

Trabajo Fin de Grado  
Grado en Ingeniería Aeroespacial

**Análisis y caracterización de polvos de partida  
empleados en la fabricación de TMCs**

Autor: Eduardo José Morales Calero  
Tutores: Dra. Cristina M. Arévalo Mora  
Dra. Eva María Pérez Soriano

Departamento de Ingeniería y Ciencia de los  
Materiales y del Transporte  
Escuela Técnica Superior de Ingeniería  
Universidad de Sevilla

Sevilla, 2018





Trabajo Fin de Grado  
Grado en Ingeniería Aeroespacial

# **Análisis y caracterización de polvos de partida empleados en la fabricación de TMCs**

Autor:

Eduardo José Morales Calero

Tutores:

Dra. Cristina M<sup>a</sup> Arévalo Mora  
Profesora Contratada Doctora

Dra. Eva María Pérez Soriano  
Profesora Sustituto Interino

Departamento de Ingeniería y Ciencia de los Materiales y del Transporte

Escuela Técnica Superior de Ingeniería

Universidad de Sevilla

Sevilla, 2018



Proyecto Fin de Grado: Análisis y caracterización de polvos de partida empleados en la fabricación de TMCs

Autor: Eduardo José Morales Calero  
Tutores: Dra. Cristina M<sup>a</sup> Arévalo Mora  
Dra. Eva María Pérez Soriano

El tribunal nombrado para juzgar el Proyecto arriba indicado, compuesto por los siguientes miembros:

Presidente:

Vocales:

Secretario:

Acuerdan otorgarle la calificación de:

Sevilla, 2018

El Secretario del Tribunal



# Agradecimientos

---

*Este proyecto simboliza el final de una etapa. Una etapa cargada de obstáculos, de dificultades, de piedras en el camino y de retos constantes. Una etapa que comenzó hace siete años y que pensé que nunca llegaría a su fin, pero ese fin ha llegado. No todo han sido dificultades, la he disfrutado al máximo, aprendiendo cada día de las personas que me rodeaban y que me han acompañado durante todo el camino o durante algún tramo de él, y por ello quería darle las gracias en este documento.*

*A mis padres, María José y José Manuel, por ser apoyo incesante desde la distancia. Ellos me han dado todo lo que tengo y me han convertido en todo lo que soy. Ni en un millón de vidas se puede agradecer lo que han hecho, lo que siguen haciendo y lo que seguramente harán para que yo consiga todo aquello que me proponga. Un día escuché: “El amor de unos padres es el combustible que hace que consigas las cosas imposibles”. Cuánta razón tenía, mis logros siempre serán los vuestros.*

*A mis hermanos: María Isabel, José Luis y María Luisa; por no dejarme caer, apoyarme en mis peores momentos y por confiar en mí aun siendo difícil. Porque ellos me han enseñado el valor de una familia unida, porque somos una piña y seguiremos unidos. Sin vosotros el camino hubiese sido muchísimo más difícil.*

*A mi familia, mención especial a mi tita María Teresa y mis primos Julián y María Teresa, por todas las llamadas de apoyo, por los buenos momentos y por los no tan buenos. Gracias por tanto sin pedir nada a cambio, esto sin duda es también gracias a vosotros.*

*Quiero y debo hacer mención de alguien especial, Sete, una persona que me ha acompañado durante casi todo el camino; me obligó a creer en mis posibilidades y en mis virtudes cuando todo parecía que se desvanecía y fue pilar básico en mi trayectoria. Hoy es un día muy especial para mí, y ella tiene mucha culpa de que yo haya llegado hasta aquí.*

*A mis compañeros de piso, Juan Carlos y David, por aguantarme durante todos estos años.*

*A mis amigos, y si con mi familia me siento afortunado, aquí puedo decir que no puedo tener más suerte. A Claveles Rojos, P.Il capo, a mis nenes, Conorbello, Ci no ha cenato, etc. Por darme vida y ser parte de esta etapa tan bonita que llega a su fin.*

*Gracias a mis profesoras del trabajo fin de grado sobre todo por comprenderme y por la paciencia que habéis tenido conmigo. Gracias a vosotras he adquirido muchos conocimientos nuevos para mí.*

*Para terminar, dejaré lo más importante, a mi Abuelo Luis, en paz descanse, por inculcarme los valores necesarios y por ser la vela que nunca se apaga de esta familia. Desde el cielo seguro que hoy sonríes como siempre o como nunca.*

*Gracias a todo los que habéis compartido un trozo de mi camino y lo habéis hecho más bonito. Un camino que no olvidaré y que enlaza con muchos otros por descubrir.*





# Resumen

---

Dentro de las tecnologías existentes para el procesado del metal, se encuentra la pulvimetalurgia. El área pulvimetalúrgica está creciendo y remplazando métodos tradicionales de conformar metales debido al uso de operaciones automatizadas con consumo de energía bajo, alto uso de materiales y bajo costo económico. Esta técnica tiene entre sus objetivos crear nuevos materiales compuestos que mejoren las propiedades de los materiales existente, logrando así una mejora notable en el rendimiento de cada material por sí solo.

Actualmente, con el fin de obtener una mayor reducción de peso y unas mejores propiedades, se comienza a usar materiales compuestos. Estos combinan las propiedades de aquellos materiales que lo forman. Dadas las buenas propiedades que presenta el titanio, se comienza una búsqueda de materiales compuestos con matriz metálica de titanio; los llamados TMCs.

Una vez decidido el tipo de material compuesto que se va a estudiar, material compuesto con matriz de titanio, se van a analizar distintas muestras de polvos de partida de materiales. Entre los polvos de partida a analizar se pueden encontrar tanto polvos para la matriz, como intermetálicos y también refuerzos cerámicos, con el objetivo de determinar qué nuevos compuestos se pueden conseguir.

Los polvos de partida quedarán caracterizados mediante difracción láser y microscopía óptica SEM con el objeto de conocer su distribución de tamaño de partícula y su morfología.

En resumen, este proyecto tiene como objetivo la obtención final de nuevos materiales compuestos con matriz de titanio analizando mediante difracción láser y microscopía óptica de cada material por separado.

Las conclusiones obtenidas servirán a la empresa austriaca RHP-Technology GmbH (Instituto Tecnológico de Austria, AIT, Seibersdorf) como punto de partida en la optimización de los parámetros de fabricación que permitan la obtención un material con buenas propiedades para la industria aeroespacial.



# Abstract

---

The powder metallurgy is a technology which is used to metal processing. This technology is growing and replacing traditional methods because of their automated operations with low energy consumption, high use of materials and low economic cost. This technology has between his aims, create new composites that improve the properties of materials, achieving a great improvement in the performance of each material alone.

Nowadays in the aerospace industry, the use of composite materials is at the forefront of the challenge to obtain a greater reduction of weight and better properties of the materials used. This is due to fact that they combine the properties of those who form it.

When it is decided the type of composite which will be studied, TMCs in this case, the different material powders will be analysed. Between the powders, there are matrix powders, intermetallics powders and ceramics reinforcement powders.

The powders will be defined by the laser diffraction and the optical microscopy SEM in order to know their particle size distribution and their morphology.

To conclude, this project takes as an aim the final obtaining of new materials composed with titanium matrix analyzing by means of diffraction of beams laser and optical microscopy of every material.

The results obtained will be the starting point in the optimization of the manufacturing parameters that the Austrian company “RHP-Technology GmbH (Austrian Technological Institute, AIT, Seibersdorf)” will use to obtain a material with good properties for the aerospace industry.



# Índice

|   |           |
|---|-----------|
| AGRADECIMIENTOS .....   | VII       |
| RESUMEN .....   | IX        |
| ABSTRACT .....  | XI        |
| ÍNDICE.....   | XIII      |
| ÍNDICE DE TABLAS.....   | XVII      |
| ÍNDICE DE ILUSTRACIONES .....                                       | XIX       |
| <b>1 INTRODUCCIÓN .....</b>   | <b>1</b>  |
| <b>2 ESTADO DEL ARTE.....</b>                                       | <b>3</b>  |
| 2.1 PULVIMETALURGIA .....   | 3         |
| 2.1.1 Obtención y producción de polvos .....                        | 3         |
| 2.1.2 Mezcla de polvos.....   | 5         |
| 2.1.3 Compactación de polvos.....                                   | 5         |
| 2.1.4 Sinterizado .....   | 6         |
| 2.1.5 Ventajas e Inconvenientes.....                                | 7         |
| 2.2 IMPORTANCIA DEL TAMAÑO DE PARTÍCULA.....                        | 7         |
| <b>3 MOTIVACIÓN Y OBJETIVOS .....</b>                               | <b>9</b>  |
| <b>4 MATERIALES COMPUESTOS DE MATRIZ TI .....</b>                   | <b>11</b> |
| 4.1 TIPOS DE MATERIALES COMPUESTOS RESULTANTES .....                | 11        |
| 4.2 RHP-TECHNOLOGY .....  | 11        |
| 4.3 TÉCNICAS UTILIZADAS PARA LA OBTENCIÓN DE DICHS MATERIALES ..... | 11        |
| 4.3.1 Direct Hot Pressing (dHP).....                                | 11        |
| 4.3.2 Inductive Hot Pressing (IHP) .....                            | 12        |
| 4.3.3 Rapid Sinter Pressing (RSP).....                              | 12        |
| <b>5 MATERIALES.....</b>  | <b>15</b> |
| 5.1 MATRIZ .....  | 15        |
| 5.1.1 Titanio .....   | 15        |
| 5.1.2 Aleación Ti-6Al-4V (Ti64).....                                | 19        |
| 5.2 INTERMETÁLICOS.....   | 20        |
| 5.2.1 Titanio+Silicio (Ti+Si).....                                  | 21        |
| 5.2.2 Compuesto intermetálico TiAl .....                            | 22        |
| 5.2.3 Titanio + Aluminio (Ti+Al).....                               | 22        |
| 5.3 REFUERZOS.....  | 23        |
| 5.3.1 Dboruro de titanio (TiB <sub>2</sub> ).....                   | 23        |
| 5.3.2 Carburo de Titanio (TiC) .....                                | 24        |
| 5.3.3 Nitruro de Titanio (TiN) .....                                | 25        |
| 5.3.4 Aluminio (Al) .....   | 26        |
| 5.3.5 Carburo de boro (B <sub>4</sub> C) .....                      | 28        |
| 5.3.6 Nitruro de Boro policristalino (cBN) .....                    | 29        |

|          |   |           |
|----------|---|-----------|
| 5.3.7    | <i>Diamante (Dia)</i> .....                                       | 29        |
| 5.3.8    | <i>Hexaboruro de silicio (SiB<sub>6</sub>)</i> .....              | 31        |
| <b>6</b> | <b>PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL</b> .....                           | <b>33</b> |
| 6.1      | GRANULOMETRÍA POR DIFRACCIÓN LÁSER .....                          | 33        |
|          | <i>Principios</i> .....   | 34        |
| 6.1.1    | <i>Propiedades ópticas</i> .....                                  | 34        |
| 6.1.2    | <i>Aglomeraciones en la muestra</i> .....                         | 34        |
| 6.1.3    | <i>Multiple Light Scattering (Niebla Iluminada)</i> .....         | 35        |
| 6.1.4    | <i>Mastersizer 2000</i> .....                                     | 35        |
| 6.2      | LA MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO SEM .....                   | 37        |
| 6.2.1    | <i>Concepto y usos</i> .....                                      | 37        |
| 6.2.2    | <i>Morfología</i> .....   | 37        |
| 6.2.3    | <i>Composición</i> .....  | 38        |
| 6.2.4    | <i>Aplicaciones prácticas en materiales de construcción</i> ..... | 38        |
| <b>7</b> | <b>RESULTADOS</b> .....   | <b>39</b> |
| 7.1      | TITANIO (AP&C) .....  | 43        |
| 7.1.1    | <i>Fabricante-Empresa</i> .....                                   | 43        |
| 7.1.2    | <i>Granulometría</i> .....  | 43        |
| 7.1.3    | <i>Microscopía SEM</i> .....                                      | 44        |
| 7.2      | TI6AL4V (AP&C) .....  | 46        |
| 7.2.1    | <i>Fabricante-Empresa</i> .....                                   | 46        |
| 7.2.2    | <i>Granulometría</i> .....  | 46        |
| 7.2.3    | <i>Microscopía SEM</i> .....                                      | 47        |
| 7.3      | TI6AL4V (TLS) .....   | 49        |
| 7.3.1    | <i>Fabricante-Empresa</i> .....                                   | 49        |
| 7.3.2    | <i>Granulometría</i> .....  | 49        |
| 7.3.3    | <i>Microscopía SEM</i> .....                                      | 50        |
| 7.4      | TITANIO + ALUMINIO (Ti+Al) .....                                  | 53        |
| 7.4.1    | <i>Fabricante-Empresa</i> .....                                   | 53        |
| 7.4.2    | <i>Granulometría</i> .....  | 53        |
| 7.4.3    | <i>Microscopía SEM</i> .....                                      | 54        |
| 7.5      | INTERMETÁLICO TiAl (TLS) .....                                    | 56        |
| 7.5.1    | <i>Fabricante-Empresa</i> .....                                   | 56        |
| 7.5.2    | <i>Granulometría</i> .....  | 56        |
| 7.5.3    | <i>Microscopía SEM</i> .....                                      | 57        |
| 7.6      | TITANIO+SILICIO (Ti+Si) .....                                     | 59        |
| 7.6.1    | <i>Granulometría</i> .....  | 59        |
| 7.6.2    | <i>Microscopía SEM</i> .....                                      | 60        |
| 7.7      | BORURO DE TITANIO (TiB <sub>2</sub> ) .....                       | 63        |
| 7.7.1    | <i>Fabricante-Empresa</i> .....                                   | 63        |
| 7.7.2    | <i>Granulometría</i> .....  | 63        |
| 7.7.3    | <i>Microscopía SEM</i> .....                                      | 64        |
| 7.8      | CARBURO DE TITANIO (TiC) .....                                    | 66        |
| 7.8.1    | <i>Fabricante-Empresa</i> .....                                   | 66        |
| 7.8.2    | <i>Granulometría</i> .....  | 66        |
| 7.8.3    | <i>Microscopía SEM</i> .....                                      | 67        |
| 7.9      | NITRURO DE TITANIO (TiN) .....                                    | 69        |
| 7.9.1    | <i>Fabricante-Empresa</i> .....                                   | 69        |
| 7.9.2    | <i>Granulometría</i> .....  | 69        |
| 7.9.3    | <i>Microscopía SEM</i> .....                                      | 70        |
| 7.10     | ALUMINIO (Al) .....   | 72        |
| 7.10.1   | <i>Fabricante-Empresa</i> .....                                   | 72        |
| 7.10.2   | <i>Granulometría</i> .....  | 72        |
| 7.10.3   | <i>Microscopía SEM</i> .....                                      | 73        |
| 7.11     | CARBURO DE BORO (B <sub>4</sub> C) F220 .....                     | 74        |

|           |  |           |
|-----------|--|-----------|
| 7.11.1    | <i>Fabricante-Empresa</i> .....                | 74        |
| 7.11.2    | <i>Granulometría</i> .....                     | 74        |
| 7.11.3    | <i>Microscopía SEM</i> .....                   | 75        |
| 7.12      | CARBURO DE BORO (B <sub>4</sub> C) F400 .....  | 77        |
| 7.12.1    | <i>Fabricante-Empresa</i> .....                | 77        |
| 7.12.2    | <i>Granulometría</i> .....                     | 77        |
| 7.12.3    | <i>Microscopía SEM</i> .....                   | 78        |
| 7.13      | NITRURO DE BORO CÚBICO (cBN).....              | 80        |
| 7.13.1    | <i>Fabricante-Empresa</i> .....                | 80        |
| 7.13.2    | <i>Granulometría</i> .....                     | 80        |
| 7.13.3    | <i>Microscopía SEM</i> .....                   | 81        |
| 7.14      | DIAMANTE (DIA) .....                           | 83        |
| 7.14.1    | <i>Fabricante-Empresa</i> .....                | 83        |
| 7.14.2    | <i>Granulometría</i> .....                     | 83        |
| 7.14.3    | <i>Microscopía SEM</i> .....                   | 84        |
| 7.15      | HEXABORURO DE SILICIO (SiB <sub>6</sub> )..... | 86        |
| 7.15.1    | <i>Fabricante-Empresa</i> .....                | 86        |
| 7.15.2    | <i>Granulometría</i> .....                     | 86        |
| 7.15.3    | <i>Microscopía SEM</i> .....                   | 87        |
| <b>8</b>  | <b>DISCUSIÓN</b> .....                         | <b>89</b> |
| <b>9</b>  | <b>CONCLUSIONES</b> .....                      | <b>93</b> |
| <b>10</b> | <b>TRABAJO FUTURO</b> .....                    | <b>95</b> |
| <b>11</b> | <b>BIBLIOGRAFÍA</b> .....                      | <b>97</b> |





# Índice de tablas

---

|  |    |
|--|----|
| Tabla 1: Ventajas e Inconvenientes de la Pulvimetalurgia .....           | 7  |
| Tabla 2: Direct Hot Pressing .....                                       | 12 |
| Tabla 3: Inductive Hot Pressing .....                                    | 12 |
| Tabla 4: Rapid Sinter Pressing .....                                     | 13 |
| Tabla 5: Propiedades del Titanio 1.1 .....                               | 15 |
| Tabla 6: Propiedades del Titanio 1.2 .....                               | 16 |
| Tabla 7: Tecnologías emergentes en la producción de Titanio.....         | 18 |
| Tabla 8: Composiciones aleación Ti64 .....                               | 19 |
| Tabla 9: Propiedades mecánicas Ti64 .....                                | 20 |
| Tabla 10: Comparación Titanio-Silicio .....                              | 21 |
| Tabla 11: Comparación Titanio-Aluminio 1.1 .....                         | 22 |
| Tabla 12: Comparación Titanio-Aluminio 1.2 .....                         | 23 |
| Tabla 13: Propiedades del TiB <sub>2</sub> .....                         | 23 |
| Tabla 14: Propiedades del TiC.....                                       | 25 |
| Tabla 15: Propiedades del TiN .....                                      | 26 |
| Tabla 16: Propiedades del aluminio .....                                 | 27 |
| Tabla 17: Propiedades del B <sub>4</sub> C .....                         | 28 |
| Tabla 18: Propiedades del cBN.....                                       | 29 |
| Tabla 19: Propiedades del Diamante .....                                 | 30 |
| Tabla 20: Datos característicos del polvo de Titanio (AP&C) .....        | 43 |
| Tabla 21: Datos característicos del polvo de Ti64 (AP&C) .....           | 46 |
| Tabla 22: Datos característicos del Ti64 (TLS).....                      | 50 |
| Tabla 23: Datos característicos del polvo de Ti+Al .....                 | 53 |
| Tabla 24: Datos característicos del polvo del intermetálico TiAl.....    | 56 |
| Tabla 25: Datos característicos del Ti+Si.....                           | 59 |
| Tabla 26: Datos característicos del polvo de TiB <sub>2</sub> .....      | 63 |
| Tabla 27: Datos característicos del polvo de TiC .....                   | 66 |
| Tabla 28: Datos característicos del polvo de TiN.....                    | 69 |
| Tabla 29: Datos característicos del polvo de aluminio.....               | 72 |
| Tabla 30: Datos característicos del polvo de B <sub>4</sub> C F220 ..... | 74 |

|  |    |
|--|----|
| Tabla 31: Datos característicos del polvo de B <sub>4</sub> C F400 ..... | 77 |
| Tabla 32: Datos característicos del polvo de cBN.....                    | 80 |
| Tabla 33: Datos característicos del polvo de diamante .....              | 83 |
| Tabla 34: Datos característicos del polvo de SiB <sub>6</sub> .....      | 86 |
| Tabla 35: Morfología de las distintas muestras .....                     | 89 |
| Tabla 36: Datos característicos de las muestras.....                     | 90 |
| Tabla 37: Materiales compuestos con matriz de Titanio a fabricar.....    | 91 |

# Índice de ilustraciones

---

|   |    |
|---|----|
| Ilustración 1: Pulvimetalurgia .....  | 3  |
| Ilustración 2: Polvo de titanio .....   | 4  |
| Ilustración 3: Proceso de Atomización.....  | 4  |
| Ilustración 4: Electrólisis del Cobre.....  | 5  |
| Ilustración 5: Compactación de Polvos .....   | 6  |
| Ilustración 6: Piezas fabricadas por pulvimetalurgia.....                               | 9  |
| Ilustración 7: Método de difracción láser.....  | 33 |
| Ilustración 8: Difracción láser .....   | 34 |
| Ilustración 9: Ejemplo de medición con aglomeraciones.....                              | 35 |
| Ilustración 10: Fenómeno de Niebla iluminada .....                                      | 35 |
| Ilustración 11: Equipo Mastersizer 2000.....  | 36 |
| Ilustración 12: Microscopio óptico SEM .....  | 37 |
| Ilustración 13: Diámetros característicos (Eje x).....                                  | 40 |
| Ilustración 14: Morfología esférica ( <i>Polvo de Titanio a 500x Aumentos</i> ) .....   | 40 |
| Ilustración 15: Morfología Facetada ( <i>Polvo de Diamante a 1000x Aumentos</i> ).....  | 41 |
| Ilustración 16: Morfología irregular ( <i>Polvo de Aluminio a 500x Aumentos</i> ) ..... | 41 |
| Ilustración 17: Morfología dendrítica ( <i>Polvo de Cobre a 2000x Aumentos</i> ).....   | 42 |
| Ilustración 18: Morfología de bastones ( <i>Polvo de CF a 2000x Aumentos</i> ) .....    | 42 |
| Ilustración 19: Gráfica Volumen-Tamaño partícula Titanio.....                           | 43 |
| Ilustración 20: Polvo de Titanio 200x aumentos .....                                    | 44 |
| Ilustración 21: Polvo de Titanio 500x aumentos .....                                    | 44 |
| Ilustración 22: Polvo de Titanio 1000x aumentos .....                                   | 45 |
| Ilustración 23: Polvo de Titanio.....   | 45 |
| Ilustración 24: Gráfica Volumen-Tamaño partícula Ti64 (AP&C) .....                      | 46 |
| Ilustración 25: Polvo de Ti64(AP&C) 200x aumentos .....                                 | 47 |
| Ilustración 26: Polvo de Ti64(AP&C) 500x aumentos .....                                 | 47 |
| Ilustración 27: Polvo de Ti64(AP&C) 1000x aumentos .....                                | 48 |
| Ilustración 28: Polvo de Ti64(AP&C) 2000x aumentos .....                                | 48 |
| Ilustración 29: Gráfica Volumen-Tamaño partícula Ti64 (TLS) .....                       | 49 |
| Ilustración 30: Polvo de Ti64(TLS) 200x aumentos .....                                  | 50 |

|   |    |
|---|----|
| Ilustración 31: Polvo de Ti64(TLS) 500x aumentos .....                      | 51 |
| Ilustración 32: Polvo de Ti64(TLS) 1000x aumentos .....                     | 51 |
| Ilustración 33: Polvo de Ti64(TLS).....                                     | 52 |
| Ilustración 34: Gráfica Volumen-Tamaño partícula Ti+Al .....                | 53 |
| Ilustración 35: Polvo de Ti+Al 200x aumentos .....                          | 54 |
| Ilustración 36: Polvo de Ti+Al 500x aumentos .....                          | 54 |
| Ilustración 37: Polvo de Ti+Al 1000x aumentos .....                         | 55 |
| Ilustración 38: Polvo de Ti+Al 2000x aumentos .....                         | 55 |
| Ilustración 39: Gráfica Volumen-Tamaño partícula Intermetálico TiAl .....   | 56 |
| Ilustración 40: Polvo de Intermetálico TiAl 200x aumentos .....             | 57 |
| Ilustración 41: Polvo de Intermetálico TiAl 500x aumentos .....             | 57 |
| Ilustración 42: Polvo de Intermetálico TiAl 1000x aumentos .....            | 58 |
| Ilustración 43: Polvo de Intermetálico TiAl.....                            | 58 |
| Ilustración 44: Gráfica Volumen-Tamaño partícula Ti+Si .....                | 59 |
| Ilustración 45: Polvo de Ti+Si 200x aumentos.....                           | 60 |
| Ilustración 46: Polvo de Ti+Si 500x aumentos.....                           | 60 |
| Ilustración 47: Polvo de Ti+Si 1000x aumentos.....                          | 61 |
| Ilustración 48: Polvo de Ti+Si 2000x aumentos.....                          | 61 |
| Ilustración 49: Polvo de Ti+Si 4000x aumentos.....                          | 62 |
| Ilustración 50: Gráfica Volumen-Tamaño partícula TiB <sub>2</sub> .....     | 63 |
| Ilustración 51: Polvo de TiB <sub>2</sub> 200x aumentos .....               | 64 |
| Ilustración 52: Polvo de TiB <sub>2</sub> 500x aumentos .....               | 64 |
| Ilustración 53: Polvo de TiB <sub>2</sub> 1000x aumentos .....              | 65 |
| Ilustración 54: Polvo de TiB <sub>2</sub> 2000x aumentos .....              | 65 |
| Ilustración 55: Gráfica Volumen-Tamaño partícula TiC .....                  | 66 |
| Ilustración 56: Polvo de TiC 200x aumentos.....                             | 67 |
| Ilustración 57: Polvo de TiC 500x aumentos.....                             | 67 |
| Ilustración 58: Polvo de TiC 1000x aumentos.....                            | 68 |
| Ilustración 59: Polvo de TiC 2000x aumentos.....                            | 68 |
| Ilustración 60: Gráfica Volumen-Tamaño partícula TiN.....                   | 69 |
| Ilustración 61: Polvo de TiN 500x aumentos.....                             | 70 |
| Ilustración 62: Polvo de TiN 1000x aumentos .....                           | 70 |
| Ilustración 63: Polvo de TiN 2000x aumentos .....                           | 71 |
| Ilustración 64: Gráfica Volumen-Tamaño partícula Aluminio.....              | 72 |
| Ilustración 65: Polvo de Aluminio.....                                      | 73 |
| Ilustración 66: Gráfica Volumen-Tamaño partícula B <sub>4</sub> C F220..... | 74 |
| Ilustración 67: Polvo de B <sub>4</sub> C F220 200x aumentos.....           | 75 |

|   |    |
|---|----|
| Ilustración 68: Polvo de B <sub>4</sub> C F220 500x aumentos.....           | 75 |
| Ilustración 69: Polvo de B <sub>4</sub> C F220 1000x aumentos.....          | 76 |
| Ilustración 70: Polvo de B <sub>4</sub> C F220 2000x aumentos.....          | 76 |
| Ilustración 71: Gráfica Volumen-Tamaño partícula B <sub>4</sub> C F400..... | 77 |
| Ilustración 72: Polvo de B <sub>4</sub> C F400 200x aumentos.....           | 78 |
| Ilustración 73: Polvo de B <sub>4</sub> C F400 500x aumentos.....           | 78 |
| Ilustración 74: Polvo de B <sub>4</sub> C F400 1000x aumentos.....          | 79 |
| Ilustración 75: Polvo de B <sub>4</sub> C F400 2000x aumentos.....          | 79 |
| Ilustración 76: Gráfica Volumen-Tamaño partícula cBN.....                   | 80 |
| Ilustración 77: Polvo de cBN 200x aumentos.....                             | 81 |
| Ilustración 78: Polvo de cBN 500x aumentos.....                             | 81 |
| Ilustración 79: Polvo de cBN 1000x aumentos.....                            | 82 |
| Ilustración 80: Polvo de cBN 2000x aumentos.....                            | 82 |
| Ilustración 81: Gráfica Volumen-Tamaño partícula Diamante.....              | 83 |
| Ilustración 82: Polvo de Diamante 200x aumentos.....                        | 84 |
| Ilustración 83: Polvo de Diamante 500x aumentos.....                        | 84 |
| Ilustración 84: Polvo de Diamante 1000x aumentos.....                       | 85 |
| Ilustración 85: Polvo de Diamante 2000x aumentos.....                       | 85 |
| Ilustración 86: Gráfica Volumen-Tamaño partícula SiB <sub>6</sub> .....     | 86 |
| Ilustración 87: Polvo de SiB <sub>6</sub> 200x aumentos.....                | 87 |
| Ilustración 88: Polvo de SiB <sub>6</sub> 500x aumentos.....                | 87 |
| Ilustración 89: Polvo de SiB <sub>6</sub> 1000x aumentos.....               | 88 |
| Ilustración 90: Polvo de SiB <sub>6</sub> 2000x aumentos.....               | 88 |
| Ilustración 91: Cantidades de producción de polvos.....                     | 92 |



# 1 INTRODUCCIÓN

---

Dentro de las diferentes tecnologías existentes para el procesado del metal, la Pulvimetalurgia (PM) podría ser la que más se diferencia de las demás. Uno de los grandes atractivos de dicha tecnología es la capacidad de fabricar piezas de forma compleja con tolerancias excelentes y de alta calidad, todo esto a un precio aceptable. Para resumir esta tecnología, la PM recibe los polvos metálicos con diferentes características, tamaño, dureza y aglomeraciones para la creación de un nuevo material con las propiedades que se deseen. El procedimiento incluye la compactación del polvo y la unión termal mediante la sinterización.

El área pulvimetalúrgica está creciendo y remplazando métodos tradicionales de conformar metales debido al uso de operaciones automatizadas con consumo de energía bajo, alto uso de materiales y bajo costo económico. Si a estas características se le suma la flexibilidad del proceso de manufactura capaz de entregar un amplio rango de nuevos materiales, microestructuras y propiedades, hace de la PM una tecnología con un gran potencial, con horizonte amplio en el campo del procesamiento de los materiales ya sea químico, tratamiento térmico o en la mencionada microestructura. Si bien es verdad que esta tecnología tiene gran capacidad de crecimiento, el estudio para su desarrollo es bastante complejo.

Como es de imaginar, las aplicaciones de la pulvimetalurgia son bastantes amplias, por ejemplo: restauraciones dentales, engranajes de transmisión de automóviles y por supuesto, componentes para aeronaves.

Hablando un poco de historia, el uso de los primeros polvos metálicos se encuentra en diversos lugares. Polvos de oro fueron fusionados sobre joyas por los Incas; por otro lado, los egipcios utilizaron polvos de acero en el año 3000 A.C. Más tarde se puede encontrar un ejemplo como es la Columna de Delhi en la India, elaborada en el año 300 D.C, que contiene unas 6.5 toneladas de polvo de acero. Durante el siglo XIX, el uso de las técnicas pulvimetalúrgicas tuvieron un auge, como ocurre con todas las tecnologías, debido a una necesidad y no era otra que la necesidad de aparatos de platino de laboratorio. Esto provocó el desarrollo de la precipitación química de polvos y de nuevas rutas de consolidación que evitaban las altas temperaturas. Rusia e Inglaterra se pusieron a la cabeza de la industria, donde los polvos precipitados fueron trabajados en caliente para evitar las altas temperaturas, necesarias pero imposibles de conseguir, para recubrir el platino. Al tiempo, se estaban fabricando monedas con polvos de cobre, plata y plomo acuñadas y sinterizadas. En la época moderna se puede viajar hasta Coolidge, donde se utilizaron polvos de tungsteno para desarrollar un filamento de lámpara durable para Edison, lo que trajo consigo el desarrollo de rodamientos de bronce y contactos eléctricos de grafito-cobre, que fueron creados en los años 30. Al llegar a los 40, la PM se encaminó a la fabricación de nuevas aleaciones de tungsteno, aleaciones estructuras férreas y metales refractarios. Desde los cuarenta en adelante se han procesado materiales menos comunes incluyendo metales refractarios y sus aleaciones (Nb, W, Mo, Zr, Ti y Re).

Inicialmente, los componentes que se basaban en polvos se utilizaban debido a su bajo costo. Esto ha evolucionado buscando materiales con mejores propiedades, calidad u homogeneidad en conjunto con el costo atractivo y la productividad. Las superaleaciones de altas temperaturas de níquel, la dureza específica de aluminio para aeronaves y los compuestos de aluminio con expansión controlada son algunos de los ejemplos de esta evolución. No solo es interesante el hecho de la fabricación con mejor economía de material por medio de polvos, sino que el control químico y de la microestructura te dan la posibilidad de crear nuevas y mejores composiciones. La PM está creciendo en áreas que requieren materiales de alta calidad y propiedades únicas que darán lugar a nuevas oportunidades futuras.





# 2 ESTADO DEL ARTE

## 2.1 PULVIMETALURGIA

La pulvimetalurgia consiste en la producción, procesamiento y consolidación de polvos con el objetivo de obtener un metal sólido. El proceso de fabricación abarca las etapas que van desde la obtención de polvos metálicos hasta las piezas acabadas, lo que conlleva la producción de los polvos, mezcla, compactación, sinterización y acabados.

Grandes innovación y mejoras del siglo pasado, hablando de materiales, se han conseguido gracias a esta tecnología y a su desarrollo. Esta técnica te da la posibilidad de fabricar piezas de formas complejas con dimensiones cercanas a las del producto final, que aporta un ahorro en términos de coste y tiempo; además de unas mejores propiedades mecánicas, debido al control del tamaño de los granos y a una mayor homogeneidad.

Además de estas propiedades, hay que añadir que el desperdicio del material es reducido. Por último, esta tecnología admite combinaciones, mezclas que no se utilizan con asiduidad controlando la porosidad y la permeabilidad del material resultante lo que, junto a las propiedades anteriormente mencionadas, hace de la pulvimetalurgia un proceso eficiente, de alta productividad, con ahorro de energía y materias primas.

Hoy en día la pulvimetalurgia no está confinada al tratamiento de materiales muy refractarios o que no pueden obtenerse por otra vía, sino que se ha extendido de manera que incluye la manufactura de aleaciones que ya son producidas por fundición. En la fundición, la porosidad puede resultar un problema importante, que se puede subsanar controlando el grado de porosidad por medio de polvos de tamaño adecuado que cumplan los requisitos requeridos.

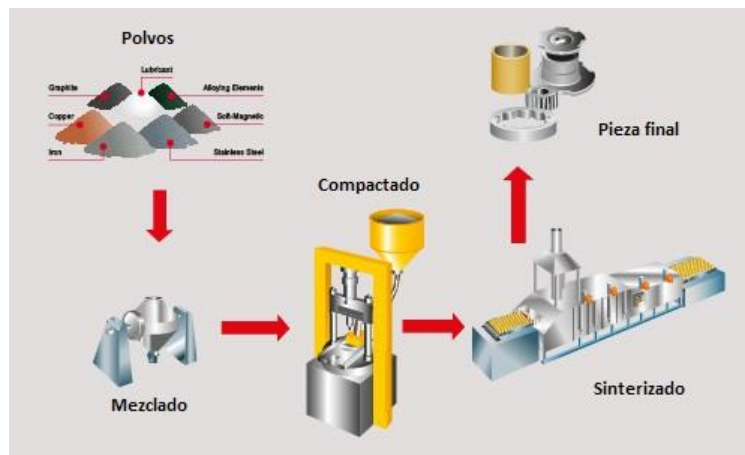


Ilustración 1: Pulvimetalurgia

### 2.1.1 Obtención y producción de polvos

La pulvimetalurgia comienza con la fabricación de polvos metálicos. Los dos metales más utilizados son el cobre y el hierro. Como reemplazo del cobre se utilizan el bronce y el latón, dependiendo de las necesidades que requiera la pieza. También, aunque en menor proporción, se emplean polvos de acero inoxidable, níquel, plata, tungsteno, tantalio, titanio, cobalto, zirconio, grafito, aluminio y diferentes carburos y óxidos metálicos.

Los métodos que se siguen para llevar a cabo la producción de polvos pueden clasificarse en tres grupos: métodos físicos, químicos y electrolíticos.



Ilustración 2: Polvo de titanio

### 2.1.1.1 Métodos físicos

Dentro de los métodos físicos de producción de polvos destacan:

- a) Método electroquímico: muy utilizado en la preparación de polvo de cobre, hierro y níquel. Este método proporciona alta dureza y excelentes propiedades para su procesado. Esta técnica puede resultar más costosa que otras debido a que implica el control y manipulación de muchas variables.
- b) Atomización: basada en el impacto de un fino haz de material fundido contra un chorro de fluido (gas o líquido) a elevada presión, obteniéndose, al solidificar el material fundido, polvo granulado. Este proceso es independiente de las propiedades físicas y químicas asociadas al metal sólido. Es un método muy usado debido a la alta pureza de los polvos prealeados obtenidos directamente de metales fundidos.

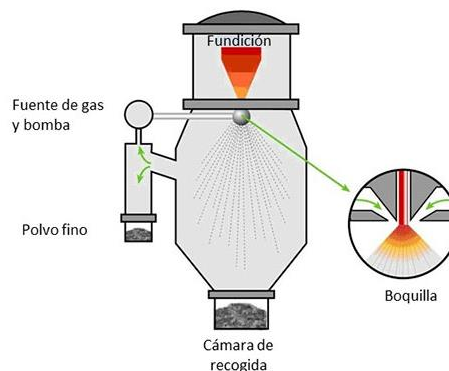


Ilustración 3: Proceso de Atomización

### 2.1.1.2 Métodos químicos

Dentro de los métodos químicos de producción de polvos destacan:

- a) Reducción química: Implican el uso de compuestos químicos, normalmente de un óxido y otras veces haluros o sales de metal. Se pueden llevar a cabo desde el estado sólido, el estado gaseoso o una solución acuosa.
- b) Descomposición química de compuestos: Proceso que experimentan algunos compuestos en el que, de modo espontáneo o provocado por algún agente externo, a partir de una sustancia compuesta se originan dos o más sustancias de estructura química más simple.

### 2.1.1.3 Electrólisis

También conocido como atomización con electrodo fungible, es el método que permite obtener polvos más puros, principalmente de hierro y cobre. El metal a pulverizar, que actuará como ánodo, se sumerge en tinas con un electrolito; mientras los tanques actúan como cátodos, el hierro o metal se mueve de los ánodos hacia los cátodos depositándose como un polvo fino que puede posteriormente utilizarse con facilidad.

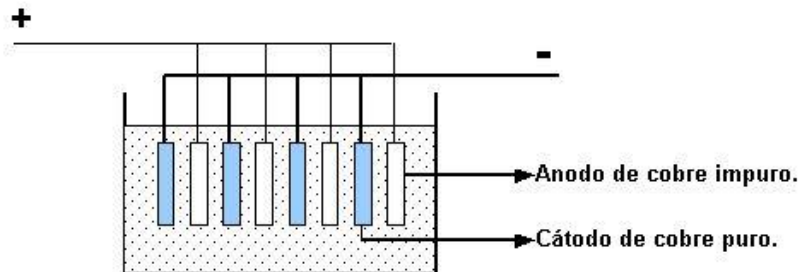


Ilustración 4: Electrólisis del Cobre

### 2.1.2 Mezcla de polvos

Normalmente, para la obtención de las propiedades demandadas, es necesario la mezcla de polvos de tamaños y composiciones distintas. También se pueden incluir aditivos que hagan de lubricante durante el compactado o aglutinante que incremente la resistencia del compactado.

La mayoría de los polvos metálicos tienden a reaccionar con el oxígeno del ambiente, provocando una flama en la mayoría de los casos. El magnesio, por ejemplo, es explosivo y deberá ser manejado con precaución. Por esta razón, se utilizan cuartos con ambientes controlados en esta tecnología.

### 2.1.3 Compactación de polvos

Una vez se tiene la mezcla de polvos, el paso siguiente es la compactación de dicha mezcla mediante la aplicación de presión.

La mezcla se introduce en un molde de acero o carburo rígido y se compacta bajo presión hasta obtener una pieza con la forma y tamaño deseado. La compactación se suele realizar a temperatura ambiente, aunque también se puede realizar en caliente, lo que da un mejor resultado. El objetivo de esta fase es la unión de las partículas, generando enlaces entre los átomos e incrementando la densidad de la mezcla.

Entre las técnicas de compactación en frío o temperatura ambiente, se pueden destacar:

- a) Prensado en frío uniaxial: los polvos se mezclan con lubricante y se presionan en dirección uniaxial.
- b) Prensado isostático en frío (CIP): transmite la presión de manera uniforme en todas las direcciones para compactar los polvos encerrados en un contenedor flexible, sellado y sumergido en un recipiente a presión, lleno de agua a temperatura ambiente.
- c) Laminación de polvos: los polvos se pueden comprimir en una operación de laminado para formar el material metálico en tiras.
- d) Colaje: el compactado en verde de los polvos se obtiene por moldeo en barbotina.
- e) Moldeo por inyección de metal: es un proceso derivado de la inyección de plásticos.

Por otro lado, los procesos de compactación en caliente más destacados son:

- a) Prensado en caliente (HP): precisa de temperatura y presión. En este proceso el interior de una matriz se recubre con grafito. Posteriormente los polvos de material son vertidos dentro de la matriz. Dicho recubrimiento tiene como fin evitar la interacción entre polvos y matriz.
- b) Prensado isostático en caliente(HIP).
- c) Forja en caliente: el polvo se calienta a la temperatura de forja y se forja en un troquel. La temperatura de forja será menor que la de sinterización.
- d) Extrusión de polvos: el polvo inicial se coloca al vacío en una lata de lámina metálica hermética, se calienta y se extruye junto con el recipiente.
- e) Sinterización asistida por corriente de plasma pulsada (SPS): Una corriente pasa a través del polvo situado dentro de la matriz. Esto permite un conformado con alta homogeneidad y densificación.

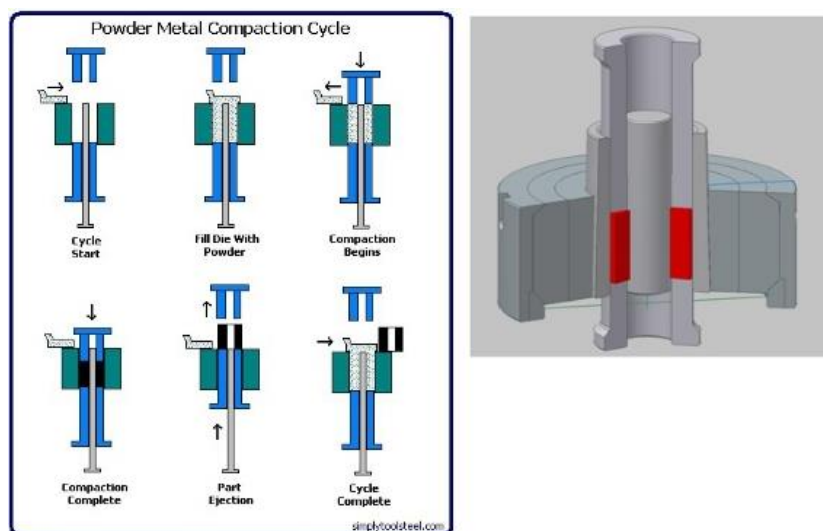


Ilustración 5: Compactación de Polvos

### 2.1.4 Sinterizado

En esta etapa la mezcla comprimida adquiere la resistencia y fuerza definitiva. Las piezas se introducen en un horno con temperatura controlada que no excede el punto de fundición del metal base (entre el 60 y el 90 por ciento de la temperatura de fusión), con esto se logra la difusión atómica del material y la unión entre los diferentes polvos, lograda durante el proceso de compactación, y se fortalecen los enlaces metalúrgicos para formar una pieza uniforme con propiedades especiales.

Es fundamental mantener una atmósfera controlada en todo el proceso para evitar la rápida oxidación de las pequeñas partículas metálicas al elevarse las temperaturas en presencia de oxígeno. Para ello, se emplean atmósferas reductoras basadas en hidrógeno, amoníaco disociado y nitrógeno.

En ocasiones, las fases de prensado y sinterizado se realizan simultáneamente, como ocurre en este caso, en el prensado isostático en caliente.

Tras la fase de sinterización, la pieza se extrae de su molde obteniéndose una pieza uniforme, sólida, compacta y con buenas prestaciones mecánicas, si bien en ocasiones deberá ser sometida a operaciones posteriores. Pueden obtenerse valores elevados de densidad en las piezas debido a la baja porosidad residual obtenida tras el proceso.

## 2.1.5 Ventajas e Inconvenientes

Tabla 1: Ventajas e Inconvenientes de la Pulvimetalurgia

| <b>Ventajas</b>   | <b>Inconvenientes</b>   |
|---|---|
| Genera la forma final, o casi final, eliminando la necesidad de operaciones de acabado.             | Los equipos y herramientas son muy costosos, por lo que se precisan elevados niveles de producción. |
| Apenas se producen desperdicios, aprovechándose casi el 97% de los materiales.                      | El coste del polvo metálico es muy elevado, así como su manipulación y almacenaje.                  |
| Se pueden fabricar componentes con un nivel específico de porosidad.                                | Existen limitaciones de forma, debido a la dificultad en la fluencia del material.                  |
| Permite el procesado de determinados materiales a los que no pueden aplicarse otros procedimientos. | En ocasiones se presentan variaciones de densidad, sobre todo en el caso de geometrías complejas.   |
| Permite obtener elevadas características dimensionales.   | Limitado a piezas de tamaño reducido.   |
| Son procesos automatizables.  |   |

## 2.2 IMPORTANCIA DEL TAMAÑO DE PARTÍCULA

El tamaño de partícula influye en muchas propiedades de los materiales particulados y es un indicador importante de calidad y rendimiento. El tamaño y la forma de los polvos influye en las propiedades de fluidez y compactación.

Las partículas más esféricas típicamente fluirán más fácilmente que aquellas más pequeñas o con alto ratio de relación de aspecto. Las partículas más pequeñas se disuelven más rápidamente y conducen a viscosidades de suspensión más altas que las más grandes. Pequeños tamaños de gotita y la alta tensión superficial (zeta potencial) típicamente mejorarán la estabilidad de emulsión y suspensión. Por estas razones es importante medir y controlar la distribución de tamaño de partícula de muchos productos. Las medidas en el laboratorio a menudo son hechas para apoyar operaciones de unidad que ocurren en un entorno de proceso. El ejemplo más obvio es el molido (o la reducción de tamaño por otra tecnología) donde el objetivo de la operación es reducir el tamaño de partícula a una especificación deseada. Muchas otras operaciones de reducción de tamaño y tecnologías también requieren que las medidas de laboratorio rastreen cambios del tamaño de partícula incluyendo aplastamiento, la homogeneización, la emulsificación, la microfluidez y otros. Los pasos de separación como la selección, la filtración, ciclones, etc. pueden ser supervisados mediante la medición del tamaño de partícula antes y después del proceso. El crecimiento de tamaño de partícula puede ser supervisado durante operaciones como la granulación o la cristalización. La determinación del tamaño de partícula de polvos que requiere la mezcla es común ya que los materiales con distribuciones similares y más estrechas son menos propensos a la segregación.

Hay también otros motivos específicos industriales por los que el control y la medición del tamaño de partícula son importantes, por ejemplo, el tamaño y la distribución de forma de las partículas metálicas influyen en el comportamiento del polvo durante el “die filling”, la compactación y el sinterizado además de las propiedades físicas de las partes creadas, es decir la morfología, que también juega un papel importante.

La distribución del tamaño de la partícula es importante en el empaquetamiento del polvo e influirá en su comportamiento durante el moldeado y el sinterizado. En la práctica, la selección de una distribución de tamaño para una aplicación concreta se basa en la experiencia. En general, se prefiere

un polvo más fino sobre un polvo más grueso, ya que los metales más finos tienen menores tamaños de poros y mayores áreas de contacto, lo cual lleva generalmente a mejores propiedades físicas después de sinterizar.

La distribución del tamaño de la partícula se especifica en términos de un análisis de cribado, o sea, la cantidad de polvo que pasa a través de mallas de números 100, 200, etc. Es obvio que el análisis de cribado dará resultados significativos, considerando el tamaño y la distribución de la partícula sólo cuando estas sean de forma esférica. Si las partículas son irregulares en forma de hojuelas se obtendrá información errónea. El tamaño de los polvos de metal puede subdividirse en intervalos de tamiz y subtamiz. Aquellos que pertenecen a la clase de tamaño de tamiz se designan generalmente de acuerdo con la malla más fina a través de la cual pasará todo el polvo. Si todo el polvo pasa a través de una malla número 200, se designa como un polvo menos número 200, etc. Todos los polvos de tamaño subtamiz pasan a través de una malla número 325 utilizada en la práctica.

El tamaño de estos polvos se puede especificar promediando las dimensiones reales determinadas por examen microscópico o por análisis de granulometría.[1]

# 3 MOTIVACIÓN Y OBJETIVOS

Con este estudio se busca analizar distintos polvos de materiales metálicos con el objetivo de buscar nuevos materiales compuestos con matriz de titanio. Este análisis permitirá ver qué materiales pueden ser mezclados atendiendo a su morfología y granulometría. El objetivo siempre será la obtención de nuevos materiales compuestos con distintas propiedades que puedan ser utilizados en las distintas industrias que existen en la actualidad.

Objetivos secundarios

- Estudio de la distribución del tamaño de partícula del polvo y microscopía óptica de polvos para matrices en materiales compuestos de matriz titanio.
- Estudio de la distribución del tamaño de partícula del polvo y microscopía óptica de polvos para refuerzos en materiales compuesto de matriz titanio.
- Discusión de combinación de materiales matriz-refuerzo óptimo para la fabricación de materiales compuestos con excelentes propiedades específicas.



Ilustración 6: Piezas fabricadas por pulvimetalurgia.





# 4 MATERIALES COMPUESTOS DE MATRIZ TI

---

Se define como material compuesto todo sistema o combinación constituido a partir de la unión (no química) de dos componentes (insolubles entre sí), que da lugar a un nuevo material con nuevas propiedades características, no siendo estas alcanzables por cada uno de los materiales predecesores de manera aislada.

Al contrario de lo que se pudiera pensar, el concepto de material compuesto es tan antiguo como la naturaleza misma. Un buen ejemplo de ellos se puede observar en la madera, la cual combina fibras de celulosa de estructura tubular en una matriz de lignina.

El secreto de los materiales compuestos reside en la elección de un sistema de matriz adecuado y su asociación con fibras de refuerzo. En este caso, se analizarán distintos polvos de materiales con el objetivo de obtener materiales compuestos con matriz de titanio.

## 4.1 TIPOS DE MATERIALES COMPUESTOS RESULTANTES

Con el objetivo de crear materiales con una mejor rigidez y resistencia específica se buscarán materiales compuestos que tendrán los siguientes componentes:

- Matriz Ti + Refuerzo cerámico
- Matriz Ti + Intermetálico + Refuerzo cerámico

## 4.2 RHP-TECHNOLOGY

RHP-Technology GmbH es un proveedor de material y soluciones de metalurgia en polvo con 15 años de experiencia en el diseño, el desarrollo y comercialización de productos personalizados dentro de las técnicas de procesamiento avanzado de polvo. Su diseño interno, desarrollo, técnicas de procesamiento tecnológico de polvos y test les permiten tratar y trabajar en más de 500 composiciones diferentes de materiales demandados. La variedad desde metales puros a cerámicos incluyendo metales preciosos, óxidos, nitruros, carburos, boruros, sulfuros... RHP oferta demandas personalizadas utilizadas en la capa de película delgada, los compuestos metálicos de diamante que son usados en la electrónica de alto rendimiento y aplicaciones láser, compuestos lubricantes propios para usos espaciales, la alta rigidez específica y materiales de peso ligero. El desarrollo reciente se centra en la fabricación aditiva que utiliza un proceso de ráfaga de polvo. Fabricación a gran escala de piezas “near net shape” compuestas de multi-materiales o materiales compuestos.

Departamentos Principales: Trabajo a máquina, Hot Pressing, Moldeado de Inyección en Polvo, Fabricación Aditiva.[2]

## 4.3 TÉCNICAS UTILIZADAS PARA LA OBTENCIÓN DE DICHOS MATERIALES

### 4.3.1 Direct Hot Pressing (dHP)

Direct hot pressing es una tecnología aceptada y conocida, principalmente usados para ruedas de corte, añicos de taladro o en la molienda de discos. SPS (Spark Plasma Sintering) o FAST (Field Assisted Sintering) son otros nombres comerciales para esta tecnología, típicamente más desarrolladas para presión en caliente a temperaturas hasta 2,400 ° C. La mayor ventaja es el rápido ratio de calentamiento y los ciclos de tratamiento cortos. Esto realmente no sólo conduce a una producción rentable, sino

también a resultados interesantes en el campo de la microestructura de grano fino y sus correspondientes propiedades de materiales compactados. Por lo tanto, esta técnica puede ser utilizada para la compactación de materiales normalmente difíciles de sinterizar. La tecnología es sobre todo un avance para materiales de altas temperaturas especialmente si requieren microestructuras totalmente densas o de grano fino combinadas con un rendimiento excelente. Direct hot pressing se caracteriza por un alto ratio calentamiento/enfriamiento (hasta 400 K/minuto) y por lo tanto ofrece un proceso muy atractivo para la fabricación económica de materiales de alto rendimiento.

Parámetros típicos del proceso:

Tabla 2: Direct Hot Pressing

|                               |                                       |
|-------------------------------|---------------------------------------|
| <b>Ratio de calentamiento</b> | 100 – 200 K/min (max 400 K/min)       |
| <b>Ratio de enfriamiento</b>  | 100 - 200 K/min                       |
| <b>Max. Temperatura</b>       | 2400 ° C                              |
| <b>Presión mecánica</b>       | 30 MPa                                |
| <b>Atmósfera</b>              | Vac, Ar, N <sub>2</sub> , forming gas |

#### 4.3.2 Inductive Hot Pressing (IHP)

Inductive hot pressing es un método de consolidación que puede ser visto como una aproximación alternativa al SPS. Con este proceso también se pueden conseguir altas temperaturas, comparado con el Direct Hot Pressing. Además de la utilización de esta tecnología para la compactación en caliente, también puede ser utilizado para experimentos de sinterización rápida (sin aplicar la presión mecánica) así como para primeras pruebas de selección (pequeñas muestras, 10 - 20 mm) si se utilizasen materias primas caras.

Parámetros típicos del proceso:

Tabla 3: Inductive Hot Pressing

|                               |                                       |
|-------------------------------|---------------------------------------|
| <b>Ratio de calentamiento</b> | 100 - 200 K/min                       |
| <b>Ratio de enfriamiento</b>  | 100 K/min                             |
| <b>Max. Temperatura</b>       | 2000 ° C                              |
| <b>Presión mecánica</b>       | 30-50 MPa                             |
| <b>Atmósfera</b>              | Vac, Ar, N <sub>2</sub> , forming gas |

#### 4.3.3 Rapid Sinter Pressing (RSP)

Single Segment Sinter Pressing es una tecnología usada en la industria de herramientas de recorte de diamante. RHP ve un potencial grande en esta tecnología en una amplia gama de futuros productos y centros dentro de su estudio de investigación sobre el desarrollo necesario del proceso y equipo para alcanzar los objetivos en la producción de nuevos materiales funcionales y la evolución de esta tecnología para la fabricación de materiales sensibles al oxígeno o con necesidad de altas temperaturas

de tratamiento de forma que resuelva las demandas del mercado. RSP utiliza una herramienta de acero permanentemente caliente. La muestra, que es precompactada en una prensa automatizada fría, es puesta en la matriz caliente y sinterizada/compactada durante 10 - 90 segundos. Este procedimiento conlleva altos índices de calor dentro de la muestra y un tiempo de ciclo de segundos antes de que la muestra sinterizada sea expulsada y opcionalmente enfriada.

Parámetros típicos del proceso:

Tabla 4: Rapid Sinter Pressing

|                               |  |
|-------------------------------|--|
| <b>Ratio de calentamiento</b> | 2000 - 6000 K/min                        |
| <b>Ratio de enfriamiento</b>  | 1000 - 5000 K/min (posible enfriamiento) |
| <b>Max. Temperatura</b>       | 1000 ° C                                 |
| <b>Presión mecánica</b>       | 200 MPa                                  |
| <b>Atmósfera</b>              | Aire (no protegido)                      |



# 5 MATERIALES

Entre los materiales a analizar, se tienen distintos tipos con relación a la función que desempeñan dentro del material compuesto. Por tanto, se tienen materiales que serán utilizados como matriz, otros serán intermetálicos y por último se estudian los refuerzos.

## 5.1 MATRIZ

Las funciones de los polvos que se utilizan como matriz son:

- Dar estabilidad al conjunto, transfiriendo las cargas al refuerzo.
- Proteger al refuerzo del deterioro mecánico y químico.
- Evitar la propagación de grietas.
- Mantener la forma de la estructura compuesta.

### 5.1.1 Titanio

#### 5.1.1.1 Propiedades

El titanio es de los elementos denominados metales de transición, situados en la parte central de la tabla periódica. Entre las características que tiene el titanio, así como las del resto de metales de transición se encuentra la de incluir en su configuración electrónica el orbital d, parcialmente lleno de electrones. Entre sus propiedades se encuentra su elevada dureza, puntos de ebullición y fusión elevados y es buen conductor de la electricidad y el calor.

El estado del titanio en su forma natural es sólido. El titanio es un elemento químico de aspecto plateado. El número atómico del titanio es 22. El símbolo químico del titanio es Ti. El punto de fusión del titanio es de 1941 grados Kelvin o de 1668,85 grados Celsius o grados centígrados. El punto de ebullición del titanio es de 3560 grados Kelvin o de 3287,85 grados Celsius o grados centígrados.[3]

Resumen de las propiedades del Titanio:

Tabla 5: Propiedades del Titanio 1.1

|                        |           |
|------------------------|-----------|
| <b>Símbolo químico</b> | <b>Ti</b> |
| <b>Número atómico</b>  | 22        |
| <b>Grupo</b>           | 4         |
| <b>Periodo</b>         | 4         |
| <b>Aspecto</b>         | plateado  |
| <b>Bloque</b>          | d         |
| <b>Densidad</b>        | 4507 kg/m |
| <b>Masa atómica</b>    | 47.867 u  |
| <b>Radio medio</b>     | 140 pm    |
| <b>Radio atómico</b>   | 176       |
| <b>Radio covalente</b> | 136 pm    |

Tabla 6: Propiedades del Titanio 1.2

|                                |                           |
|--------------------------------|---------------------------|
| <b>Estados de oxidación</b>    | 4                         |
| <b>Óxido</b>                   | anfótero                  |
| <b>Estructura cristalina</b>   | hexagonal                 |
| <b>Estado</b>                  | sólido                    |
| <b>Punto de fusión</b>         | 1941 K                    |
| <b>Punto de ebullición</b>     | 3560 K                    |
| <b>Calor de fusión</b>         | 15.45 kJ/mol              |
| <b>Presión de vapor</b>        | 0.49 Pa a 1933 K          |
| <b>Electronegatividad</b>      | 1.54                      |
| <b>Calor específico</b>        | 520 J/(K·kg)              |
| <b>Conductividad eléctrica</b> | $2.38 \times 10^6$ (1/Ωm) |
| <b>Conductividad térmica</b>   | 21.9 W/(K·m)              |

#### 5.1.1.2 Procesado pulvimetalúrgico del titanio

En el caso del titanio, la gran reactividad que tiene con otros elementos facilita la formación de aleaciones. Es cierto que la alta reactividad del titanio puede resultar perjudicial por lo que será necesario un control de los procesos para que la pieza no quede contaminada por otros elementos que se presenten durante el procesado.

El desarrollo de las nuevas tecnologías de extracción de titanio, que producen titanio elemental directamente en forma de polvo, sitúa a la pulvimetalurgia en un puesto estratégico para la fabricación de componentes de titanio. La disminución de coste del material base, junto a la economía de los procesos pulvimetalúrgicos, hacen más viable la diversificación de la industria del titanio, lo que permitiría alcanzar volúmenes de producción capaces de popularizar el metal y estabilizar su precio. En este trabajo se muestran algunas de las técnicas pulvimetalúrgicas empleadas para la fabricación de componentes de titanio a partir de los dos enfoques clásicos de mezcla de polvos elementales y el uso de polvos prealeados. Se describen entre otras las técnicas de prensado y sinterización convencional o compactación isostática en frío y caliente, que tratan de competir con las técnicas de procesado convencional, y se muestran algunas aplicaciones actuales y potenciales.

Actualmente el mercado del titanio está dominado por la industria aeronáutica, que es la principal consumidora de titanio, y que demanda la mitad del titanio que se produce. Este hecho hace que, dependiendo del ciclo económico de dicha industria, el metal tenga grandes variaciones de precio, lo que dificulta la entrada del metal en otros sectores.

El criterio más común para la selección del titanio quizá sea el aumento de prestaciones que se obtiene debido a su alta resistencia específica y a su excelente resistencia a corrosión, que puede justificar la disminución de costes de operación y de mantenimiento de un cierto componente.

Hasta la fecha, la aleación Ti-6Al-4V ha sido la más empleada para la fabricación de bielas. El titanio también es un buen candidato como material para los pistones ya que tiene un módulo de elasticidad mayor al de las aleaciones de aluminio y, además, permite temperaturas de trabajo superiores a las de éstas, que han alcanzado su límite de trabajo a las presiones a las que son sometidos los cilindros en los motores diésel de inyección directa. La combinación de bielas más ligeras, con pistones más ligeros, contribuye a la disminución de vibraciones y ruidos.

La elevada estabilidad de los óxidos de titanio limita las alternativas para reducir el mismo, por lo que actualmente el proceso Kroll es el proceso preferido para extraer titanio, a pesar de su alto coste económico. La obtención de titanio mediante el proceso Kroll se realiza en las siguientes etapas:

- Cloración del óxido para producir  $\text{TiCl}_4$ .
- Destilación del  $\text{TiCl}_4$  para purificarlo.
- Reducción del  $\text{TiCl}_4$  con Mg para producir titanio metálico.
- Purificación del titanio metálico (esponja) para eliminar los productos secundarios.
- Troceado de la esponja de titanio para reducir su tamaño.

La pulvimetalurgia representa un pequeño porcentaje en la industria del titanio debido a que, tradicionalmente, el mayor consumidor de titanio ha sido la industria aeronáutica, que ha desarrollado materiales con un alto grado de fiabilidad que es más difícil de alcanzar con materiales pulvimetalúrgicos. Además, el alto coste de los polvos de titanio disponibles actualmente restringe su uso en aplicaciones no destinadas a la industria aeronáutica. Del conjunto de la industria pulvimetalúrgica, sólo algunas empresas fabrican componentes de titanio, debido fundamentalmente al alto coste del material, a la falta de familiaridad de los diseñadores con el titanio y a la necesidad de instalaciones específicas para su procesado.

Uno de los principales retos de la industria pulvimetalúrgica del titanio es conseguir polvo económico y apto para ser procesado por las distintas técnicas pulvimetalúrgicas, ya sea prensado y sinterización, inyección de polvos, compactación isostática en caliente, etc. Además, los productores de polvo tienen que ser capaces de garantizar una calidad constante del polvo, ya que pequeñas variaciones de composición o de morfología, pueden influir notablemente en el procesado del material y en las propiedades finales de los materiales sinterizados. Existen distintas variantes de polvo con características diferentes según sea el proceso de fabricación por el que han sido obtenidos. Los polvos de titanio se clasifican principalmente en partículas de titanio esponja, polvo hidrurado-dehidrurado (HDH), polvos atomizados en gas, y polvos electrolíticos.

- El polvo de titanio esponja proviene de la molienda de la esponja fabricada por el proceso Kroll. Las partículas de polvo son irregulares, por lo que son aptas para su prensado en frío. La principal desventaja del polvo de titanio esponja es que, generalmente, presenta contenidos de sales residuales (cloruros) que inhiben la completa densificación del material. Las sales residuales provocan burbujas de gas que crean porosidad interna que no puede ser eliminada durante el procesado isostático en caliente (HIP). Además, las sales residuales empeoran la soldabilidad del material.
- El polvo HDH suele presentar morfologías de tipo irregular o angular, y en general, tiene menor contenido de impurezas que el polvo esponja. El polvo se obtiene mediante la hidruración de la esponja de titanio, que se fragiliza con el H y que facilita la molienda para la obtención de polvo. Posteriormente se realiza un proceso de dehidrurado en vacío para retirar el hidrógeno del metal. Además del titanio elemental, también existen polvos prealeados de titanio obtenidos mediante el proceso HDH.
- El polvo de titanio atomizado puede ser titanio puro o prealeado, tiene morfología esférica y se obtiene mediante atomización de titanio fundido en un gas noble. El polvo esférico no es apto para el prensado en frío, y sí lo es para el moldeo por inyección y para el prensado isostático en caliente (HIP).
- El polvo electrolítico está en fase de desarrollo, existiendo plantas piloto para su fabricación, pero sin demostrar aún su viabilidad a escala comercial. Los procesos electrolíticos permiten diseñar polvos de titanio puro y polvos prealeados, con composiciones que no son posibles de realizar mediante las demás técnicas, como es la introducción de elementos de aleación de alto punto de fusión o con densidades mucho mayores a las del titanio. Como la técnica no requiere la fusión del material, se pueden introducir elementos de aleación muy diferentes al titanio sin que se produzcan segregaciones.

Las técnicas pulvimetalúrgicas para el procesado del titanio se clasifican habitualmente en dos ramas principales: las técnicas que parten de mezclas de polvos elementales (BE - blended elemental powders) y las técnicas que parten de polvos prealeados (PA - prealloyed powders).

Las técnicas que parten de mezcla de polvos elementales (BE) suelen seguir el procesado convencional pulvimetalúrgico, en las que fundamentalmente se realiza el prensado y sinterización de los materiales. Estas técnicas son las que potencialmente pueden obtener piezas near-net-shape, es decir, casi con la forma final, con un menor coste de fabricación, especialmente si pueden evitarse post-procesados mediante prensado isostático en caliente. Además, esta técnica permite obtener aleaciones y materiales compuestos reforzados con partículas.

Las técnicas que parten de polvos prealeados (PA) se han empleado tradicionalmente en la producción de componentes para la industria aeronáutica, donde se requieren propiedades mecánicas, especialmente la resistencia a fatiga, equivalentes a las aleaciones fabricadas por forja. En general, los polvos prealeados, y más en particular, los polvos con morfología esférica (por ejemplo, obtenidos mediante atomización en gas) no son aptos para ser prensados convencionalmente debido a la dureza intrínseca del polvo aleado, que hace que sea difícil de deformar plásticamente. Además, la morfología esférica no es eficiente en la creación de uniones mecánicas durante la etapa de compactación, resultando compactos en verde poco resistentes. Los polvos prealeados esféricos, sin embargo, pueden ser procesados eficazmente mediante técnicas como el moldeo por inyección de polvos ('Powder Injection Moulding' - PIM) y prensado isostático en caliente ('Hot Isostatic Pressing' - HIP).

## Resumen de las tecnologías emergentes para la producción de titanio en el año 2004

Tabla 7: Tecnologías emergentes en la producción de Titanio

| Nombre/Organización                           | Proceso   | Producto(s)                         |
|---|---|-------------------------------------|
| FCC/Cambridge Univ./Qinetiq/TIMET             | Reducción electrolítica de un electrodo parcialmente sinterizado $TiO_2$ en $CaCl_2$ fundido. | Bloque de polvo                     |
| Armstrong/internacional Titanium Powder (ITP) | Reducción líquida de vapor de $TiCl_4$ con Na.  | Polvo                               |
| MER Corporation                               | Reducción de $TiO_2$ , transporte a través de electrolito de haluro y depósito en cátodo.     | Polvo, escamas, bloque sólido       |
| SRI International                             | Reducción de haluro de Ti en lecho fluido.  | Polvo y gránulos                    |
| Idaho Titanium Technologies                   | Reducción de plasma de $TiCl_4$ con hidrógeno.  | Polvo                               |
| GTT s.r.l (Ginatta)                           | Reducción electrolítica de vapor de $TiCl_4$ disuelto en un electrolito fundido.              | Ti líquido, o solidificado en barra |
| OS (Ono/Suzuki; Kyoto Univ.)                  | Reducción calciotérmica de $TiO_2$ .  | Polvo, esponja                      |
| MIR Chem                                      | Reducción de $TiO_2$ en un reactor por vibración.   | Partículas                          |
| CSIR (S.Africa)                               | Reducción de $TiCl_4$ por $H_2$   | Esponja                             |
| Quebec Fe & Ti (Rio Tinto)                    | Reducción electrolítica de escoria de titanio   | Titanio líquido                     |



## Aplicaciones

- Las aleaciones de titanio se utilizan en los aviones y también en helicópteros, blindaje, buques de guerra, naves espaciales y misiles. Las aleaciones de titanio no se desgastan fácilmente, son fuertes y resistentes a la corrosión por lo que son perfectos para su uso en las aplicaciones anteriores.
- La mayoría de titanio se convierte en óxido de titanio. Este es el pigmento blanco encontrado en el dentífrico, pintura, papel y algunos plásticos. El cemento y las piedras preciosas también contienen óxido de titanio. Las cañas de pescar y palos de golf también se hacen más fuertes mediante el uso de óxido de titanio.
- Los intercambiadores de calor en las plantas de desalinización (que convierten el agua de mar en agua potable) están hechos de titanio, ya que es resistente a la corrosión en agua de mar.
- Los piercings corporales, generalmente se hacen de titanio. El titanio es perfecto para esto ya que se puede colorear fácilmente y es inerte.
- Los instrumentos quirúrgicos, las sillas de ruedas y las muletas están hechas de titanio para una alta resistencia y bajo peso.
- Los implantes dentales están hechos con titanio.
- Las bolas de la cadera y reemplazos articulares están hechos de titanio y que pueden permanecer en el lugar durante unos 20 años.
- Muchas armas de fuego están hechas de titanio, ya que es un material fuerte y ligero.
- El cuerpo de los ordenadores portátiles está hecho a menudo de titanio.
- El titanio se utiliza a veces en la construcción de edificios.
- Las parrillas de casco de fútbol americano, raquetas de tenis, cascos de cricket y cuadros de bicicletas están hechos de titanio.

### 5.1.2 Aleación Ti-6Al-4V (Ti64)

La aleación Ti 6Al-4V es la más utilizada de todas las aleaciones de titanio alfa-beta. Normalmente se utiliza en estado recocido a temperaturas de servicio de hasta 399 °C (750 °F). Ofrece una gran solidez y excelentes propiedades de resistencia a la corrosión.[4]

Tabla 8: Composiciones aleación Ti64

| Al   | V    | C   | N    | O    | H   | Fe     | Y   | Otros,<br>Cada uno | Otros,<br>Total | Ti  |       |
|------|------|-----|------|------|-----|--------|-----|--------------------|-----------------|-----|-------|
| MÍN. | 5.5  | 3.5 | —    | —    | —   | —      | —   | —                  | —               | —   | —     |
| MÁX. | 6.75 | 4.5 | 0.08 | 0.05 | 0.2 | 0.0125 | 0.3 | 0.005              | 0.1             | 0.4 | Resto |

#### Propiedades físicas

**Densidad:** 4.42 g/cm<sup>3</sup>

**Rango de fusión:** 1609-1660 °C (2929 – 3020°F)

**Beta Transus:** 996± 28 °C (1825± 25°F)

## Propiedades mecánicas

Tabla 9: Propiedades mecánicas Ti64

|   | <b>Recocido 1300 °F, enfriamiento al aire</b> | <b>Recocido 1300 °F, solución recocido 1750 °F, envejecimiento a 1000 °F</b> |
|---|---|--|
| <b>Esfuerzo máximo de tracción, ksi</b> | 138-155                                       | 150-172  |
| <b>Límite elástico 0,2 %, ksi</b>       | 128-147                                       | 137-156  |
| <b>Alargamiento, %</b>                  | 15-20   | 15-17  |
| <b>Reducción de área, %</b>             | 38-51   | 41-46  |

Especificado, A;S 4911, placa y chapa recocida

### Perfil de desempeño

Puede ser tratado térmicamente para una mayor solidez en secciones de menos de 4" de grosor. Su endurecimiento es limitado y las secciones con más de una pulgada podrían no desarrollar todas las propiedades. La aleación Ti 6Al-4V se suelda con el alambre de aportación correspondiente o con ELI.

### Propiedades de la aleación Ti-6Al-4V

- Gran solidez hasta los 315.5 °C (600 °F)
- Excelente resistencia a la corrosión general
- Buena relación solidez-peso

### Aplicaciones

- Discos, aros y paletas de turbina
- Componentes estructurales de aviones
- Componentes estructurales de armas
- Remaches
- Implantes dentales y médicos
- Herramientas de mano
- Equipamiento deportivo
- Equipos de procesamiento químico

## 5.2 INTERMETÁLICOS

Un compuesto intermetálico es la combinación que resulta de mezclas homogéneas de dos o más metales fundidos. En el caso de una aleación binaria, por ejemplo, un compuesto intermetálico es una fase intermedia entre sus dos elementos constituyentes, con diferente estructura a la de ellos, por lo que también posee diferentes características, a la vez que mantiene propiedades de simetría o de orden.

Por sus interesantes propiedades físicas y químicas, los compuestos intermetálicos ocupan un lugar preferente dentro del campo de la investigación aplicada, principalmente en aplicaciones estructurales (nuevos materiales en motores de vehículos de propulsión, turbomáquinas, etc.) y en aplicaciones funcionales (superconductores, acumuladores de hidrógeno, baterías Ni-MH, etc.). Es en este último campo, y concretamente en la acumulación de hidrógeno, donde estos compuestos están acaparando actualmente mucha atención. [5]

### 5.2.1 Titanio+Silicio (Ti+Si)

Juntos, el titanio y el silicio (Ti+Si) forman un equipo extraordinario para recubrimientos de material duro de nitruro. El silicio garantiza una excelente resistencia a la oxidación, mientras la presencia del titanio asegura unos recubrimientos particularmente duros. Al ser combinados, los elementos son resistentes al desgaste, incluso a temperaturas muy altas.

Tabla 10: Comparación Titanio-Silicio

| <b>Símbolo químico</b>         | <b>Si</b>                    | <b>Ti</b>                 |
|--------------------------------|------------------------------|---------------------------|
| <b>Número atómico</b>          | 14                           | 22                        |
| <b>Grupo</b>                   | 14                           | 4                         |
| <b>Periodo</b>                 | 3                            | 4                         |
| <b>Aspecto</b>                 | gris oscuro azulado          | plateado                  |
| <b>Densidad</b>                | 2330 kg/m <sup>3</sup>       | 4507 kg/m <sup>3</sup>    |
| <b>Masa atómica</b>            | 28.0855 u                    | 47.867 u                  |
| <b>Radio medio</b>             | 110 pm                       | 140 pm                    |
| <b>Radio atómico</b>           | 111                          | 176                       |
| <b>Radio covalente</b>         | 111 pm                       | 136 pm                    |
| <b>Óxido</b>                   | Anfótero                     | Anfótero                  |
| <b>Estructura cristalina</b>   | cúbica centrada en las caras | hexagonal                 |
| <b>Estado</b>                  | Sólido                       | sólido                    |
| <b>Punto de fusión</b>         | 1687 K                       | 1941 K                    |
| <b>Calor de fusión</b>         | 50.55 kJ/mol                 | 15.45 kJ/mol              |
| <b>Presión de vapor</b>        | 4.77 Pa a 1683 K             | 0.49 Pa a 1933 K          |
| <b>Calor específico</b>        | 700 J/(K·kg)                 | 520 J/(K·kg)              |
| <b>Conductividad eléctrica</b> | $2.52 \cdot 10^{-4}$ (1/Ωm)  | $2.38 \times 10^6$ (1/Ωm) |
| <b>Conductividad térmica</b>   | 148 W/(K·m)                  | 21.9 W/(K·m)              |

## 5.2.2 Compuesto intermetálico TiAl

El compuesto intermetálico, TiAl, es de peso ligero y resistente a la oxidación y el calor, sin embargo, tiene una ductilidad baja. La densidad de gamma-TiAl es aproximadamente  $4.0 \text{ g/cm}^3$ . Esto lleva a aplicaciones variadas incluyendo coches y avión. El desarrollo de aleaciones TiAl comenzó alrededor de 1970; sin embargo, las aleaciones sólo han sido utilizadas 2000.

### Aplicaciones

El aluminio de titanio tiene tres principales compuestos intermetálicos: gamma TiAl, alfa  $2\text{-Ti}_3\text{Al}$  y  $\text{TiAl}_3$ . Entre los tres, el intermetálico gamma TiAl tiene mayor interés y un mayor número de aplicaciones. El Gamma TiAl tiene excelentes propiedades mecánicas además de ser resistente a la oxidación y corrosión a temperaturas elevadas (más de  $600 \text{ }^\circ\text{C}$ ), que hacen de este material un posible sustituto de las superaleaciones basadas en níquel utilizadas en motores de turbina de avión.

Las aleaciones basadas TiAl tienen una gran repercusión a la hora de aumentar la relación de empuje-peso en el motor de un avión. Este hecho se puede ver en los álabes de turbina de baja presión de los motores y en los álabes del compresor de alta presión. Estos componentes tradicionalmente son cubiertos de la superaleación basada en níquel, que es casi dos veces densa que el propio TiAl.

General Electric utiliza el gamma-TiAl para álabes de turbina de baja presión sobre su motor GENX, que propulsa el Boeing 787 y Boeing 747-8. Esta fue la primera aplicación a gran escala de este material sobre un motor jet comercial que entró en el mercado en 2011. Se está buscando un camino alternativo para la producción de los álabes TiAl para los motores GENX y GE9X que usen la Fabricación Aditiva.

## 5.2.3 Titanio + Aluminio (Ti+Al)

La descripción de los materiales y sus propiedades por separado se han tratado en sus correspondientes apartados, 5.1.1 para el Titanio y 5.3.4 para el Aluminio.

Tabla 11: Comparación Titanio-Aluminio 1.1

| Símbolo químico       | Ti                    | Al                           |
|-----------------------|-----------------------|------------------------------|
| Número atómico        | 22                    | 13                           |
| Grupo                 | 4                     | 13                           |
| Periodo               | 4                     | 3                            |
| Aspecto               | Plateado              | Plateado                     |
| Bloque                | d                     | p                            |
| Densidad              | $4507 \text{ kg/m}^3$ | $2698.4 \text{ kg/m}^3$      |
| Masa atómica          | 47.867 u              | 26.9815386 u                 |
| Radio medio           | 140 pm                | 125 pm                       |
| Radio atómico         | 176                   | 118                          |
| Radio covalente       | 136 pm                | 118 pm                       |
| Estados de oxidación  | 4                     | 3                            |
| Óxido                 | Anfótero              | Anfótero                     |
| Estructura cristalina | hexagonal             | cúbica centrada en las caras |
| Estado                | sólido                | sólido                       |

Tabla 12: Comparación Titanio-Aluminio 1.2

|                                |                           |                               |
|--------------------------------|---------------------------|-------------------------------|
| <b>Punto de fusión</b>         | 1941 K                    | 933.47 K                      |
| <b>Punto de ebullición</b>     | 3560 K                    | 2792 K                        |
| <b>Calor de fusión</b>         | 15.45 kJ/mol              | 10.79 kJ/mol                  |
| <b>Presión de vapor</b>        | 0.49 Pa a 1933 K          | $2.42 \times 10^6$ Pa a 577 K |
| <b>Electronegatividad</b>      | 1.54                      | 1.61                          |
| <b>Calor específico</b>        | 520 J/(K·kg)              | 900 J/(K·kg)                  |
| <b>Conductividad eléctrica</b> | $2.38 \times 10^6$ (1/Ωm) | $37.7 \times 10^6$ (1/Ωm)     |
| <b>Conductividad térmica</b>   | 21,9 W/(K·m)              | 237 W/(K·m)                   |

### 5.3 REFUERZOS

#### 5.3.1 Diboruro de titanio (TiB<sub>2</sub>)

El diboruro de titanio es un material duro con una elevada resistencia al desgaste y una resistencia mecánica alta a temperaturas elevadas. Su alta densidad junto con una resistencia a la compresión y un módulo de elasticidad elevados conducen a su utilización en elementos de blindaje. Resiste a la mayoría de los reactivos y tiene una excelente humectabilidad y estabilidad en metales líquidos como el aluminio.

Es el más estable de los compuestos de titanio-boro, aunque no se produce de forma natural en la naturaleza. El TiB<sub>2</sub> en polvo puede producirse por métodos de alta temperatura tales como las reacciones directas de titanio o sus óxidos/hidruros, con boro elemental a más de 1000 °C, reducción carbotérmica por reacción de óxido de titanio y óxido de boro, hidrógeno y reducción de haluros de boro en presencia de metal o sus haluros.

Al igual que con otros materiales unidos en gran medida por enlaces covalentes, el boruro de titanio es resistente a la sinterización y por lo general se densifica mediante prensado isostático en caliente o prensado uniaxial en caliente.

#### Especificaciones

Tabla 13: Propiedades del TiB<sub>2</sub>

|                                |                        |
|--------------------------------|------------------------|
| <b>Módulo elástico</b>         | 510-575 MPa            |
| <b>Módulo de rotura</b>        | 410-448 MPa            |
| <b>Dureza (Knoop)</b>          | 1800                   |
| <b>Densidad</b>                | 4520 kg/m <sup>3</sup> |
| <b>Punto de fusión</b>         | 2970 °C                |
| <b>Coefficiente de Poisson</b> | 0.1-0.15               |
| <b>Conductividad térmica</b>   | 25 W/(K·m)             |
| <b>Dureza Mohs</b>             | 9.5-10                 |

#### Aplicaciones

Muchas aplicaciones del TiB<sub>2</sub> se ven inhibidas por los factores económicos, en particular por los costes de densificación de un material con alto punto de fusión. Además, gracias a una capa de dióxido de

titanio que se forma en la superficie de las partículas de polvo, es muy resistente a la sinterización. La mezcla con alrededor de un 10% de nitruro de silicio facilita la sinterización.

La combinación de alta dureza y resistencia moderada lo hacen atractivo para la armadura balística. Sin embargo, su densidad relativamente alta y dificultad en la formación de algunos componentes hacen que para este propósito sean más convenientes algunos materiales cerámicos.

La inercia química, así como una buena conductividad eléctrica le han llevado a su uso como cátodos en células de Hall-Heroult para la fundición de aluminio primario. También encuentra usos como crisoles para la manipulación de metales fundidos y como barcos de evaporación de metal.

Su dureza, resistencia y resistencia al desgaste hacen a este compuesto un candidato para su uso en herramientas de corte.

### 5.3.2 Carburo de Titanio (TiC)

El carburo de titanio es un compuesto de titanio y carbono de fórmula TiC. Es un material cerámico, en forma de polvos grises o de sólido cristalino, negro, brillante, extremadamente duro, de 9 a 9.5 en la escala de Mohs. Conduce la corriente eléctrica. Se utiliza en la fabricación de herramientas de corte.

El carburo de titanio pertenece a los llamados compuestos intersticiales, esto le permite tener muy buena conductividad eléctrica. A pesar de ser un material cerámico, tiene un coeficiente de temperatura alto. La estructura del compuesto está formada por átomos de carbono incrustados en la red del titanio metálico. Posee una estructura cristalina cúbica similar a la del cloruro de sodio con una considerable anchura de fase. La proporción de los componentes a menudo no es estequiométrica y oscila entre  $TiC_{1,0}$ - $TiC_{0,3}$  o  $TiC_{0,47}$ , según fabricante. Esta estequiométrica permite que los espacios de los átomos no metálicos queden sin relleno. La ocupación completa es difícil, se está trabajando, aunque no está del todo logrado el  $TiC_{0,98}$ .

El carburo de titanio se caracteriza por una alta dureza de hasta 4000 HV y funde a una temperatura de 3140 ° C. Es, sin embargo, muy frágil. La resistencia a la flexión es de 240-400 MPa, la dureza HV1 a 22 -30 GPa y el módulo elástico a 550 a 570 GPa. El compuesto es inerte, estable en aire hasta 800 ° C y se oxida a una temperatura alrededor de 450 ° C. El carburo de titanio reacciona con el nitrógeno para formar nitruro de titanio a aproximadamente 1000 ° C. El carburo de titanio es prácticamente insoluble en agua y en soluciones fuertemente alcalinas. Es insoluble en ácido clorhídrico y ácido sulfúrico, pero es soluble en ácido nítrico y ácido fluorhídrico.[6]

#### Aplicaciones:

Se utiliza como material de recubrimiento para plaquetas de corte, fresas, brocas, etc.

En la industria química es parte integral de la sinterización de la familia-material de Hierro-Titanio, en general. El carburo de titanio aumenta la resistencia a alta temperatura, dureza y resistencia a la oxidación. La resistencia al desgaste, a la corrosión y a la oxidación de materiales de base carburo de tungsteno y cobalto, se pueden incrementar de un 6 a un 30% gracias al carburo de titanio, pero a costa de aumentar la fragilidad y por tanto, reducir la resistencia a la fractura del material.

Las brocas de taladrado de acero de alta velocidad y sin adición de tungsteno, se pueden reforzar mediante la adición de carburo de titanio, aumentando de este modo su velocidad de corte, exactitud y mejor acabado de la superficie. También se utiliza para la obtención de materiales utilizados en herramientas de corte.

Este material, conocido como material cerámico para alta tecnología, se utiliza para la protección térmica de las naves espaciales en la atmósfera de la Tierra.

Tabla 14: Propiedades del TiC

|                            |   |
|----------------------------|---|
| <b>Fórmula estructural</b> | TiC   |
| <b>Color</b>               | polvo gris                                      |
| <b>Densidad</b>            | 4920 kg/m <sup>3</sup> ; 4.92 g/cm <sup>3</sup> |
| <b>Masa molar</b>          | 59.88 g/mol                                     |
| <b>Punto de fusión</b>     | 3140 °C (3413 K)                                |
| <b>Punto de ebullición</b> | 4820 °C (5093 K)                                |
| <b>Dureza de Mohs</b>      | 9-9.5   |

### 5.3.3 Nitruro de Titanio (TiN)

El nitruro de titanio (conocido también como Tinita) es un material cerámico extremadamente duro (Dureza ~85 Rockwell C o dureza ~2500 Vickers o 24.5 GPa) usado frecuentemente como recubrimiento sobre componentes de aleaciones de titanio, acero, carburos y aluminio para mejorar las propiedades superficiales del sustrato.

El TiN tiene excelentes propiedades de refractividad infrarroja (IR), reflexión en un espectro similar al oro elemental (Au).

Dependiendo del material del sustrato y el acabado superficial, el TiN tiene un rango de coeficiente de fricción de 0.4 a 0.9 contra sí mismo (sin lubricación). La formación típica tiene una estructura cristalina del tipo del NaCl en una proporción estequiométrica aproximada de 1:1; De cualquier modo, los compuestos de TiN<sub>x</sub> con rango x de 0.6 a 1.2 son termodinámicamente estables. El TiN oxidará a 600 °C (~1100 °F) en atmósfera normal y tiene un punto de fusión de 2930 °C.[7]

#### Propiedades físicas

- Dureza Vickers 18-21 GPa
- Módulo de elasticidad 251 GPa
- Conductividad térmica 19.2 W / (m · °C)
- Coeficiente de expansión térmica  $9,35 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$
- Superconductor temperatura de transición 5.6 K

Se oxida a 800 °C en atmósfera estándar. Es químicamente estable a temperatura ambiente y es atacado por ácidos concentrados calientes.

Posee una excelente reflectividad de infrarrojos (IR), lo que refleja un espectro similar al elemento de oro (Au), que le da un color amarillento. Dependiendo del acabado superficial del material tendrá un coeficiente de fricción que van 0.4 a 0.9 (no lubricado). La formación típica tiene una estructura cristalina de tipo NaCl con una estequiometría más o menos de 1:1, sin embargo, los compuestos TiN<sub>x</sub> con x variando de 0.6 hasta 1.2 son termodinámicamente estables. Una película delgada de nitruro de titanio se logró enfriar a temperaturas cercanas al cero absoluto, lo que produjo el descubrimiento del primer superaislante conocido, donde la resistencia de repente aumentó en un factor de 100 000.

Tabla 15: Propiedades del TiN

|                              |   |
|------------------------------|---|
| <b>Otros nombres</b>         | Mononitruro de titanio<br>Nitruro de titanio (III)<br>Nitruro titanioso |
| <b>Fórmula molecular</b>     | TiN   |
| <b>Apariencia</b>            | color dorado  |
| <b>Densidad</b>              | 5220 kg/m <sup>3</sup> ; 5.22 g/cm <sup>3</sup>                         |
| <b>Masa molar</b>            | 61.874 g/mol  |
| <b>Punto de fusión</b>       | 2930 °C (276 K)   |
| <b>Estructura cristalina</b> | cúbico, cF8   |
| <b>Solubilidad en agua</b>   | insoluble   |

### 5.3.4 Aluminio (Al)

El aluminio es un elemento químico, de símbolo Al y número atómico 13. Se trata de un metal no ferromagnético. Es el tercer elemento más común encontrado en la corteza terrestre cuyos compuestos de aluminio forman el 8 % de la corteza de la tierra y se encuentran presentes en la mayoría de las rocas, de la vegetación y de los animales. En estado natural se encuentra en muchos silicatos (feldespatos, plagioclasas y micas). Este metal se extrae únicamente del mineral conocido con el nombre de bauxita, por transformación primero en alúmina mediante el proceso Bayer y a continuación en aluminio metálico mediante electrólisis. Este metal posee una combinación de propiedades que lo hacen muy útil en ingeniería de materiales, tales como su baja densidad (2700 kg/m<sup>3</sup>) y su alta resistencia a la corrosión. Mediante aleaciones adecuadas se puede aumentar sensiblemente su resistencia mecánica (hasta los 690 MPa). Es buen conductor de la electricidad y del calor, se mecaniza con facilidad y es muy barato. Por todo ello es desde mediados del siglo XX es el metal que más se utiliza después del acero.

Fue aislado por primera vez en 1825 por el físico danés H. C. Oersted. El principal inconveniente para su obtención reside en la elevada cantidad de energía eléctrica que requiere su producción. Este problema se compensa por su bajo coste de reciclado, su extendida vida útil y la estabilidad de su precio.

#### Propiedades físicas

El aluminio es un elemento muy abundante en la naturaleza, solo aventajado por el oxígeno y el silicio. Se trata de un metal ligero, con una densidad de 2700 kg/m<sup>3</sup>, y con un bajo punto de fusión (660 °C). Su color es grisáceo y refleja bien la radiación electromagnética del espectro visible y el térmico. Es buen conductor eléctrico (entre 35 y 38 m/(Ω mm<sup>2</sup>)) y térmico (80 a 230 W/(m·K)).

#### Propiedades mecánicas

Es un material blando (escala de Mohs: 2-3-4) y maleable. En estado puro tiene un límite de resistencia en tracción de 160-200 N/mm<sup>2</sup> (160-200 MPa). Todo ello le hace adecuado para la fabricación de cables eléctricos y láminas delgadas, pero no como elemento estructural. Para mejorar estas propiedades se alea con otros metales, lo que permite realizar sobre las operaciones de fundición y forja, así como la extrusión del material. También de esta forma se utiliza como soldadura.

#### Propiedades químicas

La capa de valencia del aluminio está poblada por tres electrones, por lo que su estado normal de oxidación es III. Esto hace que reaccione con el oxígeno de la atmósfera formando con rapidez una



fina capa gris mate de alúmina  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , que recubre el material, aislándolo de posteriores corrosiones. Esta capa puede disolverse con ácido cítrico. A pesar de ello es tan estable que se usa con frecuencia para extraer otros metales de sus óxidos. Por lo demás, el aluminio se disuelve en ácidos y bases. Reaccionan con facilidad con el ácido clorhídrico y el hidróxido sódico.

### Especificaciones

Tabla 16: Propiedades del aluminio

|                                  |  |
|----------------------------------|--|
| <b>Nombre, símbolo, número</b>   | Aluminio, Al, 13                           |
| <b>Serie química</b>             | Metales del bloque p                       |
| <b>Grupo, período, bloque</b>    | 13, 3, p                                   |
| <b>Masa atómica</b>              | 26,9815386(8) u                            |
| <b>Configuración electrónica</b> | $[\text{Ne}]3s^23p^1$                      |
| <b>Dureza Mohs</b>               | 2.75                                       |
| <b>Estado ordinario</b>          | Sólido                                     |
| <b>Densidad</b>                  | 2698.4 kg/m <sup>3</sup>                   |
| <b>Punto de fusión</b>           | 933.47 K (660 °C)                          |
| <b>Punto de ebullición</b>       | 2792 K (2519 °C)                           |
| <b>Entalpía de vaporización</b>  | 293.4 kJ/mol                               |
| <b>Entalpía de fusión</b>        | 10.79 kJ/mol                               |
| <b>Presión de vapor</b>          | $2.42 \times 10^{-6}$ Pa a 577 K           |
| <b>Volumen molar</b>             | $10.00 \times 10^{-6}$ m <sup>3</sup> /mol |
| <b>Estructura cristalina</b>     | cúbica centrada en las caras               |
| <b>Conductividad eléctrica</b>   | $37.7 \times 10^6$ (1/Ωm)                  |
| <b>Conductividad térmica</b>     | 237 W/(K·m)                                |
| <b>Módulo elástico</b>           | 70 GPa                                     |

### Aplicaciones

Por sus propiedades eléctricas es un buen conductor, capaz de competir en coste y prestaciones con el cobre tradicional. Dado que, a igual longitud y masa, el conductor de aluminio tiene un poco menos de conductividad, resulta un componente útil para utilidades donde el exceso de peso es importante. Es el caso de la aeronáutica y de los tendidos eléctricos donde el menor peso implica en un caso menos gasto de combustible y mayor autonomía, y en el otro la posibilidad de separar las torres de alta tensión.

### 5.3.5 Carburo de boro ( $B_4C$ )

Es un material abrasivo con alto rendimiento con propiedades químicas y físicas similares a diamante, así como resistencia química y dureza. La alta dureza del carburo de boro le da el sobrenombre de “diamante negro”. Su color es negro o gris.

El carburo de boro es un material cerámico extremadamente duro usado en tanques blindados, chalecos antibalas, y numerosas aplicaciones industriales. Con una dureza de 9.3 en la escala de Mohs, es uno de los materiales más duros conocidos, detrás del nitruro de boro cúbico y del diamante.

Fue descubierto en el siglo 19 como un subproducto de reacciones que involucraban los metales de boro, aunque su fórmula era desconocida. No fue hasta el 1930 que su fórmula fue hallada. Ahora se produce industrialmente mediante una reducción carbotermal del óxido de boro en horno de arco eléctrico.[8]

#### Propiedades químicas

- Grados disponibles en la industria general: B + C= 94% min. (B= 77% min. & C= 17% max.) and B + C= 98% min. (B= 74% min. & C= 24% max.)
- Grado estándar: B= 74% min., and C= 24% max., B+C= 98% min.
- Grado nuclear: B= 76.5% min.
- Grado de alta pureza: B= 75-80%.

#### Propiedades físicas:

- Tamaño de grano FEPA de F100 a F1500.
- También granulaciones desde grano grueso a partículas de tamaño de angstrom.

#### Especificaciones

Tabla 17: Propiedades del  $B_4C$

|  |                                |
|--|--------------------------------|
| <b>Peso molecular (g/mol)</b>              | 55.25515                       |
| <b>Color</b>                               | Negro o gris oscuro            |
| <b>Densidad teórica (g/cm<sup>3</sup>)</b> | 2.51                           |
| <b>Punto de fusión (°C)</b>                | 2450                           |
| <b>Punto de ebullición (°C)</b>            | 3500                           |
| <b>Solubilidad</b>                         | Nada                           |
| <b>Conductividad Térmica (W/m.K)</b>       | 28                             |
| <b>Forma de las partículas</b>             | Irregular, facetada y whiskers |
| <b>Gravedad específica</b>                 | 2.51                           |
| <b>Calor específico (cal/(mol °C))</b>     | 12.5                           |

## Aplicaciones

Utilizado en el componente de modificación de acero con alto contenido de boro, lapeado, acabado, presión en caliente y sinterizado de piezas duras resistentes a la abrasión con peso ligero, refractores metalúrgicos con alta corrosión y resistencia a la oxigenación, moderadores y barras de control de los reactores de la tecnología nuclear.

También utilizado en candados, enchapado de armas personal y vehículos antibalas, boquillas de ráfaga de arena, boquillas de chorro de agua a alta presión.

### 5.3.6 Nitruro de Boro policristalino (cBN)

El nitruro de boro cúbico policristalino, cBN, es un material con excelente resistencia al calor que se puede utilizar a velocidades de corte muy altas. Presenta también buena tenacidad y resistencia a los cambios bruscos de temperatura.[9]

## Especificaciones

Tabla 18: Propiedades del cBN

|   |      |
|---|------|
| <b>Densidad (g/cm<sup>3</sup>)</b>            | 3.45 |
| <b>Dureza de Knoop (GPa)</b>                  | 45   |
| <b>Módulo de compresibilidad (GPa)</b>        | 400  |
| <b>Conductividad térmica (W/(m·K))</b>        | 740  |
| <b>Expansión térmica (10<sup>-6</sup>/°C)</b> | 1.2  |
| <b>Índice de refracción</b>                   | 2.1  |

## Aplicaciones

Las calidades CBN se utilizan ampliamente en torneado para el acabado de aceros templados, con una dureza superior a 45 HRC. Por encima de 55 HRC, el CBN es el único material de herramienta que puede sustituir a los métodos tradicionales de rectificado. Los aceros más blandos, por debajo de 45 HRC, contienen mayor cantidad de ferrita, que afecta negativamente a la resistencia al desgaste del CBN.

El CBN también se puede utilizar para desbaste a alta velocidad de fundición gris tanto en operaciones de torneado como de fresado.

### 5.3.7 Diamante (Dia)

El diamante es la segunda forma más estable de carbono, después del grafito; sin embargo, la tasa de conversión de diamante a grafito es despreciable en condiciones ambientales. El diamante tiene renombre específicamente como un material con características físicas superlativas, muchas de las cuales derivan del fuerte enlace covalente entre sus átomos. En particular, el diamante tiene la más alta dureza y conductividad térmica de todos los materiales conocidos por el ser humano. Estas propiedades determinan que la aplicación industrial principal del diamante sea en herramientas de corte y de pulido además de otras aplicaciones.

El diamante es uno de los minerales más preciados del mundo por sus características físicas y ópticas. Debido a su estructura cristalina extremadamente rígida, puede ser contaminada por pocos tipos de impurezas, como el boro y el nitrógeno. Combinado con su gran transparencia (correspondiente a una amplia banda prohibida de 5.5 eV), esto resulta en la apariencia clara e incolora de la mayoría de diamantes naturales. Pequeñas cantidades de defectos o impurezas (aproximadamente una parte por

millón) inducen un color de diamante azul (boro), amarillo (nitrógeno), marrón (defectos cristalinos), verde, violeta, rosado, negro, naranja o rojo. El diamante también tiene una dispersión refractiva relativamente alta, esto es, habilidad para dispersar luz de diferentes colores, lo que resulta en su lustre característico. Sus propiedades ópticas y mecánicas excelentes, combinadas con una mercadotecnia eficiente, hacen que el diamante sea la gema más popular.

La mayoría de diamantes naturales se forman en condiciones de presión y temperatura extremas, existentes a profundidades de 140 km a 190 km en el manto terrestre. Los minerales que contienen carbono proveen la fuente de carbono, y el crecimiento tiene lugar en períodos de 1 a 3.3 mil millones de años, lo que corresponde a, aproximadamente, el 25 % a 75 % de la edad de la Tierra. Los diamantes son llevados cerca de la superficie de la Tierra a través de erupciones volcánicas profundas por un magma, que se enfría en rocas ígneas conocidas como kimberlitas y lamproitas. Los diamantes también pueden ser producidos sintéticamente en un proceso de alta presión y alta temperatura que simula aproximadamente las condiciones en el manto de la Tierra. Una alternativa, y técnica completamente diferente, es la deposición química de vapor. Algunos materiales distintos al diamante, incluyendo a la zirconia cúbica y carburo de silicio son denominados frecuentemente como simulantes de diamantes, semejando al diamante en apariencia y muchas propiedades. Se han desarrollado técnicas gemológicas especiales para distinguir los diamantes sintéticos y los naturales, y simulantes de diamantes.

## Especificaciones

Tabla 19: Propiedades del Diamante

|                             |  |
|-----------------------------|--|
| <b>Categoría</b>            | Minerales elementos (no metales)   |
| <b>Fórmula química</b>      | C  |
| <b>Color</b>                | Típicamente amarillo, marrón o gris a incoloro. Menos frecuente azul, verde, negro, blanco translúcido, rosado, violeta, anaranjado, púrpura y rojo (fancy diamond). |
| <b>Raya</b>                 | Incolora   |
| <b>Lustre</b>               | Adamantino   |
| <b>Transparencia</b>        | Transparente a subtransparente a translúcido.  |
| <b>Sistema cristalino</b>   | Isométrico-Hexoctaédrico (Sistema cristalino cúbico)   |
| <b>Fractura</b>             | Concoidal  |
| <b>Dureza</b>               | 10 (Material más duro conocido)  |
| <b>Densidad</b>             | 3.5 – 3.53 g/cm <sup>3</sup>   |
| <b>Índice de refracción</b> | 2.4175 – 2.4178  |

## Aplicaciones

El mercado para los diamantes de grado industrial opera de forma muy diferente de su contraparte ornamental. Los diamantes industriales son valorados mayoritariamente por su dureza y conductividad térmica, haciendo algunas de las características gemológicas de los diamantes, tales como claridad y color, irrelevantes para la mayoría de las aplicaciones. Esto ayuda a explicar por qué el 80% de los

diamantes minados (igual a aproximadamente 100 millones de quilates, o 20000 kg anualmente), no aptos para su uso como piedras preciosas, son destinadas al uso industrial. Además de los diamantes minados, los diamantes sintéticos encontraron aplicaciones industriales casi inmediatamente tras su invención en la década de 1950; se producen anualmente otros 3 mil millones de quilates (600 toneladas métricas) de diamantes sintéticos para uso industrial. Actualmente, aproximadamente el 90% del material abrasivo de las lijas de diamante es de origen sintético.

El uso industrial dominante de los diamantes es el corte, perforación, lijado y pulido. La mayoría de los usos de diamantes en esta tecnología no requiere de diamantes grandes; en efecto, la mayoría de los diamantes que son de calidad de gema, excepto por su tamaño pequeño, pueden encontrar un uso industrial. Los diamantes son insertados en la punta de taladros u hojas de sierras, o esparcidos en un polvo para su uso en aplicaciones de lijado y pulido. Algunas aplicaciones especializadas incluyen el uso en laboratorios como contenedor para experimentos de alta presión, rodamientos de alto desempeño, y un uso limitado en ventanas especializada.

Con los avances continuos hechos en la producción de diamantes sintéticos, las aplicaciones futuras se están volviendo factibles. Está generando mucha excitación el posible uso del diamante como un semiconductor apto para construir microchips, o el uso del diamante como un disipador en electrónica, aunque antaño en esta rama de la tecnología se empleó ampliamente en la fabricación de agujas de las cápsulas fonocaptoras de los tocadiscos.

El límite entre los diamantes de calidad de gema y los diamantes industriales está definido pobremente, y parcialmente depende de las condiciones de mercado (por ejemplo, si la demanda de diamantes pulidos es alta, algunas piedras aptas serán pulidos en gemas pequeñas o de baja calidad en vez de ser vendidas para uso industrial). Dentro de la categoría de diamantes industriales, hay una subcategoría que comprende las piedras de menor calidad, principalmente piedras opacas, que son conocidas como *bort* o 'boart'.

### 5.3.8 Hexaboruro de silicio (SiB<sub>6</sub>)

El SiB<sub>6</sub> puro (un material que tiene propiedades termoeléctricas excelentes a más de 700 °C junto a otras características interesantes) ha demostrado tener una pobre sinterabilidad con técnicas de sinterización convencionales mientras que se ha conseguido una consolidación completa mediante la técnica SPS a una temperatura de 1600 °C. Además, se descubrió que elementos raros como el lantano eran muy efectivos para evolucionar la microestructura de la fase de SiB<sub>6</sub>, reduciendo de este modo la temperatura de sinterización y controlando el crecimiento de grano.

El SiB<sub>6</sub> ha provocado una gran atención como material para aplicaciones termoeléctricas a altas temperaturas, debido a sus propiedades favorables como su alto punto de fusión, estabilidad química y alta conductividad eléctrica, baja conductividad térmica y alto coeficiente de Seebeck a altas temperaturas.

Es muy similar al B<sub>4</sub>C en términos de microestructura y propiedades físicas y mecánicas. La dureza de Vickers es 22 GPa. Este material tiene una alta resistencia química y baja densidad y es también conocido como un material resistente al impacto. Siendo temperatura de fusión es 1850 °C, es relativamente baja comparada con el B<sub>4</sub>C.



# 6 PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

El proceso experimental consta de dos partes principalmente, la primera es la medición de la granulometría mediante difracción láser y, por otra parte, el estudio y análisis de la morfología del material particulado mediante el microscopio SEM.

Primeramente, se reciben las muestras de cada material provenientes de las distintas empresas suministrados y se procede al análisis de la granulometría de cada una de ellas. Para ello se hace uso del equipo Mastersizer 2000.

Una vez finalizado el experimento, el equipo proporciona unos resultados con los que trabajar. Determina una relación del tamaño de partícula con el porcentaje de volumen que ese tamaño ocupaba en el total de la muestra, lo que da la posibilidad de crear una gráfica que sirve, entre otras funciones, para determinar si el tamaño de la muestra coincide o no con lo acordado con la empresa. El equipo también proporciona diferentes datos característicos de la muestra que se analizarán en el apartado de Resultados.

Terminada la parte de la granulometría, el siguiente paso sería el estudio de la morfología. Para ello se cuenta con el ya mencionado microscopio SEM. Un potente microscopio que permite ver al detalle cada muestra de forma que, sin error alguno, proporciona una vista clara de la morfología de la muestra y con ello poder analizar las posibles soluciones que dicha muestra puede dar con vistas al objetivo final del proyecto, que no es otro que la búsqueda de nuevos materiales compuestos que tengan las propiedades que el mercado demanda, es decir, materiales con una mayor rigidez y resistencia específica.

## 6.1 GRANULOMETRÍA POR DIFRACCIÓN LÁSER

La difracción láser es una técnica de medición de tamaño de partícula ampliamente utilizada para materiales que van desde cientos de nanómetros hasta varios milímetros en tamaño.

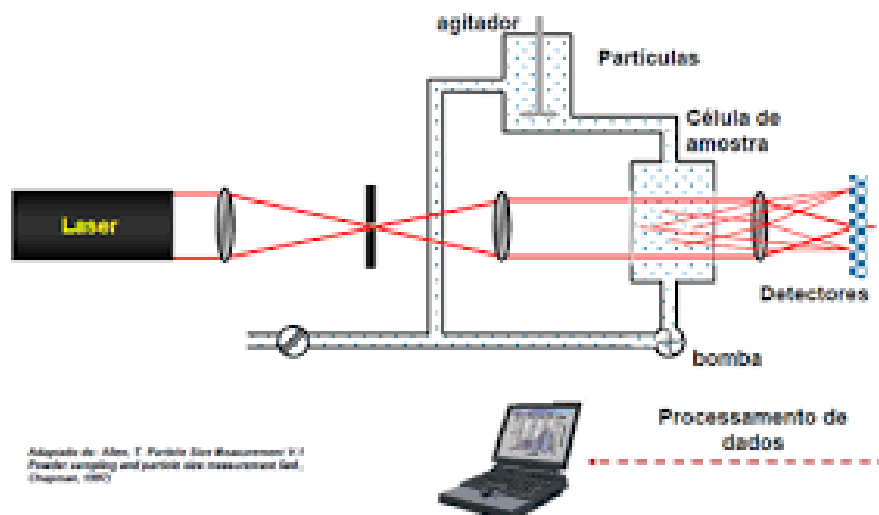


Ilustración 7: Método de difracción láser

Las principales razones de su éxito son:

- Amplio rango dinámico: rango dinámico desde submicrométrico hasta milimétrico.
- Mediciones rápidas: los resultados se generan en menos de un minuto.
- Repetibilidad: en cada medición se muestrea un gran número de partículas.

- Retroalimentación instantánea: monitoreo y control del proceso de dispersión de partículas.
- Alto rendimiento de muestras: cientos de mediciones por día.
- No requiere calibración: verificación sencilla con materiales de referencia estándar.
- Técnica reconocida: cubierta por ISO13320 (2009).

## Principios

La difracción láser mide las distribuciones de tamaño de partícula a partir de la variación angular de la intensidad de la luz dispersada cuando un rayo láser pasa a través de una muestra de partículas dispersas. Las partículas grandes dispersan la luz en ángulos pequeños en relación con el rayo láser, y las partículas pequeñas dispersan la luz en ángulos grandes, como se ilustra a continuación. Luego se analizan los datos de la intensidad de dispersión angular para calcular el tamaño de las partículas responsables de crear el patrón de dispersión, utilizando la teoría Mie de la dispersión de luz. El tamaño de partícula se registra como un diámetro de esfera equivalente al volumen.

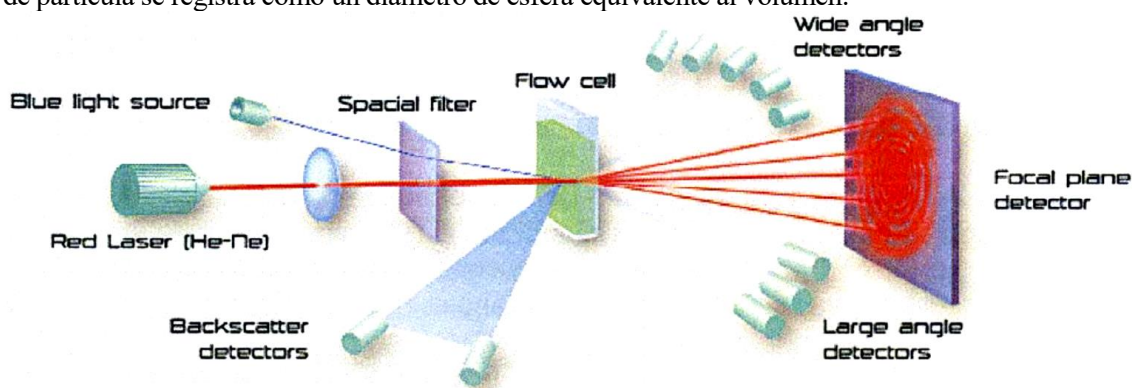


Ilustración 8: Difracción láser

### 6.1.1 Propiedades ópticas

La difracción láser utiliza la teoría Mie de la dispersión de la luz para calcular la distribución de tamaño de partícula, suponiendo un modelo de esfera equivalente al volumen.

La teoría Mie requiere que se conozcan las propiedades ópticas (índice de refracción y componente imaginario) de la muestra que se está midiendo, junto con el índice de refracción del dispersante. Por lo general, las propiedades ópticas del dispersante son relativamente fáciles de encontrar a partir de los datos publicados, y muchos instrumentos modernos cuentan con bases de datos integradas que incluyen dispersantes comunes. Para muestras en las que no se conocen las propiedades ópticas, el usuario puede medirlas o calcularlas utilizando un enfoque iterativo basado en la bondad de ajuste entre los datos modelados y los datos reales recolectados para la muestra.

Un enfoque simplificado consiste en usar la aproximación Fraunhofer, que no requiere que se conozcan las propiedades ópticas de la muestra. Esto puede proporcionar resultados exactos para partículas grandes. Sin embargo, debe utilizarse con precaución cuando se trabaje con muestras que puedan tener partículas de menos de  $50\ \mu\text{m}$ , o cuando las partículas sean relativamente transparentes.[10]

### 6.1.2 Aglomeraciones en la muestra

Este es uno de los problemas más reseñables que puede aparecer a la hora de realizar la medición. La presencia de aglomeraciones en la muestra nos puede dar lugar a una medición errónea y, por tanto, la gráfica obtenida será errónea con picos que no debería aparecer. Para subsanar este error o para



evitarlo, se hacen cuatro mediciones variando las condiciones. Si una vez realizadas las cuatro mediciones siguen apareciendo aglomeraciones, se puede someter la muestra a ultrasonidos que hará que dichas aglomeraciones desaparezcan.

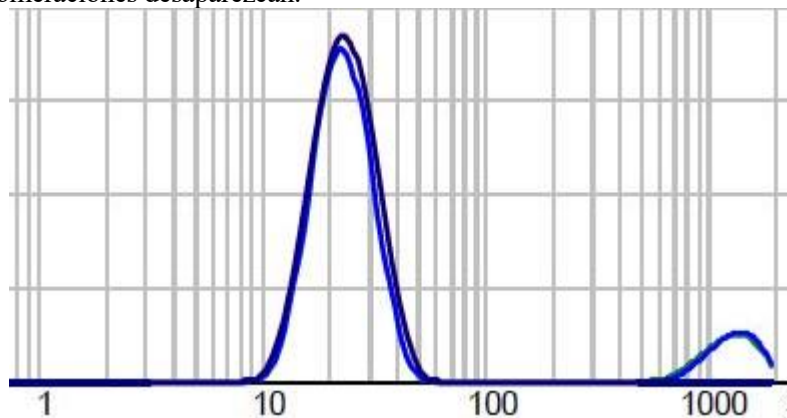


Ilustración 9: Ejemplo de medición con aglomeraciones

Como se puede observar en la imagen, en la parte derecha de la gráfica aparece un pico que corresponde a aglomeraciones existentes en la muestra. En la gráfica aparecen las cuatro mediciones que se han realizado, concretamente corresponde a la muestra de Carburo de Boro F400. Por tanto, la medición correspondiente a las aglomeraciones no se tendrá en cuenta.

### 6.1.3 Multiple Light Scattering (Niebla Iluminada)

Es otro de los problemas que aparece o puede aparecer al realizar la medición mediante este método. Una partícula que genera un patrón de dispersión de luz determinado por su tamaño choca a su vez con otra partícula y ésta de nuevo genera otra dispersión adicional, abriéndose cada vez más el ángulo de dispersión de luz de forma artificial y recibiendo señales de luz detectores que no tendrían que recibirla, generando un tamaño de partícula inferior al real. Esto viene provocado por una excesiva densidad de material en el equipo.

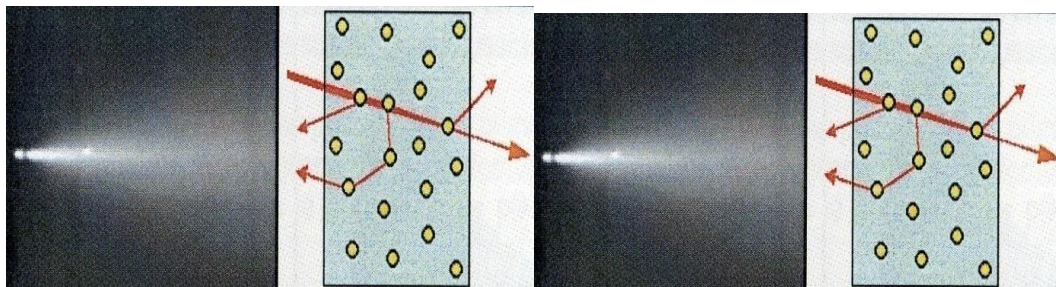


Ilustración 10: Fenómeno de Niebla iluminada

### 6.1.4 Mastersizer 2000

Analizador de tamaño de partículas modular con tecnología de difracción láser diseñado para la medida de la distribución de tamaño de partículas de muestras en dispersión líquida y seca. Dispone de una gran variedad de unidades de dispersión que se adaptan a todo tipo de aplicaciones tanto para medidas en vía líquida en base acuosa como solvente, como para medidas en vía seca de partículas en forma de polvo, frágiles, robustas o abrasivas.

- Rango de tamaño: 0.02 a 2000 micras, dependiendo de las propiedades del material.
- Principio de medida: Dispersión de luz "Mie".
- Sistemas de detección:
  - Luz roja: dispersión frontal, lateral y en reflexión o "back scattering".
  - Luz azul: dispersión de gran ángulo y en reflexión o "back scattering".
- Fuentes de luz:
  - Luz roja: Láser de Helio Neon.
  - Luz azul: Fuente de luz de estado sólido.
- Sistema de alineamiento óptico: Sistema de alineado rápido y automático con retícula óptica de campo oscuro y autoalineación del multidetector.
- Precisión:  $\pm 1\%$  sobre el D(0.5) (mediana) con las muestras estándares "Quality Audit Standard".
- Reproducibilidad instrumento a instrumento: Mejor del 1% de la RSD (Desviación Estándar Relativa) sobre el D(0.5) con las muestras estándares "Quality Audit Standard".
- Sistema de intercambio de las unidades de dispersión: Reconocimiento automático de las unidades de dispersión, con inserción de las células de medida en el banco óptico con sistema de "cassette" de incorporación directa.
- Potencia: 240 V, 50 Hz, 60 VA.
- Dimensiones: Longitud: 1293 mm, profundidad: 255 mm, altura: 375 mm.
- Peso: 31 kg.



Ilustración 11: Equipo Mastersizer 2000

Equipo para analizar el tamaño de partículas mediante la técnica de difracción de rayos láser puede medir partículas en polvo en un rango de 0.02 a 2000 micras.

Dependiendo de la cantidad y de la naturaleza de la muestra se pueden usar distintas unidades de dispersión siendo éstas:

- Vía húmeda Hydro 2000 con capacidad 800 ml de agua
- Vía húmeda Hydro 2000S con 100 ml de agua u otros líquidos
- Vía seca Scirocco 2000, utiliza aire seco como agente dispersante

El equipo cuenta con un Software (SOP) de control que permite crear un entorno de trabajo personalizado donde se definen las variables de control (presión de aire en bar, % vibración de la bandeja, etc.) para cada tipo de ensayo.

## 6.2 LA MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO SEM

### 6.2.1 Concepto y usos

La **microscopia electrónica de barrido** o **SEM** se basa en el principio de la microscopia óptica en la que se sustituye el haz de luz por un **haz de electrones**. Con esto conseguimos hasta los 100 Å, resolución muy superior a cualquier instrumento óptico. [11]

Su funcionamiento consiste en hacer incidir un barrido de haz de electrones sobre la muestra. La muestra (salvo que ya sea conductora) está generalmente recubierta con una capa muy fina de oro o carbón, lo que le otorga propiedades conductoras. La técnica de preparación de las muestras se denomina “sputtering” o pulverización catódica.

Al alcanzar el haz la superficie de la muestra se generan principalmente las siguientes partículas:

- Electrones retrodispersados (e1).
- Electrones secundarios (e2).
- Radiación electromagnética (rayos X) y otras partículas menos significativas.



Ilustración 12: Microscopio óptico SEM

El microscopio se encuentra internamente equipado con unos detectores que recogen la energía y la transforman en las siguientes imágenes y datos:

- Detector de electrones secundarios: (SEI – Secondary Electron Image) con los que obtenemos las imágenes de alta resolución.
- Detector de electrones retrodispersados: (BEI – Backscattered Electron Image) Con menor resolución de imagen, pero mayor contraste para obtener la topografía de la superficie.
- Detector de energía dispersiva: (EDS – Energy Dispersive Spectrometer) detecta los rayos X generados y permite realizar un análisis espectrográfico de la composición de la muestra.

### 6.2.2 Morfología

Una vez obtenidas las imágenes SEM, uno de los detalles a tener en cuenta es la morfología, es decir, la forma de las partículas de cada muestra del material. La morfología puede ser principalmente de cinco tipos: esférica, facetada, dendrítica, irregular y de bastones. En el apartado de resultados se explicarán en detalle los diferentes tipos.

### 6.2.3 Composición

Por otro lado, se encuentra la composición. Como se ha explicado anteriormente, el detector de energía dispersiva permite el análisis de la composición de la muestra, y con ello una información más detallada del polvo con el que se está tratando.

### 6.2.4 Aplicaciones prácticas en materiales de construcción

- Morteros y hormigones: Microestructura, fases cristalinas, impurezas, detección e identificación de sales, microfisuración, etc.
- Materiales metálicos: Fases cristalinas, texturas, composición, tamaño de grano, patologías y deterioro (corrosión, fatiga, defectos, fragilización, etc.)
- Análisis de fracturas en distintos materiales.
- Determinación de espesores.
- Productos cerámicos: Microestructura, evaluación de la temperatura de cocción, fases cristalinas, impurezas, detección e identificación de sales y esflorescencias, etc.
- Geología: Cristalografía, composición mineralógica, petrología, estudio de composición de arcillas, etc.
- Patrimonio, Conservación y Rehabilitación: Análisis de materiales pétreos, morteros y pinturas, grado y origen de alteración, estado, caracterización del sistema poroso, biodeterioro, efecto de los tratamientos de limpieza y consolidación, análisis de sales y costras, análisis de pigmentos. Las aplicaciones son múltiples y muy útiles donde otros análisis y ensayos comunes en los laboratorios tradicionales de construcción no pueden llegar. Otra de las ventajas de la microscopía SEM es la escasa porción de muestra que se necesita para el análisis, lo que lo convierte prácticamente en un ensayo no destructivo.

# 7 RESULTADOS

Antes de comenzar con el estudio de cada muestra, se presentan los diferentes datos que se van a tener en cuenta, tanto en el análisis de la granulometría por el método de difracción láser como en el apartado de microscopía SEM.

Hablando de la granulometría, se realizarán cuatro experimentos para cada muestra para obtener resultados que luego se puedan contrastar, evitando así posibles aglomeraciones que puedan presentarse en las muestras. El primer experimento se hará sin vibración ultrasonido en la muestra, y los otros tres se realizan con vibraciones ultrasonidos diferenciándose uno de los demás en el tiempo en que la muestra está vibrando, yendo de menos a más tiempo en cada uno de ellos. El criterio de selección de una u otra medición será siempre evitando picos que supongan aglomeraciones.

Primero se mostrará la distribución de tamaño partícula en una gráfica que relaciona el tamaño de partícula con el porcentaje en volumen de partículas que tienen ese tamaño, que normalmente da lugar a una campana de Gauss, lo que dirá si el tamaño de partícula de la muestra corresponde a lo que el fabricante había dicho y también da información sobre aglomeraciones. Por otra parte, el equipo proporciona también algunos datos característicos de la muestra que se definen como :

- Specific Surface Area ( $m^2/g$ ): Área de superficie específica. Es el área de superficie total de un material por unidad de masa.
- Media

Hay múltiples definiciones para la media debido a que ésta está asociada con la base de un cálculo de distribuciones, ya sea de números, superficie, volumen, etc. Los resultados de la difracción láser están dados en base al volumen, por tanto, la media en volumen puede ser utilizada para definir el punto central, aunque para ello se utiliza más la mediana en esta técnica. Las ecuaciones que definen el volumen medio se muestran abajo. La mejor manera de ver este cálculo es pensar en una tabla que muestra los límites máximos y mínimos de  $n$  canales de tamaño acompañado del porcentaje que contiene ese canal. El valor  $D_i$  de cada canal es la media geométrica, la raíz cuadrada de los máximos por los mínimos. Para el numerador, el diámetro geométrico estará elevado a 3 y a 4, respectivamente, multiplicado por el porcentaje que contiene ese canal; y se sumará para todos los canales. Para el denominador, el diámetro geométrico en cambio estará elevado a 2 y a 3, respectivamente, multiplicado también por el porcentaje en cada canal, obviamente sumado para todos los canales.

- $D[3,2]$  ( $\mu m$ ): Diámetro de superficie medio, también llamada media de Sauter, calculado como:

$$\bullet \quad D[3,2] = \frac{\sum_{i=1}^n D_i^3 V_i}{\sum_{i=1}^n D_i^2 V_i};$$

- $D[4,3]$  ( $\mu m$ ): Diámetro de volumen medio, también llamada media de DeBroukere, calculado como:

$$\bullet \quad D[4,3] = \frac{\sum_{i=0}^n D_i^4 V_i}{\sum_{i=0}^n D_i^3 V_i};$$

Estos diámetros son análogos a momentos de inercia. Una de las ventajas de este cálculo es que no necesita del conocimiento del número de partículas. [12]

Se tienen por otro lado los denominados tres valores del eje x:

- $D(0.1)$  ( $\mu\text{m}$ ): Definido como el espacio donde se sitúa el 10% de la distribución de nuestra muestra.
- $D(0.5)$  ( $\mu\text{m}$ ): Definido como el lugar donde se sitúa la mitad de la distribución de nuestra muestra.
- $D(0.9)$  ( $\mu\text{m}$ ): Definido como el espacio donde se sitúa el 90% de la distribución de nuestra muestra.

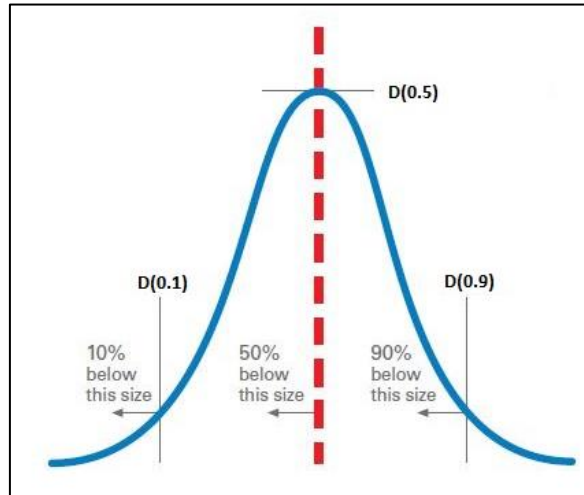


Ilustración 13: Diámetros característicos (Eje x)

Con respecto a la microscopía SEM se analizarán las siguientes características:

- **Tamaño:** En las imágenes que salen del microscopio se puede comprobar que el tamaño de la partícula es el deseado o el que el analizador de partículas ha proporcionado.
- **Aglomeraciones:** Detectar si existen aglomeraciones en la muestra mediante la granulometría y comprobándolo luego en las imágenes.
- **Morfología:** Este será el apartado más significativo puesto que en las imágenes se observa claramente qué tipo de morfología presentan los polvos de partida. Los tipos de morfología que podemos encontrar serán los siguientes:
  - **Esférica:** Como su propio nombre indica, la morfología esférica corresponde a partículas con forma aproximada de esfera.

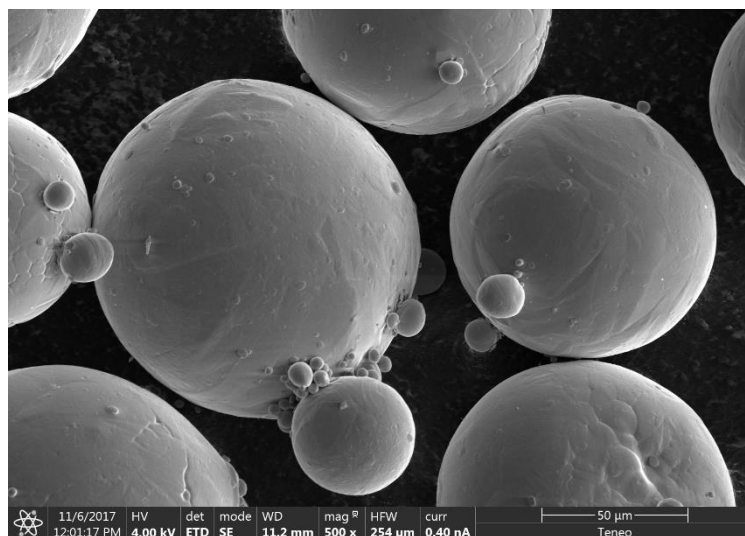


Ilustración 14: Morfología esférica (*Polvo de Titanio a 500x Aumentos*)

- **Facetada:** En este tipo de morfología se caracteriza por la presencia de caras en las partículas, las cuales serán una especie de poliedro formado un número aleatorio de caras.

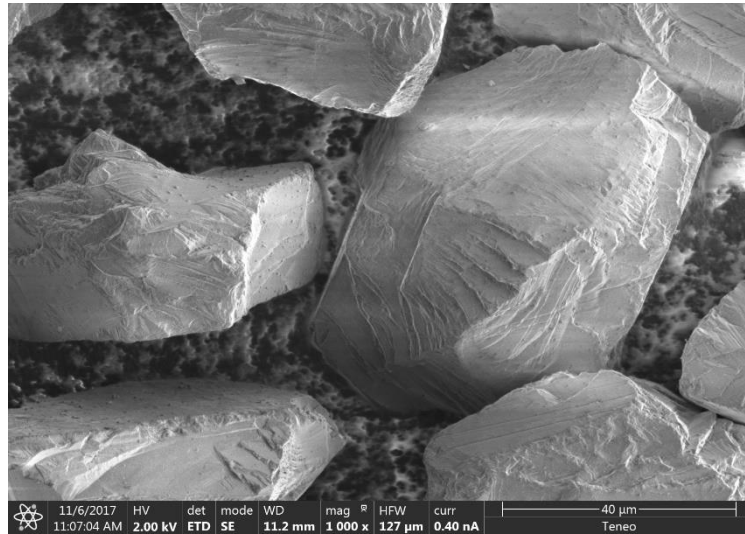


Ilustración 15: Morfología Facetada (*Polvo de Diamante a 1000x Aumentos*)

- **Irregular:** Este tipo de morfología se caracteriza por no presentar ningún tipo de patrón común entre las partículas de la muestra. La forma de cada partícula será aleatoria.

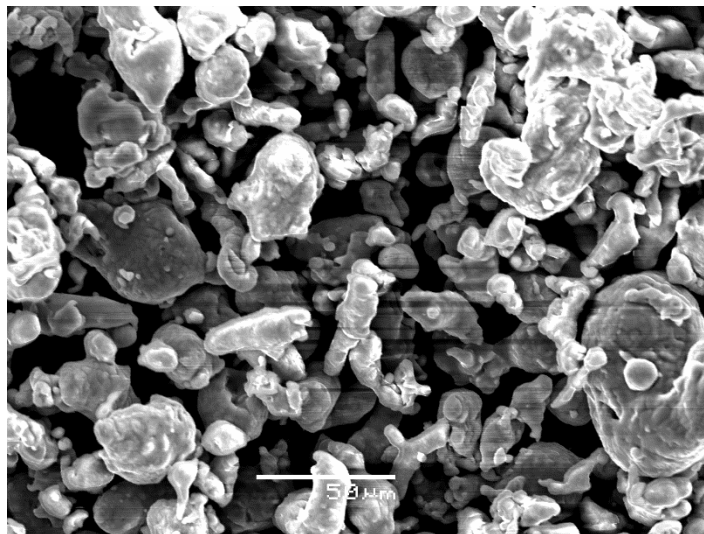


Ilustración 16: Morfología irregular (*Polvo de Aluminio a 500x Aumentos*)

- **Dendrítica:** Esta morfología está caracterizada por partículas que presentan ramificaciones que se asemejan a la forma de un árbol.

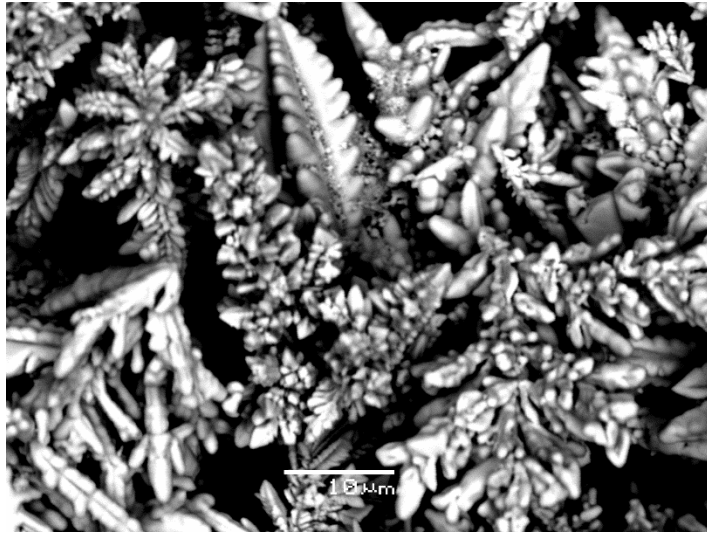


Ilustración 17: Morfología dendrítica (*Polvo de Cobre a 2000x Aumentos*)

- **Bastones:** Se aprecian claramente los bastones en este tipo de morfología.

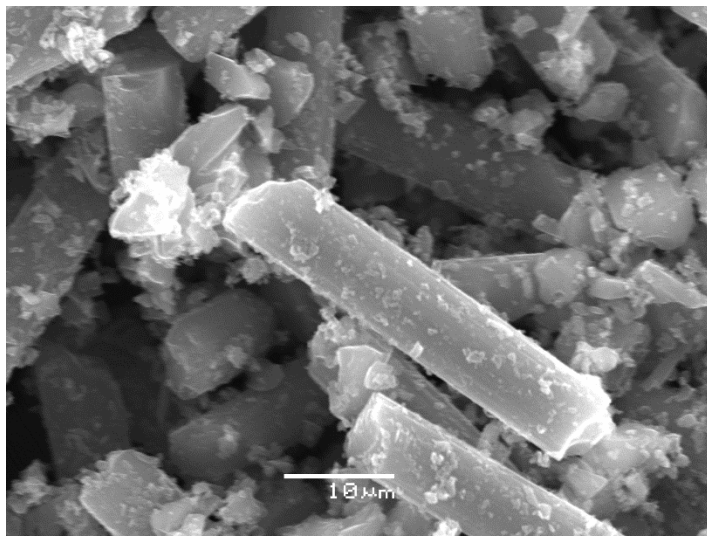


Ilustración 18: Morfología de bastones (*Polvo de CF a 2000x Aumentos*)



## 7.1 TITANIO (AP&C)

### 7.1.1 Fabricante-Empresa

La empresa suministradora es AP&C, empresa fabricante líder en polvos para la fabricación aditiva usando su propio proceso de Atomización Avanzada de Plasma. AP&C ha crecido de 53 empleados a 180 en 18 meses, debido a la apertura de una segunda fábrica, que triplicará la superficie y tendrá la posibilidad de incrementar la capacidad de 500 toneladas al año a 1250 toneladas.[13]

- Produce polvos metálicos de distribución fina desde titanio y otras aleaciones reactivas o de alto punto de fusión tales como superaleaciones de níquel y niobio.
- Sus productos son diseñados especialmente mediante fabricación aditiva y otras técnicas de metalurgia de polvos (MIM, Coatings, HIP).
- Polvos APA son de una pureza alta (fusión libre de cerámicos con poco contenido de oxígeno), y son altamente esféricos con contenido mínimo de satélites.
- Estos polvos tienen una fluidez excepcional.
- La empresa utiliza una Tecnología de Atomización de Plasma Avanzada y tienen unos estándares de mucha calidad que les otorga un total seguimiento de sus productos.
- Sirven para industrias que vende en más de 20 países.

Advanced Plasma Atomization Technology: Proceso APA™ produce polvos esféricos de calidad premium de materiales reactivos y con altos puntos de fusión tales como titanio, níquel, zirconio, molibdeno, niobio, tántalo, tungsteno y sus aleaciones.

Para este caso, nuestra muestra de Ti debe presentar un tamaño de partícula que va de 75  $\mu\text{m}$  a 180  $\mu\text{m}$ .

### 7.1.2 Granulometría

Para esta muestra se ha optado por la primera medición puesto que las cuatro mediciones realizadas eran muy similares y ninguna presentaba aglomeraciones. Una vez estudiada la granulometría, se analizan los datos y con ellos se elabora la gráfica que relaciona el tamaño de partícula con el porcentaje en volumen:

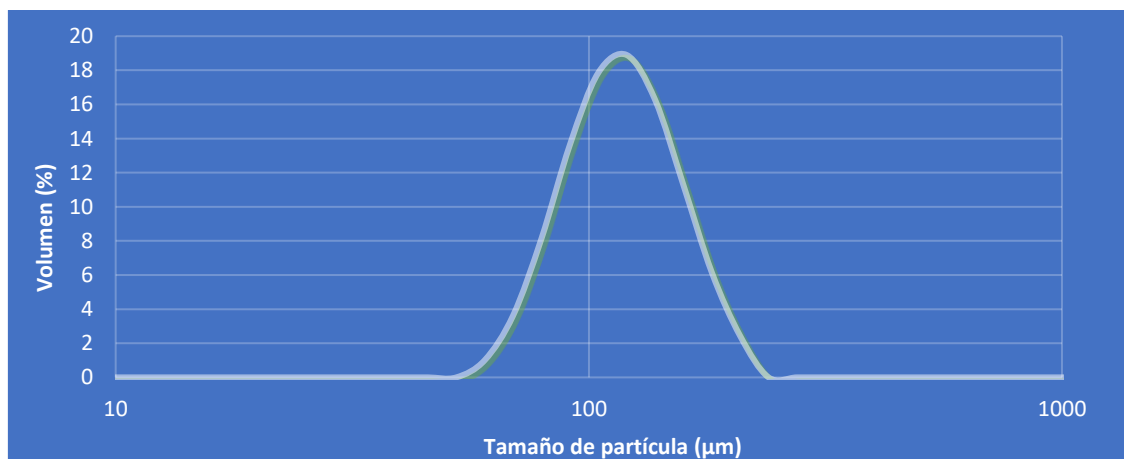


Ilustración 19: Gráfica Volumen-Tamaño partícula Titanio

El analizador Mastersizer también proporciona los datos característicos de la muestra:

Tabla 20: Datos característicos del polvo de Titanio (AP&C)

| D(0.1)               | D(0.5)                | D(0.9)                | Specific Surface Area        | D[3,2]                | D[4,3]                |
|----------------------|-----------------------|-----------------------|------------------------------|-----------------------|-----------------------|
| 76.330 $\mu\text{m}$ | 109.050 $\mu\text{m}$ | 156.415 $\mu\text{m}$ | 0.0571 $\text{m}^2/\text{g}$ | 105.103 $\mu\text{m}$ | 113.448 $\mu\text{m}$ |

Comparando los resultados con lo acordado con el fabricante, se puede afirmar que el tamaño de partícula de la muestra es correcto, puesto se le pidió un tamaño de partícula entre 75  $\mu\text{m}$  y 180  $\mu\text{m}$  y comparándolo, por ejemplo, con el D(0.5), 109  $\mu\text{m}$ , el valor está dentro del rango.

El rango de tamaño acordado es amplio, de ahí la relativa dispersión de nuestra distribución de tamaño de partícula. Pero se puede afirmar que la inmensa mayoría de las partículas se encuentran en el intervalo acordado solo con observar los D(0.1) y D(0.9), 76 y 156  $\mu\text{m}$ , respectivamente.

Atendiendo a los diámetros de volumen y superficie medios, D[3,2] y D[4,3], su valor es muy cercano, con una diferencia de 10  $\mu\text{m}$  en un intervalo de 100  $\mu\text{m}$ , lo que indica una homogeneidad alta en el tamaño de las partículas. También estos valores dan una idea sobre la esfericidad de las partículas, el hecho de que ambos valores sean próximos hace intuir que la partícula tendrá forma esférica.

### 7.1.3 Microscopía SEM

Los resultados que proporciona el microscopio SEM son los siguientes:

#### 200x Aumentos

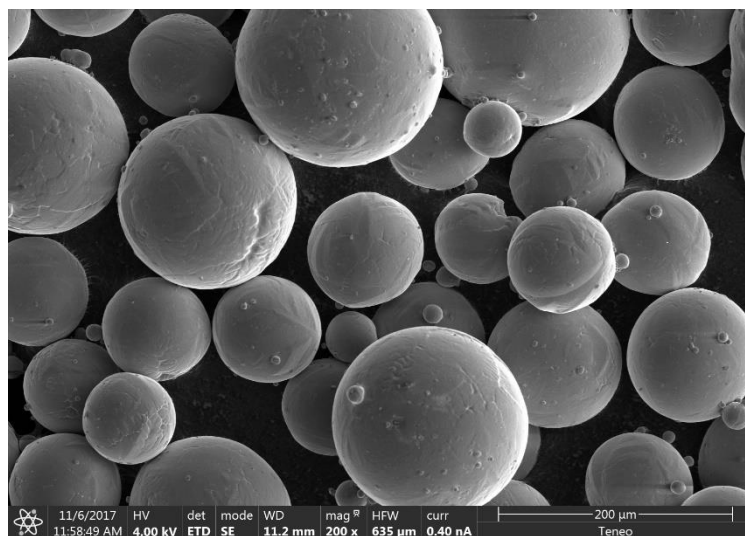


Ilustración 20: Polvo de Titanio 200x aumentos

#### 500x Aumentos

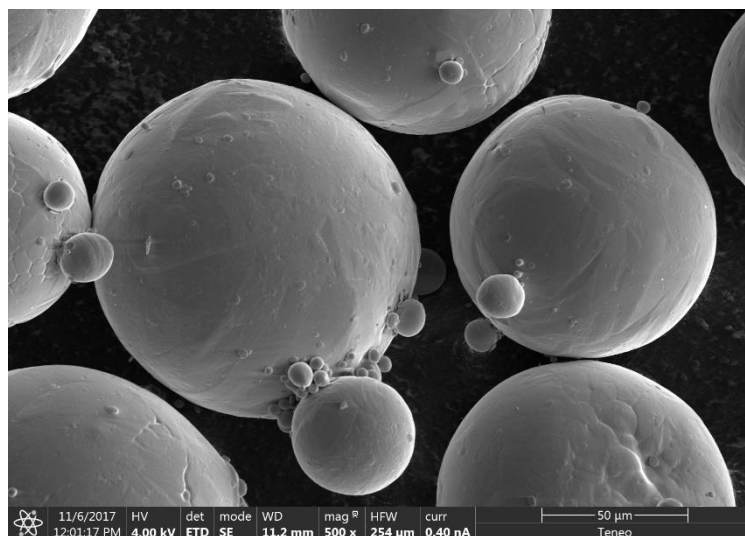


Ilustración 21: Polvo de Titanio 500x aumentos

### 1000x Aumentos

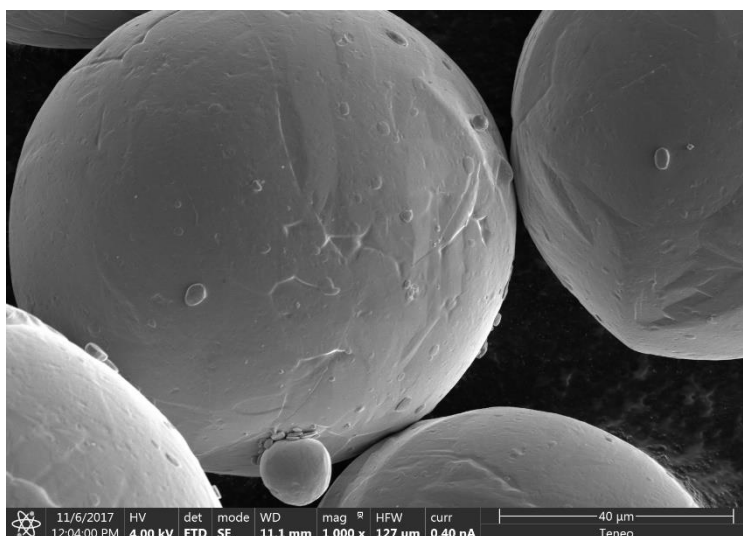


Ilustración 22: Polvo de Titanio 1000x aumentos

### Otras imágenes

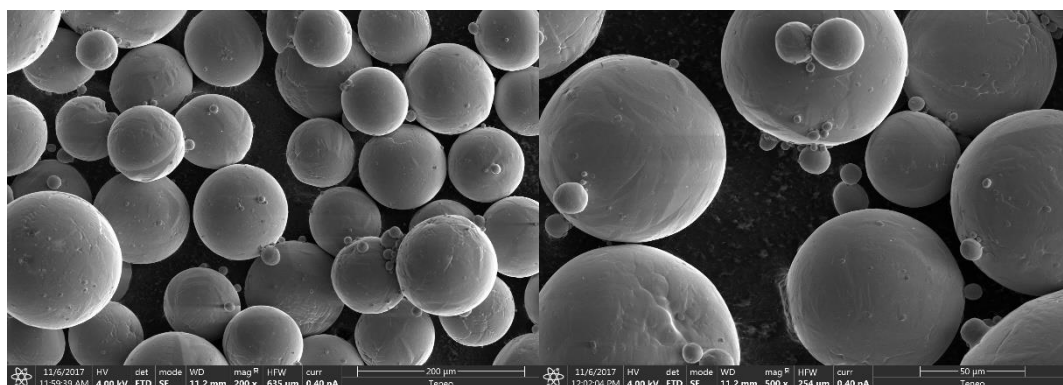


Ilustración 23: Polvo de Titanio

Observando las imágenes, se nota claramente que no existe casi aglomeraciones, lo que es bastante positivo. Esto se ha intuido ya en el estudio de la granulometría, donde el tamaño no superaba el acordado.

En relación con el tamaño y comparando la escala que aparece en la parte inferior derecha de las imágenes, la granulometría y el microscopio SEM otorgan los mismos resultandos. Observando las imágenes de 200x y 500x aumentos, donde la escala es 200 y 50  $\mu\text{m}$ , respectivamente, se puede afirmar que la mayoría de las partículas se encuentra en un rango aproximado de tamaños entre 80 y 180  $\mu\text{m}$ . Este dato coincide nuevamente con el pedido que se le hizo a la empresa que nos suministra el material.

Hablando de la morfología, este material es un claro ejemplo de morfología es esférica. Se perciben la presencia de pequeñas partículas, aunque algunas tienen un tamaño considerable, pegadas a las partículas de mayor tamaño. Dichas partículas reciben el nombre de satélites.

## 7.2 TI6AL4V (AP&C)

### 7.2.1 Fabricante-Empresa

La descripción de esta empresa se puede encontrar en el apartado dedicado al Titanio (AP&C) que se ha mencionado con anterioridad.

Con respecto a nuestra muestra, el tamaño de partícula suministrada, según el proveedor, debe ir de 20  $\mu\text{m}$  a 45  $\mu\text{m}$ .

### 7.2.2 Granulometría

Para esta muestra se ha optado por la primera medición puesto que no presentaba ninguna anomalía en la gráfica que indicase presencia de aglomeraciones ni problemas graves de niebla iluminada. Una vez estudiada la granulometría, se analizan los datos y con ellos se elabora la gráfica que relaciona el tamaño de partícula con el porcentaje en volumen:

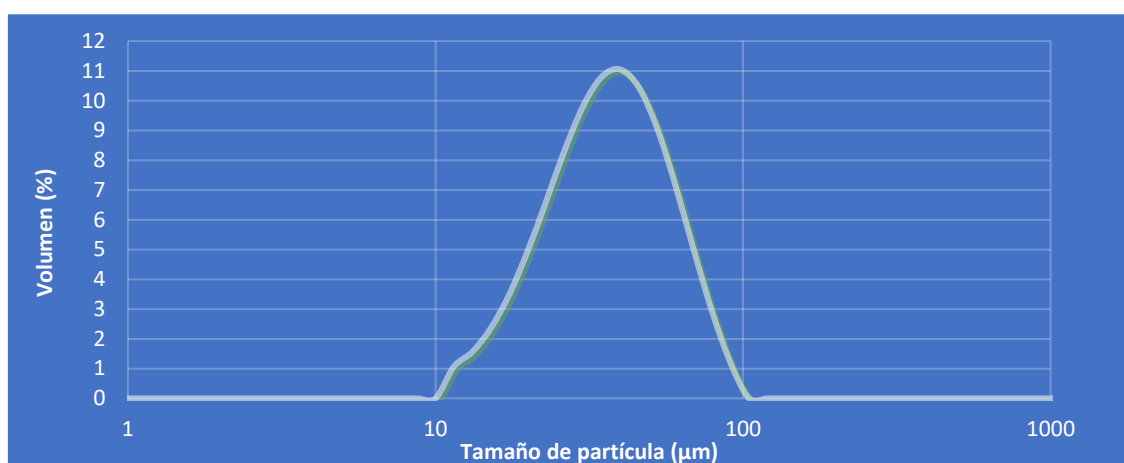


Ilustración 24: Gráfica Volumen-Tamaño partícula Tit64 (AP&C)

El analizador Mastersizer también proporciona los datos característicos de la muestra:

Tabla 21: Datos característicos del polvo de Ti64 (AP&C)

| D(0.1)               | D(0.5)               | D(0.9)               | Specific Surface Area       | D[3,2]               | D[4,3]               |
|----------------------|----------------------|----------------------|-----------------------------|----------------------|----------------------|
| 15.792 $\mu\text{m}$ | 33.352 $\mu\text{m}$ | 59.126 $\mu\text{m}$ | 0.232 $\text{m}^2/\text{g}$ | 25.848 $\mu\text{m}$ | 35.631 $\mu\text{m}$ |

Comparando los resultados con lo acordado con el fabricante, se puede afirmar que el tamaño de partícula de la muestra es aceptable, puesto se le pidió un tamaño de partícula entre 20  $\mu\text{m}$  y 45  $\mu\text{m}$  y comparándolo, por ejemplo, con el D(0.5), 33.352  $\mu\text{m}$ , el valor está dentro del rango.

Debido al rango de tamaño de partícula acordado, el pico de la campana de Gauss no es muy pronunciado, siguiendo la mayor parte de las partículas dentro del rango, hecho que se puede corroborar con los D(0.1) y D(0.9), 15  $\mu\text{m}$  y 59  $\mu\text{m}$ , respectivamente, es decir, alrededor de un 25% se encuentra fuera del rango, valor que hemos obtenido de forma aproximada sabiendo que el rango D(0.1)-D(0.9) corresponde al intervalo de tamaño en el que se encuentra el 80% de las partículas.

Hablando de los diámetros D[3,2] y el D[4,3], la muestra se puede considerar homogénea, cuyos tamaños de partículas no varían mucho entre ellos. El hecho de que sean valores relativamente próximos, 25 y 35  $\mu\text{m}$ , indica la esfericidad de las partículas, intuyendo que éstas serán de forma esférica.

El tamaño de partícula se considerará ligeramente disperso, el hecho de que la campana de Gauss se extienda de 10 a 100  $\mu\text{m}$  y la diferencia de 10  $\mu\text{m}$  entre los diámetros de volumen y superficie medio así lo indica. Se puede apreciar una ligera anomalía en la rama izquierda de la campana de Gauss, este fenómeno puede deberse a la existencia de niebla iluminada, la cual da lugar a tamaños más pequeños, de ahí la forma que presenta.

### 7.2.3 Microscopía SEM

Los resultados que proporciona el microscopio SEM son los siguientes:

#### 200x Aumentos

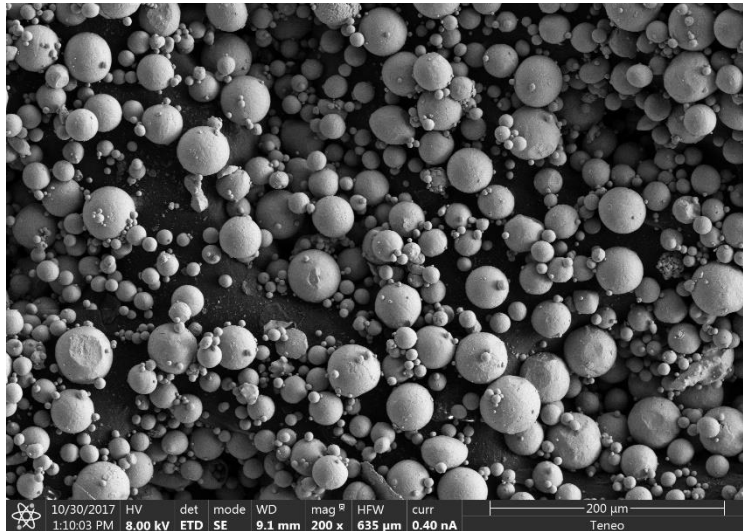


Ilustración 25: Polvo de Ti64(AP&C) 200x aumentos

#### 500x Aumentos

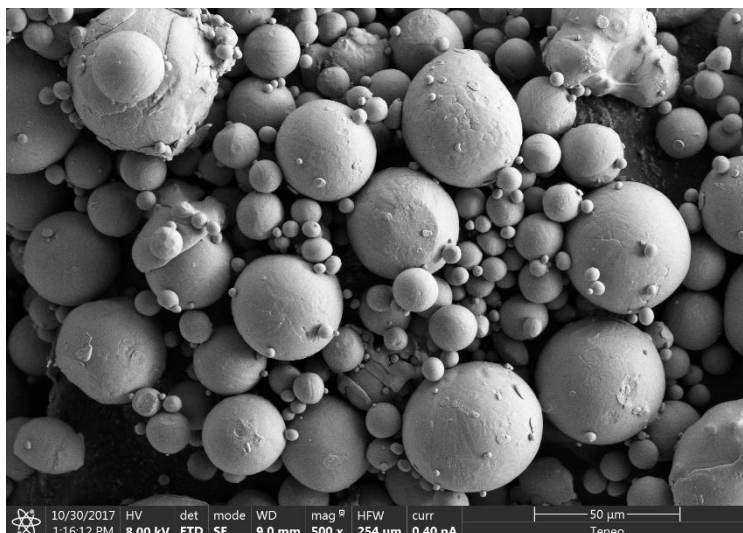


Ilustración 26: Polvo de Ti64(AP&C) 500x aumentos

### 1000x Aumentos

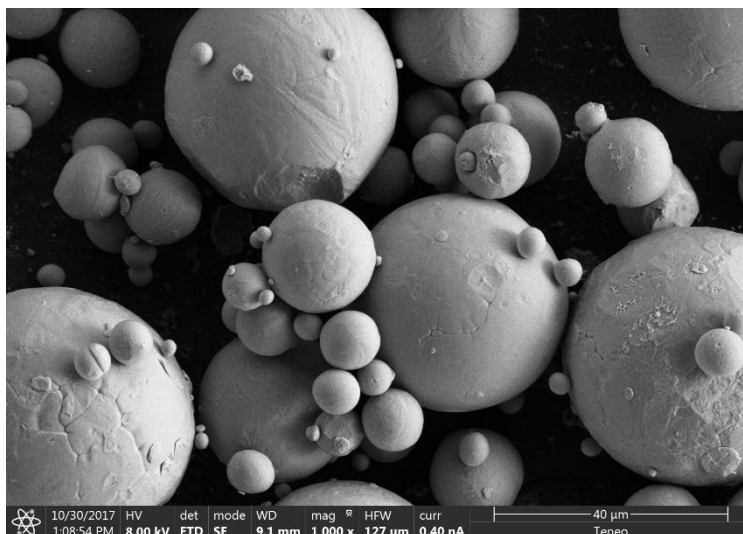


Ilustración 27: Polvo de Ti64(AP&C) 1000x aumentos

### 2000x Aumentos

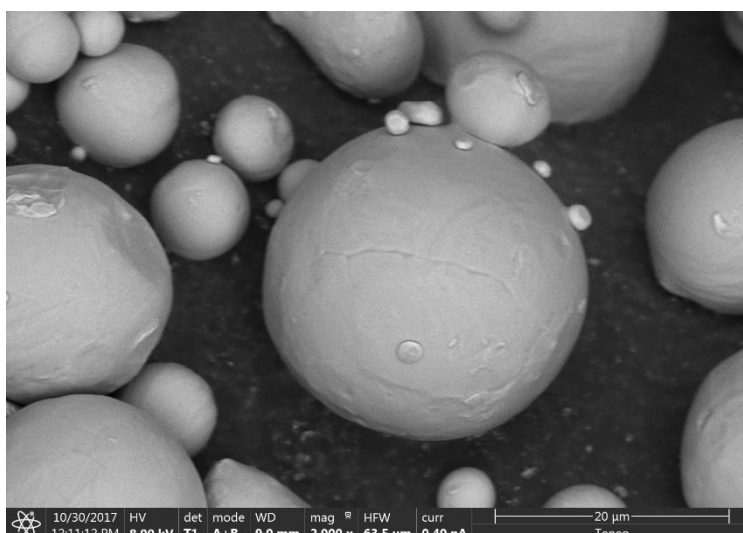


Ilustración 28: Polvo de Ti64(AP&C) 2000x aumentos

Observando las imágenes, se nota claramente que no existe casi aglomeraciones, lo que, además de ser positivo, corrobora el análisis de la granulometría, donde el tamaño de partícula era bastante aceptable con relación a la demanda, con ligero desvío.

En relación con el tamaño, volviendo a comparar la escala, la granulometría y el microscopio SEM otorgan los mismos resultados, estando la mayoría de las partículas en el rango de tamaños entre 20 y 45 μm, aproximadamente. Este dato coincide nuevamente con el pedido que se le hizo a la empresa que suministra el material y se puede comprobar en la imagen correspondiente a 1000x aumentos donde pocas partículas superan la escala de 40 μm.

Hablando de la morfología, este material entra dentro de materiales con morfología esférica. Es especialmente notable la existencia de satélites en la muestra.

## 7.3 TI6AL4V (TLS)

### 7.3.1 Fabricante-Empresa

La empresa suministradora es TLS, fundada en 1994 en Bitterfeld, Alemania, trabaja especialmente en el campo de los metales reactivos y de altos puntos de fusión y aleaciones. Por medio de la atomización con gas inerte, los polvos que elaboran contienen partículas forma esférica, que los distingue por su excelente fluidez. Ésta es la razón por la que son utilizados en tecnología de superficie, especialmente en pulverizado laser y pulverizado de plasma. [14]

La excelente fluidez y la oportunidad de una producción económica de polvos de “-45  $\mu\text{m}$ ” allana el camino de los polvos de titanio en la técnica de moldeo por inyección de metales (MIM process). Los polvos con partículas de tamaño superior a 250  $\mu\text{m}$  se utilizan principalmente para prensado isoestático en caliente o sinterizado.

Especialidad:

- Polvos reactivos: Titanio, Zirconio.
- Polvos de alta pureza: Niquel 99,99.
- Polvos de altos puntos de fusión: Niobio, Vanadio.
- Polvos intermetálicos: TiAl, NiTi.

Polvos de Titanio (Calidades estándar):

- Titanio Grado 1 ASTM
- Titanio Grado 2 ASTM
- Titanio Grado 5 ASTM (TI 6 AL 4V3)

Si nos centramos en nuestra muestra de Ti6Al4V, el tamaño de partícula, según nuestro proveedor, va desde partículas de 75  $\mu\text{m}$  a otras de 150  $\mu\text{m}$ .

### 7.3.2 Granulometría

Para esta muestra se ha optado por la primera medición, como ya se ha dicho, siempre evitando las aglomeraciones en los resultados. Una vez estudiada la granulometría, se analizan los datos y con ellos se elabora la gráfica que relaciona el tamaño de partícula con el porcentaje en volumen:

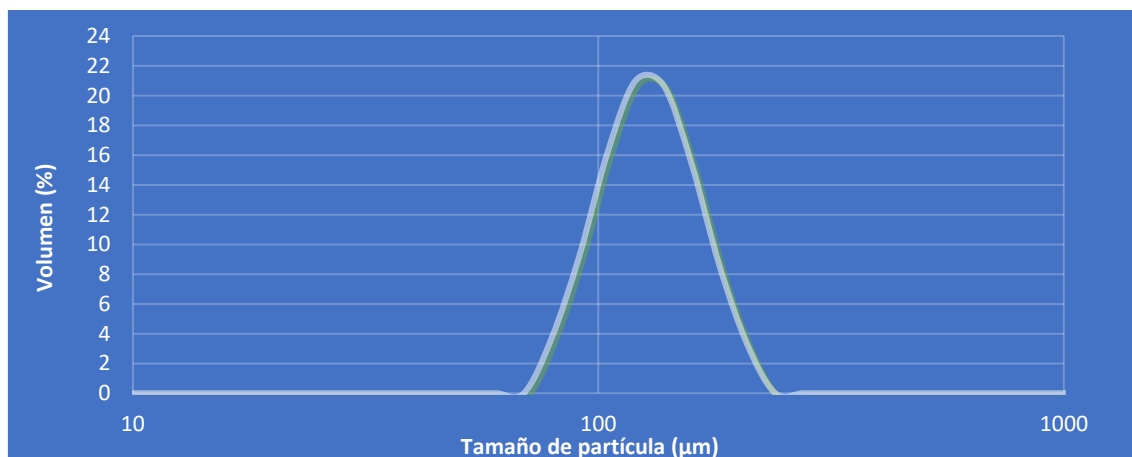


Ilustración 29: Gráfica Volumen-Tamaño partícula Ti64 (TLS)

El analizador Mastersizer también proporciona los datos característicos de la muestra:

Tabla 22: Datos característicos del Ti64 (TLS)

| D(0.1)               | D(0.5)                | D(0.9)                | Specific Surface Area        | D[3,2]                | D[4,3]                |
|----------------------|-----------------------|-----------------------|------------------------------|-----------------------|-----------------------|
| 86.930 $\mu\text{m}$ | 119.289 $\mu\text{m}$ | 163.743 $\mu\text{m}$ | 0.0518 $\text{m}^2/\text{g}$ | 115.758 $\mu\text{m}$ | 122.950 $\mu\text{m}$ |

Para esta muestra de Ti64, el tamaño de partícula debe situarse en el rango de 75-150  $\mu\text{m}$ , hecho que se refleja claramente en la campana de Gauss y se corrobora en los datos característicos, como se puede ver en el D(0.5), 119  $\mu\text{m}$ , un dato que da una idea de que nuestra muestra cumple los requisitos.

La campana de Gauss es relativamente estrecha, estando la mayor parte de las partículas dentro del rango, hecho que se puede corroborar con los D(0.1) y D(0.9), 86  $\mu\text{m}$  y 163  $\mu\text{m}$ , respectivamente, es decir, solo un 10 % de las partículas se encontrarían fuera de estos valores.

La simetría que presenta la campana de Gauss indica que no ha existido niebla iluminada durante la medición y también la ausencia de aglomeraciones.

El tamaño de partícula también se puede considerar casi homogéneo o al menos dentro del rango aceptable, estando ambos diámetros de volumen y superficie medios dentro del rango y no siendo la diferencia entre ambos reseñable, 10  $\mu\text{m}$  en comparación con un rango de 75  $\mu\text{m}$ . Se intuye que, debido a estos datos, la morfología podría ser esférica.

### 7.3.3 Microscopía SEM

Los resultados que proporciona el microscopio SEM son los siguientes:

200x Aumentos

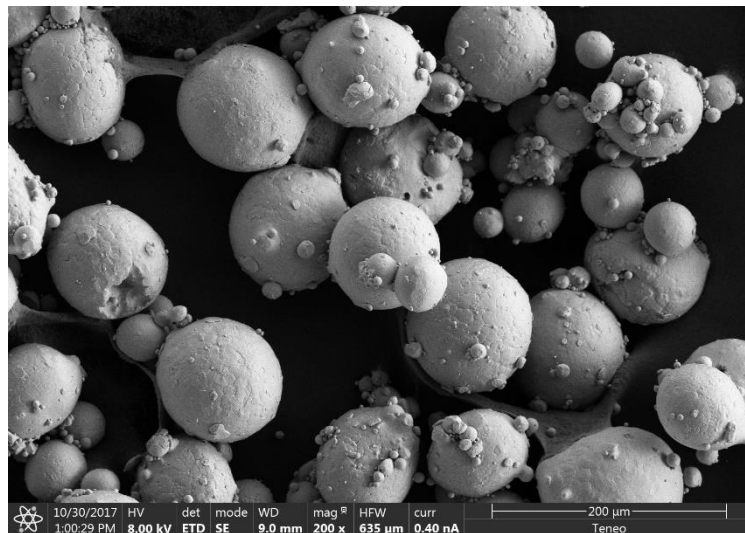


Ilustración 30: Polvo de Ti64(TLS) 200x aumentos



### 500x Aumentos

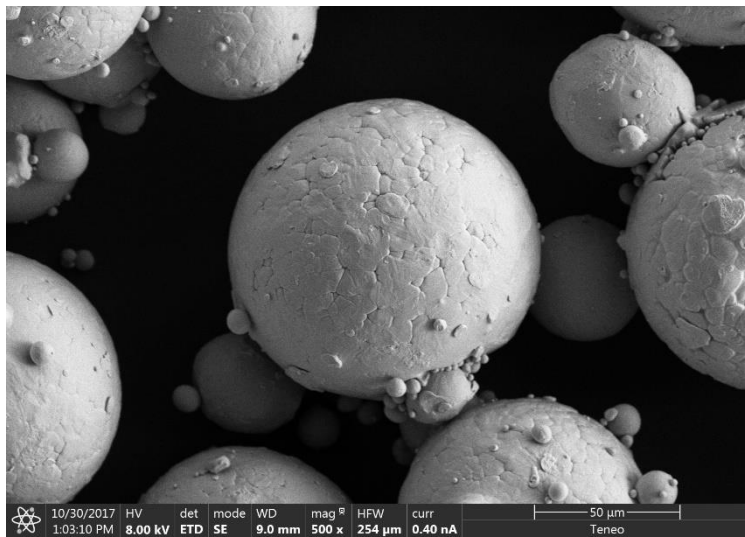


Ilustración 31: Polvo de Ti64(TLS) 500x aumentos

### 1000x Aumentos

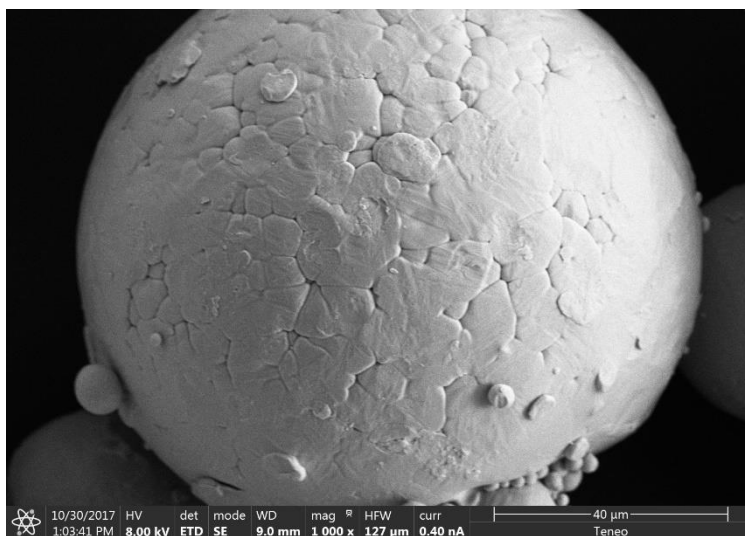


Ilustración 32: Polvo de Ti64(TLS) 1000x aumentos

## Otras imágenes



Ilustración 33: Polvo de Ti64(TLS)

Observando las imágenes, se nota claramente que no existe casi aglomeraciones, lo que es bastante positivo. Esto lo hemos intuido ya en el estudio de la granulometría.

En relación con el tamaño, volviendo a comparar la escala, la granulometría y el microscopio SEM otorgan los mismos resultados, estando la mayoría de las partículas en el rango de tamaños entre 70 y 130  $\mu\text{m}$ , siempre aproximadamente. Este dato coincide nuevamente con el pedido que se le hizo a la empresa que suministra el material.

Hablando de la morfología, este material es un claro ejemplo de morfología esférica. Se observa la presencia nuevamente de satélites de tamaños considerables pegados a las partículas.

## 7.4 TITANIO + ALUMINIO (TI+AL)

### 7.4.1 Fabricante-Empresa

Este material viene dado por la muestra de titanio de la empresa TLS y la muestra de aluminio de la empresa NMD, ambos mencionados en sus respectivos apartados.

### 7.4.2 Granulometría

Para esta muestra se ha optado por la cuarta medición, evitando los picos de aglomeraciones. Esta vez, puesto que son dos materiales diferentes, cabe esperar la existencia de dos picos en la gráfica. Una vez estudiada la granulometría, se analizan los datos y con ellos se elabora la gráfica que relaciona el tamaño de partícula con el porcentaje en volumen:

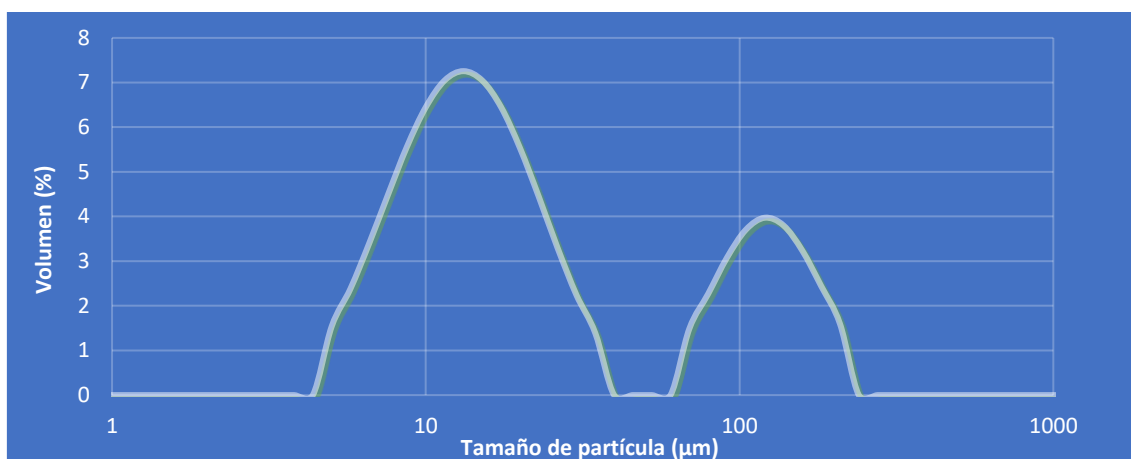


Ilustración 34: Gráfica Volumen-Tamaño partícula Ti+Al

El analizador Mastersizer también proporciona los datos característicos de la muestra:

Tabla 23: Datos característicos del polvo de Ti+Al

| D(0.1)   | D(0.5)    | D(0.9)     | Specific Surface Area  | D[3,2]    | D[4,3]    |
|----------|-----------|------------|------------------------|-----------|-----------|
| 6.839 µm | 16.162 µm | 131.183 µm | 0.42 m <sup>2</sup> /g | 14.286 µm | 44.290 µm |

Esta muestra corresponde a dos materiales, Aluminio y Titanio, que se detallan en el apartado 7.1 y 7.10, respectivamente. Esta es la razón de que la distribución de tamaño de partícula tenga dos picos, el menor para el Aluminio y el mayor para el Titanio. Los datos característicos de la muestra en este caso no dan mucha información, saliendo de la diferencia de tamaño de partícula entre ambos materiales.

### 7.4.3 Microscopía SEM

Los resultados que proporciona el microscopio SEM son los siguientes:

**200x Aumentos**

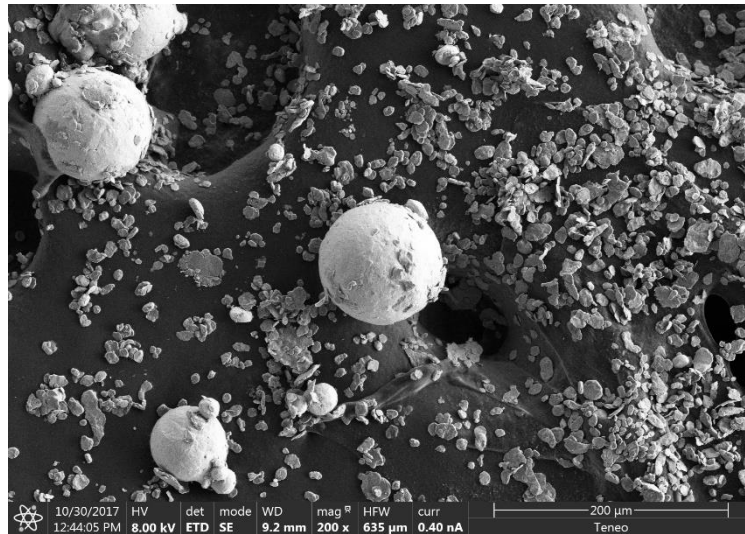


Ilustración 35: Polvo de Ti+Al 200x aumentos

**500x Aumentos**

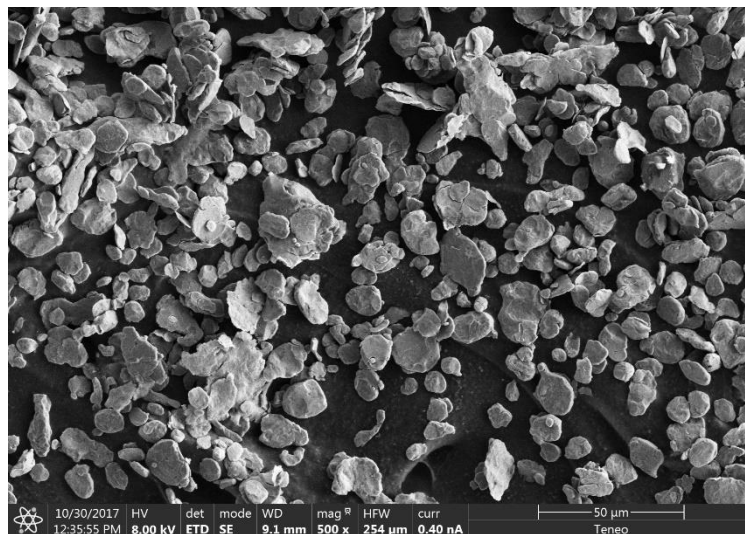


Ilustración 36: Polvo de Ti+Al 500x aumentos

### 1000x Aumentos

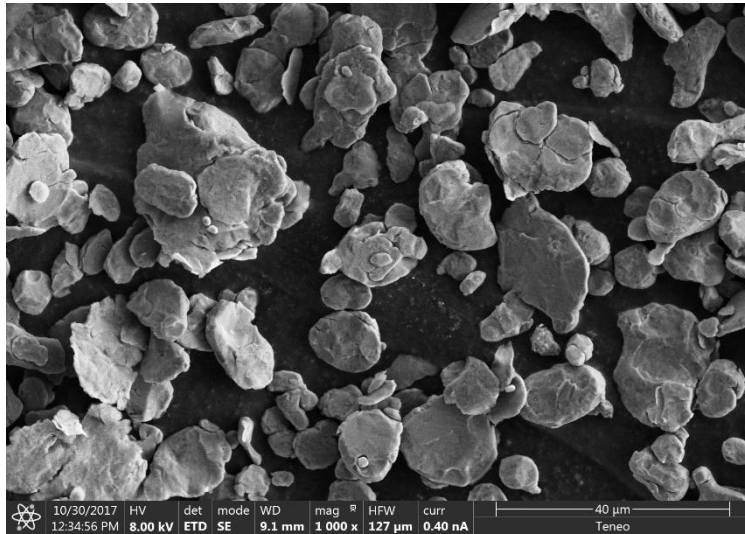


Ilustración 37: Polvo de Ti+Al 1000x aumentos

### 2000x Aumentos

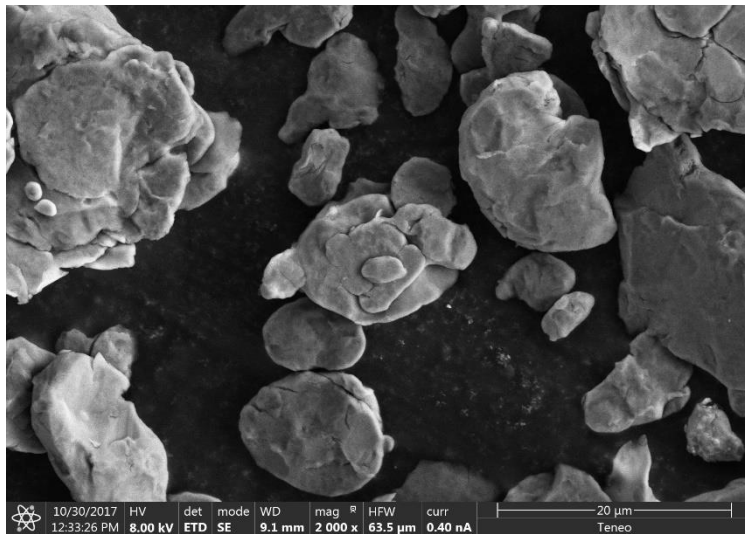


Ilustración 38: Polvo de Ti+Al 2000x aumentos

Cabe mencionar en este apartado que, como podemos ver en la primera imagen correspondiente a 200x aumentos, el Titanio tiene una morfología esférica y el Aluminio morfología planar, con caras en las partículas, pero sin llegar a ser facetada. También es claro la diferencia de tamaño entre ambos materiales, hecho que se corrobora con el análisis por difracción láser.

## 7.5 INTERMETÁLICO TIAL (TLS)

### 7.5.1 Fabricante-Empresa

La descripción de la empresa proveedora se puede encontrar en el TI6Al4V (TLS) ya mencionado anteriormente.

En este caso, nuestro material es el intermetálico TiAl, cuyo tamaño de partícula, siempre según el proveedor, debe ir de 50  $\mu\text{m}$  a de 150  $\mu\text{m}$ .

### 7.5.2 Granulometría

Para esta muestra se ha optado por la primera medición, con el mismo criterio usado anteriormente. Una vez estudiada la granulometría, se analizan los datos y con ellos se elabora la gráfica que relaciona el tamaño de partícula con el porcentaje en volumen:

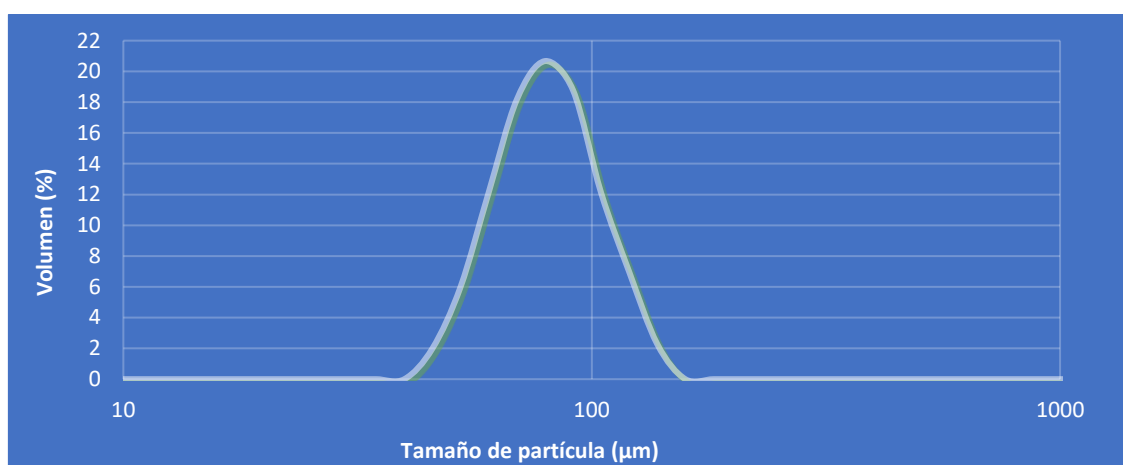


Ilustración 39: Gráfica Volumen-Tamaño partícula Intermetálico TiAl

El analizador Mastersizer también proporciona los datos característicos de la muestra:

Tabla 24: Datos característicos del polvo del intermetálico TiAl

| D(0.1)               | D(0.5)               | D(0.9)                | Specific Surface Area       | D[3,2]               | D[4,3]               |
|----------------------|----------------------|-----------------------|-----------------------------|----------------------|----------------------|
| 53.765 $\mu\text{m}$ | 74.651 $\mu\text{m}$ | 104.388 $\mu\text{m}$ | 0.083 $\text{m}^2/\text{g}$ | 72.304 $\mu\text{m}$ | 77.172 $\mu\text{m}$ |

Comparando los resultados con lo acordado con el fabricante, se puede afirmar que el tamaño de partícula de la muestra es correcto, puesto se le pidió un tamaño de partícula entre 50  $\mu\text{m}$  y 150  $\mu\text{m}$  y comparándolo, por ejemplo, con el D(0.5), 74  $\mu\text{m}$ , el valor está dentro del rango.

Debido al rango de tamaño de partícula acordado, el pico de la campana de Gauss no es muy pronunciado, pero la campana de Gauss se encuentra en su totalidad o casi en su totalidad dentro del rango, de hecho, se puede corroborar con los D(0.1) y D(0.9), 53  $\mu\text{m}$  y 104  $\mu\text{m}$ , respectivamente, es decir, menos del 10 % de las partículas se encuentran fuera del intervalo.

El tamaño de partícula también se puede considerar, más que homogéneo, dentro del intervalo marcado, siendo este relativamente amplio, por tanto, se puede intuir la existencia de partículas con diferencia de tamaño notable.

Atendiendo a los diámetros D[4,3] y D[3,2], se puede intuir que las partículas presentarán morfología esférica debido al hecho de que dichos valores son muy próximos.

### 7.5.3 Microscopía SEM

Los resultados que proporciona el microscopio SEM son los siguientes:

#### 200x Aumentos

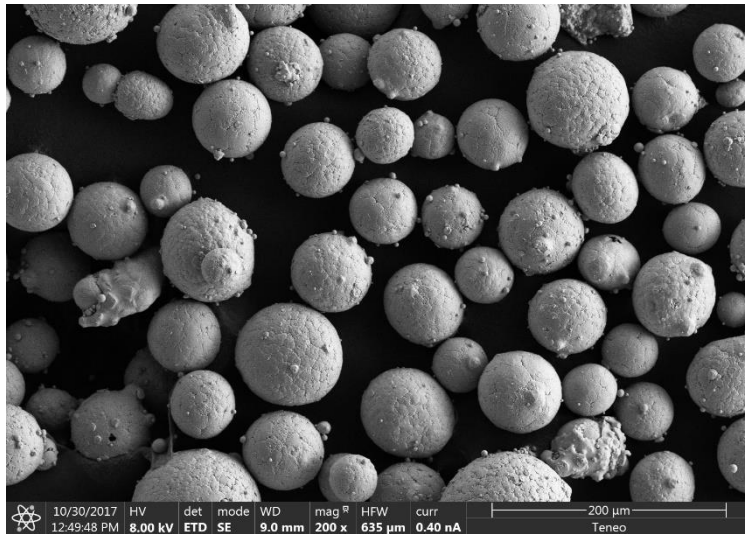


Ilustración 40: Polvo de Intermetálico TiAl 200x aumentos

#### 500x Aumentos

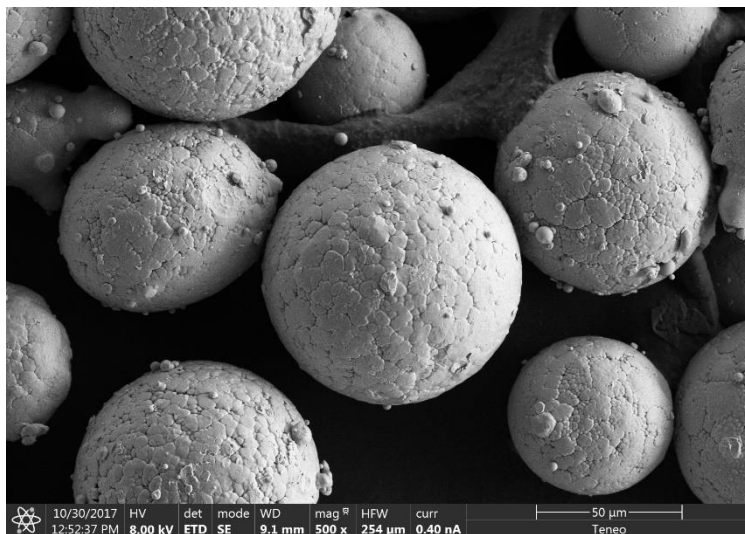


Ilustración 41: Polvo de Intermetálico TiAl 500x aumentos

### 1000x Aumentos

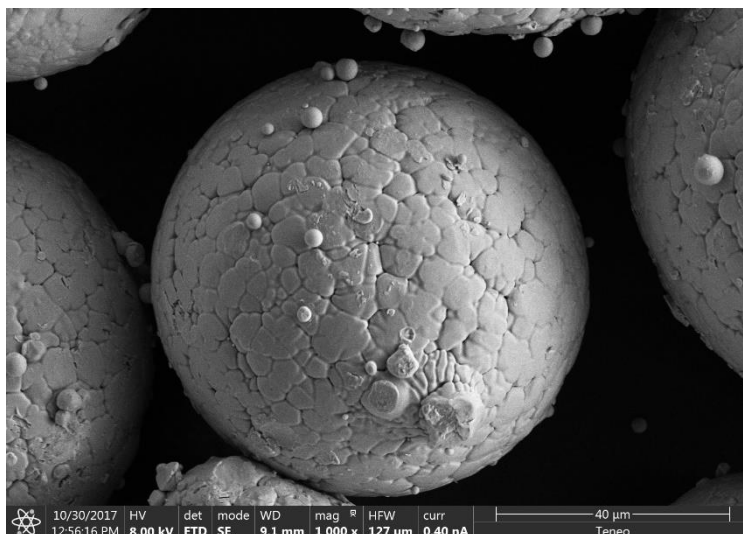


Ilustración 42: Polvo de Intermetálico TiAl 1000x aumentos

### Otras Imágenes

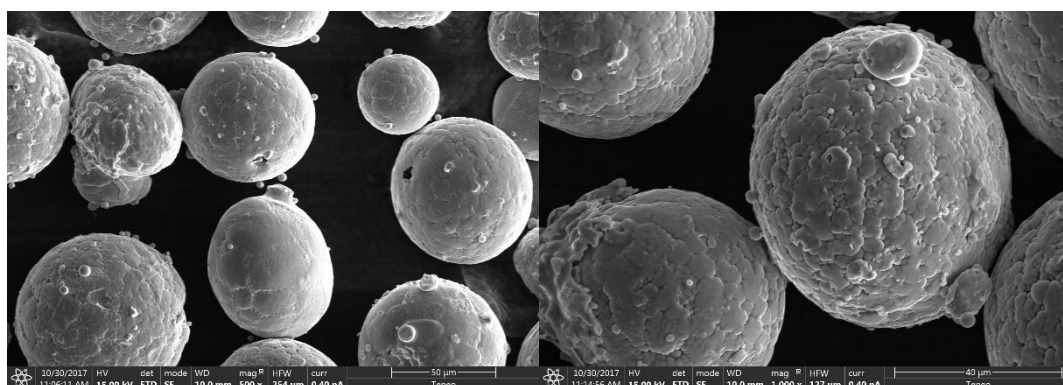


Ilustración 43: Polvo de Intermetálico TiAl

Observando las imágenes, se nota claramente que no existe casi aglomeraciones, lo que es bastante positivo. Esto se podría intuir ya en el estudio de la granulometría, puesto que la campana de Gauss no se desvía a la derecha del valor máximo aceptable.

En relación con el tamaño, volviendo a comparar la escala, la granulometría y el microscopio SEM otorgan los mismos resultados, estando la mayoría de las partículas en el rango de tamaños entre 50 y 150 µm. El valor mínimo de tamaño se puede comprobar en la imagen a 500x aumentos, donde la escala es 50 µm y no se divisan partículas por debajo de dicho tamaño. Si se observa la imagen a 200x aumentos, se concreta exactamente lo contrario, siendo la escala 200 µm y no observando partículas que, aproximadamente, superen las 150 µm de tamaño.

Hablando de la morfología, este material es un claro ejemplo de morfología esférica. Se observa claramente la forma esférica de cada partícula. Como dato reseñable, se puede hablar de existencia de satélites pegados a las partículas, que, como ya hemos explicado con anterioridad, son pequeñas partículas del mismo material que se quedan pegadas a la partícula de mayor tamaño.



## 7.6 TITANIO+SILICIO (TI+SI)

### 7.6.1 Granulometría

Para esta muestra se ha optado por la primera medición siguiendo el criterio explicado con anterioridad. Una vez estudiada la granulometría, se analizan los datos y con ellos se elabora la gráfica que relaciona el tamaño de partícula con el porcentaje en volumen:

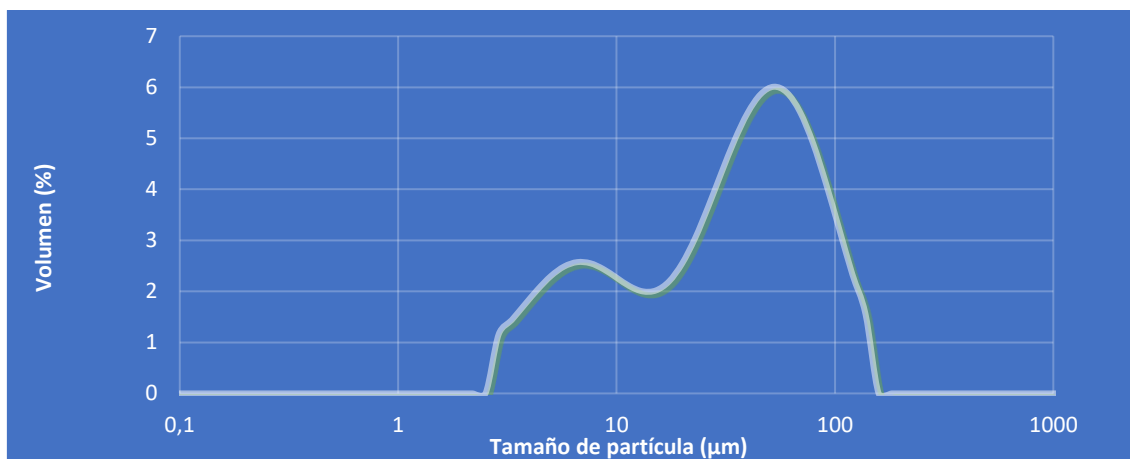


Ilustración 44: Gráfica Volumen-Tamaño partícula Ti+Si

El analizador Mastersizer también proporciona los datos característicos de la muestra:

Tabla 25: Datos característicos del Ti+Si

| <b>D(0.1)</b> | <b>D(0.5)</b> | <b>D(0.9)</b> | <b>Specific Surface Area</b> | <b>D[3,2]</b> | <b>D[4,3]</b> |
|---------------|---------------|---------------|------------------------------|---------------|---------------|
| 3.789 µm      | 31.459 µm     | 86.894 µm     | 0.0141 m <sup>2</sup> /g     | 8.396 µm      | 38.986 µm     |

De este material no se aporta información del fabricante puesto que se analizarán los datos aportados por el equipo Mastersizer. Se observa en la campana de Gauss dos picos, esto puede indicar la presencia de aglomeraciones en la muestra o bien que la muestra no sea un compuesto TiSi sino la unión de ambos materiales por separado. El tamaño medio de las partículas, según indica el D(0.5) es de 31 µm, pero no es un dato excesivamente relevante debido a la que la distribución es muy dispersa, extendiéndose la campana de Gauss a tamaños comprendido entre, aproximadamente, 5 y 110 µm.

Analizando los valores del D(0.1) y D(0.9), se corrobora que los tamaños de partículas varían mucho, siendo 3 y 86 µm los valores respectivos de dichos diámetros. Esto provocará que no sea una muestra homogénea en el sentido del tamaño de partícula.

## 7.6.2 Microscopía SEM

Los resultados que proporciona el microscopio SEM son los siguientes:

### 200x Aumentos

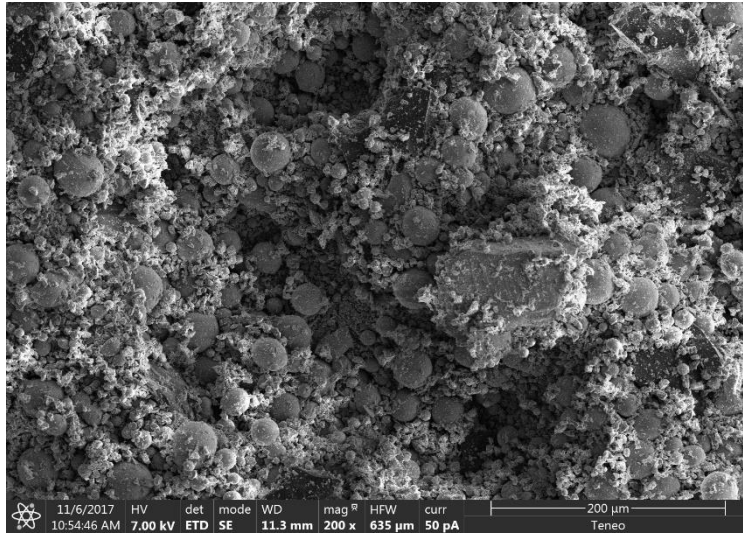


Ilustración 45: Polvo de Ti+Si 200x aumentos

### 500x Aumentos

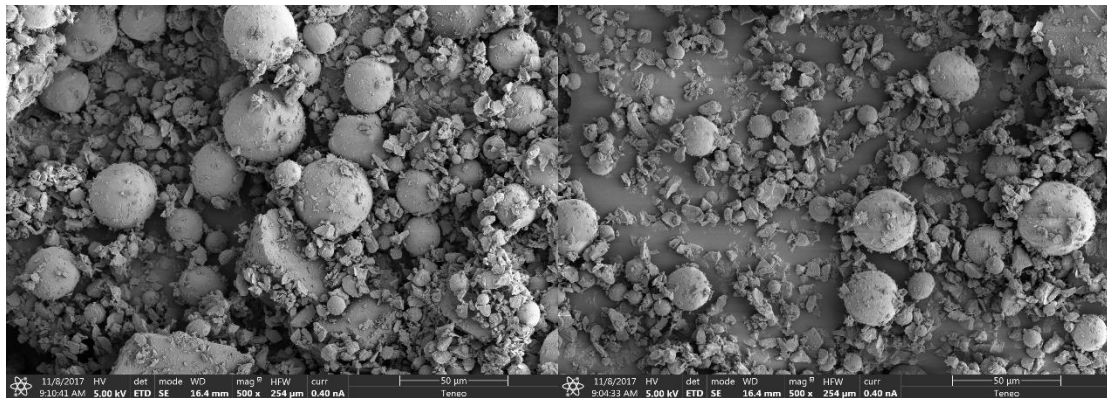


Ilustración 46: Polvo de Ti+Si 500x aumentos

### 1000x Aumentos

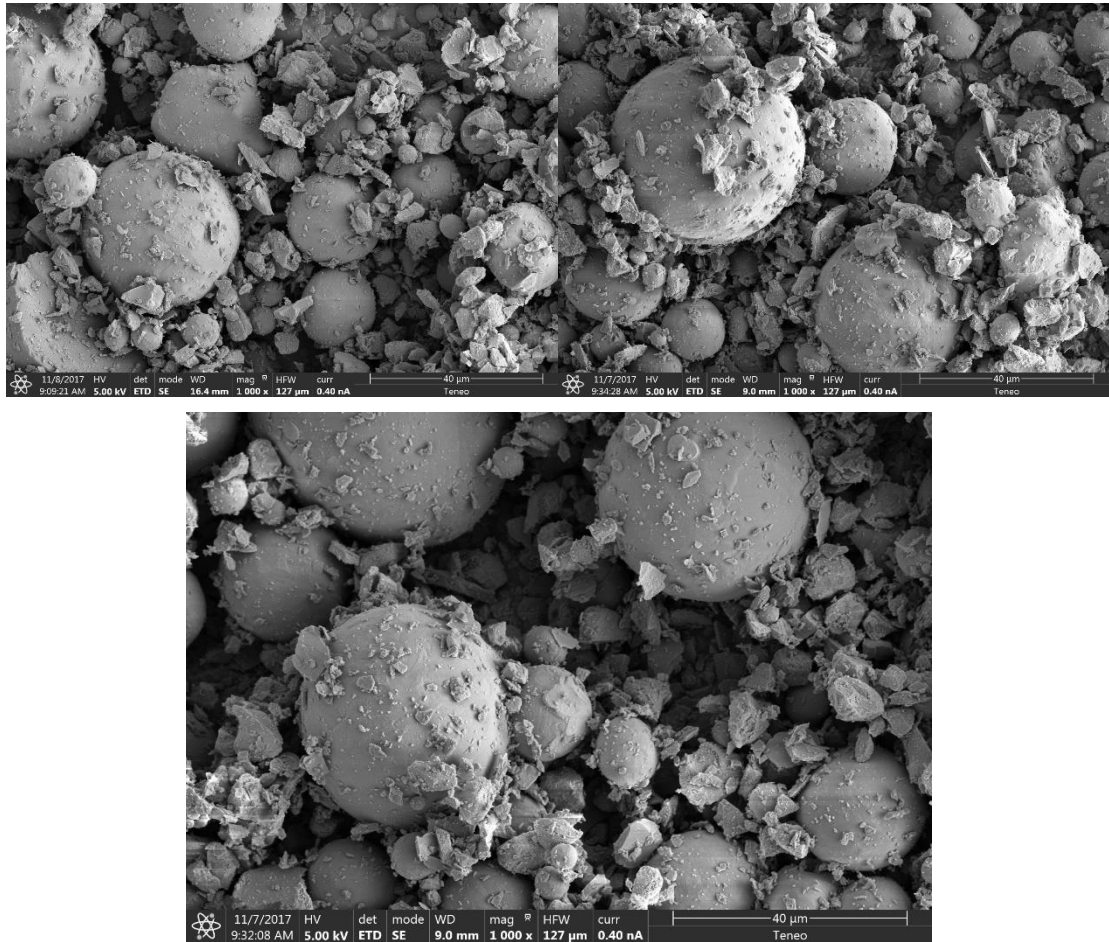


Ilustración 47: Polvo de Ti+Si 1000x aumentos

### 2000x Aumentos

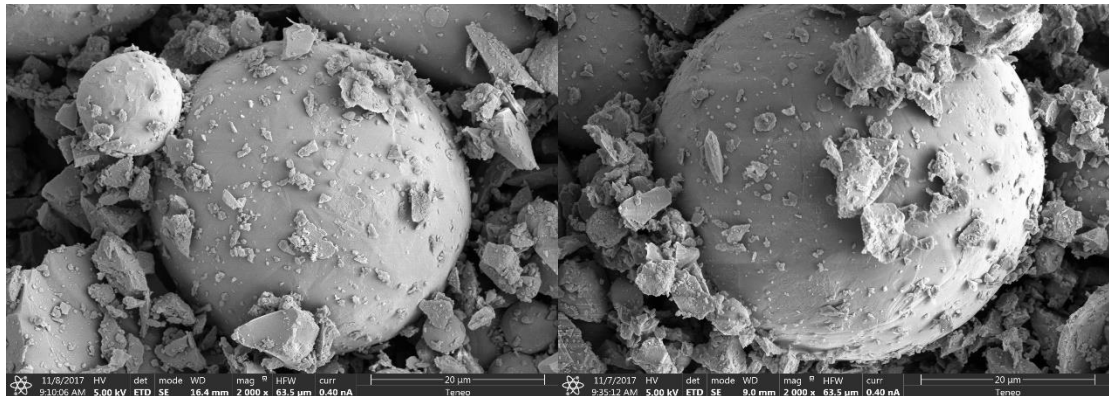


Ilustración 48: Polvo de Ti+Si 2000x aumentos

### 4000x Aumentos

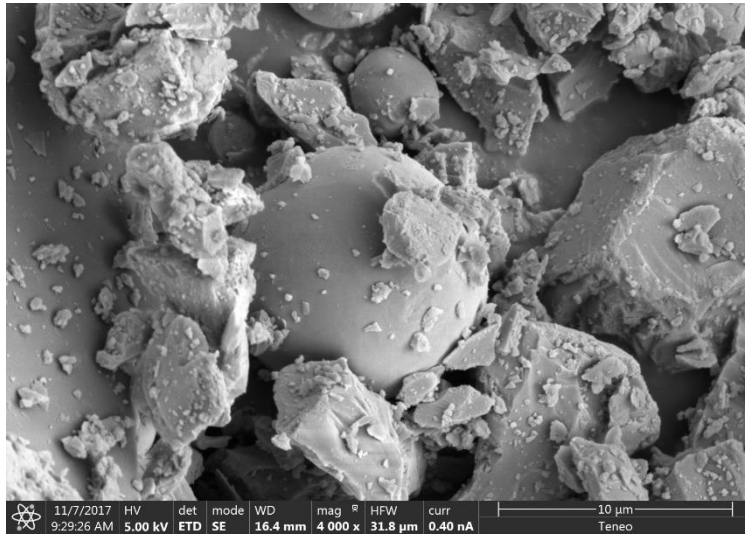


Ilustración 49: Polvo de Ti+Si 4000x aumentos

En este caso, observando las imágenes, se observa que los dos picos corresponden uno a tamaño del Titanio y otro al tamaño del Silicio. Se diferencia claramente un material del otro, siendo mayor el tamaño del titanio y menos el del silicio. Por tanto, la suposición que se hizo en el estudio de la granulometría, de la posible existencia de aglomeraciones, es errónea y por tanto se puede afirmar que la muestra es la unión de ambos materiales por separado.

El tamaño de partícula cuantitativo coincide con el estudio hecho anteriormente. Analizando la imagen a 4000x aumentos, se observa que el silicio tiene un tamaño aproximado de 10  $\mu\text{m}$ , dato semejante al obtenido en el primer experimento. Observando el tamaño del titanio, se ve que las partículas tienen un tamaño aproximado de 50  $\mu\text{m}$ , comparándolo con los datos de la granulometría, se puede intuir la que la diferencia entre ambos es debido a la posible aglomeración de ambos materiales unidos.

La morfología del silicio es irregular, las imágenes así lo corroboran. Por otra parte, el titanio es de morfología esférica, esto ya se había determinado anteriormente en el apartado 7.1.

## 7.7 BORURO DE TITANIO (TiB<sub>2</sub>)

### 7.7.1 Fabricante-Empresa

La empresa proveedora es Treibacher, Treibacher Industrie AG ha sido siempre sinónimo de innovación, saber hacer, flexibilidad y creatividad. La historia de Treibacher Industrie AG comienza con Carl Auer von Welsbach. En 1885, el célebre científico realizó el revolucionario descubrimiento de la luz incandescente de gas, y fue responsable de muchas otras invenciones.

En 1898, fundó la por entonces llamada Treibacher Chemische Werke y se dedicó especialmente a las tierras raras, que todavía hoy constituyen una de las principales áreas de Treibacher Industrie AG. En el año 1885, Carl Auer von Welsbach demostró que el elemento didimio consta de los dos elementos praseodimio y neodimio. El éxito del ferrocerio en todo el mundo, que patentó en 1903, sigue reflejándose en las cifras de ventas actuales.[15]

Centrándonos en la muestra que se va a analizar, el tamaño de partícula de nuestro Boruro de Titanio debe ser menor de 10 µm.

### 7.7.2 Granulometría

Para esta muestra se ha optado por la segunda medición con el criterio estipulado para dicha elección. Una vez estudiada la granulometría, se analizan los datos y con ellos se elabora la gráfica que relaciona el tamaño de partícula con el porcentaje en volumen:

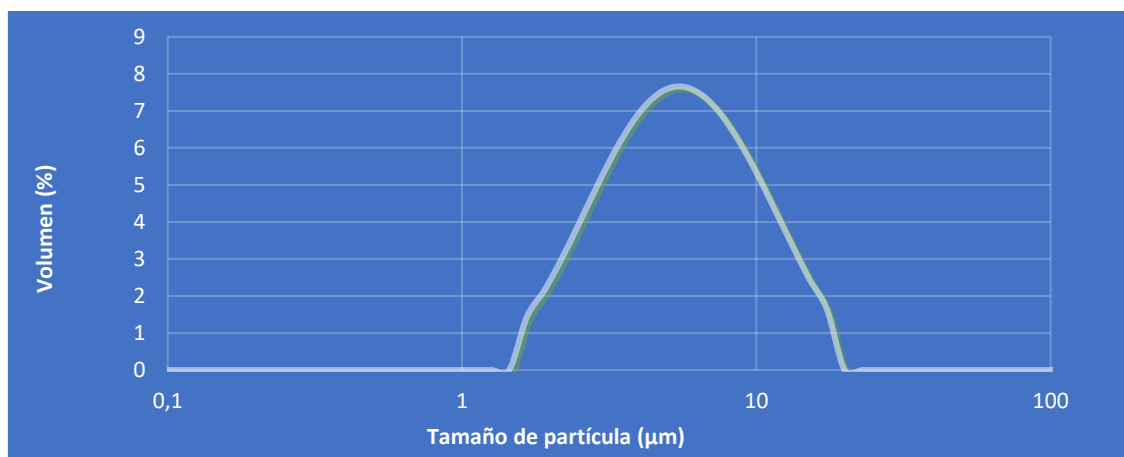


Ilustración 50: Gráfica Volumen-Tamaño partícula TiB<sub>2</sub>

El analizador Mastersizer también proporciona los datos característicos de la muestra:

Tabla 26: Datos característicos del polvo de TiB<sub>2</sub>

| D(0.1)   | D(0.5)   | D(0.9)    | Specific Surface Area  | D[3,2]   | D[4,3]   |
|----------|----------|-----------|------------------------|----------|----------|
| 1.808 µm | 4.971 µm | 12.238 µm | 4.64 m <sup>2</sup> /g | 1.292 µm | 8.301 µm |

Atendiendo a los resultados obtenidos, se puede afirmar que el tamaño de partícula, comparándolo con los requisitos demandados, es aceptable, puesto que debe ser menor de 10 µm y, observando la campana de Gauss, la mayor parte de las partículas se encuentran en dicho rango. Este dato se puede corroborar en los datos característicos de la muestra, donde el D(0.5) tiene un valor de 4.9 µm, que corrobora lo que se está afirmando.

Mirando la gráfica podemos intuir, en la rama de la derecha, la presencia de ligera aglomeración en la muestra, observando anomalías en dicha rama. Por otra parte, la forma de la rama izquierda indica la

posibilidad de que se haya dado niebla iluminada. Ambos problemas, aun estando presentes, no perjudican la medición puesto no que nos muy notables.

Se observa que la campana de Gauss abarca un intervalo de tamaños relativamente amplio, esto se debe que nuestro rango no es muy restrictivo. Observando el D(0.9), 12  $\mu\text{m}$ , se puede deducir que alrededor del 15% de las partículas se encuentra fuera del intervalo acordado.

El tamaño de partícula también no será homogéneo, o al menos los datos así lo indican, con una diferencia de 7  $\mu\text{m}$  entre diámetros de volumen y superficie medios, en un rango de 10  $\mu\text{m}$ . Además, se puede intuir la ausencia de esfericidad en la morfología de las partículas de la muestra.

### 7.7.3 Microscopía SEM

Los resultados que proporciona el microscopio SEM son los siguientes:

#### 200x Aumentos

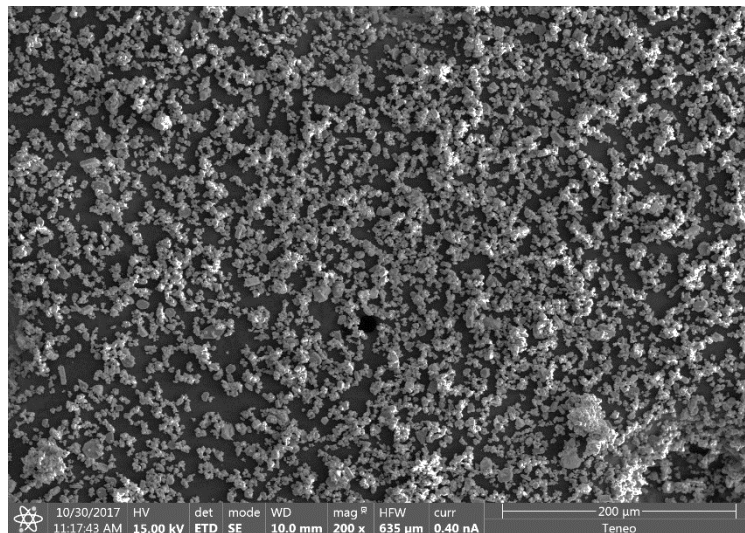


Ilustración 51: Polvo de  $\text{TiB}_2$  200x aumentos

#### 500x Aumentos

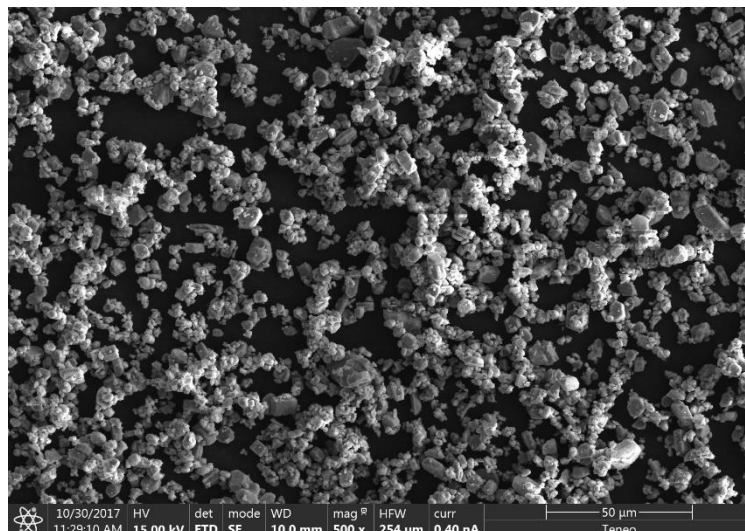


Ilustración 52: Polvo de  $\text{TiB}_2$  500x aumentos

### 1000x Aumentos

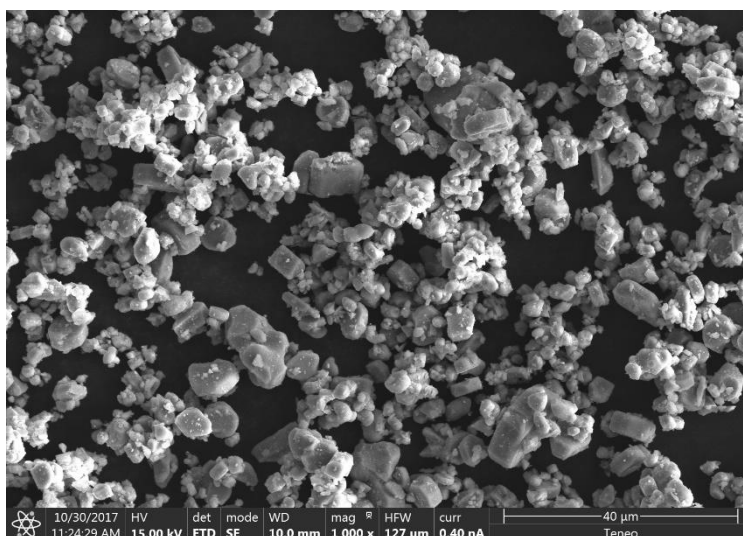


Ilustración 53: Polvo de TiB<sub>2</sub> 1000x aumentos

### 2000x Aumentos

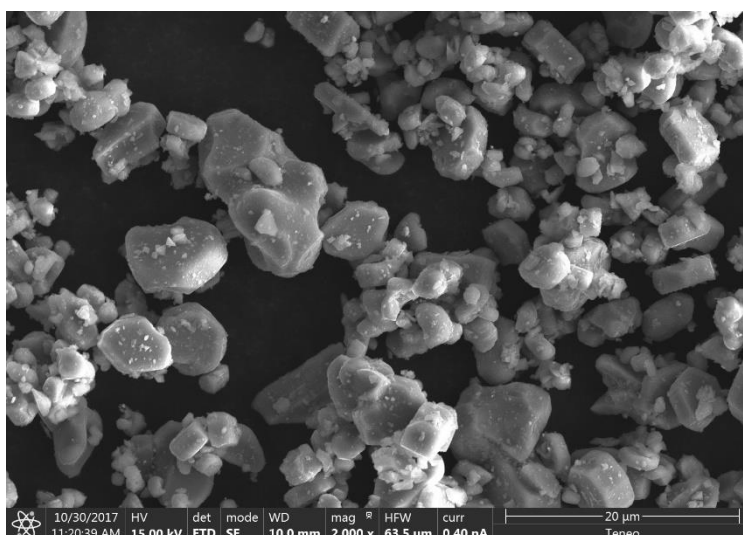


Ilustración 54: Polvo de TiB<sub>2</sub> 2000x aumentos

Observando las imágenes, se observa la presencia de aglomeraciones en la muestra, dato que ya se intuyó en el análisis de granulometría donde los tamaños se encontraban en su mayoría dentro del intervalo impuesto, pero existiendo anomalía en la rama derecha de la gráfica. Este material tiene facilidad para la aglomeración y se puede ver claramente en la imagen a 500x aumentos.

Para la comprobación del tamaño de partícula, se puede observar la imagen correspondiente a 2000x aumentos, que, con una escala de 20 μm, da una idea bastante resolutive de dicho tamaño. Se comprueba que la mayoría de partícula se encuentran por debajo de 10 μm, existiendo algunas que si superan dicha cantidad. Por tanto, los datos del microscopio SEM y del Mastersizer coinciden.

Hablando de la morfología, se puede divisar una morfología irregular en esta muestra. Aunque se observa, en la imagen a 2000x aumentos, algunas partículas con especies de caras que pueden asemejarse a morfología facetada, se determinada como más acertada morfología irregular.

## 7.8 CARBURO DE TITANIO (TiC)

### 7.8.1 Fabricante-Empresa

La empresa suministradora es H.C. Stark. Con casi 100 años de experiencia, H.C. Starck es un proveedor principal premium de metales de tecnología como tungsteno, el molibdeno, el tántalo, el niobio, y los cerámicos de alto rendimiento.

H.C. Starck trabaja sobre los productos innovadores de futuro con intensa investigación y desarrollo. Más de 140 empleados de investigación y construcción experimental en el mundo entero trabajan en el desarrollo de nuevos materiales, productos y usos innovadores con el futuro potencial prometedor. H.C. Starck sostiene más de 900 patentes por todo el mundo, de materiales innovadores de alta tecnología a la producción controlada por proceso y soluciones de producto específicas de cliente.

Si nos centramos en el producto que nos suministra, el tamaño de partícula de nuestro carburo de titanio debería ser alrededor de  $4.9\ \mu\text{m}$ . [16]

### 7.8.2 Granulometría

Para esta muestra se ha optado por la primera medición. Una vez estudiada la granulometría, se analizan los datos y con ellos se elabora la gráfica que relaciona el tamaño de partícula con el porcentaje en volumen:

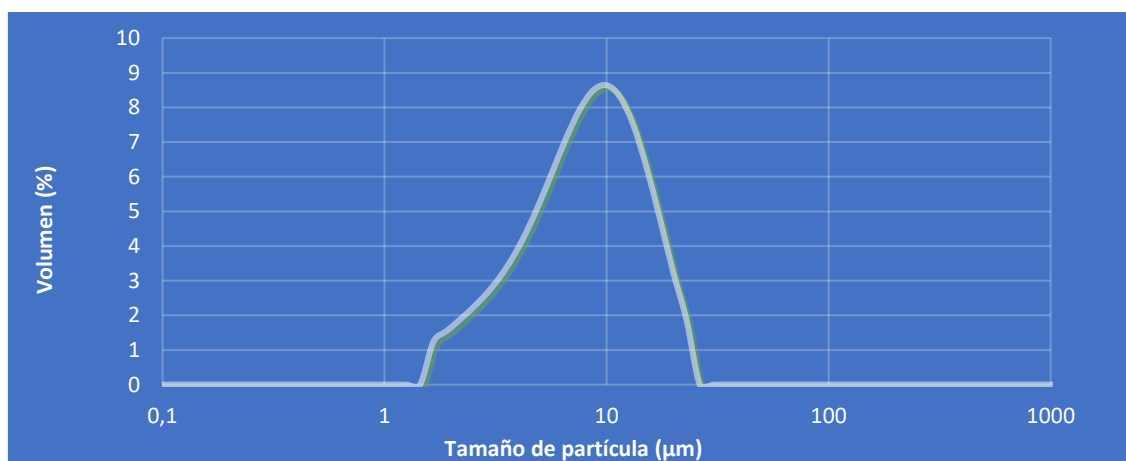


Ilustración 55: Gráfica Volumen-Tamaño partícula TiC

El analizador Mastersizer también proporciona los datos característicos de la muestra:

Tabla 27: Datos característicos del polvo de TiC

| D(0.1)              | D(0.5)              | D(0.9)               | Specific Surface Area        | D[3,2]              | D[4,3]              |
|---------------------|---------------------|----------------------|------------------------------|---------------------|---------------------|
| 2.559 $\mu\text{m}$ | 7.571 $\mu\text{m}$ | 15.393 $\mu\text{m}$ | 0.0105 $\text{m}^2/\text{g}$ | 5.221 $\mu\text{m}$ | 8.398 $\mu\text{m}$ |

Analizando los resultados, se observa que el tamaño de partícula que proporciona el análisis por difracción láser es notablemente superior al acordado con el fabricante, siendo éste de  $4.9\ \mu\text{m}$  y, como llevamos haciéndolo en los demás materiales, comparándolo con el D(0.5),  $7.5\ \mu\text{m}$ , existe una diferencia que, en tamaños pequeños, puede llegar a ser importante.

Atendiendo a la desviación existente, los datos del Mastersizer determinan que el tamaño de partícula de la muestra se encuentra, en su mayor parte, en el intervalo entre  $2.5\ \mu\text{m}$  y  $15\ \mu\text{m}$ , datos sacados de diámetros D(0.1) y D(0.9), observando en la campana de Gauss que existe un mayor número de partículas a la izquierda del pico, esto indica la presencia de niebla iluminada en la medición, que no afecta demasiado en la medición.



El tamaño de partícula se puede considerar relativamente homogéneo, puesto que la diferencia entre diámetros de volumen y superficie medios difiere 3  $\mu\text{m}$ . Por otra parte, también indica la existencia de esfericidad relativa, aunque se puede pensar que la morfología no llegará a ser esférica.

### 7.8.3 Microscopía SEM

Los resultados que proporciona el microscopio SEM son los siguientes:

#### 200x Aumentos

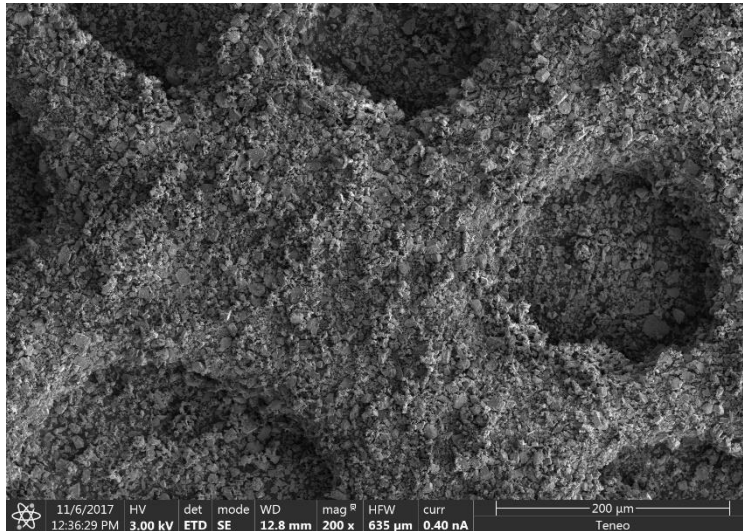


Ilustración 56: Polvo de TiC 200x aumentos

#### 500x Aumentos

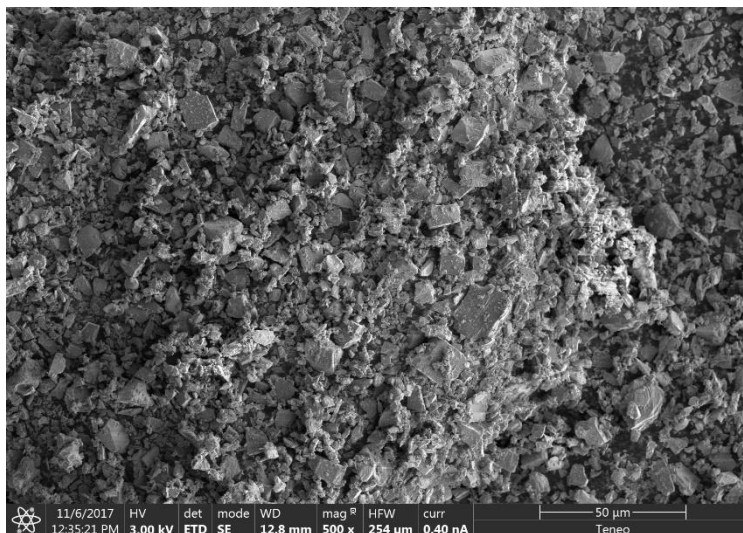


Ilustración 57: Polvo de TiC 500x aumentos

### 1000x Aumentos

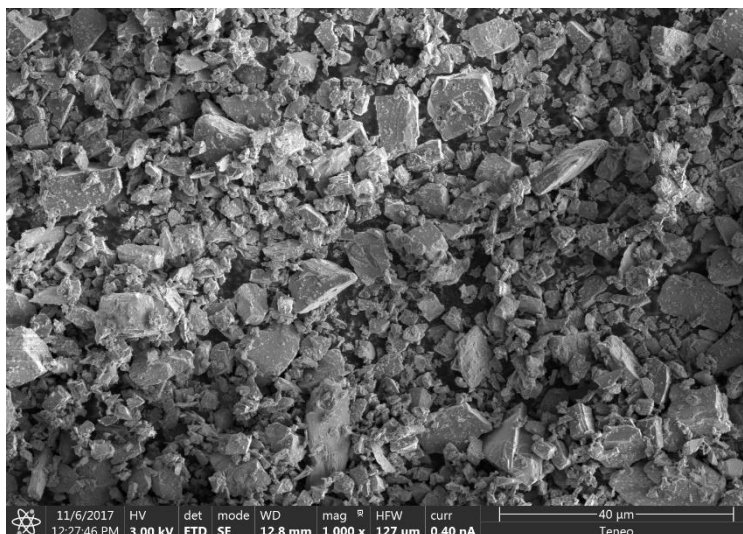


Ilustración 58: Polvo de TiC 1000x aumentos

### 2000x Aumentos

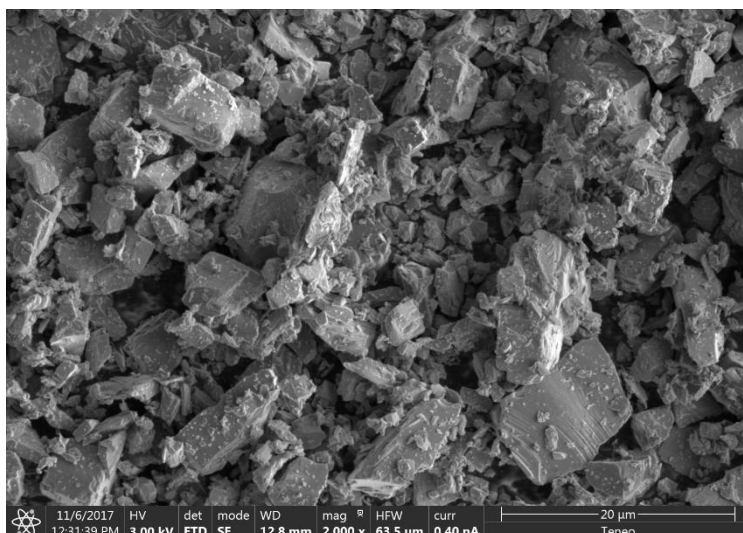


Ilustración 59: Polvo de TiC 2000x aumentos

Observando las imágenes, se nota claramente la existencia de aglomeraciones, puesto que este tipo de polvo tiene facilidad para la aglomeración.

En relación con el tamaño, volviendo a comparar la escala, la granulometría y el microscopio SEM otorgan los mismos resultados, estando la mayoría de las partículas en el rango de tamaños entre 45 y 75 μm, siempre aproximadamente. Este dato coincide nuevamente con el pedido que se le hizo a la empresa que nos suministra el material.

Hablando de la morfología, este material es un claro ejemplo de morfología facetada. Se observa claramente las caras que presentan las partículas siendo especies de poliedros.

## 7.9 NITRURO DE TITANIO (TiN)

### 7.9.1 Fabricante-Empresa

La empresa proveedora es la misma que la mencionada en el apartado anterior, carburo de titanio, es decir, H.C. Stark. La descripción se puede encontrar en dicho apartado.

Respecto a la muestra de nitruro de titanio, según el proveedor, el tamaño de partícula es de Grado A.

### 7.9.2 Granulometría

Para esta muestra se ha optado por la primera medición. Una vez estudiada la granulometría, se analizan los datos y con ellos se elabora la gráfica que relaciona el tamaño de partícula con el porcentaje en volumen:

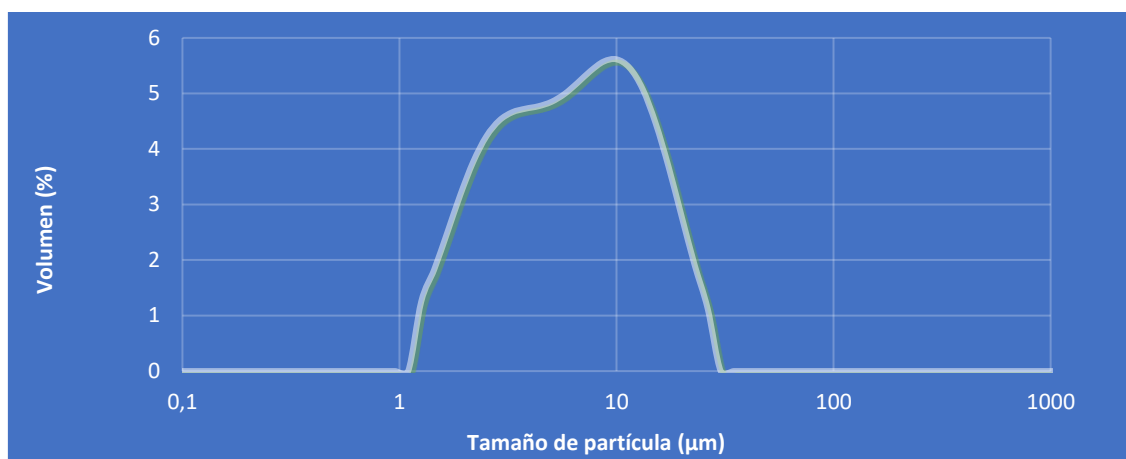


Ilustración 60: Gráfica Volumen-Tamaño partícula TiN

El analizador Mastersizer también proporciona los datos característicos de la muestra:

Tabla 28: Datos característicos del polvo de TiN

| D(0.1)   | D(0.5)   | D(0.9)    | Specific Surface Area | D[3,2] | D[4,3]   |
|----------|----------|-----------|-----------------------|--------|----------|
| 1.411 µm | 5.229 µm | 14.743 µm | 5 m <sup>2</sup> /g   | 1.2 µm | 6.818 µm |

El tamaño de partícula que proporciona el equipo se encuentra en el intervalo que va de 1.4 a 14 µm, un intervalo bastante amplio, lo que provoca que la distribución de tamaño sea dispersa. Esto se puede ver en la gráfica, que muestra una especie de campana de Gauss con irregularidades.

Se intuye que el tamaño de partícula no será homogéneo al realizar la microscopía SEM por la razón anteriormente descrita viendo la diferencia existente entre el D[3,2] y el D[4,3]. Por la misma razón, se intuye que la morfología no presentará ningún tipo de esfericidad.

### 7.9.3 Microscopía SEM

Los resultados que proporciona el microscopio SEM son los siguientes:

#### 500x Aumentos

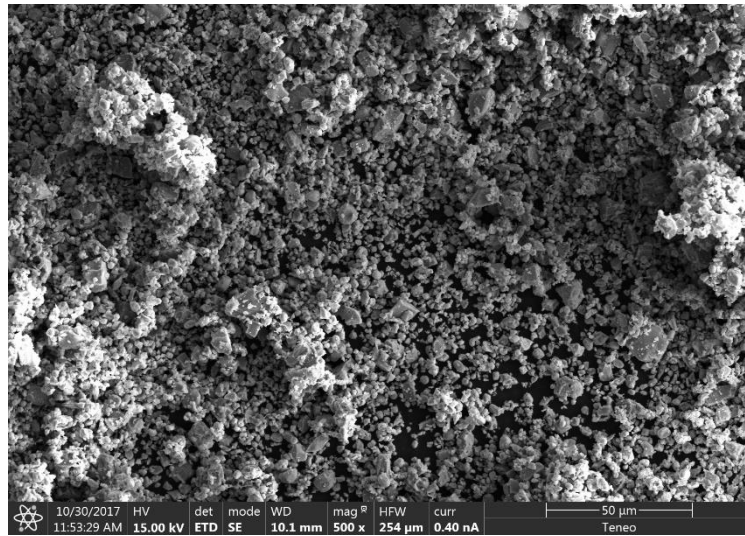


Ilustración 61: Polvo de TiN 500x aumentos

#### 1000x Aumentos

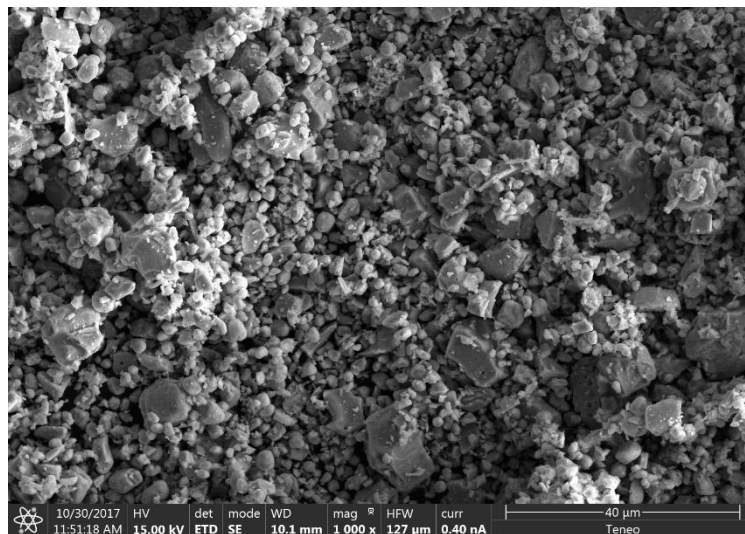


Ilustración 62: Polvo de TiN 1000x aumentos

### 2000x Aumentos

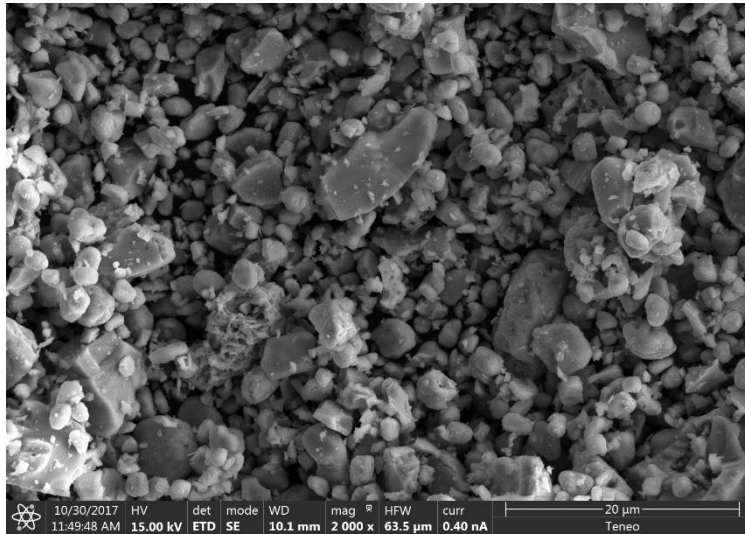


Ilustración 63: Polvo de TiN 2000x aumentos

Observando las imágenes, se observa la presencia de aglomeraciones, debido a la tendencia que tienen estos tipos de polvos a aglomerarse. Se ven partículas con diferencias entre tamaños bastante notables.

Por otro lado, analizando el tamaño de partícula cuantitativamente, se puede afirmar que tanto el análisis de la granulometría y el microscopio SEM aportan los mismos resultados, siendo este tamaño en torno a 10  $\mu\text{m}$ .

Con relación a la morfología, el Nitruro de Titanio presenta una morfología irregular, no existiendo patrón común entre la forma de las partículas.

## 7.10 ALUMINIO (AL)

### 7.10.1 Fabricante-Empresa

La empresa que proporciona dicho material es NMD, empresa alemana, residente en Dordstrasse, con décadas de experiencia en la producción y aplicaciones de polvos metálicos en varias industrias. NMD es parte de una red global en la industria de los polvos metálicos. Sus principales líneas de trabajo son la Fabricación Aditiva, Polvo soldado, Lubricantes para sulfuros metálicos sólidos, polvos estándar y polvos especiales. [17]

Con respecto a la muestra de aluminio, la empresa proporciona un polvo de tamaño 6  $\mu\text{m}$ .

### 7.10.2 Granulometría

Para el aluminio se ha optado por la tercera medición correspondiente a una medición con vibración ultrasonido. Una vez estudiada la granulometría, se analizan los datos y con ellos se elabora la gráfica que relaciona el tamaño de partícula con el porcentaje en volumen:

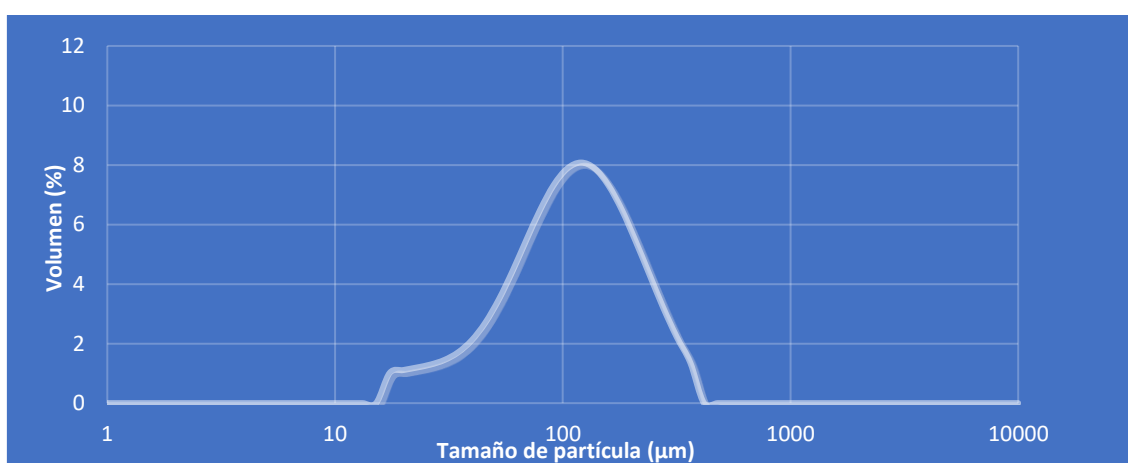


Ilustración 64: Gráfica Volumen-Tamaño partícula Aluminio

El analizador Mastersizer también proporciona los datos característicos de la muestra:

Tabla 29: Datos característicos del polvo de aluminio

| <b>D(0.1)</b>        | <b>D(0.5)</b>        | <b>D(0.9)</b>         | <b>Specific Surface Area</b> | <b>D[3,2]</b>        | <b>D[4,3]</b>         |
|----------------------|----------------------|-----------------------|------------------------------|----------------------|-----------------------|
| 27.236 $\mu\text{m}$ | 99.899 $\mu\text{m}$ | 222.094 $\mu\text{m}$ | 0.12 $\text{m}^2/\text{g}$   | 49.846 $\mu\text{m}$ | 115.309 $\mu\text{m}$ |

Observando ambos estos datos, lo primero que salta a la vista es la diferencia entre lo que se le demandó al fabricante y el resultado que muestra la gráfica y los consiguientes datos que les siguen, puesto que lo demandado era en torno a 6  $\mu\text{m}$  y el resultado, si tomamos de ejemplo el D(0.5) es de 99.899  $\mu\text{m}$ , una diferencia muy notable.

Se puede intuir que la muestra viene con excesivas aglomeraciones. Por otra parte, la campana de Gauss, en su parte izquierda, su pendiente es bastante menor, lo que indica que hay un mayor número de partículas más pequeñas que el valor de pico, hecho que se corrobora con el valor de los diámetros característicos, siendo el valor de pico superior a 100  $\mu\text{m}$  y el de los diámetros sobre 99  $\mu\text{m}$ .

La diferencia que existe entre los diámetros D[4,3] y D[3,2] indica la diferencia puede existir entre los tamaños de las partículas y por tanto la no homogeneidad de la muestra. Estos datos dan una idea también de la esfericidad de las partículas, se puede intuir que no existirá esfericidad alguna en la morfología de las partículas de aluminio.

### 7.10.3 Microscopía SEM

Los resultados que proporciona el microscopio SEM son los siguientes:

**200x Aumentos**

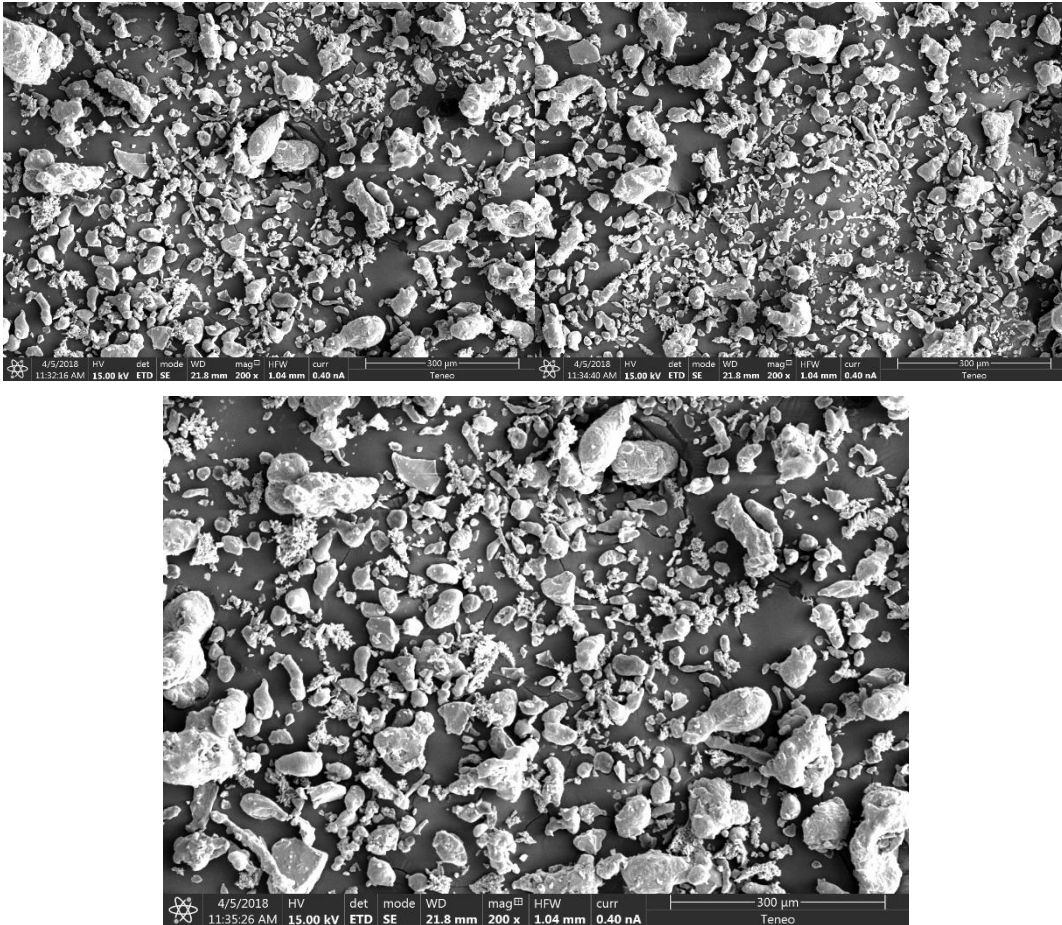


Ilustración 65: Polvo de Aluminio

Como se puede comprobar, y corroborando los resultados que se han obtenido en la granulometría, existe una notable aglomeración de partículas en la muestra. La imagen es clara en este sentido, donde se observan partículas de tamaños muy diversos.

Con respecto al tamaño, observando la escala situada abajo a la derecha de cada fotografía, se comprueba que el tamaño corresponde con el hallado en el análisis por difracción láser, donde el tamaño se mueve alrededor de 80-100 µm. Por tanto, se determina finalmente que el tamaño no concuerda con lo acordado con el fabricante.

Por otro lado, en relación con la morfología, es claro que se trata de una morfología irregular, donde la forma de las partículas no sigue ningún patrón.

## 7.11 CARBURO DE BORO (B<sub>4</sub>C) F220

### 7.11.1 Fabricante-Empresa

ABCR GmbH lleva más de 25 años como empresa competente para la adquisición de productos químicos destinados a la ciencia, la investigación y la industria. Una amplia variedad de unidades a medida, desde gramos a toneladas, especialmente adaptadas a sus procesos. Con ubicaciones en Alemania, Europa, Rusia, Estados Unidos y Asia, ofrecen servicios de sourcing y distribución a escala mundial. Más de 250.000 productos disponibles de forma rápida y fácil en nuestra tienda online.

ABCR ofrece también su propia producción en España, especializada en Silanos y Siloxanos, así como síntesis específicas para cada cliente y por contrato. La investigación activa y el desarrollo de complejos compuestos fluorados en el laboratorio de investigación de Bremen completan nuestros servicios.

Con respecto a nuestro material, la empresa ofrece una muestra con tamaño de partícula entre 45 µm y 75 µm. El indicador F220 hace referencia al tamaño de grano de la muestra, yendo la escala de F100 a F1500.[18]

### 7.11.2 Granulometría

Para el carburo de boro F220 se ha optado por la primera medición. Una vez estudiada la granulometría, se analizan los datos y con ellos se elabora la gráfica que relaciona el tamaño de partícula con el porcentaje en volumen:

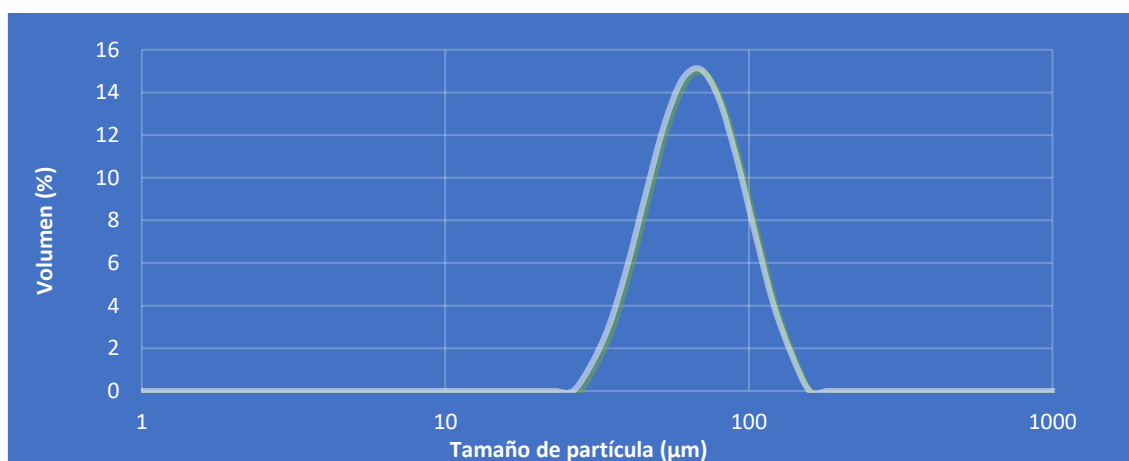


Ilustración 66: Gráfica Volumen-Tamaño partícula B<sub>4</sub>C F220

El analizador Mastersizer también proporciona los datos característicos de la muestra:

Tabla 30: Datos característicos del polvo de B<sub>4</sub>C F220

| D(0.1)    | D(0.5)    | D(0.9)    | Specific Surface Area   | D[3,2]    | D[4,3]    |
|-----------|-----------|-----------|-------------------------|-----------|-----------|
| 39.476 µm | 62.073 µm | 96.666 µm | 0.103 m <sup>2</sup> /g | 58.393 µm | 65.577 µm |

Observando la campana de Gauss que se ha creado a través de los datos que proporciona el Mastersizer se puede comprobar que la mayoría de las partículas se encuentran entre 50 y 75 µm, que corresponde con los datos del fabricante.



Analizando los datos, en este caso el fabricante se ajusta a lo demandado, puesto se le pidió un tamaño de partícula entre 45  $\mu\text{m}$  y 75  $\mu\text{m}$  y comparándolo, por ejemplo, con el D(0.5), 62  $\mu\text{m}$ , el valor está dentro del rango.

Debido al rango de tamaño de partícula acordado, la campana de Gauss se extiende en un intervalo amplio. Aun así, la mayor parte de las partículas se encuentran dentro del rango, hecho que se puede corroborar con los D(0.1) y D(0.9), 39  $\mu\text{m}$  y 96  $\mu\text{m}$ , respectivamente, es decir, solo un 20 % de las partículas se encuentran fuera de estos valores, puesto que el 80% de las partículas se encuentran en ese intervalo de tamaños.

El tamaño de partícula también se puede considerar homogéneo debido a que los diámetros medios en volumen son bastante similares, por tanto, no existe mucha diferencia de tamaño entre las partículas de la muestra. Con respecto a la esfericidad existente, se puede concluir que existe esfericidad relativa en las partículas de la muestra.

### 7.11.3 Microscopía SEM

Los resultados que proporciona el microscopio SEM son los siguientes:

#### 200x Aumentos

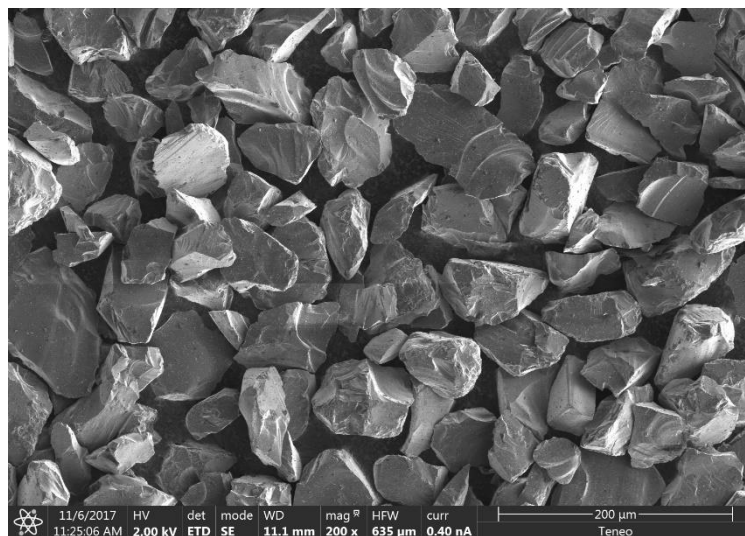


Ilustración 67: Polvo de B<sub>4</sub>C F220 200x aumentos

#### 500x Aumentos

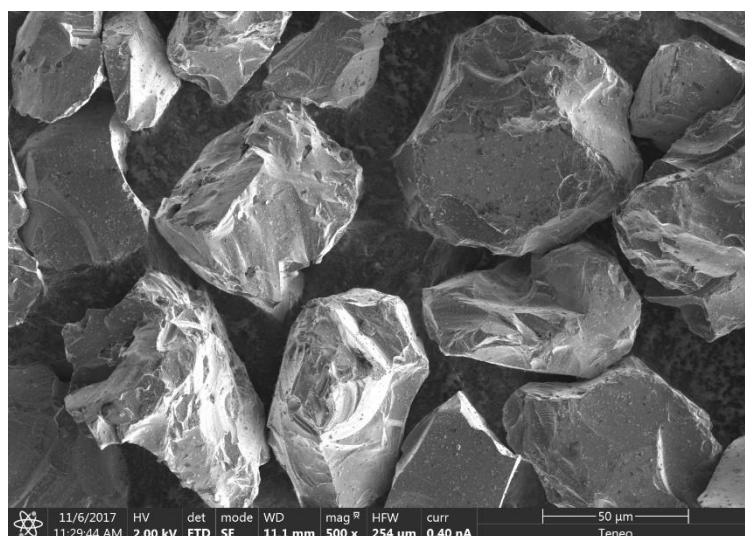


Ilustración 68: Polvo de B<sub>4</sub>C F220 500x aumentos

### 1000x Aumentos

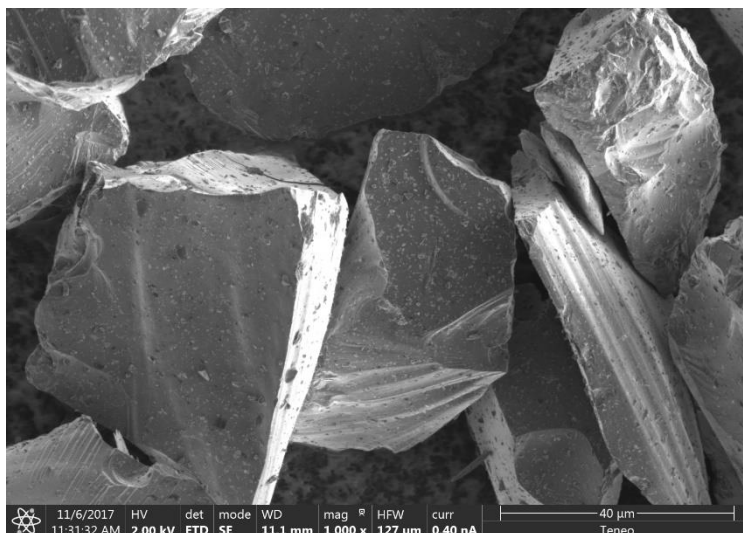


Ilustración 69: Polvo de B<sub>4</sub>C F220 1000x aumentos

### 2000x Aumentos

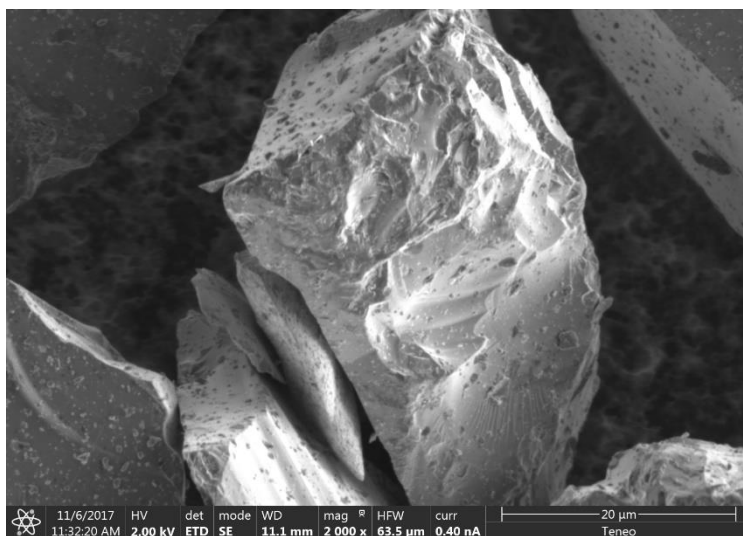


Ilustración 70: Polvo de B<sub>4</sub>C F220 2000x aumentos

Observando las imágenes, se nota claramente que no existe casi aglomeraciones, lo que es bastante positivo. Esto se ha intuido ya en el estudio de la granulometría.

En relación con el tamaño, volviendo a comparar la escala, la granulometría y el microscopio SEM otorgan los mismos resultados, estando la mayoría de las partículas en el rango de tamaños entre 45 y 75 μm, siempre aproximadamente. Este dato coincide nuevamente con el pedido que se le hizo a la empresa que suministra el material.

Hablando de la morfología, este material es un claro ejemplo de morfología facetada. Se observa claramente las caras que presentan las partículas siendo especies de poliedros.

## 7.12 CARBURO DE BORO (B<sub>4</sub>C) F400

### 7.12.1 Fabricante-Empresa

La empresa suministradora es de nuevo ABCR, cuya descripción está en el Carbuuro de Boro F220.

Hablando del B<sub>4</sub>C F400, la empresa proporciona una muestra cuyo tamaño va desde 8 μm a 32 μm. El indicador F400 hace referencia al tamaño de grano de la muestra, yendo la escala de F100 a F1500.

### 7.12.2 Granulometría

Para esta muestra se ha optado por la primera medición. Una vez estudiada la granulometría, se analizan los datos y con ellos se elabora la gráfica que relaciona el tamaño de partícula con el porcentaje en volumen:

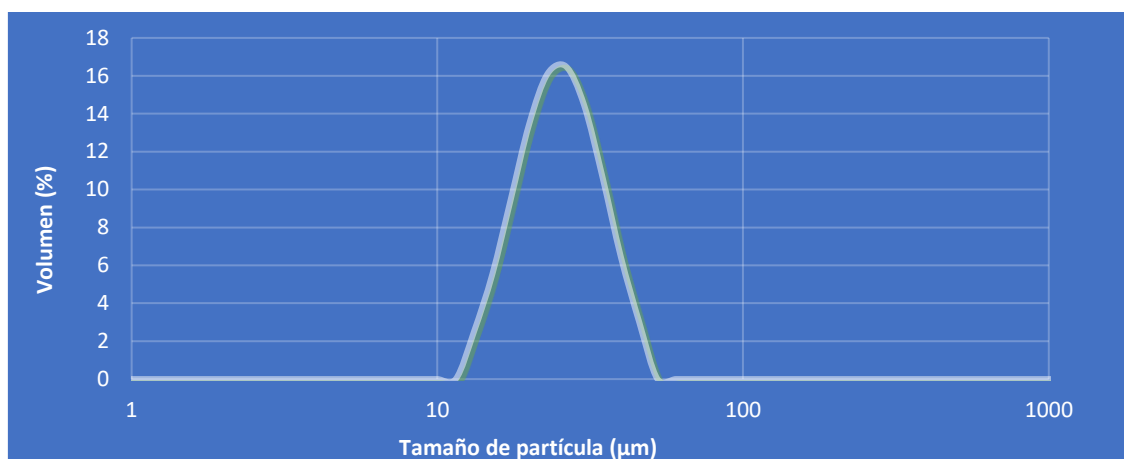


Ilustración 71: Gráfica Volumen-Tamaño partícula B<sub>4</sub>C F400

El analizador Mastersizer también proporciona los datos característicos de la muestra:

Tabla 31: Datos característicos del polvo de B<sub>4</sub>C F400

| D(0.1)    | D(0.5)    | D(0.9)    | Specific Surface Area   | D[3,2]    | D[4,3]    |
|-----------|-----------|-----------|-------------------------|-----------|-----------|
| 15.471 μm | 23.330 μm | 34.946 μm | 0.271 m <sup>2</sup> /g | 22.176 μm | 24.473 μm |

Comparando los resultados con lo acordado con el fabricante, se puede afirmar que el tamaño de partícula de la muestra es correcto, puesto se le pidió un tamaño de partícula entre 8 μm y 32 μm y comparándolo, por ejemplo, con el D(0.5), 23.33 μm, el valor está dentro del rango.

Debido al rango de tamaño de partícula acordado, similar a lo que sucedía con el Carbuuro de Boro F220, el intervalo que ocupa la campana de Gauss es amplio, siguiendo la mayor parte de las partículas dentro del rango, hecho que se puede corroborar con los D(0.1) y D(0.9), 15 μm y 34 μm, respectivamente, es decir, solo un 10 % de las partículas se encuentran fuera de estos valores.

El tamaño de partícula también se puede considerar homogéneo, incluso más que en el anterior, debido a que los diámetros medios en volumen son casi idénticos, por tanto, no debería existir mucha diferencia de tamaño entre las partículas de la muestra. Por tanto, también cabe intuir la existencia de una mayor esfericidad en las partículas.

### 7.12.3 Microscopía SEM

Los resultados que proporciona el microscopio SEM son los siguientes:

#### 200x Aumentos

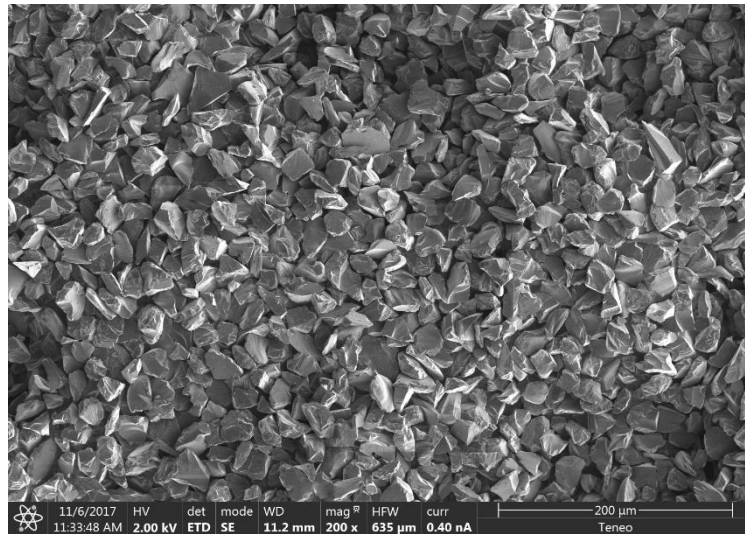


Ilustración 72: Polvo de B<sub>4</sub>C F400 200x aumentos

#### 500x Aumentos

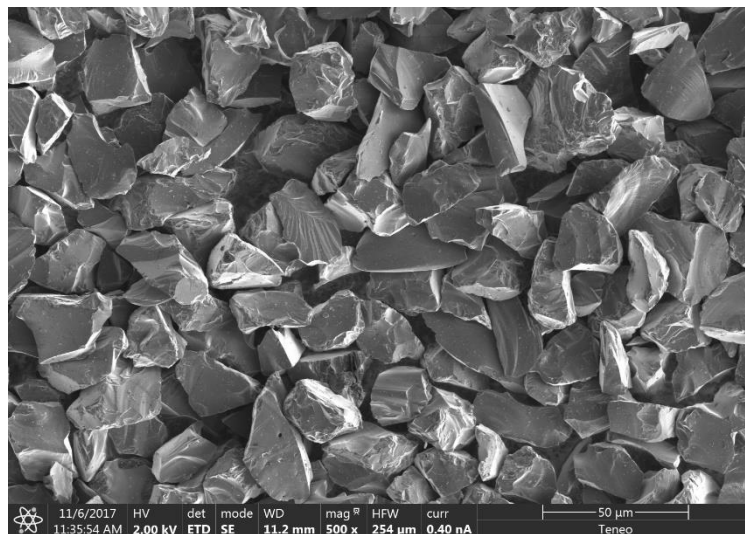


Ilustración 73: Polvo de B<sub>4</sub>C F400 500x aumentos

### 1000x Aumentos

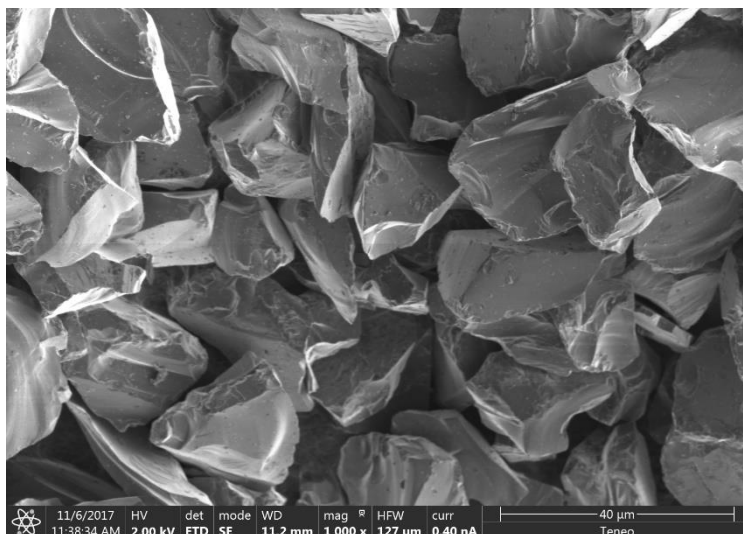


Ilustración 74: Polvo de B<sub>4</sub>C F400 1000x aumentos

### 2000x Aumentos

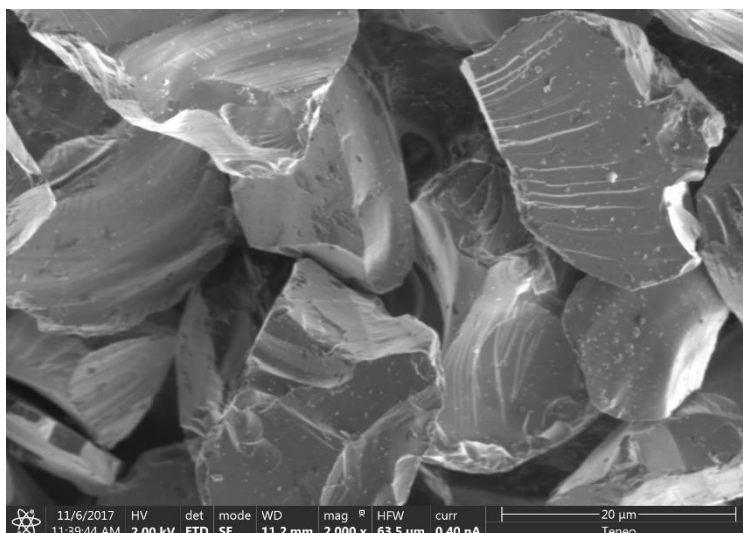


Ilustración 75: Polvo de B<sub>4</sub>C F400 2000x aumentos

Observando las imágenes, se comprueba que no existe aglomeración de partículas, hecho que se ha intuido ya en el estudio de la granulometría.

En relación con el tamaño, volviendo a comparar la escala, la granulometría y el microscopio SEM otorgan los mismos resultados, estando la mayoría de las partículas en el rango de tamaños entre 8 y 32 μm, siempre aproximadamente. Este dato coincide nuevamente con el pedido que se le hizo a la empresa que suministra el material.

Hablando de la morfología, es muy similar al material anterior, facetada nuevamente. Se observa claramente las caras que presentan las partículas.

## 7.13 NITRURO DE BORO CÚBICO (CBN)

### 7.13.1 Fabricante-Empresa

La empresa suministradora se llama China Abrasives. China National Abrasives Industry Corporation (CAEC) entró en la operación en 1981, es un miembro principal de Corporación de Industria de Maquinaria Nacional de China, siendo la corporación nacional más grande que trabaja con abrasivos y productos abrasivos en China.

El mercado del CAEC se enfoca a una gran variedad de abrasivos, materiales súper duros y sus productos, por ejemplo, el Corindón Artificial, el Carburo de Silicio, el Diamante Sintético, y el Nitruro de Boro Cúbico.[19]

Con relación a nuestra muestra, China Abrasives proporciona un material cuyo tamaño de partícula va desde la mesh 325  $\mu\text{m}$  a la mesh 400  $\mu\text{m}$  que corresponde a un tamaño de partícula de 37 a 44  $\mu\text{m}$ .

### 7.13.2 Granulometría

Para esta muestra se ha optado por la primera medición. Una vez estudiada la granulometría, se analizan los datos y con ellos se elabora la gráfica que relaciona el tamaño de partícula con el porcentaje en volumen:

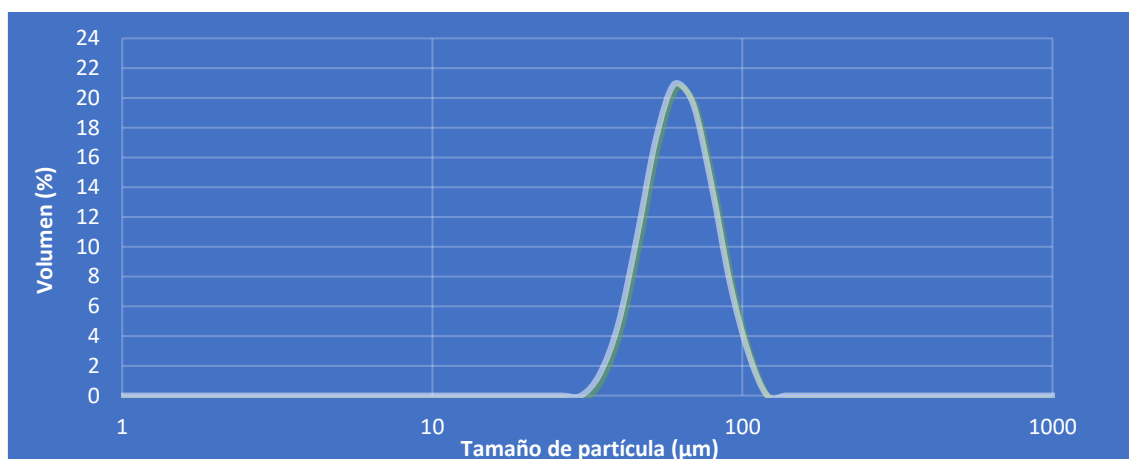


Ilustración 76: Gráfica Volumen-Tamaño partícula cBN

El analizador Mastersizer también proporciona los datos característicos de la muestra:

Tabla 32: Datos característicos del polvo de cBN

| D(0.1)               | D(0.5)               | D(0.9)               | Specific Surface Area       | D[3,2]               | D[4,3]               |
|----------------------|----------------------|----------------------|-----------------------------|----------------------|----------------------|
| 42.161 $\mu\text{m}$ | 58.338 $\mu\text{m}$ | 80.635 $\mu\text{m}$ | 0.106 $\text{m}^2/\text{g}$ | 56.501 $\mu\text{m}$ | 60.185 $\mu\text{m}$ |

Comparando los resultados con lo acordado con el fabricante, se puede afirmar que el tamaño de partícula de la muestra es bastante notablemente mayor de lo acordado, puesto se le pidió un tamaño de partícula entre 37  $\mu\text{m}$  y 44  $\mu\text{m}$  y comparándolo, por ejemplo, con el D(0.5), 58  $\mu\text{m}$ , el valor es alrededor de siete veces menor.

La muestra tendrá un tamaño de partícula que irá de 42 a 80  $\mu\text{m}$  como indican el D(0.1) y el D(0.9).

El tamaño de partícula se puede considerar homogéneo debido a que los diámetros medios en volumen son casi idénticos, con una diferencia de 4  $\mu\text{m}$ , por tanto, no debería existir mucha diferencia de tamaño entre las partículas de la muestra. Por esta misma razón, se puede intuir una relativa esfericidad en la morfología de las partículas.

### 7.13.3 Microscopía SEM

Los resultados que proporciona el microscopio SEM son los siguientes:

#### 200x Aumentos

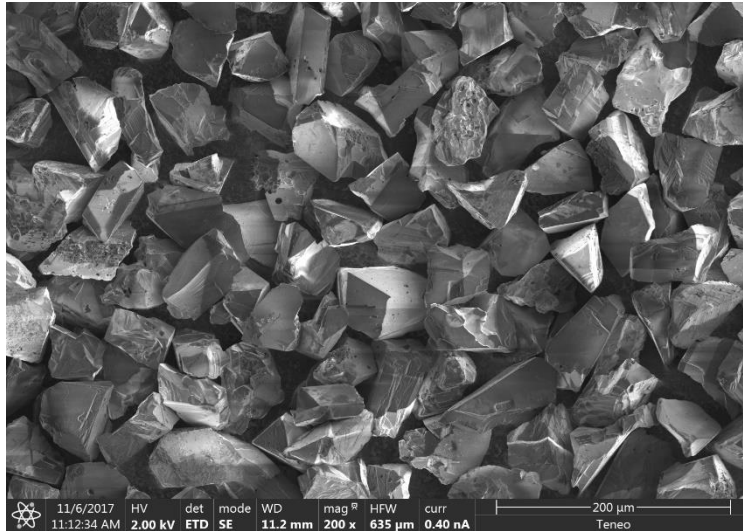


Ilustración 77: Polvo de cBN 200x aumentos

#### 500x Aumentos

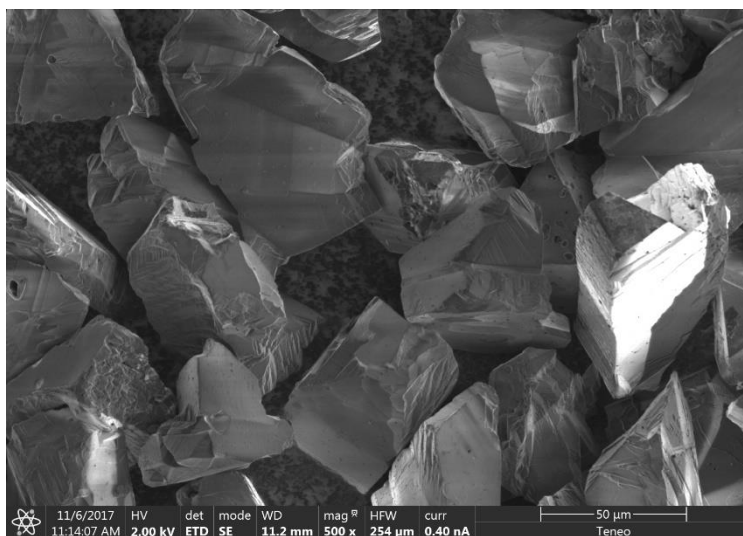


Ilustración 78: Polvo de cBN 500x aumentos

### 1000x Aumentos

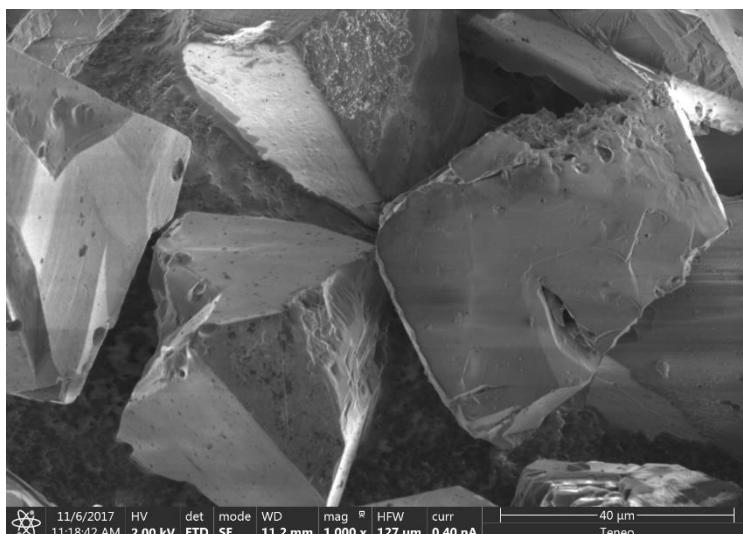


Ilustración 79: Polvo de cBN 1000x aumentos

### 2000x Aumentos

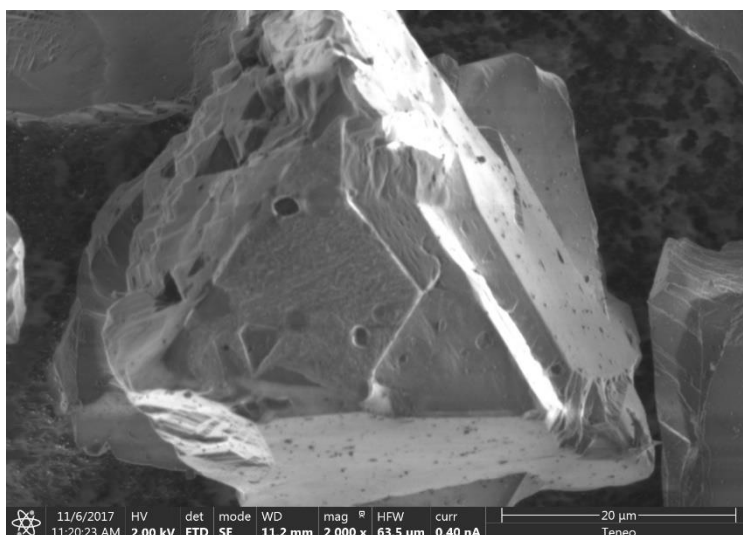


Ilustración 80: Polvo de cBN 2000x aumentos

Observando las imágenes, se comprueba que no existe aglomeración de partículas, hecho que se ha intuido ya en el estudio de la granulometría.

En relación con el tamaño, volviendo a comparar la escala, la granulometría y el microscopio SEM otorgan los mismos resultados, estando la mayoría de las partículas en el rango de tamaños entre 40 y 80  $\mu\text{m}$ , datos que se pueden comprobar en las imágenes a 500x y 1000x aumentos. Estos datos son bastante más pequeños que lo acordado con el fabricante.

Hablando de la morfología, es muy similar al material anterior, facetada nuevamente. Se observa claramente las caras que presentan las partículas, formando casi poliedros.



## 7.14 DIAMANTE (DIA)

### 7.14.1 Fabricante-Empresa

La empresa suministradora es QM Diamond, empresa que se fundó en 1999 como subcontrata de CRRC y especializada en R&D, producción y márketing de diamante sintético. Aproximadamente 20 años de experiencia en la producción de diamante sintético en la Luoyang-cradle de la industria pesada.

Actualmente, las series de prensa cúbica más avanzada de Qiming se ha expandido y ha ganado una sólida reputación en clientes alrededor de todo el mundo. Con el desarrollo rápido, han conseguido ampliar el área industrial a 67000 m<sup>2</sup>, lo que mejoró la producción de prensa HPHT cúbica a más de 500 equipos cada año. Qiming, como un líder mundial, se esfuerza de proporcionar la solución comprensiva para el equipo superior HPHT.

Si nos centramos en la muestra que nos ha proporcionado QM, nos otorgan un material cuyo tamaño de partícula de 35µm a 40 µm.[20]

### 7.14.2 Granulometría

Para esta muestra se ha optado por la primera medición. Una vez estudiada la granulometría, se analizan los datos y con ellos se elabora la gráfica que relaciona el tamaño de partícula con el porcentaje en volumen:

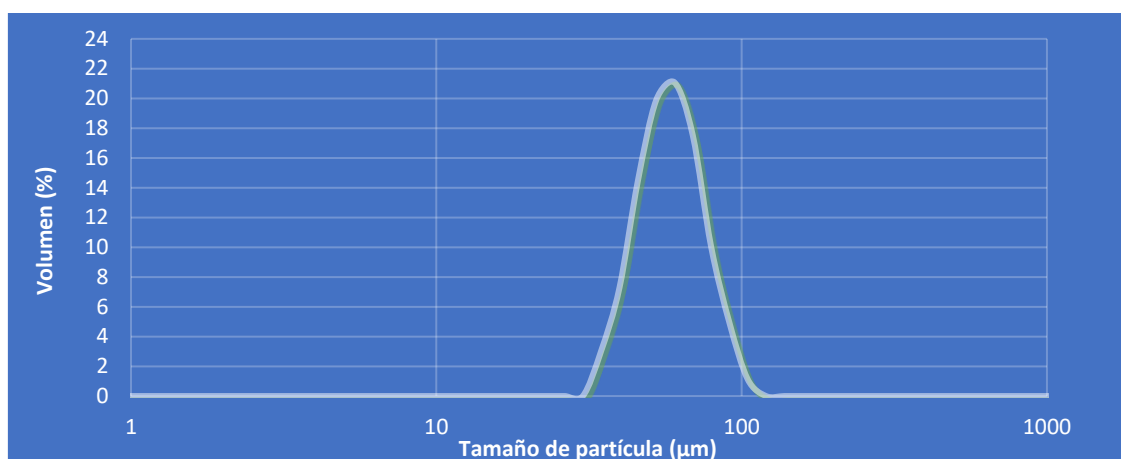


Ilustración 81: Gráfica Volumen-Tamaño partícula Diamante

El analizador Mastersizer también proporciona los datos característicos de la muestra:

Tabla 33: Datos característicos del polvo de diamante

| D(0.1)    | D(0.5)    | D(0.9)    | Specific Surface Area   | D[3,2]    | D[4,3]    |
|-----------|-----------|-----------|-------------------------|-----------|-----------|
| 39.326 µm | 54.181 µm | 74.911 µm | 0.114 m <sup>2</sup> /g | 52.495 µm | 55.822 µm |

Comparando los resultados con lo demandado al fabricante, se puede afirmar que el tamaño de partícula de la muestra se desvía de lo acordado, puesto se le pidió un tamaño de partícula entre 35 µm y 40 µm y comparándolo, por ejemplo, con el D(0.5), 54 µm. Es cierto que el rango en este caso es menor, por tanto, más difícil de conseguir.

Debido al rango de tamaño de partícula acordado, era de esperar que las partículas tuviesen un tamaño similar, de ahí que el tamaño de la campana de Gauss sea notablemente pequeño, donde la mayor parte de las partículas se encuentra dentro del rango que desde 39 µm a 75 µm.

El tamaño de partícula también se puede considerar homogéneo atendiendo al valor de los diámetros de volumen y superficie medios, 52  $\mu\text{m}$  y 55  $\mu\text{m}$ , respectivamente, valores muy similares, intuyendo también una esfericidad elevada en las partículas.

### 7.14.3 Microscopía SEM

Los resultados que proporciona el microscopio SEM son los siguientes:

#### 200x Aumentos

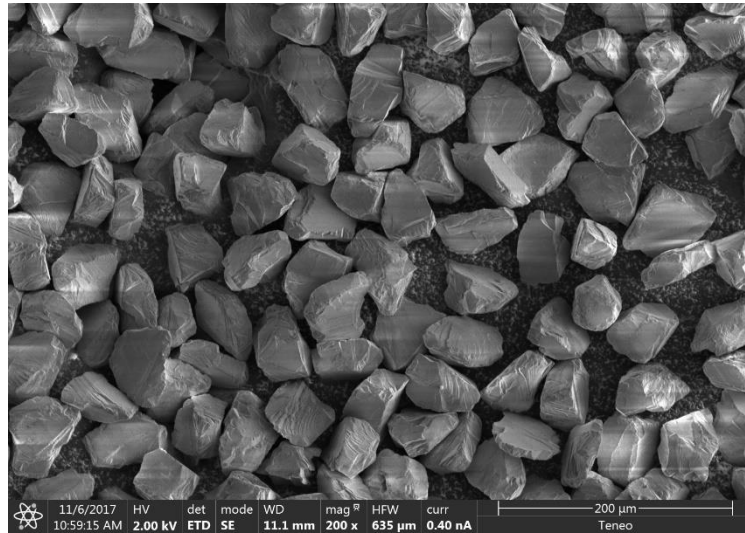


Ilustración 82: Polvo de Diamante 200x aumentos

#### 500x Aumentos

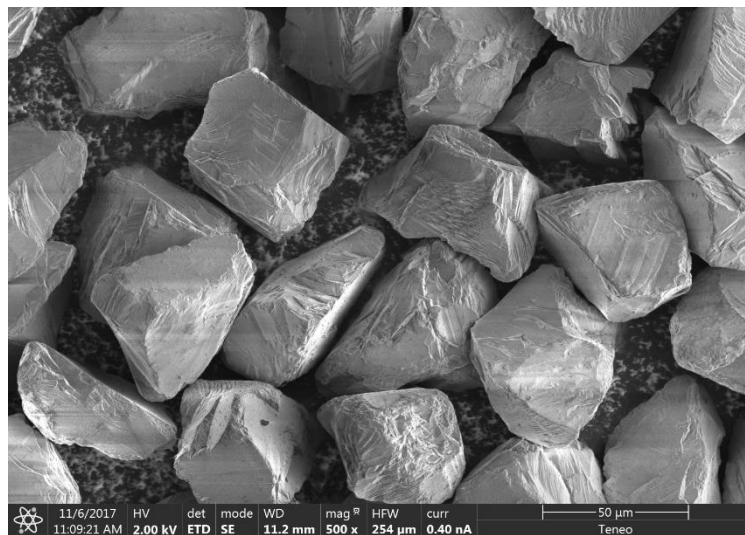


Ilustración 83: Polvo de Diamante 500x aumentos

### 1000x Aumentos

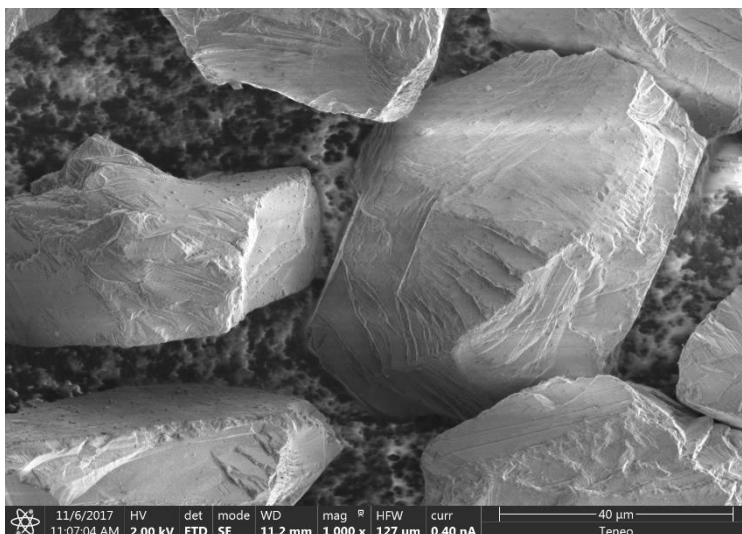


Ilustración 84: Polvo de Diamante 1000x aumentos

### 2000x Aumentos

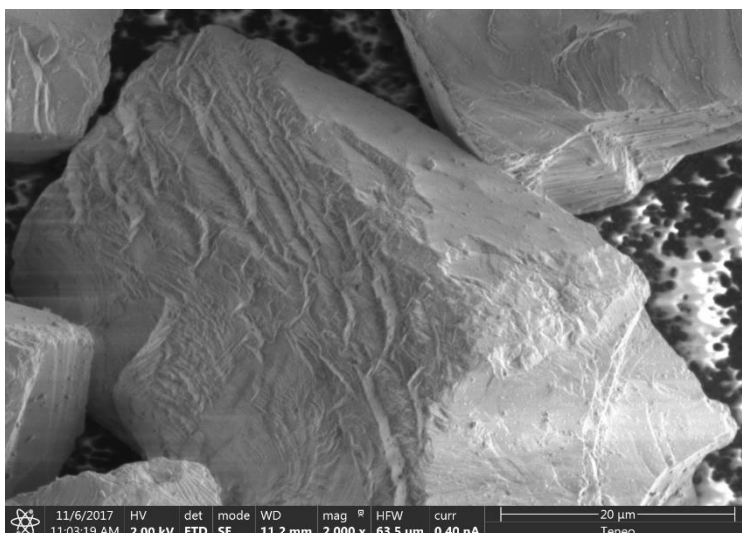


Ilustración 85: Polvo de Diamante 2000x aumentos

Observando las imágenes, se nota claramente que no existe casi aglomeraciones, lo que es bastante positivo. Esto se ha intuido ya en el estudio de la granulometría, puesto que el tamaño de partícula era casi el acordado.

En relación con el tamaño, volviendo a comparar la escala, la granulometría y el microscopio SEM otorgan los mismos resultados, estando el tamaño de partícula alrededor de 50 µm.

Hablando de la morfología, este material presenta una morfología facetada. Se observa claramente las caras que presentan las partículas siendo especies de poliedros.

## 7.15 HEXABORURO DE SILICIO (SiB<sub>6</sub>)

### 7.15.1 Fabricante-Empresa

La empresa suministradora es ABCR cuya descripción se puede encontrar en el apartado del Carburo de Boro F220.

Esta muestra, según el proveedor, tiene un tamaño de partícula que debe ser menor de 45  $\mu\text{m}$ .

### 7.15.2 Granulometría

Para esta muestra se ha optado por la primera medición. Una vez estudiada la granulometría, se analizan los datos y con ellos se elabora la gráfica que relaciona el tamaño de partícula con el porcentaje en volumen:

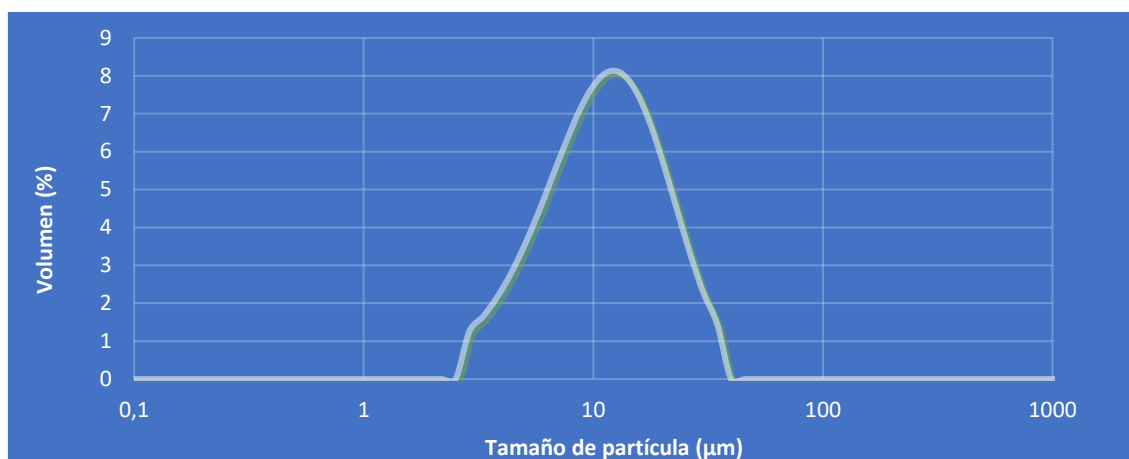


Ilustración 86: Gráfica Volumen-Tamaño partícula SiB<sub>6</sub>

El analizador Mastersizer también proporciona los datos característicos de la muestra:

Tabla 34: Datos característicos del polvo de SiB<sub>6</sub>

| D(0.1)              | D(0.5)               | D(0.9)               | Specific Surface Area       | D[3,2]              | D[4,3]               |
|---------------------|----------------------|----------------------|-----------------------------|---------------------|----------------------|
| 4.175 $\mu\text{m}$ | 10.850 $\mu\text{m}$ | 26.823 $\mu\text{m}$ | 0.743 $\text{m}^2/\text{g}$ | 8.071 $\mu\text{m}$ | 15.796 $\mu\text{m}$ |

El requisito de tamaño de partícula para esta muestra es que sea menor de 45  $\mu\text{m}$ . Como se puede comprobar comparándolo, como se lleva haciendo durante el proyecto, con el de D(0.5), que es 10.850  $\mu\text{m}$ , el requisito se cumple sin problema.

La campana de Gauss, debido a que la demanda es ser menor de 45  $\mu\text{m}$ , es decir un rango, amplio, es relativamente dispersa. Aun siendo dispersa, los tamaños de las partículas están casi al 100% dentro de los requisitos, hecho corroborable con el D(0.9)=26.823  $\mu\text{m}$ , que indica que el 90% de las partículas están por debajo de esa cifra.

El tamaño de la partícula se intuye que no será homogéneo, los diámetros de volumen y superficie medios así lo muestran, con una diferencia de 10  $\mu\text{m}$  entre ellos, y con ello, cabe esperar la ausencia de esfericidad en la morfología.

### 7.15.3 Microscopía SEM

Los resultados que proporciona el microscopio SEM son los siguientes:

#### 200x Aumentos

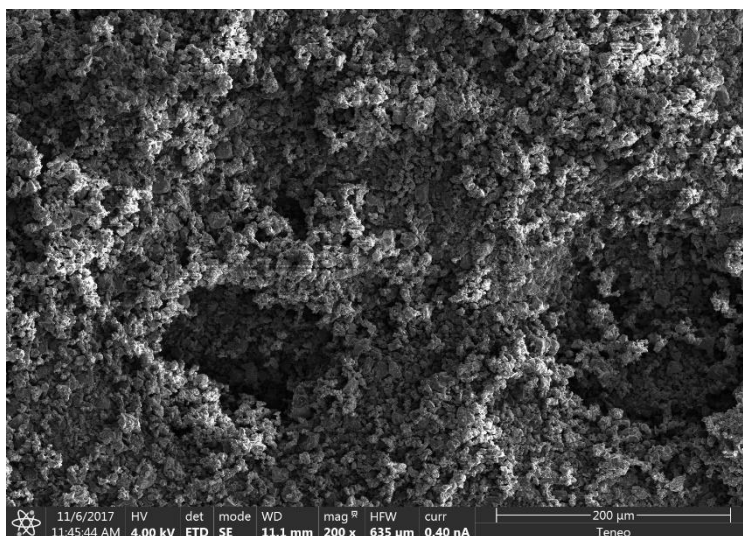


Ilustración 87: Polvo de SiB<sub>6</sub> 200x aumentos

#### 500x Aumentos

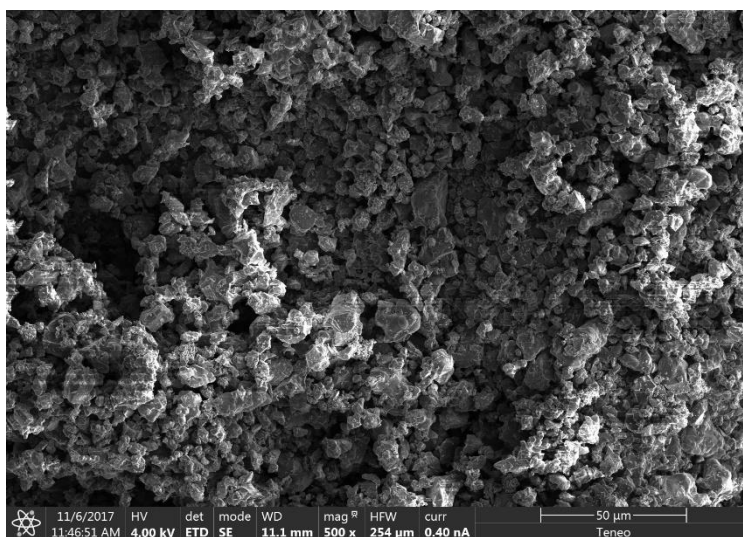


Ilustración 88: Polvo de SiB<sub>6</sub> 500x aumentos

### 1000x Aumentos

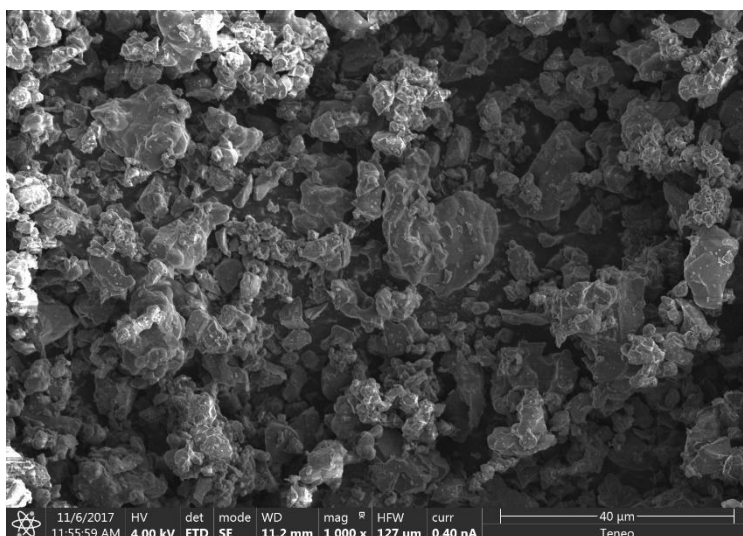


Ilustración 89: Polvo de SiB<sub>6</sub> 1000x aumentos

### 2000x Aumentos

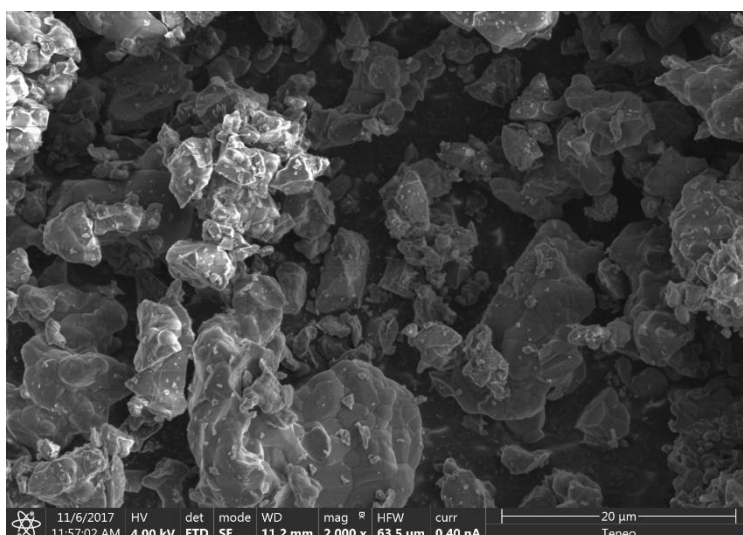


Ilustración 90: Polvo de SiB<sub>6</sub> 2000x aumentos

Observando las imágenes, se observa que no existen casi aglomeraciones, hecho que se ha intuido ya en el estudio de la granulometría, puesto que el tamaño de partícula cumple los requisitos.

En relación con el tamaño, volviendo a comparar la escala, la granulometría y el microscopio SEM otorgan los mismos resultados, estando la mayoría de las partículas en el rango deseado. Observando la imagen de 1000x aumentos, se percibe claramente este hecho, puesto que la escala es 40 μm y a simple vista, ninguna partícula supera dicho valor.

Con respecto a la dispersión de tamaño de partícula que ha aportado el análisis de la granulometría, las imágenes SEM corroboran dichos resultados, donde se observa la diferencia de tamaños entre algunas partículas. Por ejemplo, en la imagen a 2000x aumentos se observan partículas de un tamaño aproximado de 5 μm y otras que superan la escala de manera muy notable.

Hablando de la morfología, el material SiB<sub>6</sub> entraría en el grupo de morfología irregular. No se observa que las partículas sigan ningún patrón.

# 8 DISCUSIÓN

Una vez obtenidos los resultados, se trata de hacer un análisis de todos los materiales, viendo qué materiales se podrían mezclar con el objetivo de formar nuevos materiales compuestos con matriz de titanio y refuerzo cerámico, con la posibilidad de añadirle un intermetálico de forma que el material resultante tenga propiedades excelentes mejorando su rigidez y resistencia específica.

Hablando de la morfología, los resultados aportan lo siguiente:

Tabla 35: Morfología de las distintas muestras

|                      | <b>Material</b>            | <b>Morfología</b>              |
|----------------------|----------------------------|--------------------------------|
| <b>MATRIZ</b>        | <b>Ti (AP&amp;C)</b>       | Esférica                       |
|                      | <b>Ti6Al4V (AP&amp;C)</b>  | Esférica                       |
|                      | <b>Ti6Al4V (TLS)</b>       | Esférica                       |
| <b>INTERMETÁLICO</b> | <b>Ti+Al</b>               | Esférica (Ti) + Planar (Al)    |
|                      | <b>TiAl</b>                | Esférica                       |
|                      | <b>Ti+Si</b>               | Esférica (Ti) + Irregular (Si) |
| <b>REFUERZO</b>      | <b>TiB<sub>2</sub></b>     | Irregular                      |
|                      | <b>TiC</b>                 | Facetada                       |
|                      | <b>TiN</b>                 | Irregular                      |
|                      | <b>Aluminio</b>            | Irregular                      |
|                      | <b>B<sub>4</sub>C F220</b> | Facetada                       |
|                      | <b>B<sub>4</sub>C F400</b> | Facetada                       |
|                      | <b>cBN</b>                 | Facetada                       |
|                      | <b>Dia 117</b>             | Facetada                       |
|                      | <b>SiB<sub>6</sub></b>     | Irregular                      |

Con estos datos, se puede deducir qué materiales pueden formar materiales compuestos nuevos, sabiendo que, por ejemplo, morfologías esféricas no se deben unir por razones de cohesión. Para nuestras muestras, la morfología esférica la presentan los materiales utilizados como matriz y como intermetálicos, no teniendo ningún refuerzo con morfología esférica.

Por otra parte, se resumen los datos característicos de cada material:

Tabla 36: Datos característicos de las muestras

|                      | Material                    | D(0.1)               | D(0.5)                | D(0.9)                | Specific Surface Area        | D[3,2]                | D[4,3]                |
|----------------------|-----------------------------|----------------------|-----------------------|-----------------------|------------------------------|-----------------------|-----------------------|
| <b>MATRIZ</b>        | <b>Ti (AP&amp;C)</b>        | 76.330 $\mu\text{m}$ | 109.050 $\mu\text{m}$ | 156.415 $\mu\text{m}$ | 0.0571 $\text{m}^2/\text{g}$ | 105.103 $\mu\text{m}$ | 113.448 $\mu\text{m}$ |
|                      | <b>Ti6Al4V (AP&amp;C)</b>   | 15.792 $\mu\text{m}$ | 33.352 $\mu\text{m}$  | 59.126 $\mu\text{m}$  | 0.232 $\text{m}^2/\text{g}$  | 25.848 $\mu\text{m}$  | 35.631 $\mu\text{m}$  |
|                      | <b>Ti6Al4V (TLS)</b>        | 86.930 $\mu\text{m}$ | 119.289 $\mu\text{m}$ | 163.743 $\mu\text{m}$ | 0.0518 $\text{m}^2/\text{g}$ | 115.758 $\mu\text{m}$ | 122.950 $\mu\text{m}$ |
| <b>INTERMETÁLICO</b> | <b>Ti+Al</b>                | 6.839 $\mu\text{m}$  | 16.162 $\mu\text{m}$  | 131.183 $\mu\text{m}$ | 0.42 $\text{m}^2/\text{g}$   | 14.286 $\mu\text{m}$  | 44.290 $\mu\text{m}$  |
|                      | <b>TiAl</b>                 | 53.765 $\mu\text{m}$ | 74.651 $\mu\text{m}$  | 104.388 $\mu\text{m}$ | 0.083 $\text{m}^2/\text{g}$  | 72.304 $\mu\text{m}$  | 77.172 $\mu\text{m}$  |
|                      | <b>Ti+Si</b>                | 3.789 $\mu\text{m}$  | 31.459 $\mu\text{m}$  | 86.894 $\mu\text{m}$  | 0.0141 $\text{m}^2/\text{g}$ | 8.396 $\mu\text{m}$   | 38.986 $\mu\text{m}$  |
| <b>REFUERZO</b>      | <b>TiB<sub>2</sub></b>      | 1.808 $\mu\text{m}$  | 4.971 $\mu\text{m}$   | 12.238 $\mu\text{m}$  | 4.64 $\text{m}^2/\text{g}$   | 1.292 $\mu\text{m}$   | 8.301 $\mu\text{m}$   |
|                      | <b>TiC</b>                  | 2.559 $\mu\text{m}$  | 7.571 $\mu\text{m}$   | 15.393 $\mu\text{m}$  | 0.0105 $\text{m}^2/\text{g}$ | 5.221 $\mu\text{m}$   | 8.398 $\mu\text{m}$   |
|                      | <b>TiN</b>                  | 1.411 $\mu\text{m}$  | 5.229 $\mu\text{m}$   | 14.743 $\mu\text{m}$  | 5 $\text{m}^2/\text{g}$      | 1.2 $\mu\text{m}$     | 6.818 $\mu\text{m}$   |
|                      | <b>Aluminio</b>             | 27.236 $\mu\text{m}$ | 99.899 $\mu\text{m}$  | 222.094 $\mu\text{m}$ | 0.12 $\text{m}^2/\text{g}$   | 49.846 $\mu\text{m}$  | 115.309 $\mu\text{m}$ |
|                      | <b>Carburo de boro F220</b> | 39.476 $\mu\text{m}$ | 62.073 $\mu\text{m}$  | 96.666 $\mu\text{m}$  | 0.103 $\text{m}^2/\text{g}$  | 58.393 $\mu\text{m}$  | 65.577 $\mu\text{m}$  |
|                      | <b>Carburo de boro F400</b> | 15.471 $\mu\text{m}$ | 23.330 $\mu\text{m}$  | 34.946 $\mu\text{m}$  | 0.271 $\text{m}^2/\text{g}$  | 22.176 $\mu\text{m}$  | 24.473 $\mu\text{m}$  |
|                      | <b>cBN</b>                  | 42.161 $\mu\text{m}$ | 58.338 $\mu\text{m}$  | 80.635 $\mu\text{m}$  | 0.106 $\text{m}^2/\text{g}$  | 56.501 $\mu\text{m}$  | 60.185 $\mu\text{m}$  |
|                      | <b>Dia 117</b>              | 39.326 $\mu\text{m}$ | 54.181 $\mu\text{m}$  | 74.911 $\mu\text{m}$  | 0.114 $\text{m}^2/\text{g}$  | 52.495 $\mu\text{m}$  | 55.822 $\mu\text{m}$  |
|                      | <b>SiB<sub>6</sub></b>      | 4.175 $\mu\text{m}$  | 10.850 $\mu\text{m}$  | 26.823 $\mu\text{m}$  | 0.743 $\text{m}^2/\text{g}$  | 8.071 $\mu\text{m}$   | 15.796 $\mu\text{m}$  |

Como material claramente aglomerado se tiene el aluminio, muestra que es conveniente evitar en la formación de nuevos materiales compuestos, debido a que no cumple los requisitos que se concretaron. Por otro lado, se tienen los polvos de TiC, TiB<sub>2</sub> y TiN que tienen tendencia a la aglomeración pero que son polvos que conviene tener en cuenta como refuerzo.

Como regla general es más conveniente el tamaño de grano fino por razones de cohesión y porosidad de la mezcla. Como ya se ha hablado, las dos últimas columnas de la Tabla 34 dan una idea de la



esfericidad de la muestra. Como dato reseñable, la alta esfericidad relativa de los elementos con morfología facetada como el B<sub>4</sub>C o el diamante.

Una vez analizados los resultados, se procede con el estudio de los materiales compuesto a fabricar. Se ha demostrado experimentalmente que un porcentaje del 30% de refuerzos produce unos materiales compuestos con buenas propiedades. Se utilizará este dato como porcentaje máximo y con ello se estudiarán distintas variantes de materiales compuesto con matriz de titanio. Se probarán también con porcentajes del 10% y del 20% en los refuerzos. Para los intermetálicos se usará siempre un 20%. Como refuerzo más común, se usará el B<sub>4</sub>C que, además de tener dos variedades, aporta muy buenas propiedades en el sentido de rigidez y resistencia específica.

Después del anterior estudio y con relación a las muestras que se tienen, estos serían los distintos materiales compuestos que se obtendrán a partir de ellas:

Tabla 37: Materiales compuestos con matriz de Titanio a fabricar

| <b>Composite</b>                          |
|---|
| Ti+30vol%B <sub>4</sub> C F220            |
| Ti+30vol%B <sub>4</sub> C F400            |
| Ti+20vol%B <sub>4</sub> C F220            |
| Ti+20vol%B <sub>4</sub> C F400            |
| Ti+30vol%TiB <sub>2</sub>                 |
| Ti+20vol%TiB <sub>2</sub>                 |
| Ti+10vol%TiC                              |
| Ti64(AP&C) +30vol% TiN                    |
| Ti+20vol%TiSi+30vol%TiC                   |
| Ti+20vol%TiAl+20vol%TiN                   |
| Ti+20vol%TiC                              |
| Ti+10vol%TiC                              |
| Ti+20vol%(Ti+Si)+20vol%B <sub>4</sub> C   |
| Ti64(AP&C)+30vol% B <sub>4</sub> C F220   |
| Ti64(AP&C)+20vol%B <sub>4</sub> C F400    |
| Ti64+30vol%SiB <sub>6</sub>               |
| Ti+30vol% SiB <sub>6</sub>                |
| Ti+10vol%TiB <sub>2</sub>                 |
| Ti+30vol%TiC                              |
| Ti+30vol%TiN                              |
| Ti+30vol%Dia                              |
| Ti+30vol%BN                               |
| Ti64(TLS)+30vol%BN                        |
| Ti64+20vol%(Ti+Al)+30vol%TiB <sub>2</sub> |
| Ti64+20vol%(Ti+Al)+30vol%B <sub>4</sub> C |

Si se habla del trabajo futuro de la pulvimetalurgia, los éxitos del pasado han sido atribuidos a los beneficios económicos. Una comparación relativa de las cantidades de producción de polvos se indica en la figura que se adjunta abajo. Más recientemente, los materiales exclusivos y difícil de procesar han contribuido a la expansión de tecnología de la PM. Hay seis ingredientes necesarios para lograr un crecimiento continuo:

1. Alto volumen de producción de piezas estructurales precisas de alta calidad de aleaciones férricas.
2. Consolidación de materiales de alto desempeño, donde la densidad total y confiabilidad son las preocupaciones primordiales.
3. Fabricación de materiales difíciles de procesar, donde aleaciones de alto desempeño totalmente densas puedan ser fabricados con microestructuras uniformes.
4. Consolidación económica de aleaciones especiales, típicamente compuestos que contienen fases mixtas.
5. Sinterización de materiales no equilibrados como amorfos, microcristales o aleaciones metaestables.
6. Procesamiento de piezas complejas con ingredientes exclusivos o formas poco comunes.

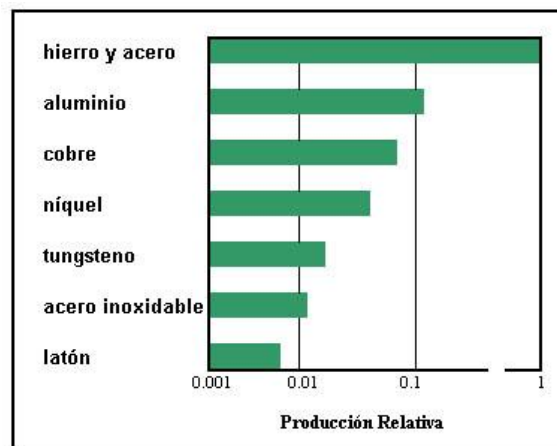


Ilustración 91: Cantidades de producción de polvos

La Pulvimetalurgia está creciendo día a día. El uso de polvos metálicos continúa expandiéndose. Además, la necesidad de personal cualificado está creciendo más rápido dado la diversidad y dificultad de las aplicaciones que están siendo desarrolladas por la PM. Está claro que a medida que los conocimientos de esta materia aumentan, aparecerán muchas aplicaciones más para la técnica. La mayoría de los usos actuales se basan en la economía de los procesos. El futuro promete más desafíos con la combinación de ahorrar costos y ciertos factores como la confiabilidad, calidad, dureza, control de dimensión y la capacidad de formar piezas exclusivas. La apreciación abierta de estas ventajas proveerá oportunidades de crecimiento económico y tecnológico. Investigaciones del uso de polvos metálicos ofrecen esperanza para aplicaciones aún más diversas, incluyendo aleaciones magnéticas de alta solidificación, aleaciones nuevas para aeronaves y estructuras de alta dureza involucrando microestructuras a escalas muy pequeñas.

# 9 CONCLUSIONES

---

El contexto de este proyecto, como es la industria aeronáutica, invita a pensar que los resultados aportados deben ir en el camino de la innovación y el desarrollo constante de la tecnología. En la búsqueda de materiales compuestos con propiedades excelentes, se le añade el ahorro de costes y la optimización de los procesos.

Este proyecto trata del análisis de diferentes polvos de materiales de partida que puedan dar lugar a materiales compuestos con matriz de titanio, pudiendo estar reforzados por refuerzos cerámicos o por intermetálicos más refuerzo de cerámico.

A continuación, se muestran las conclusiones obtenidas en función de las vertientes de estudio seguidas:

- **Granulometría por difracción láser**  
Este estudio ha permitido inicialmente comprobar si el tamaño de partícula corresponde con el demandado. También es un buen indicador de la homogeneidad en el tamaño de cada muestra, así como la presencia de aglomeraciones.
- **Microscopía óptica SEM**  
Las imágenes que aporta el microscopio son concluyentes en nuestros objetivos de estudio. Aporta una visión clara de la partícula, así como del tamaño real de la partícula. Dicho tamaño se puede determinar mediante la escala que viene adjunta a las imágenes. Es un equipo muy potente y que ha sido determinante en este proyecto.

Como resumen del proyecto, se puede concluir que de los materiales estudiados se pueden obtener muchos y variados materiales compuestos, con distintas composiciones que puedan mejorar los ya existentes y, por tanto, lograr un desarrollo tanto de la pulvimetalurgia como de la industria para la cual van destinados dichos materiales, como es la industria aeronáutica.



# 10 TRABAJO FUTURO

---

El proyecto tiene como trabajo futuro inmediato la fabricación de los distintos materiales compuestos de matriz de titanio a partir de polvos de partida de los distintos materiales que se han analizado. Estos materiales compuestos resultantes, a la postre, servirán como materiales sustitutos o mejoras en el material de elementos y piezas en la distintas industrias que les sean demandados. Sin duda esta técnica tiene un potencial enorme, que te la posibilidad de expresar al máximo las propiedades de los distintos materiales que forman el material compuesto.

Por otro lado, también existe la posibilidad de realizar más análisis con el objetivo de conocer más y mejor los materiales de partida y, por consiguiente, lograr materiales compuestos que se adecuen mejor a la demanda. Los análisis que se realizarían son:

- **Difracción Rayos X:**  
Los rayos X son difractados por los electrones que rodean los átomos por ser su longitud de onda del mismo orden de magnitud que el radio atómico. El haz de rayos X emergente tras esta interacción contiene información sobre la posición y tipo de átomos encontrados en su camino. Los cristales, gracias a su estructura periódica, dispersan elásticamente los haces de rayos X en ciertas direcciones y los amplifican por interferencia constructiva, originando un patrón de difracción. Existen varios tipos de detectores especiales para observar y medir la intensidad y posición de los rayos X difractados, y su análisis posterior por medios matemáticos permite obtener una representación a escala atómica de los átomos y moléculas del material estudiado.
- **Microdureza:**  
La dureza de un material puede definirse como la resistencia que el material exhibe contra la deformación permanente ocasionada por la penetración de otro material de mayor dureza. El propósito principal de un ensayo de dureza es determinar la idoneidad de un material, o el tratamiento concreto al cual el material ha sido sometido.



# 11 BIBLIOGRAFÍA

---

- [1] "Diferentes aspecto de la metalurgia de polvos" [Online] Available: <https://www.feandalucia.ccoo.es/docu/p5sd5104.pdf>
- [2] Pagina web RHP-Technology [Online] Available: <http://www.rhp-technology.com/>
- [3] "Titanio, Usos Y Propiedades" [Online]. Available: <http://outletminero.org/titanio/>
- [4] "Aleaciones de Titanio. Ti6Al4V" [Online]. Available: <https://www.neonickel.com/es/alloys/titanium-alloys/ti-6al-4v/>
- [5] "Compuestos intermetálicos como acumuladores de hidrógeno" [Online] Available: <http://www.madrimasd.org/noticias/compuestos-intermetalicos-como-acumuladores-hidrogeno/45251>
- [6] Hans Kurt Tönshoff (1993). [Carburo de titanio, p. 50, en Google Libros Werkzeuge für die moderne Fertigung: Möglichkeiten zur Rationalisierung in ...]
- [7] "Hardness and elastic modulus of TiN based on continuous indentation technique and new correlation" Stone, D. S.; K. B. Yoder; W. D. Sproul (1991). Journal of Vacuum Science and Technology A 9 (4): 2543-2547. doi:10.1116/1.577270.
- [8] "Boron Carbide Powder (B4C)." [Online]. Available: <http://www.reade.com/products/boron-carbide-powder-b4c>.
- [9] "Nitruro de boro cúbico policristalino" [Online]. Available: [https://www.sandvik.coromant.com/es-es/knowledge/materials/cutting\\_tool\\_materials/polycrystalline\\_cubic\\_boron\\_nitride/pages/default.aspx](https://www.sandvik.coromant.com/es-es/knowledge/materials/cutting_tool_materials/polycrystalline_cubic_boron_nitride/pages/default.aspx).
- [10] "Laser diffraction" [Online]. Available: <https://www.malvern.com/es/products/technology/laser-diffraction>
- [11] "La microscopía electrónica de barrido SEM" [Online]. Available: <https://www.patologiasconstruccion.net/2012/12/la-microscopia-electronica-de-barrido-sem-i-concepto-y-usos/>
- [12] Dr. Alan Rawle, Malvern Instruments Limited, Enigma Business Park, Grovewood Road, Malvern, Worcestershire "Basic\_principles\_of\_particle\_size\_analysis\_MRK034.pdf"
- [13] Página web de AP&C [Online] Available: <http://advancedpowders.com>
- [14] Página web de TLS [Online] Available: [http://www.tls-technik.de/e\\_4.htm](http://www.tls-technik.de/e_4.htm)
- [15] Página web de Treibacher [Online] Available: <https://www.treibacher.com/es>
- [16] Página web de H.C. Stark [Online] Available: <https://www.hcstarck.com/en/home.html>
- [17] Página web de NMD [Online] Available: <http://www.nmd-gmbh.de/>
- [18] Página web de ABCR [Online] Available: <https://www.abcr.de/en/homepage/>
- [19] Página web de China Abrasives [Online] Available: <http://www.china-abrasives.com/>
- [20] Página web de QM Diamond [Online] Available: <https://qmdiamond.en.alibaba.com/>