO DE DUREZA ROCKWELL

La medición de dureza por el método Rockwell tiene amplia aceptación en razón de la facilidad de realización y el pequeño tamaño de la impresión producida durante la prueba. El método se basa en la medición de profundidad de penetración de una determinada herramienta bajo acción de una carga prefijada.

La dureza es una función del grado de indentación de la pieza de prueba por la acción de un indentador bajo una carga estática dada. La prueba Rockwell tiene 3 opciones de cargas y tres tipos de indentadores, el probador Rockwell es más rápido porque da lecturas que no requieren cálculos y los valores pueden ser comparados en tablas de resultados.

3.4.1 - Descripción de la prueba de dureza Rockwell e instrumento de medición.

La máquina está especialmente diseñada para aplicar la carga a través de un sistema de pesos y niveles. El indentador puede ser una bola de acero templado, con diámetros de 1/16" o de 1/8", o un cono de diamante con ángulo de 120° y 0.2 milímetros de radio en la punta llamado Brale.

El número de dureza es un valor arbitrario y que se relaciona inversamente a la profundidad de la indentación, la escala usada es una función de la carga aplicada y el tipo de indentador. El método de dureza Rockwell tiene diversas escalas de medición que se obtienen con cargas e indentadores diferentes. Esto permite aplicarlo a varios tipos de materiales, cuyas características determinarán el método a aplicar.

Las escalas de dureza que comprenden el método Rockwell son las que se presentan en la tabla 2.

TABLA 2

Escalas de dureza Rockwell

ESCALA	INDENTADOR	CARGA
A	Diamante Brale	60 kgs
B	Bola de 1 / 16"	100 kgs
C	Diamante Brale	150 kgs
D	Bola de 1 / 8"	100 kgs
E	Bola de 1 / 16"	100 kgs
F	Bola de 1 / 16"	60 kgs
G	Bola de 1 / 16"	150 kgs

En el proceso de medición, la carga total P se aplica sobre el penetrador en dos etapas; una carga menor previa P_0 y una carga posterior P_1 tal que:

$$P = P_0 + P_1 \quad (1)$$

La carga menor (10 kgs) se aplica para colocar al indentador en el material, penetrando éste en la superficie una cantidad h_0 . Esta penetración inicial permite eliminar la influencia de las condiciones superficiales. A continuación se aplica la carga P_1 y la penetración se acentúa, finalmente la carga P_1 se retira actuando solamente P_0 y la profundidad h restante determina el número de dureza HR.

Los instrumentos de medición proporcionan directamente las lecturas de dureza. El proceso de medición con penetrador de diamante utilizado para materiales duros, como ejemplo los templados se presenta en el esquema de la Figura 5.

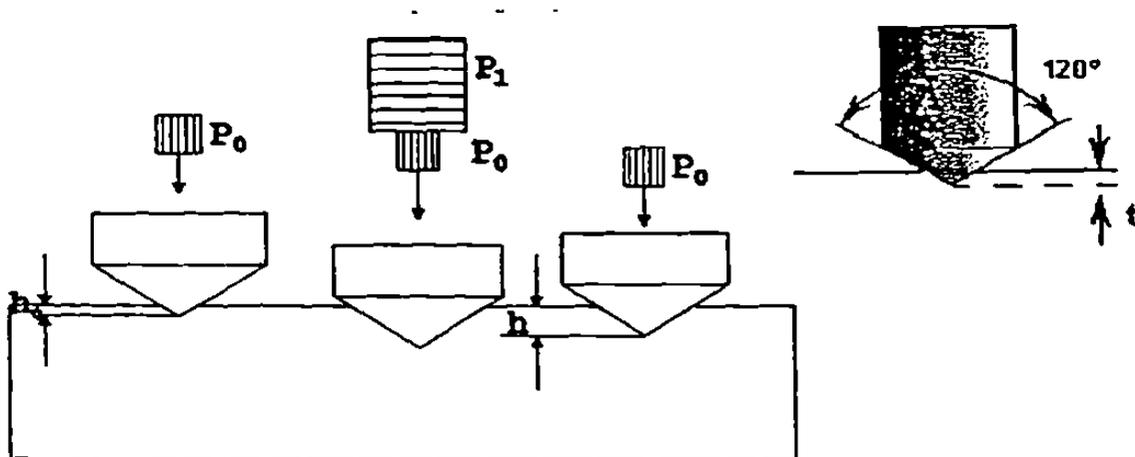


Figura. 5 Esquema del indentador Rockwell.

La escala HRB se utiliza para materiales de dureza media (0 a 100 HR_B), mientras que la escala HRC se usa para materiales duros (>100 HR_B). Las escalas Rockwell se dividen en 100 partes, y cada división (punto de dureza) es igual a 0.002 mm en indentación. Entonces la diferencia entre una dureza HR₅₁ Y HR_B 54 es $3 \times 0.002 \text{ mm} = 0.006 \text{ mm}$ en indentación.

Dureza Rockwell Superficial: Esta prueba fue diseñada para probar una superficie donde se permite solamente sombras de indentación. La técnica es similar, pero se usan cargas diferentes y medidores más sensibles, las escalas son N y T para materiales duros y W,X,Y para materiales suaves.

Las ventajas de esta técnica son precisión y exactitud. Las lecturas son rápidas y tomadas directamente de la máquina; se cubre un amplio rango de materiales. Su desventaja es el costo del equipo, además de que no es una máquina portátil.

3.5. MÉTODO Y PROBADOR DE DUREZA BRINELL.

El método Brinell para determinación de dureza es uno de los más antiguos que se ha utilizado. Consiste particularmente en presionar una bola de acero endurecido de un diámetro de 10 mm, sobre la muestra a ser probada usando cargas de 3000 kilogramos para materiales duros, 1500 kilogramos para materiales de dureza media y de 500 kilogramos para materiales suaves, registrándose una ligera impresión esférica sobre la muestra.

Los equipos para determinación de dureza Brinell pueden ser del tipo con sistema hidráulico, de engrane o cremallera o peso con niveles; la operación puede ser manual o eléctrica. El método consiste en colocar la muestra en la platina y elevarla hasta contactar con la bola, un medidor de bourdón indica la carga aplicada, cuando esta llega al valor deseado el peso se balancea en el tope de la máquina y se levanta para prevenir una sobrecarga en la bola; el diámetro de la indentación de la bola se mide con un micrómetro de microscopio y la superficie de la cavidad se calcula. La presión requerida en kilogramos para efectuar la impresión se divide entre el área de la impresión (en milímetros cuadrados), el cociente es una expresión de la dureza del material y se llama Dureza Numeral

El diámetro de la impresión en el instrumento original se mide por medio de un microscopio, después de lo cual la dureza puede ser obtenida sin cálculos, directamente en las tablas de dureza numeral del sistema Brinell.

La prueba Brinell emplea una esfera de 10 milímetros de diámetro de carburo de tungsteno o bola de acero con una fuerza de 1,100 libras a 6,600 libras, el diámetro de la indentación se mide en dos ejes perpendiculares.

Dada la magnitud de la fuerza media y el tamaño del indentador, ésta prueba es muy valiosa para materiales no homogéneos. Con aparatos comerciales y realizando la prueba con precaución y cuidado, es posible un error de 5 unidades Brinell arriba o abajo de la dureza real. En la figura 6 se muestra un esquema de la prueba Brinell.

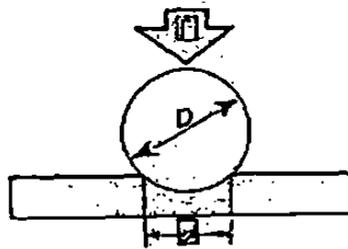


Figura. 6 Esquema del Indentador Brinell

El valor de dureza Brinell se calcula como sigue:

$$\text{BHN} = \frac{2F}{D} \left(D - \sqrt{D^2 - d^2} \right) \quad (4)$$

Donde: BHN = Número de dureza Brinell.

F = Carga aplicada en kilogramos.

D = Diámetro de la bola de 10 mm

d = Diámetro de la indentación.

Rango de los números Brinell: Valores de 90 a 360 indican altas durezas, números mayores de 650 no son valederos porque el diámetro de la indentación es tan pequeño que solo puede medirse aproximadamente y la penetración de la bola puede ser aplanada.

Algunas reglas a seguir durante la medición: Se deben usar cargas de 3000 kgs para medir valores de 150 BHN, de 1500 kgs para valores de dureza entre 75 y 300 BHN y cargas de 500 kgs para valores menores de 100 BHN. El espesor no debe ser menor a 10 veces la profundidad de la indentación, para que la prueba se considere válida.

3.6. MÉTODO DE DUREZA VICKERS.

En la prueba Vickers, el valor de la dureza es la razón de la carga aplicada al área de indentación. Similar a la prueba Brinell, las cargas son de 5 a 120 kgs con incrementos en 5 kgs. Este método está muy difundido en la industria ya que permite medir dureza en prácticamente todos los materiales metálicos y cerámicos independientemente de su espesor.

El método emplea un indentador de diamante en forma de pirámide de base cuadrada con 136° en la punta. Tal penetrador se aplica lenta y perpendicularmente a la superficie cuya dureza se desea medir, bajo la acción de una carga P. Esta carga se mantiene durante un tiempo determinado.

después del cual se retira y se mide la diagonal (d) de la impresión que quedó sobre la superficie de la muestra. La dureza Vickers, expresada como HV se define como la relación entre la carga aplicada expresada en kgs-fuerza y el área de la superficie lateral de la impresión.

Operación del probador Vickers: La operación consiste en colocar el espécimen en el yunque, para después aplicar la carga lentamente, las medidas de las diagonales de la indentación se efectúan con ayuda de un microscopio. En la figura 7 se muestra un esquema de la punta piramidal cuadrada del indentador Vickers.

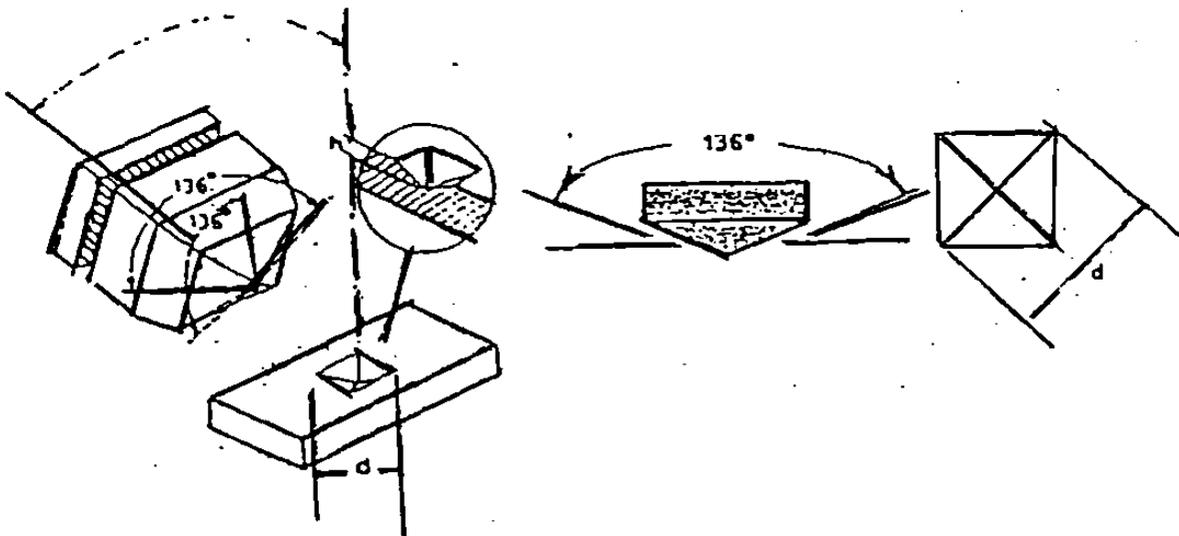


Figura. 7 Esquema del Indentador Vickers.

Las ventajas del método Vickers son: aproximación en la repetibilidad de la indentación, es un método rápido y útil para muestras delgadas; y un solo tipo de indentador se utiliza para todos los tipos de metales y superficies.

tratadas. Su desventaja estriba en lo lento que resulta preparar la superficie de la muestra. Además es más caro que la prueba Rockwell o Brinell.

El cálculo del número Vickers es como sigue:

$$\text{HVN} = 1.854 P/d^2 \quad (5)$$

Donde: P = Carga aplicada (medida en kgs-fuerza)

d^2 = Área de la indentación (medida en milímetros cuadrados)

La carga aplicada se especifica cuando se proporciona HV. El microscopio para la lectura de la indentación tiene una tolerancia de más o menos 1/1000 de milímetro. Las medidas de las diagonales para determinar el área son promediadas. La designación correcta Vickers es el múltiplo seguido por HV. Las cargas pueden ser de 1 gramo hasta 1 kilogramo para pruebas de microdureza Vickers.

En la figura 8 se presenta un esquema del aparato para la prueba de dureza Vickers.

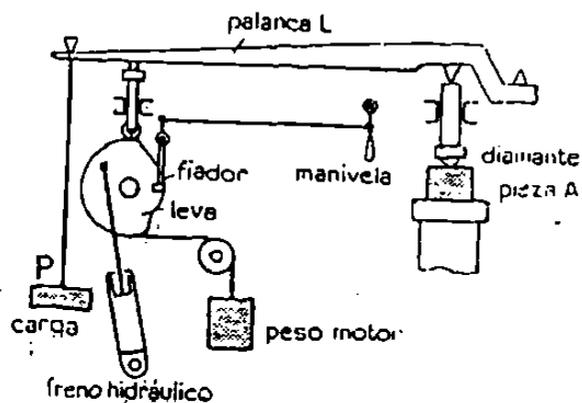


Figura. 8 Esquema del funcionamiento del aparato Vickers.

3.7. METODO Y PROBADOR DE DUREZA KNOOP.

Con este método se determina la microdureza relativa de un material. Se utiliza un indentador de diamante que tiene base rómbica con un juego de caras opuestas a 130° y otro juego a 172.5° . Al igual que la prueba Vickers, la prueba Knoop requiere la medición de una diagonal. Este método de prueba fue implementado en 1939 por Friederick Knoop [4] y permite determinar dureza de materiales quebradizos tales como el vidrio y la cerámica. La longitud diagonal es siete veces (7.114) mayor que la diagonal más corta, con esta forma del indentador la recuperación elástica puede ser reducida al mínimo. La prueba Knoop se efectúa de la misma manera y con el mismo equipo que utiliza el método Vickers. Sin embargo, se mide solamente la longitud diagonal, excepto para el área de dureza proyectada. La dureza final Knoop (HK) se deriva de la siguiente fórmula: $HK = 14.229 (F / D^2)$ (6)

Donde: F = Carga aplicada. (Medida en kgs-fuerza)

D^2 = Área de la indentación (Medida en milímetros cuadrados)

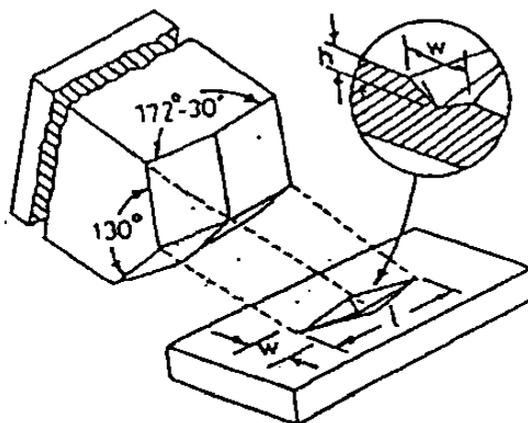


Figura. 9 Esquema del indentador Knoop.

La dureza Knoop se expresa de la misma manera que la dureza Vickers. Aquí 375HK₃₀₀ indica que una carga de 300 gramos-fuerza produjo una dureza Knoop de 375 grs-fuerza / milímetro cuadrado. Además de ahorrar un poco de tiempo, un gran mérito de la prueba Knoop es la habilidad de la prueba para efectuarla en capas delgadas. Para superficies con durezas variables, los indentadores Knoop pueden espaciarse más cerradamente que los indentadores Vickers.

Entonces un indentador Knoop simple transversal puede definir un gradiente de dureza de manera más simple que una serie de dos o tres indentaciones Vickers transversales en las que la indentación se hace a profundidades diferentes. Si la dureza varía ampliamente con la profundidad, la indentación Vickers es distorsionada por este cambio; esto es, la diagonal paralela al cambio de dureza se ve afectada por el gradiente de dureza, mientras que la diagonal perpendicular al gradiente de dureza permanece sin afectar, lo que resulta en que ambas mitades de diagonal son de longitudes aproximadamente iguales.

CAPÍTULO 4

COMPARACIÓN DE MÉTODOS PARA DETERMINAR DUREZA

4.1. INTRODUCCIÓN:

En este presente capítulo se hace una comparación de los principales métodos y técnicas para determinación de dureza en los materiales, presentados en el capítulo anterior, se analizan sus ventajas y desventajas en general y finalmente se selecciona el método más adecuado para determinar la dureza de los materiales cerámicos, lo anterior de acuerdo con las experiencias y observaciones efectuadas en trabajos ya realizados.

Los métodos Rockwell, Brinell, Vickers y Knoop son todos métodos similares de prueba. La diferencia primaria entre ellos es la forma del indentador y la fuerza de carga. La forma geométrica, tamaño y fuerza aplicada a los indentadores determina la profundidad de la penetración y no siempre existe una relación lineal cuando se comparan las diferentes escalas.

A bajas cargas de indentación se presentan problemas de dependencia de la dureza con la carga aplicada; además las mediciones son inciertas debido al pequeño tamaño de la indentación. A altas cargas, las grietas y astillamientos constituyen un problema importante restando credibilidad a las mediciones

Las lecturas de la escala para un método dado se pueden convertir a otras escalas o métodos, pero usualmente estas conversiones no son realmente aproximadas. Existen tablas elaboradas de conversión que correlacionan aproximadamente los diferentes métodos de prueba, pero siempre hay algún error presente. El cambio en la profundidad puede ser debido a la forma del indentador o a la carga en lugar de la dureza misma del material; la dureza es una medida comparativa.

Otras fuentes de error pueden ser la calidad superficial de la muestra y en casos de materiales muy delgados, donde la carga aplicada es muy elevada, puede inclusive perforar la muestra. Otro problema puede ser que el usuario asuma que se está midiendo una característica física absoluta, tal como peso o longitud; y un mayor error sería asumir que la conversión de una escala de dureza a otra escala, es lo mismo que convertir pulgadas a milímetros.

Los métodos de medición cuyos resultados se obtienen de lecturas directas proporcionadas por el mismo equipo utilizado, tienen errores mínimos en comparación con los métodos de medición en que se hacen lecturas tomadas a criterio del operador y que además se tienen que hacer cálculos cuyos resultados pueden tener error consecuencia de la lectura.

Como ejemplo se tiene el error posible introducido por aparatos comerciales en la determinación de la dureza Brinell. Los métodos para determinar la dureza difieren en el espesor mínimo de la muestra, así como difieren en el número de indentaciones en un espacio determinado de la muestra.

Los métodos difieren también en la aproximación de la repetibilidad, las lecturas tomadas por un mismo método difieren entre sí más que las tomadas con un método distinto, como ejemplo de aproximación de repetibilidad se tiene el método Vickers, método que tiene la ventaja de aplicarse a muestras delgadas y utilizar un solo indentador para varios tipos de metales y superficies..

En algunos métodos para determinar la dureza es necesario tomar únicamente la medida de una sola longitud como en el método Knoop, en el método Brinell se toman dos longitudes. La forma del indentador utilizado por el método determina la reducción de la recuperación elástica del material. En el método Rockwell por ejemplo se alcanza una profundidad (a) después de aplicar la carga preliminar, en seguida se alcanza una profundidad (b) después de aplicar la carga total, finalmente se alcanza una posición (c) del indentador después de la recuperación elástica del material, posición a la cual la medida es tomada.

4.2. SELECCIÓN DE MÉTODO DE DUREZA.

Para toda prueba de dureza que sea confiable existen algunos factores fundamentales: Seleccionar el método correcto basado en la aplicación, verificar que los resultados son repetibles, hacer un estudio de la magnitud de error con que contribuyen el operador y el sistema de medición, la diferencia significativa de ejecución de cada clasificación de probador. Es necesario responder a muchos cuestionamientos para determinar la escala y

y el probador a ser usado. Que tipo de material ha de ser sometido a prueba y si es adecuado para una prueba en particular, cual es la aproximación necesaria de resultados, cuales son los problemas que se presentan, si el material es metálico, no metálico, homogéneo o heterogéneo, muy duro, altamente duro, medio duro, de baja dureza o de muy baja dureza.

El método por seleccionar debe ser el más confiable para determinar la dureza del compuesto objeto de este estudio, que está formado con espinel, óxido de magnesio y grafito en las concentraciones y con las características de superficie que se describen en el próximo capítulo.

Para hacer las pruebas de dureza del material mencionado se seleccionó el método de prueba de dureza Rockwell superficial, después de haber intentado determinar la dureza de las muestras con métodos distintos y no obtener resultados confiables y satisfactorios. El método de prueba de dureza Rockwell superficial, que emplea técnicas similares Rockwell, usando cargas más ligeras (15,30 y 45 kgs) y medidores más sensitivos (dentro de un rango de 0.001 mm), las escalas son N y T para materiales duros y W,X y Y para materiales suaves.

El aparato utilizado para hacer las pruebas proporciona directamente las lecturas de la dureza, evitando introducir errores de medición cuando son necesarias las medidas de longitud de los diámetros para hacer los cálculos de dureza. El tamaño de las muestras así como su espesor se encuentran dentro de los requerimientos para hacer la prueba. En el método de dureza superficial Rockwell se utilizó una carga de 15 kgs-fuerza con un indentador de bola de $1/16''$ de diámetro.

CAPÍTULO 5

DESARROLLO EXPERIMENTAL.

5.1. PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS.

Las muestras originalmente fueron preparadas como en seguida se describe con óxido de magnesio (MgO), espinel ($MgAl_2O_3$) y grafito por el sustentante de tesis referencia bibliográfica [8] para un trabajo de investigación de desarrollo de materiales refractarios para la industria del acero.

Cantidades previamente calculadas de los materiales se mezclaron con resina del tipo fenólico con el propósito de usarla como ligante para compactar las muestras, sin problemas de modificar la composición de la muestra.

Después de mezclar las muestras por un tiempo de 8 minutos en un mezclador con capacidad de 5 kilogramos, se produjeron pélets que se compactaron a 682 Kg/cm^2 . De éstos pélets después de homearse se tomaron y prepararon las muestras para la determinación de la dureza, el tamaño final de las muestras ya preparadas (pulidas) es aproximadamente de 2.5 centímetros por 1.5 centímetros, presentando una superficie aproximada de 3.75 centímetros cuadrados con un espesor mínimo de 0.5 centímetros, cumpliendo con el requisito para profundidad del indentador

5.2. HORNEADO DE MUESTRAS.

Las muestras se calentaron en un horno del tipo gas/aire a una temperatura de 1650°C por un tiempo de dos horas, protegiendo las muestras para evitar su oxidación con placas de carburo de silicio y cubriéndolas con grafito. Para medir la temperatura se utilizó un termopar y un pirómetro digital.

5.3. COMPOSICIÓN DE LAS MUESTRAS.

La metodología que se siguió en la producción de las muestras se describe a continuación. Los intervalos de las composiciones de las muestras producidas son: 10 % a 20 % de grafito, 10 % a 90 % de óxido de magnesio y 10 % a 90 % de espinel ($MgAl_2O_4$). El tipo de espinel usado para producir la muestra es una composición con una relación de 67 % de Al_2O_3 y 33 % de MgO. Las razones para usarlos son, que no presenta MgO libre, no presenta Al_2O_3 libre, es de bajo costo y se encuentra disponible en el mercado. En la actualidad se encuentran cuatro tipos de espineles en el mercado obtenidos por sinterización; estos son los que se muestran en la Tabla 3.

Tabla 3

Composición de 4 tipos de espineles.

Analisis	1	2	3	4
% Al_2O_3	50.00	66.40	76.50	90.60
% MgO	49.30	33.00	23.00	9.00
% CaO	< 0.50	< 0.40	< 0.30	< 0.20
% SiO_2	< 0.10	< 0.10	< 0.06	< 0.05

El Espinel como materia prima se ha utilizado principalmente en la manufactura de materiales refractarios, debido principalmente a su alta resistencia a la corrosión y al choque térmico. El grafito usado tiene pureza de 94.0 % de carbono fijo. Este material se considera refractario y tiene como ventajas; bajo coeficiente de expansión térmica, alta resistencia al choque térmico. Su desventaja es presentar pobre resistencia a la oxidación, comenzando a oxidarse desde el inicio de su calentamiento.

En los materiales refractarios a base de carbono, el tipo de grafito usado es natural cristalino de alta pureza, y el usado para las muestras tiene una pureza de 94.0 % de carbón fijo. Una de sus características es perder peso a temperaturas de trabajo, debido a las reacciones entre el carbono y los óxidos que forman sus cenizas.

La calidad del óxido de magnesio se ha incrementado, mejorando sus propiedades (densidad, pureza, y tamaño de cristal), con el objetivo de fabricar productos con características superiores de servicio. La característica principal es tener alta refractariedad y resistencia mecánica a altas temperaturas, así como resistencia a reacciones químicas y erosión, se emplea en la industria del acero. El óxido de magnesio utilizado para producir refractario es de alta pureza, con bajos contenidos de boro para evitar los compuestos de bajo punto de fusión que afectan las propiedades del material.

El material empleado contiene las siguientes impurezas: $\text{CaO} = 0.70 \%$, $\text{SiO}_2 = 0.12 \%$, $\text{Fe}_2\text{O}_3 = 0.10 \%$, $\text{Al}_2\text{O}_3 = 0.10 \%$, $\text{B}_2\text{O}_3 = 0.003 \%$, $\text{MgO} = 98.98 \%$.

En la tabla 4 se muestran las composiciones de las muestras preparadas.

Tabla 4

Composición de las muestras de estudio (% en peso)

Muestra	% de MgO	% de MgOAl ₂ O ₃	% de grafito (C)
1	90.0	0.00	10.0
2	80.0	10.0	10.0
3	70.0	20.0	10.0
4	60.0	30.0	10.0
5	50.0	40.0	10.0
6	40.0	50.0	10.0
7	30.0	60.0	10.0
8	20.0	70.0	10.0
9	10.0	80.0	10.0
10	0.00	90.0	10.0
11	80.0	0.00	20.0
12	70.0	10.0	20.0
13	60.0	20.0	20.0
14	50.0	30.0	20.0
15	40.0	40.0	20.0
16	30.0	50.0	20.0
17	20.0	60.0	20.0
18	10.0	70.0	20.0
19	0.00	80.0	20.0

5.4. PREPARACIÓN DE MUESTRAS PARA DETERMINACIÓN DE DUREZA Y OBSERVACIÓN EN MICROSCOPIO.

Las muestras utilizadas para la determinación de la dureza fueron preparadas encapsulándolas en resina sintética del tipo epóxica para cubrirlas y facilitar su manejo. Cada una de las muestras fue pulida, usando hojas de carburo de silicio de grado diferente, utilizando agua como lubricante, finalmente se procedió a darles un pulido con polvo de alúmina.

Durante el pulido se tomó la precaución de dar un acabado paralelo en las dos caras, en la parte posterior de la cápsula y en la parte frontal de la muestra, con el objetivo de presentar una cara vertical contra el dispositivo indentador; no está por demás aclarar que el encapsulado tiene forma cilíndrica en lo que corresponde a la resina y el material tiene forma rectangular. La cara de la muestra presenta una porosidad que no desaparece con el pulido, lo que indica que la totalidad de la muestra tiene porosidad.

En primera instancia muestras tomadas al azar fueron sometidas a una prueba con el método de microdureza Vickers en un aparato calibrado de antemano, marca Shimadzu Tipo M número 89187 con una alta trazabilidad, (Kp) aparato que se complementa con un monitor de pantalla para observación y medición de la diagonal de la huella, las indentaciones se hicieron en áreas al azar de la muestra respetando las reglas y procedimientos indicadas para estas pruebas.

Con estas pruebas de dureza no fue posible obtener alguna información debido a que no se observó absolutamente ninguna indentación en la pantalla del monitor a causa del color oscuro que presenta por el mismo color del material.

En otros trabajos [9, 10] se han hecho mediciones sobre material blanco, de hecho se logra hacer huella, pero aquí no es apreciable por el color de la muestra. Por ésta razón, como ya se mencionó, se tomó la decisión de someter las muestras a una prueba de dureza donde el método o aparato utilizado, proporcione directamente la dureza sin tener que recurrir a una medición de la huella.

Las muestras se sometieron a pruebas de dureza superficial con la técnica y método Rockwell, utilizando un aparato que se calibró con un block patrón certificado y se utilizó una carga de 15 kilogramos-fuerza con una esfera de 1/16" de diámetro con un tiempo estimado de 30 segundos. Con éste método de prueba de dureza se obtuvieron lecturas que corresponden a materiales suaves y más cercanas a durezas de materiales que son formados por compactación.

Finalmente las muestras en su totalidad se sometieron a prueba con el método de dureza superficial Rockwell. A cada una de las muestras se les practicó la prueba de la dureza en número promedio de ocho y se calculó un promedio para cada una de ellas al igual que su desviación estándar. Las indentaciones se espaciaron en la muestra a distancia mayor a la requerida por el diámetro de la bola, con el objeto de evitar los errores por la proximidad. El aparato a prueba se calibró con un block patrón con dureza conocida y certificado, para asegurar los resultados.

CAPÍTULO. 6

RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

6.1. RESULTADOS DE DUREZA.

Los resultados de dureza superficial Rockwell obtenidos para una carga de 15 kgs, indentador de bola de 1/16" de diámetro, Aparato Rockwell modelo 10A-510 serie 2203 de Rockwell Sistem de U.S.A. se muestran en la tabla 5.

Tabla 5

Resultados de dureza obtenidos de las muestras en estudio

Muestra	Prom. Arit	Desv.Est.	Máximo	Mínimo	Dif.
1	68.40	0.240	69.0	68.2	0.8
2	68.85	0.334	69.3	68.5	0.8
3	69.11	0.372	69.5	68.7	0.8
4	66.46	0.217	66.7	66.3	0.4
5	70.04	0.189	70.3	69.6	0.7
6	66.46	0.134	66.5	66.1	0.4
7	66.49	0.316	66.5	66.0	0.5
8	68.80	0.286	69.0	68.3	0.7
9	68.48	0.308	68.9	68.1	0.8
10	68.67	0.236	69.0	68.2	0.8
11	68.24	0.347	68.8	68.0	0.8
12	68.70	0.211	68.9	68.2	0.7
13	69.00	0.000	69.0	69.0	0.0
14	69.00	0.000	69.0	69.0	0.0
15	69.00	0.000	69.0	69.0	0.0
16	69.00	0.000	69.0	69.0	0.0
17	69.00	0.000	69.0	69.0	0.0
18	69.00	0.000	69.0	69.0	0.0

M :Muestra P.A: prom. aritmético Desv. Estándar . Máximo. Mínimo Diferencia

En el caso de las muestras de estudio, el material es poroso y una arista definida del casquete de la indentación no la presentó cuando fueron sometidas a la prueba de dureza con el método Brinell, además se sumó el grado de dificultad que presentó el color oscuro del material. Esto dió como resultado el no aplicar para el estudio el método de prueba Brinell.

El método de prueba Vickers para medir la dureza se aplicó también a las muestras objeto del estudio, intentando hacer las mediciones de las impresiones y tomar lecturas de las mismas con el microscopio. Con éste método de prueba no es posible obtener alguna lectura debido al color oscuro de la muestra que en el monitor de pantalla del microscopio no presentó ningún indicio de indentación ni de medición. A lo anterior se suma la baja dureza del material que corresponde a una escala N de microdureza Rockwell, Como resultado el método de prueba Vickers también fue descartado para usarlo en este estudio.

El método de prueba Rockwell superficial para medir la dureza se aplicó en las muestras de estudio con el indentador y la carga como ya se mencionó, sin presentarse interferencias para obtener las lecturas, el aparato proporcionó la lectura de la dureza directamente sin tener que tomar medidas de longitudes de las indentaciones y sin necesidad de microscopio. Los resultados obtenidos se consideran aceptables por no tener una variabilidad muy amplia en la misma serie de pruebas para la misma muestra en las mismas condiciones y debido a que el método utilizado no tiene mayores complicaciones, utiliza un aparato de costo accesible que proporciona lecturas directas donde el error humano se minimiza.

6.2. OBSERVACIONES A PRUEBAS DE DUREZA.

En la tabla 5 se muestra el promedio aritmético, la desviación estándar, los valores máximos y mínimos y la diferencia de la dureza de cada una de las muestras sometidas a prueba. Las muestras se observaron en el microscopio y presentan la indentación de la esfera, se observa que no tienen un límite exacto (filete o arista) de la cavidad de la indentación que permita medir un diámetro exacto de la misma en caso requerido para cálculo de dureza. El fondo de la indentación se observa en forma de caverna, debido a la porosidad de la muestra y al color oscuro que presenta.

Las muestras presentan en general un número de dureza promedio de 68.48, la muestra que presenta un número de dureza promedio menor es la número 7 con 66.49, la muestra que presenta un número mayor de dureza es la número 5 con 70.04, la diferencia entre el promedio mayor y el promedio menor de la dureza es 3.54. La diferencia entre la dureza mayor y la dureza menor de cada muestra se observa que no es mayor a 0.8.

La desviación estándar máxima es de 0.372 y la mínima desviación estándar es cero, que corresponde a las muestras de la número 13 a la número 18, que están compuestas con 20 % de grafito. Con relación a esta desviación estándar de cero que se determinó, lo más probable es que el aparato utilizado no tiene la definición requerida para detectar y registrar variaciones muy pequeñas de números de dureza

Así mismo se observa que las muestras que contienen 20 por ciento de

grafito presentan un número de dureza más consistente, a diferencia de las muestras formadas con 10 por ciento de grafito que presentan inconsistencia en los números de dureza.

La concentración del óxido de magnesio (MgO) en las muestras no tiene influencia en la dureza, se observa que la dureza tiende a mantenerse constante, independientemente de la concentración del óxido de magnesio. La concentración del espinel en las muestras tampoco tiene influencia en la dureza como se puede observar.

Un dato interesante sería conocer el por ciento de porosidad del material y el tamaño promedio de poro, con el objeto de correlacionar éstas características con la dureza determinada con el método de prueba aplicado para observar su influencia en ésta última.

En la figura 10 se presentan las muestras mostrando las indentaciones y la figura 11 es una fotografía ampliada de las muestras para observación.

Con los datos de la tabla 5 se construyeron los gráficos siguientes.

Figura 12: Valores de dureza máximos y mínimos.

Figura 13: Desviación estándar y diferencia de valores máximos y mínimos.

Figura 14: Dureza promedio aritmético y concentración de grafito.

Figura 15: Dureza promedio y concentración de óxido de magnesio.

Figura 16: Dureza promedio y concentración de espinel

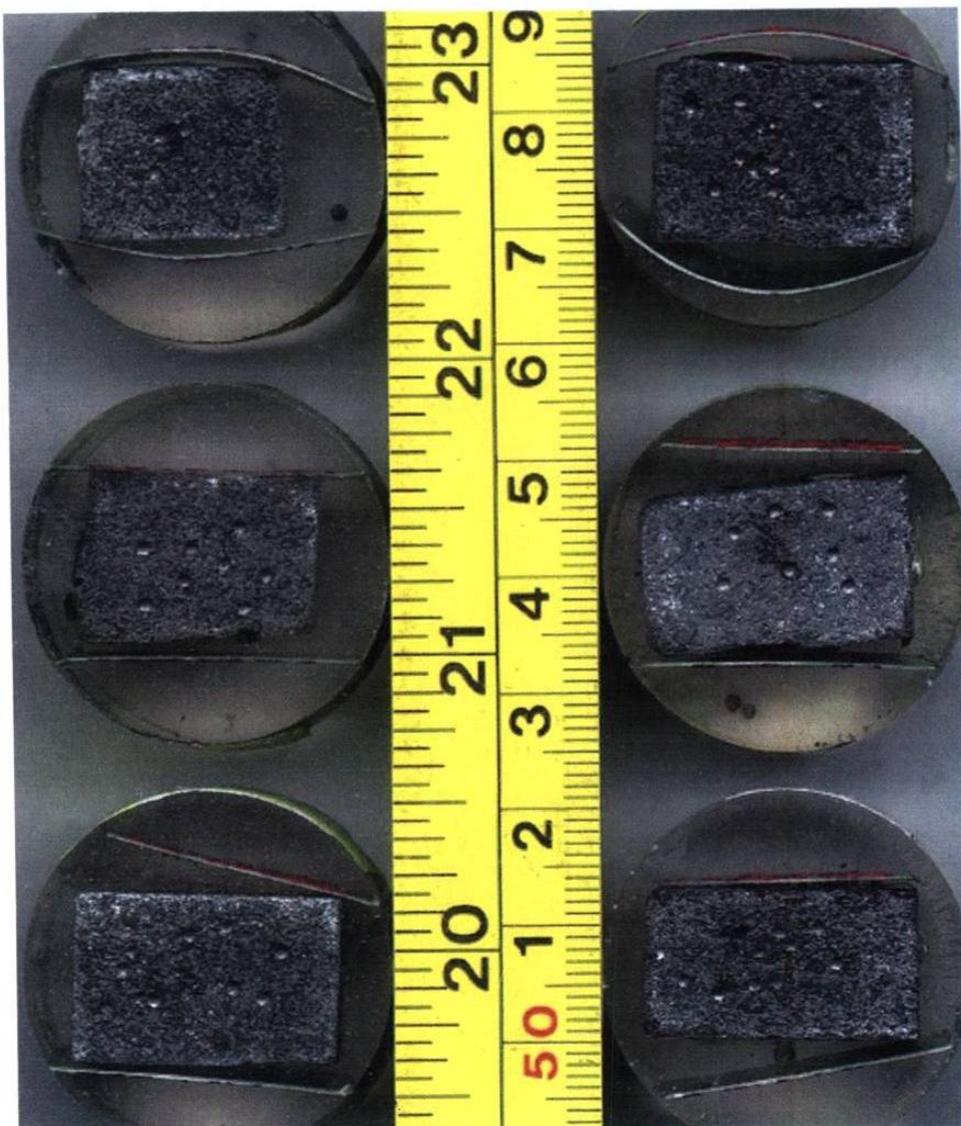
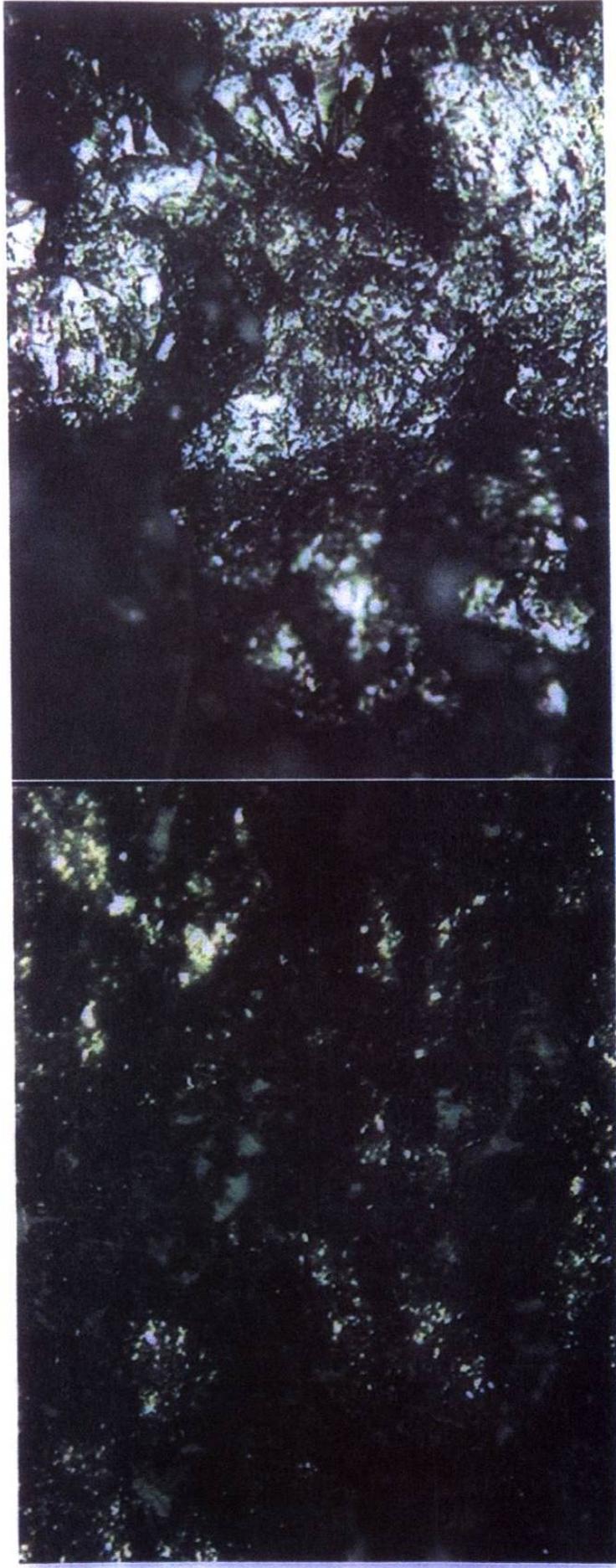


Fig. 10 Muestras del material de estudio mostrando la indentación

Fig. 11. FOTOGRAFÍA AMPLIFICADA DE UNA MUESTRA DE MATERIAL DE ESTUDIO



Sinterizado 50X

Sinterizado 100X

VALORES DE DUREZA MÁXIMOS Y MÍNIMOS

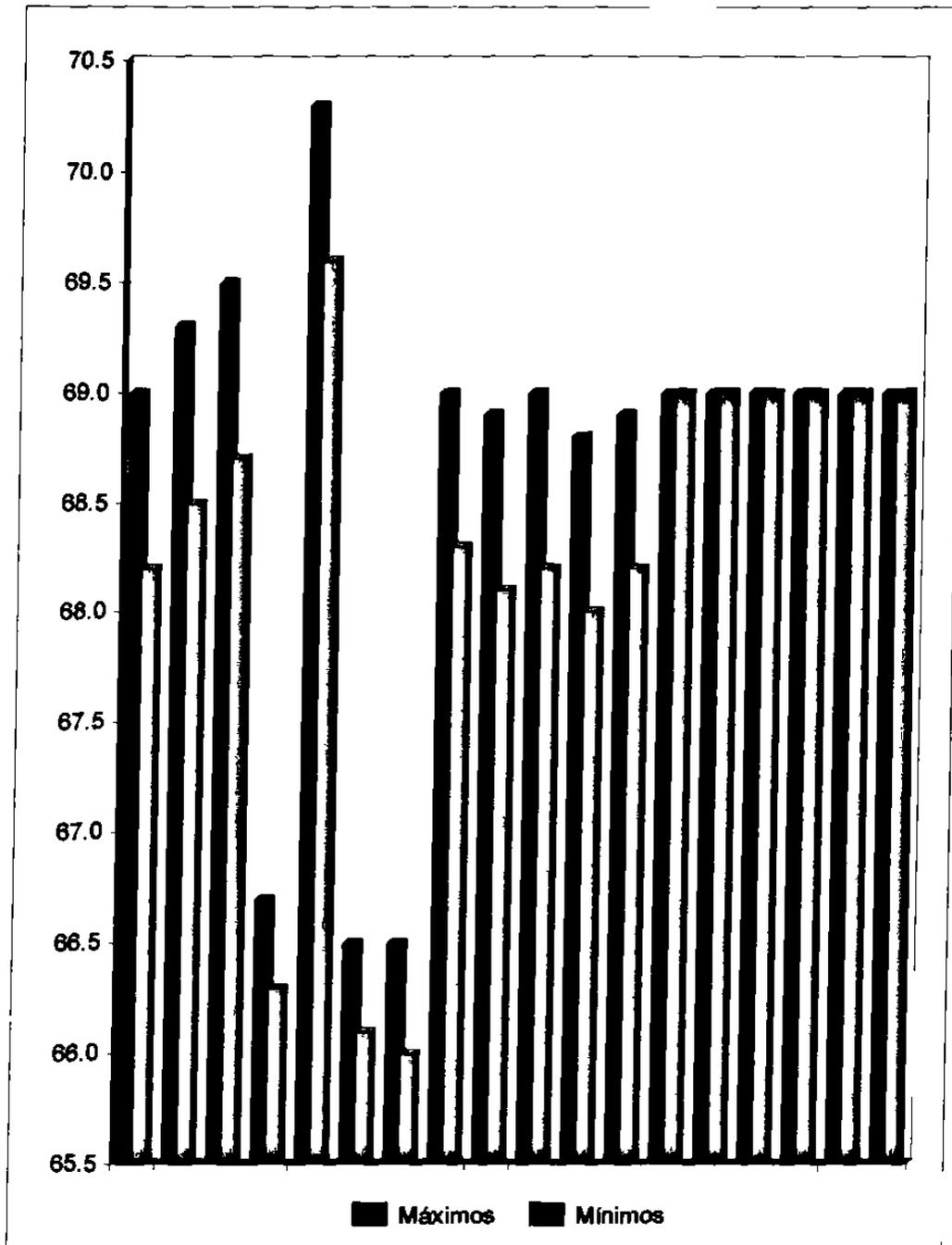


Fig. 12. Gráfica obtenida con los datos de máximos y mínimos de la tabla 5

0146153

DUREZA SUPERFICIAL

DESVIACIÓN ESTÁNDAR : DIFERENCIAL DE MÁXIMO - MÍNIMO

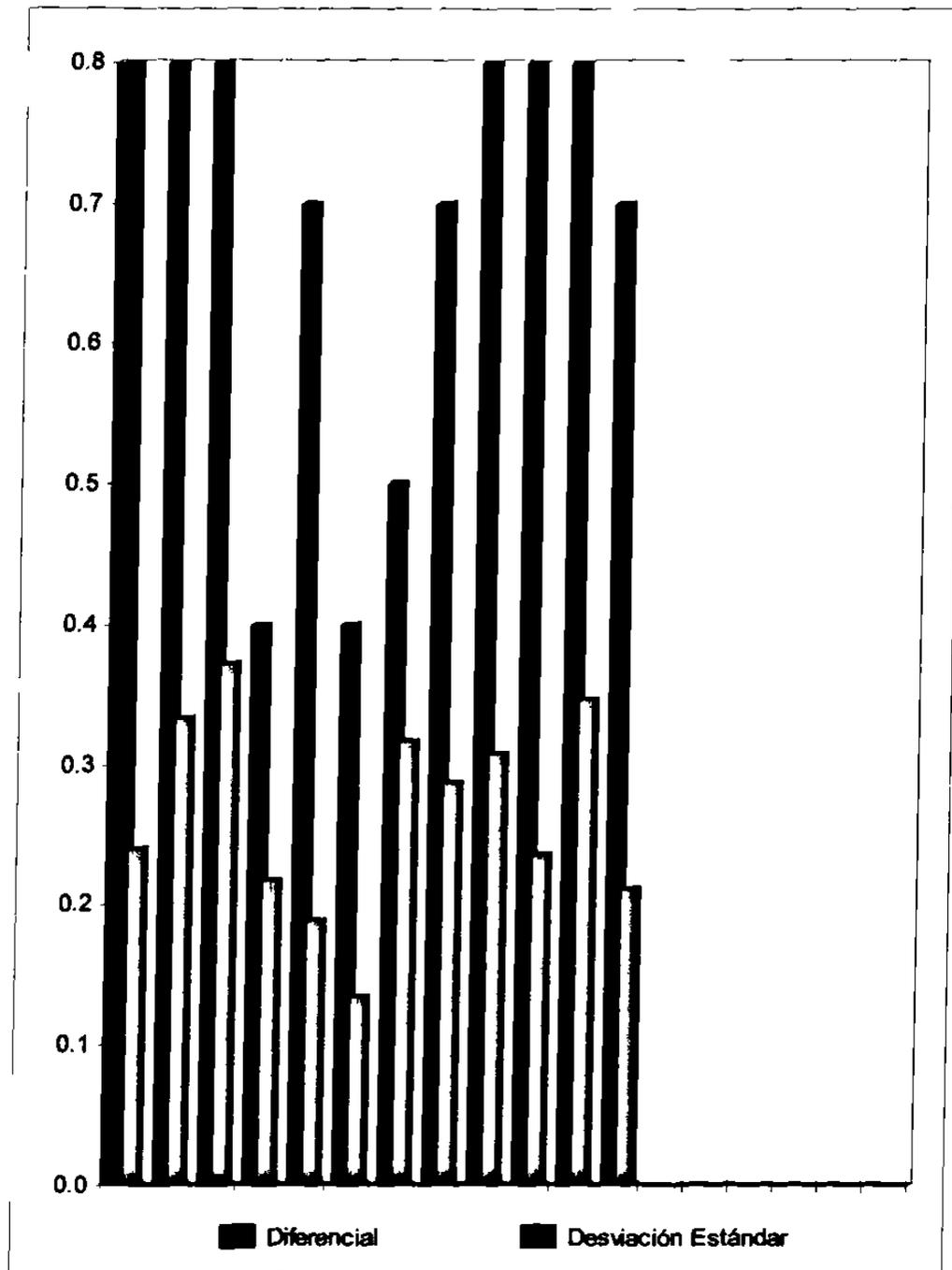


Fig.13. Gráfica obtenida con los datos de desviación estándar y diferencia de máximos y mínimos de dureza de la tabla 5

DUREZA PROMEDIO ARITMÉTICO Y CONCENTRACIÓN DE GRAFITO

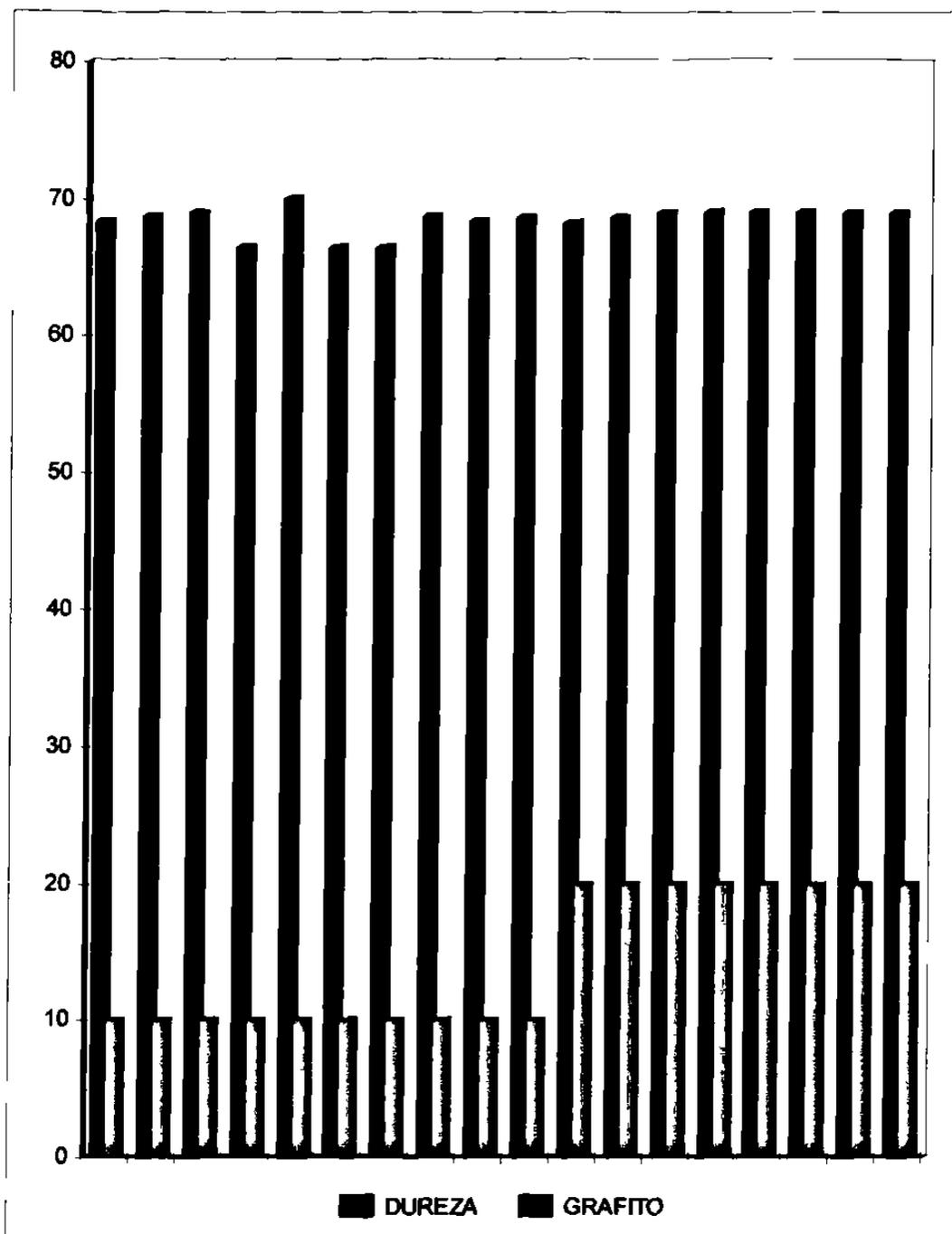


Fig. 14 Gráfica obtenida con los datos de dureza de la tabla 5 y de composición de muestras de la tabla 4

DUREZA: PROMEDIO ARITMÉTICO Y CONCENTRACIÓN DE
ÓXIDO DE MAGNESIO

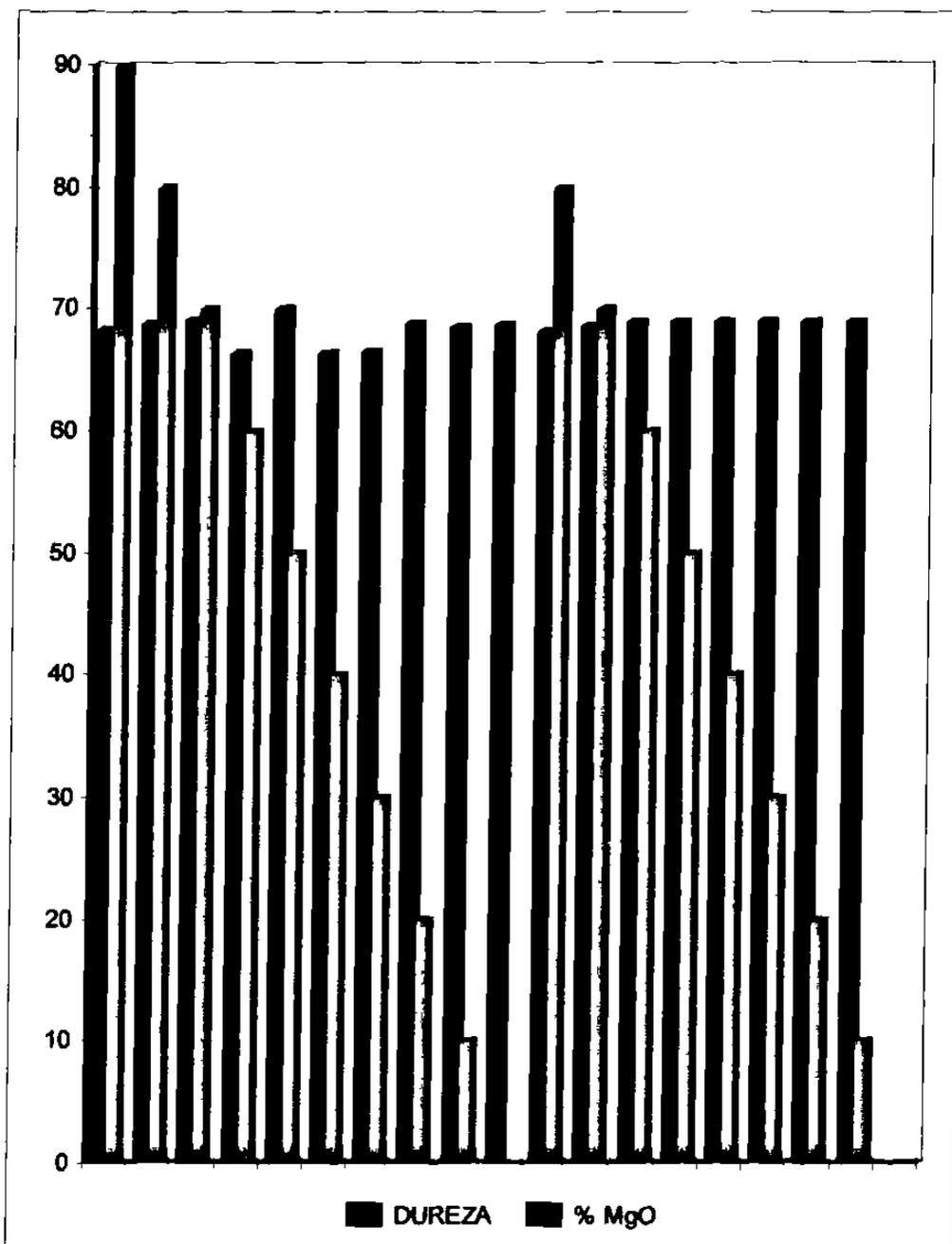


Fig.15. Gráfica obtenida con los datos de dureza de la tabla 5 y de composición de óxido de magnesio de muestras de la tabla 4

DUREZA: PROMEDIO ARITMÉTICO Y CONCENTRACIÓN
DE ESPINEL ($MgOAl_2O_3$)

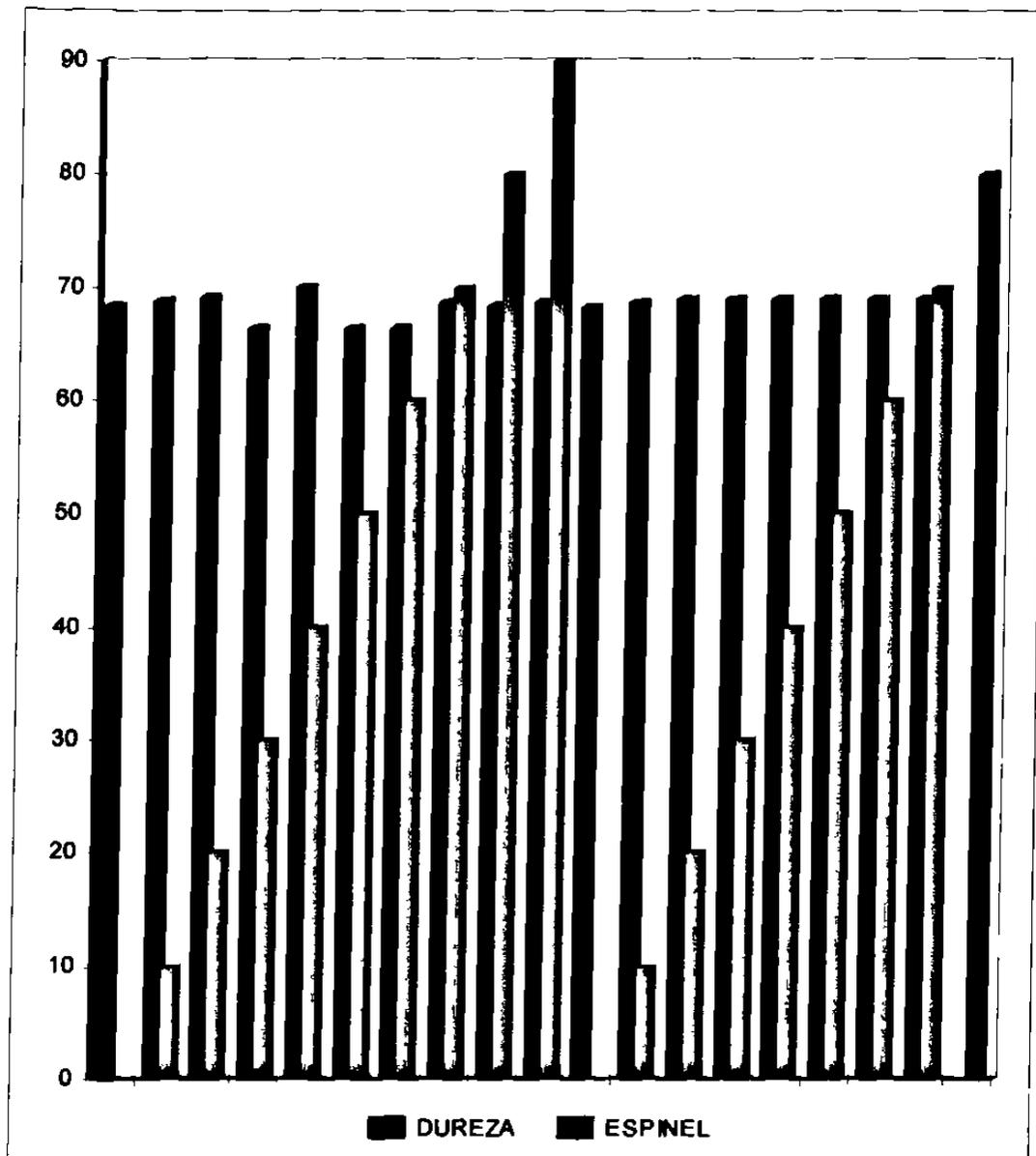


Fig. 16 Gráfica obtenida con los datos de dureza de la tabla 5 y de composición de espinel de la tabla 4

CAPÍTULO 7

CONCLUSIONES.

La diferencia obtenida entre números de dureza mayor y menor de cada muestra es de 0.8, la desviación estándar máxima es 0.372 y la mínima es cero. Lo anterior indica que la técnica o método para determinar dureza superficial Rockwell es apropiada para hacer mediciones en el tipo de materiales cerámicos objeto de estudio, puesto que existe repetibilidad y la aproximación de resultados es satisfactoria, factores que se requieren para selección del método.

En general se concluye que el método más confiable para determinar dureza a materiales como el de las muestras sometidas a prueba es el método de dureza superficial Rockwell. Este método supera a los otros métodos de prueba de dureza en su aplicación para estos materiales que tienen la característica de la porosidad y el color, y que presentan problemas de superficie irregular debido a la misma porosidad y que no son homogéneos cien por ciento.

Como conclusiones adicionales se observa que la variación en los intervalos considerados de algunos componentes no tiene influencia en la dureza del material, se observa que las muestras con mayor concentración de grafito tienen una dureza más consistente pero que no difiere demasiado de las que tienen menor concentración.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Zbigniew.D. Jastrzbski. Naturaleza y propiedades de los materiales para ingeniería. Segunda Edición 1976.
Editorial Interamericana. S.A. P.P 345
2. Kenneth. G. Budinski. Engineering Materials. Properties and Selección. Fifth Edition. Prentice Hall. Englewood Clifs, New Jersey, Culumbos Ohio. Año 1985 C.7.3 – P197.
3. Carlos Evaristo Esparza Garces. Modelo0 Térmico de la Fusión de MgO. En un horno de arco eléctrico. Tesis de Maestría U.A.N.L 1997
4. William D. Callister, Jr. Materials Science And Engineering An Introducción. Fourth Edición P.P. 13.2-374 1997.
5. Mario Alberto Gonzalez Garza. Obtención del Espinel. Utilizando microondas como fuente de energía Tesis de Maestría. U.A.N.L
6. James F. Shackelford. Ciencia de Materiales para ingenieros. Tercera Edición. Traducción al Español 1992 PP 8.1 – 380
7. Introducción a la Metalurgia Física. Sidney.H. Avner 1996
Segunda edición. Mc Graw Hill Book.Co. P.P.39
8. Oscar Díaz Toledo. Nuevo Desarrollo de Materiales a base de MgO. Espinel y Grafito. Tesis de Doctorado. U.A.N.L Julio 1995 P.P 18,19
9. Ana María Arato Tovar. Tesis de Doctorado U.A.N.L 2002.
10. Selene Berenice Salazar Rodriguez. Tesis de Maestría U.A.N.L. 1999.

LISTA DE TABLAS

TABLA	DESCRIPCIÓN	PÁGINA
1	Escala de dureza de Mohs	19
2	Escalas de dureza Rockwell	26
3	Composición química de cuatro tipos de espineles	40
4	Composición % en peso de material de muestras	42
5	Promedios y desviación estándar de durezas.	45

LISTA DE FIGURAS.

FIGURA	DESCRIPCIÓN	PÁGINA
1	Estructura del cristal de óxido de magnesio	9
2	Estructura cristalina del espinel	12
3	Formas polimórficas del carbono	14
4	Aparato escleroscopo	21
5	Esquema del indentador Rockwell	27
6	Esquema del indentador Brinell	29
7	Esquema del indentador Vickers	31
8	Esquema del funcionamiento aparato Vickers	32
9	Esquema del indentador Knoop.	33
10	Figura de las muestras mostrando la indentación	49
11	Fotografía amplificada de una muestra	50
12	Gráfica . Dureza .Máximos y Mínimos	51
13	Gráfica . Desviación estándar.Diferencial	52
14	Gráfica . Dureza y concentración de grafito.	53
15	Gráfica. Dureza y concentración de óxido de magn esio	54
16	Gráfica. Dureza y concentración de espinel	55

RESUMEN AUTOBIOGRÁFICO

DE

OSCAR MENDOZA GAMBOA

Candidato para el Grado de:

Maestro en Ciencias de la Ingeniería Mecánica, Especialidad en Materiales

Oscar Mendoza Gamboa nació en la ciudad Saltillo Coahuila México, el 18 de Septiembre de 1938. Obtuvo el título de Químico Industrial en la Facultad de Ciencias Químicas de la Universidad Autónoma de Coahuila, terminando su carrera en 1959.

En Octubre de 1959 ingresó a prestar sus servicios en la planta coquizadora de la empresa Altos Hornos de México. S.A. en la ciudad de Monclova Coahuila; donde ocupó diferentes puestos del organigrama prestando sus servicios hasta el año de 1991. Posteriormente fungió como asesor de plantas de subproductos de coquizadoras en el período 1994 a 1997 en la misma empresa.

En Septiembre de 1997 ingresa como maestro de asignatura a la Universidad Tecnológica de Coahuila. En Septiembre de 1998 inicia sus estudios de maestría en la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica División de Estudios de Postgrado de esta Universidad Autónoma de Nuevo León.

