

Caracterización metalográfica de aleaciones de zinc para la fabricación de pilas secas

J. Fuentes, J. Matutes, F. Cruz, A. Jenez, F. Martínez, B. Reyes;
M.C. Menéndez, A. Radillo, A. Serra y J. García
Departamento de Física de los Metales, Universidad de La Habana

RESUMEN

En el presente trabajo se caracteriza la estructura metalográfica y cristalina de aleaciones de zinc con adiciones de plomo y cadmio para electrodos de pilas secas por microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido y difracción de rayos X. Se determinan el tamaño de grano y la dureza Brinell de las aleaciones.

Las aleaciones de zinc cubanas estudiadas se fundieron en condiciones industriales y se comparan con aleaciones belgas.

ABSTRACT

In this work the metallographic and cristalline structures of alloys of zinc containing small additions of lead and cadmium for dry cells are characterized by optical microscopy, scanning electron microscopy and X-ray diffraction. The grain size and the Brinell hardness are determined.

The cuban zinc based alloys were melted in industrial conditions and compared with belgian alloys.

INTRODUCCIÓN

Para la elaboración de electrodos de pilas secas se utiliza una aleación de zinc con pequeñas adiciones de plomo y cadmio.

Estas aleaciones de zinc deben satisfacer determinadas exigencias de

carácter electroquímico y poseer una estructura y propiedades mecánicas apropiadas para someterlas al proceso de extrusión por impacto.

En este trabajo se presenta una caracterización de la estructura metalográfica y cristalina de aleaciones de zinc cubanas y belgas, junto con los resultados del análisis químico, determinación del tamaño de grano y ensayos de dureza Brinell.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

Se analizaron muestras cubanas y belgas mediante espectroscopía de absorción atómica utilizando un equipo Sp-9 de la Pie Unican. A las muestras se les determinó el por ciento del Pb, Cd, Fe, Co. Las muestras se disolvieron en HCl. Para el plomo se utilizó la línea de 248,3 nm, para el cadmio la línea de 228,8 nm, para el hierro la línea de 248,3 nm y para el cobalto la línea de 240,7 nm.

Los resultados del análisis químico se muestran en la tabla no. 1

TABLA 1

MUESTRA	Pb(% at)	Cd(% at)	Fe(% at)	Co(% at)
CUBA-1	0.17	0.013	0.0007	< 0.001
CUBA-2	0.19	0.013	0.0009	< 0.001
CUBA-3	0.38	0.016	0.0012	< 0.001
BELGA	0.17	0.016	0.0012	< 0.001

Cuba-1, Cuba-2 y Cuba-3 son muestras sacadas de la parte superior, medias e inferior del crisol respectivamente.

El análisis de composición para el hierro y el cobalto es necesario ya que estos elementos, en concentraciones por encima de determinado límite, empeoran las propiedades mecánicas de estas aleaciones.

Las microestructuras de las aleaciones se observaron en un microscopio óptico metalográfico Neophot-2.

Se determinó el número de tamaño de grano de las diferentes microestructuras según las normas soviéticas GOST 21073.0-75 y 21073.1-75. Esta última permite determinar el número de tamaño de grano por comparación visual con una carta patrón de microestructuras.

La dureza Brinell se determinó en un durrómetro WPM 300/270(vef) con una bola indentora de acero de 5 mm de diámetro y una carga de 250 Kfg aplicada durante 30 segundos (5/250/30).

Se obtuvieron imágenes de las microestructuras de diferentes muestras en un microscopio electrónico de barrido Hitachi H300 con aditamento de barrido \neq 3010, en régimen de electrones secundarios.

Se utilizó un difractómetro computarizado HZG-4A con radiación de cobre. Se determinaron las intensidades difractadas con un detector proporcional en el intervalo angular del ángulo 2θ desde 29° hasta 80° por un método gráfico y punto a punto.

3. RESULTADOS EXPERIMENTALES

En las fotos 1-4 se muestran las microestructuras, observadas en el microscopio óptico, de las muestras belga, Cuba-1, Cuba-2 y Cuba-3 respectivamente. En todos los casos se observan maclas y partículas presumiblemente ricas en plomo.

Las fotos 5-7 corresponden a una secuencia con diferentes aumentos de Cuba-1 donde pueden observarse maclas y partículas. Estas fotos se obtuvieron en el microscopio electrónico de barrido.

En la tabla número 2 se muestran los resultados de la determinación del número de la microestructura según las normas soviéticas GOST 21073.0-75 y GOST 21073.1-75 para aleaciones no ferrosas, así como el diámetro medio expresado en milímetros.

En la tabla 3 se muestran los resultados de la determinación de la dureza Brinell siguiendo la norma cubana NC 04-10. Un análisis estadístico de las mediciones de dureza utilizando la prueba de Fisher arrojó que todas las muestras poseen la misma desviación standard. Aplicando el criterio de t-Student se determinó que la dureza de las muestras cubanas es significativamente mayor que la dureza de las belgas con un nivel de confiabilidad del 90 %.

TABLA 2

MUESTRA	Número de la microestructura	Diámetro medio del grano (mm)
CUBANAS	6-8	0,044-0,022
BELGAS	5-8	0,062-0,022

TABLA 3

MUESTRA	Dureza Brinell HB (5/250/30)
CUBA-1	45,9 + 4,2
CUBA-2	42,7 + 3,2
CUBA-3	45,2 + 3,8
BELGA	40,0 + 2,3

Para la interpretación de los difractogramas experimentales se corrió el programa "Patrón" para el cálculo teórico de las intensidades y los ángulos

esperados para la red cristalina hexagonal compacta de una red sin textura. Los datos obtenidos por este programa se muestra en la tabla 4.

Los difractogramas se obtuvieron para dos posiciones relativas de la muestra: con la dirección de laminación paralela a la vertical del goniómetro y con la dirección de laminación perpendicular a la vertical del goniómetro.

Los resultados obtenidos en las mediciones con el difractómetro se muestran en la tabla 5 donde:

B	B: Belga
i	i: muestra
j	j:0=Belga
k	k: repetición de la medición
C	C: Cuba
i	i:1=Cuba-1, 2=Cuba-2, 3=Cuba-3
j	j: muestra
k	k: repetición

TABLA 4

PICO	(hkl)	Distancia interplanar (nm)	I/IPVO · 100
1	002	0,2473	37
2	100	0,2307	22
3	101	0,2091	100
4	012	0,1687	16
5	103	0,13417	24
6	110	0,13325	16
7	004	0,1236	4

4. CONCLUSIONES

- De la tabla 1 se concluye que las muestras CUBA-1 y CUBA-2 poseen composiciones químicas cercanas a la composición química de la muestra BELGA. CUBA-3 tiene un contenido de plomo mayor que la Belga.
- Las fotografías 1-7 evidencian la existencia de maclas en todas las muestras y partículas presumiblemente ricas en plomo.
- Se observó una mayor variación del número de la microestructura en las muestras belgas. Las muestras cubanas, en promedio, tienen un número de la microestructura mayor que las belgas o sea, un menor diámetro medio del grano (ver tabla 2).
- Comparando los resultados mostrados en las tablas 2 y 3 presumiblemente existe un aumento de la dureza con la disminución del tamaño de grano, tal como podría esperarse. Aunque lo anterior debe ser el factor determinante, pueden afectar otros factores, tales como las diferentes texturas de las muestras, etcétera en el aumento de la dureza.

- e. De los difractogramas se obtuvo evidencia sobre la existencia de textura cristalográfica en las muestras, ya que las mediciones paralela y perpendicular a la vertical del goniómetro no coinciden.
- f. Existe una gran variación en las posiciones angulares de las muestras cubanas, superior al rango de exactitud del difractómetro, lo cual confirma la inhomogeneidad en composición. Estas variaciones no se observan en las muestras belgas.

5. AGRADECIMIENTOS

El colectivo de autores de este trabajo desea expresar su reconocimiento al departamento de análisis químico del IMRE por la colaboración prestada en el análisis químico por espectroscopía de absorción atómica, al departamento de metalografía y al laboratorio de ensayos mecánicos del C.I.M.E. por la colaboración prestada en la determinación de dureza y número de la microestructura.

TABLA # 5

MUESTRA	1		2		3		4		5		6		7	
	0(Q)	I/I ₀												
B10	36,339	100	39,044	20,4	43,271	98,7	54,372	33,5	70,120	74,1	70,698	2,4	77,104	7,7
B20	36,335	97,4	36,036	14,7	43,264	100	54,366	15,3	70,116	24,6	70,672	4,7	77,081	5,5
BELGA														
B101	36,339	100	39,044	21,6	43,271	88,9	54,372	18,7						
B102	36,339	100	39,044	21,4	42,271	83,7	54,372	18,2	70,116	30,8	70,672	5,5	77,081	5,32
B20	36,335	100	39,036	18,1	43,264	87	54,366	15,1						
C10	36,395	80,5	39,120	20	43,332	100	54,444	19,1	70,186	29,1	70,745	11,5	77,149	4,5
C11	36,362	100	39,071	11,6	43,299	66,3	54,393	20,8	70,149	27,9	70,708	4,2	77,127	4,1
C12	36,358	100	39,073	17,6	43,299	61,6	54,399	27,5	70,140	27,3	70,702	3,4	77,116	3,1
CUB 1														
C10	36,406	88,8	39,119	24,1	43,337	100	54,445	19,9	70,186	34	70,740	13,4	77,150	4,5
C11	36,362	100	39,011	15,4	43,299	60,4	54,393	20,9	70,149	40,1	70,708	3,3	77,127	7
C12	33,358	100	39,073	24,6	43,299	98	54,399	35	70,140	54,5	70,702	5,5	77,116	5,5
C20	36,381	100	39,091	22	43,312	97,6	54,410	28,1	70,165	66,1	70,721	10,9	77,120	10,2
C21	36,403	92,4	39,113	22,2	43,333	100	54,432	27,5	70,182	37,7	70,746	5,8	77,157	4,8
C22	36,356	100	39,054	29,2	43,285	95	54,383	44,6	70,132	66	70,688	19,3	77,102	6
CUB 2														
C201	36,383	68,2	39,082	19,6	43,312	100	54,410	24,2	70,165	41,7	70,721	6,1	77,120	10,2
C202	36,386	62,9	39,082	18,4	43,312	100	54,410	26,1	70,165	40,9	70,721	7	77,120	6,9
C21	36,403	67	39,113	23	43,333	100	54,432	20,3	70,182	35,4	70,746	9	77,151	4,8
C22	36,356	95	39,054	21	43,299	100	54,383	33	70,132	58	70,688	16,4	77,102	9,1
C301	36,373	45	39,120	19	43,344	100	54,439	21,8	70,185	26,7	70,747	7,5	77,128	1,5
C302	36,393	44,6	39,120	19,3	43,344	100	54,439	21,5	70,185	26,3	70,747	7,1	77,128	1,8
C31	36,344	89,9	39,055	17,1	43,284	100	54,380	25,5	70,135	40,2	70,691	7,4	77,107	5
C32	36,399	100	39,102	13	43,331	99,7	54,434	21,3	70,181	32,7	70,732	8,7	77,149	6,6
CUB 3														
C301	36,393	37,1	39,118	21,7	43,344	100	54,439	17,6	70,185	26,4	70,747	8,3	77,128	2,7
C302	36,393	40,2	39,131	21,1	43,344	100	54,439	18	70,185	26	70,747	9,2	77,128	2,4
C31	36,344	97,4	39,055	17,3	43,284	100	54,380	27,2	70,135	49,3	70,691	5,5	77,107	4,5
C32	36,399	100	39,102	10,7	43,331	95,2	54,434	19,0	70,181	30	70,732	8,2	77,149	5,2

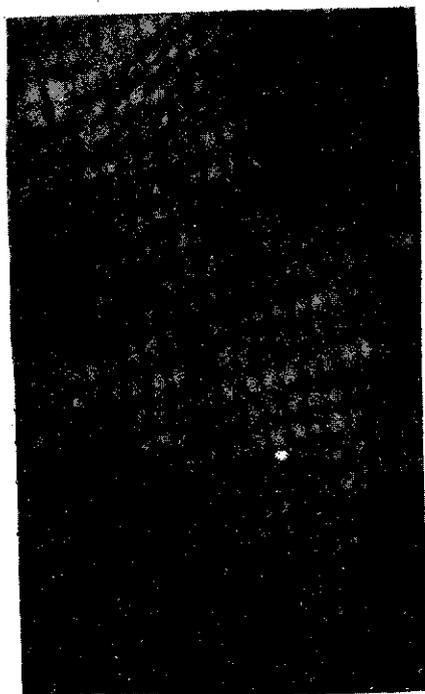


BELGA. AUMENTO: 170
FOTO 1



CUBA-1. AUMENTO: 170
FOTO 2

CUBA-2. AUMENTO: 1-70
FOTO 3



CUBA-3. AUMENTO: 170
FOTO 4





CUBA-1
AUMENTO:
900
FOTO 5



CUBA-1
AUMENTO:
3600
FOTO 6



CUBA-1
AUMENTO:
1800
FOTO 7

6. BIBLIOGRAFÍA

1. Meeus, Marcel L. et al
Metallurgical, structure and electrochemical factors influencing the production of optimal zinc cans for leclanche dry cells by impact extrusion. Metallurgie Hoboken-Overpelt. Hoboken, Belgium.
2. Cruz G., Francisco; J. Serra y Manuel Antón L.
Programa Patrón.
Revista cubana de física (entrega para su publicación)
3. Norma cubana de ensayos de dureza Brinell en materiales metálicos (nc 04-10).
4. Normas soviéticas para la determinación del tamaño de grano (Gost 21073.0-75 y Gost 21073.1-75).

Parai-Kochic, M.A.

Curso Práctico de Análisis Estructural por Rayos-X Tomo 2, M.G.U.
1960. (Edición en Ruso).