



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA
DE MÉXICO**

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ARAGÓN

**Obtención de aleaciones Ti-Si por medio de
pulvimetalurgia y su caracterización mecánica**

TESIS

**QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE INGENIERO
MECÁNICO**

P R E S E N T A:

Daniela Contreras Velasco

ASESOR:

Dr. Fernando Néstor García Castillo

CIUDAD NEZAHUALCÓYOTL, ESTADO DE MÉXICO



JULIO 2019



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

Índice

Introducción	14
1 Capítulo I: Conceptos teóricos de Pulvimetalurgia y biomateriales	17
1.1 Aleaciones y procesos de fabricación	17
1.1.1 Pulvimetalurgia	22
1.1.2 Propiedades físicas y mecánicas de los materiales	28
1.1.3 Metalografía.....	31
1.1.4 Biocompatibilidad	37
1.1.5 Biomateriales	38
1.1.6 Titanio y sus aleaciones	39
1.1.7 Silicio como elemento aleante	42
2 Capítulo II: Aspectos generales sobre caracterización mecánica en materiales	43
2.1.1 Elasticidad	43
2.1.2 Ensayos para caracterización de materiales	46
2.1.3 Ensayos en diferentes arreglos mecánicos	47
2.1.4 Obtención de módulo de elasticidad por diferentes métodos	50
2.1.5 Ensayo de Arquímedes	53
2.1.6 Ensayo de dureza	54
2.1.7 Técnicas de observación para muestras metalográficas	58
3 Capítulo III: Método experimental	62
3.1.1 Obtención de probetas por medio de Pulvimetalurgia	62
3.1.2 Compactación en frío uniaxial y sinterizado por horno de vacío	64
3.1.3 Ensayos no destructivos	66
3.1.4 Ensayo de flexión a tres puntos	70
3.1.5 Metalografía.....	73
4 Capítulo IV: Resultados y conclusiones	80
4.1 Resultados	80
4.1.1 Compactación	81
4.1.2 Arquímedes.....	83
4.1.3 Contracción	85
4.1.4 Ultrasonido	87

4.1.5	Dureza.....	89
4.1.6	Flexión	91
4.1.7	Microscopía óptica y electrónica de barrido	93
4.2	Análisis de resultados.....	95
4.3	Conclusiones.....	98
5	Bibliografía	99

Figuras

Figura 1: Diagramas de equilibrio. a) Diagrama de equilibrio para Cu-Zn [4], b) Diagrama de fases para Ti-Si [5].....	18
Figura 2: Fase austenita y martensita en una aleación de memoria de forma Cu-Al-Be. a) Micrografía de fase austenita, b) Micrografía de fase martensita [6].	19
Figura 3: Estructuras presentes en MMF. a) Fase austenita en aleaciones base cobre [69]. b) Martensita 9R obtenida a partir de la fase B2 [70].....	20
Figura 4: Secuencia de prensado uniaxial en matriz [11].....	26
Figura 5: Muestras encapsuladas en resina transparente.	32
Figura 6: Acero inoxidable austenítico en prótesis quirúrgica [23].	38
Figura 7: Propiedades mecánicas [54].	39
Figura 8: Imagen tomada en SEM de material cerámico a de circona [27].	41
Figura 9: Diagrama esfuerzo-deformación [39].....	49
Figura 10: Método de ensayo de una prueba de tracción clásico [35].....	49
Figura 11: Configuración experimental. a) Configuración esquemática, b) Fuerzas y momentos, c) Región OB [41].	50
Figura 12: Diagrama del método de anillo [41].	51
Figura 13: Comparación de dos métodos empleados para medir módulo de Young [41].	51
Figura 14: Forma de un haz de ultrasonido [42].....	52
Figura 15: Medición de la densidad de un cuerpo por el método de Arquímedes usando balanza de un solo plato [44].	53
Figura 16: Ensayo de dureza Brinell [47].....	55
Figura 17: Ensayo de dureza Knoop [47].....	55
Figura 18: Ensayo de dureza Rockwell [47].	56
Figura 19: Ensayo de dureza Vickers [47].....	57
Figura 20: Partes del microscopio óptico [60].	58
Figura 21: Principio de magnificación [51].	59
Figura 22: Microscopio electrónico, UPV.	60
Figura 23: Probeta en observación, UPV.....	61
Figura 24: Caja de guantes, UPV.	63
Figura 25: Polvo de titanio.	63
Figura 26: Turbula Bioengineering, UPV.	63
Figura 27: Prensa hidráulica INSTRON 1343.....	64
Figura 28: Probetas obtenidas después de compactación.....	65
Figura 29: Ensamble para prueba de Arquímedes, UPV.	66
Figura 30: Ecógrafo y melasa para prueba de ultrasonido.....	67
Figura 31: Prueba de ultrasonido probeta TiSi.	68
Figura 32: Prueba de dureza.....	69
Figura 33: Equipo de flexión Shimadzu AG-Xplus SC (short-column type).....	71

Figura 34: Probetas para flexión.....	72
Figura 35: Realización de prueba de flexión.....	72
Figura 36: Cortadora de precisión STUERS.....	73
Figura 37: Probeta montada para corte.....	74
Figura 38: Muestras cortadas y clasificadas por % de Si.....	75
Figura 39: Embutidora Stuers, Lab. de metalografía.....	75
Figura 40: Probeta en embutidora.....	75
Figura 41: Pastilla transparente.....	76
Figura 42: Encapsulado con resina conductora.....	76
Figura 43: Pastillas de resina conductora.....	77
Figura 44: Máquina de discos y lijas para desbaste.....	78
Figura 45: Pulido grueso, probetas en cabezal.....	78
Figura 46: Limpieza de probetas.....	79
Figura 47: Imagen de microscopía electrónica de barrido.....	93
Figura 48: Distribución de titanio, fase α	93
Figura 49: Distribución de silicio, fase α	93
Figura 50: Estructura laminar aleación Ti-2Si.....	96
Figura 51: Microestructura de las aleaciones TiSi, obtenidas por microscopía óptica, electrónica de barrido, imagen de polos inversa y distribución de fases, [49].....	97

Tablas

Tabla 1: Clasificaciones del proceso de fundición para las industrias y tipos de moldes.	21
Tabla 2: Elementos base para fundición.	21
Tabla 3: Aplicaciones comunes de piezas obtenidas por PM.	23
Tabla 4: Especificaciones para preparación metalográfica Cu y aleaciones, [20].	36
Tabla 5: Propiedades del Silicio.	42
Tabla 6: Reducción de constantes elásticas de acuerdo con estructura cristalina y sus simetrías. .	45
Tabla 7: Propiedades mecánicas y método de ensayo [35].	48
Tabla 8: Tipos de penetradores y cargas.	55
Tabla 9: Cargas según las normas ISO y ASTM para ensayo Vickers [46].	57
Tabla 10: Dimensiones de probetas.	65
Tabla 11: Dimensiones de probetas Ti CP después de compactación.	81
Tabla 12: Dimensiones de probetas aleación TiSi después de compactación.	82
Tabla 13: Volumen, densidad y porosidad en verde de aleaciones TiSi.	83
Tabla 14: Volumen, densidad y porosidad en verde de Ti CP.	84
Tabla 15: Dimensiones después de sinterizado y contracción de Ti CP.	85
Tabla 16: Dimensiones después de sinterizado y contracción de aleaciones TiSi.	86
Tabla 17: Lecturas de ultrasonido, cálculo de módulo elástico, razón de Poisson y promedios de Ti CP.	87
Tabla 18: Lecturas de ultrasonido, cálculo de módulo elástico, razón de Poisson y promedios de aleación TiSi.	88
Tabla 19: Dureza Rockwell R15T de aleación TiSi.	89
Tabla 20: Dureza Vickers de aleación TiSi.	90
Tabla 21: Flexión a tres puntos de aleación TiSi.	91
Tabla 22: Imágenes de MO de las tres aleaciones.	94
Tabla 23: Porosidad en verde, contracción y densidad de los sinterizados de TiSi y Ti CP.	95
Tabla 24: Características mecánicas de las aleaciones Ti-Si y Ti CP.	96
Tabla 25: Formación de intermetálico y tamaño de grano.	97

Gráficas

Gráfica 1: Tensión contra contenido de silicio.	92
Gráfica 2: % de deformación contra contenido de silicio.	92

Sinodales

Dr. Jacinto Cortés Pérez

M. en I. Alberto Reyes Solís

M. en C. e I. Gerardo González Hernández

Ing. Gustavo C. Ruiz Cerezo

Tutor

Dr. Fernando Néstor García Castillo

Reconocimientos

Dr. Vicente Amigó Borrás:

por el tiempo dedicado, las asesorías y todo el apoyo brindado durante
la estancia en la Universidad Politécnica de Valencia.

Reconocimientos

Al programa Beca de Capacitación en Métodos de Investigación SEP-UNAM-FUNAM 2018 por hacer posible que el viaje se concretara, además a la Consellería d'Educació, Investigació, Cultura i Esports de la Generalitat Valenciana por la financiación a través del proyecto PROMETEO2016/040.

Finalmente, pero no menos importante, hacer mención del Convenio de colaboración FES Aragón – UPV con número de registro UNAM: 53268-2328-2-VIII-18, que después de mucho trabajo comienza a dar resultados sobresalientes.

Reconocimientos

Dr. Fernando Néstor García Castillo,

Dr. Jacinto Cortés Pérez,

M. en I. Alberto Reyes Solís,

M. en C. e I. Gerardo González Hernández,

Ing. Gustavo C. Ruiz Cerezo:

por el trabajo tan importante que desarrollan dentro de la facultad; así como sus comentarios y observaciones acerca de la tesis.

Agradecimientos

Quiero hacer un agradecimiento especial al Dr. Vicente Amigó por brindarme la oportunidad de lograr una meta: investigar en el extranjero. Además de recibirme con los brazos abiertos en el Departamento y enseñarme que no es necesario pasar todo el día dentro del laboratorio para aprender.

Pero, sobre todo, por confiar en mí para realizar este trabajo.

Además, agradecer a la Universidad Politécnica de Valencia por brindarme todas las posibilidades para realizar el trabajo presente y recibirme como una estudiante más de la universidad.

Agradecimientos

Dr. Jacinto Cortés Pérez:

Por todo el conocimiento compartido, el apoyo brindado a lo largo de la carrera y la confianza.

M. en I. Alberto Reyes Solís:

Por enseñarme que la dedicación y el esfuerzo siempre dejan algo bueno, como aprobar análisis dinámico.

M. en C. e I. Gerardo González Hernández:

Por mostrarme lo bonito que es el mundo de los materiales y las matemáticas.

Ing. Gustavo C. Ruiz Cerezo:

Por confiar en mí para apoyar y colaborar con el laboratorio L1, además, de instruirme en un área tan importante como lo es la calidad.

Y, finalmente,

Dr. Fernando Néstor García Castillo:

Por abrirme las puertas del Laboratorio de Mecánica, así como involucrarme en los proyectos, de cuales aprendí mucho. Gracias por el apoyo para que la estancia se concretara de la mejor manera y por aceptar el reto de ser el asesor del trabajo presente.

Agradecimientos

Por mi taza de café a diario, Petronila.

Por la canción motivadora antes de llegar a la Universidad, Gordon.

Por las series y las desveladas platicando, Aranche.

Por dejarme dormir en tu cama –a veces-, Banana.

Por viajar desde Rivendel hasta Mordor sólo para verme, Majo.

Por ir a la biblioteca conmigo (aun cuando lo odiabas) y hacer más livianos los días de universitarios, Dann.

Por el café y aceptar las galletas de cajeta, Weirdo.

Por acompañarme siempre, Nico.

Introducción

Los procesos de manufactura de materiales han evolucionado conforme la humanidad lo ha hecho. Actualmente estos procesos se clasifican en diferentes categorías dentro de las que destacan: los de conformación por desprendimiento de material, conformación forzada y complementarios. Los de conformación forzada son ampliamente utilizados debido a que, entre otras cosas, no hay mucho desperdicio de material. Algunos ejemplos de estos procesos son: conformación térmica, conformación plástica y pulvimetalurgia (*PM*).

Sin importar cuál proceso se lleve a cabo para la obtención de un material las exigencias actuales respecto a las propiedades mecánicas, acabados, configuraciones geométricas, entre otros, implican mayores retos desde el punto de vista tecnológico y de investigación. Un ejemplo de ello son las aplicaciones que exigen propiedades muy específicas en un material para que sea compatible con sistemas biológicos. El contar con este tipo de materiales ha sido una buena opción para personas que han perdido alguna parte específica del cuerpo o movilidad de las extremidades por enfermedades degenerativas. Actualmente se han desarrollado implantes exitosos como: tornillos en tobillos o placas que brindan soporte cuando la extremidad ha perdido fuerza, posiblemente debido a una reducción de área, también prótesis de rodilla y cadera de manera parcial, incluso total; así como brazos y manos. Es tanto el avance en esta área que, incluso existen empresas consolidadas dedicadas a la fabricación de órtesis, prótesis, desarrollo de investigación y diseños biónicos. A pesar de estos avances existen también bastantes limitantes dentro de las que destacan: el costo de la fabricación de los mismo o geometrías muy complejas con bajo peso y alta resistencia. Una de las opciones más utilizadas en este ámbito es el titanio debido a la biocompatibilidad que presenta. De hecho, las propiedades del titanio pueden ser mejoradas por medio de la combinación de éste con vanadio y molibdeno.

Investigaciones recientes realizadas en la Universidad Politécnica de Valencia (*UPV*) han demostrado que la fabricación más favorable para el titanio y sus aleaciones es la metalurgia de polvos. La cual brinda ventajas como creación de aleaciones con elementos que tienen puntos de fusión elevados, mayor reducción de pérdidas de material, control en la porosidad, dureza elevada y alta resistencia mecánica, entre otras. Así mismo, se han venido desarrollando diferentes aleaciones fabricadas por pulvimetalurgia como el Ti-Cu para fines biomédicos.

De manera paralela en el “Laboratorio de Mecánica Aplicada” del Centro Tecnológico de la FES Aragón – UNAM se han desarrollado diferentes investigaciones en colaboración tanto con el Departamento de Ingeniería Mecánica y de Materiales como con el Instituto de Tecnología de Materiales de la *UPV*, que han permitido estudiar, de manera más profunda, la transformación martensítica inducida por esfuerzo en materiales con memoria de forma desde 2011.

Es así como surge la presente investigación, la cual se realizó durante una estancia de investigación bajo el apoyo del programa: Beca de Capacitación en Métodos de Investigación SEP-UNAM-FUNAM 2018 en la Universidad Politécnica de Valencia, en los laboratorios de Pulvimetalurgia, Metalografía y Microscopía óptica.

La investigación, durante la estancia, estuvo bajo la tutela del Dr. Vicente Amigó Borrás, catedrático de la institución, cuya línea de trabajo se concentra en la aplicación del titanio y sus aleaciones como biomateriales.

Los objetivos generales de la presente investigación fueron los siguientes:

- Obtener probetas de la aleación TiSi con distintos porcentajes de Silicio, por medio de pulvimetalurgia y mezcla elemental.
- Analizar los resultados obtenidos en pruebas de caracterización tales como: ultrasonido, dureza, flexión y metalografía.

El trabajo está conformado por cuatro capítulos:

- Capítulo I: Conceptos teóricos de Pulvimetalurgia y biomateriales

En este capítulo se dan algunos conceptos básicos de aleaciones de titanio y silicio como elemento aleante. Se hace especial énfasis de la *PM* y las ventajas que ofrece respecto a otros procesos tradicionales de manufactura. Se describe la biocompatibilidad, su importancia y se detalla tanto el uso del titanio como el silicio junto con sus características generales.

- Capítulo II: Aspectos generales sobre caracterización mecánica en materiales

En este capítulo se describen diversos ensayos y técnicas frecuentemente utilizadas para la caracterización mecánica de materiales. Se hace referencia a los ensayos destructivos y los no destructivos. Se destaca la forma de obtención de las propiedades en cada caso y en los principios físicos utilizados en cada técnica. Adicionalmente, se describen de manera básica las técnicas de observación de microscopía óptica y electrónica de barrido.

- Capítulo III: Método experimental

En este capítulo se describe el desarrollo completo de la caracterización de las probetas de aleaciones TiSi, las cuales se fabricaron por medio de *PM*, con un prensado isostático uniaxial y un sinterizado posterior en un horno de vacío.

La fase de caracterización está comprendida por los ensayos de Arquímedes, Ultrasonido y Dureza, además de la prueba de flexión a tres puntos. Se explica de manera detallada la preparación metalográfica de las muestras seleccionadas con la finalidad de realizar análisis microestructural con microscopía óptica (*MO*) y electrónica de barrido.

- Capítulo IV: Resultados y conclusiones

Finalmente, en esta parte de la tesis, se muestran los datos y resultados obtenidos por medio de la caracterización, ordenados por prueba. Se muestran las imágenes tomadas en *MO* tanto antes como después del ataque químico y los análisis resultantes de electrónica de barrido, donde se puede apreciar la homogeneidad de la mezcla, la fase en que se encuentran las aleaciones por cada porcentaje. Adicionalmente, se dan las principales conclusiones como resultado de la presente investigación.

1 Capítulo I: Conceptos teóricos de Pulvimetalurgia y biomateriales

1.1 Aleaciones y procesos de fabricación

Una aleación consta de dos o más elementos químicos, de los cuales por lo menos uno es un metal [1].

La clasificación de las aleaciones parte de tres criterios:

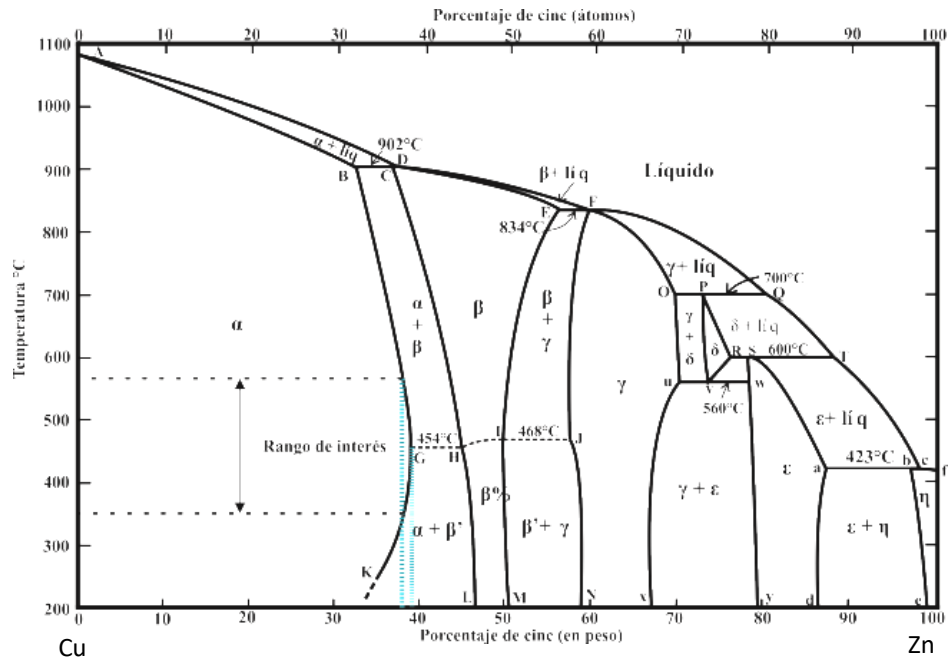
- a) Composición: considera el porcentaje existente de cada elemento presente en una aleación. Actualmente la composición se mide por medio de la técnica de espectrometría de dispersión de energía de rayos X (EDS).
- b) Número de elementos: distingue a las aleaciones como binarias cuando están constituidas por dos elementos, ternarias cuando son tres y así sucesivamente.
- c) Tipo de solución.

De esta última categoría existen dos tipos: 1) soluciones sólidas y 2) fases intermedias.

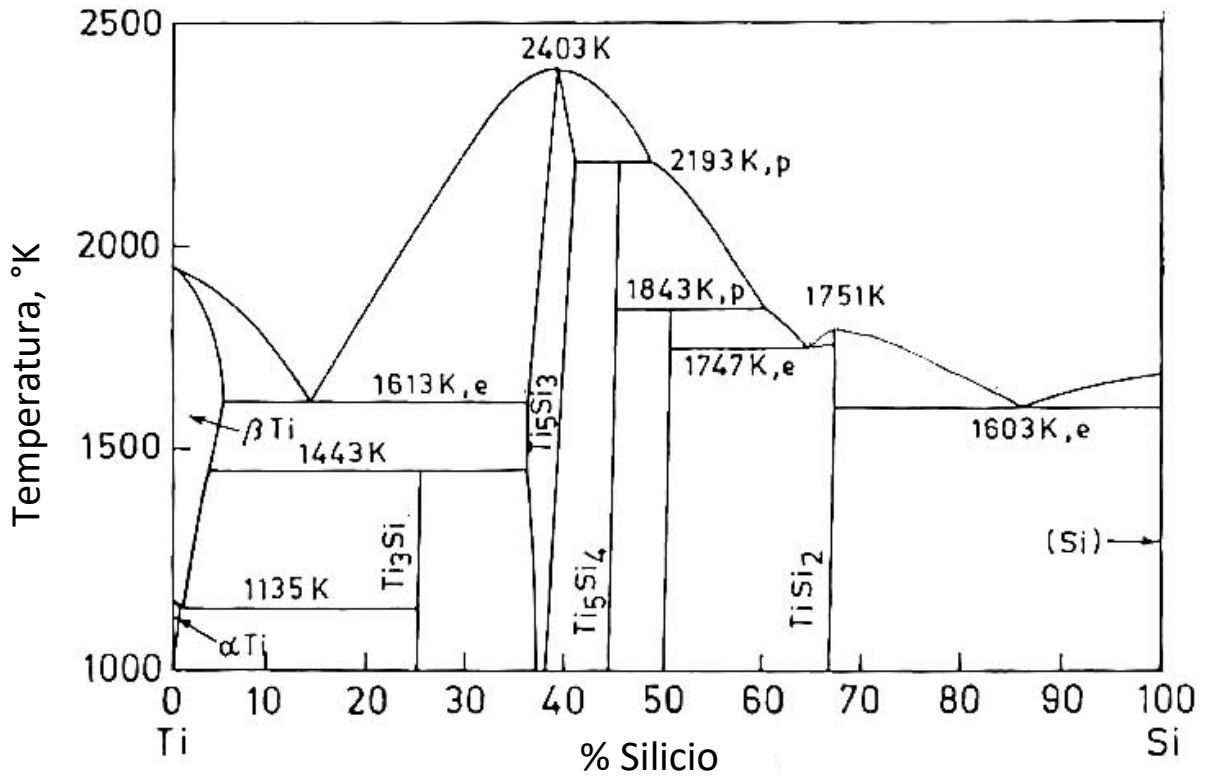
Una solución sólida es una aleación en la cual un elemento está disuelto en otro y existe sólo una fase. El término fase se refiere a una región del espacio donde las propiedades físicas del material son uniformes, tal como un metal en el que los granos tienen la misma estructura [2].

Por otro lado, cuando un elemento excede el límite de solubilidad sólida del metal base, se forma una segunda fase en la aleación, por ello, es conocida como fase intermedia [2]. En el caso de una aleación binaria, por ejemplo, un compuesto intermetálico es una fase intermedia entre ambos elementos, por lo que las características que pudiera presentar son diferentes a las otras fases [3].

Existen en la literatura diagramas de fase en función de la temperatura o presión y la composición global de la aleación a considerar. Por ejemplo, en la Figura 1, se muestran los diagramas: para el Cu-Zn [4] y el Ti-Si [5]. Como puede observarse en dichos diagramas es posible encontrar las fases presentes para cada porcentaje y temperatura de estas aleaciones, temperaturas de fusión de cada fase y sus temperaturas de solidificación. Adicionalmente en estos diagramas se pueden observar las reacciones eutécticas, eutectoides, peritéticas, peritectoides y monotéticas.



a)



b)

Figura 1: Diagramas de equilibrio. a) Diagrama de equilibrio para Cu-Zn [4], b) Diagrama de fases para Ti-Si [5].

Las fases que pueden presentarse en aleaciones metálicas son la alfa α , beta β , gamma γ , entre otras, éstas se denotan con letras griegas y es posible identificarlas a través de la microestructura. En la Figura 2, se muestran dos micrografías: una de la fase austenita y la otra de la fase martensita presente en una aleación de Cu-Al-Be con memoria de forma [6] Mientras que en la Figura 3, se observan las estructuras presentadas en ambas fases [7].

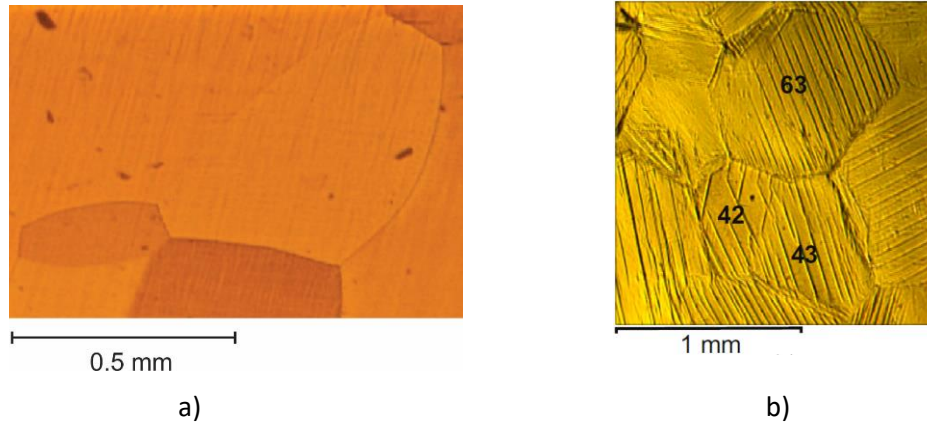


Figura 2: Fase austenita y martensita en una aleación con memoria de forma Cu-Al-Be. a) Micrografía de fase austenita, b) Micrografía de fase martensita [6].

La mayoría de los materiales utilizados en aplicaciones ingenieriles están constituidos por algún tipo de aleación, esto sucede por distintas razones; sin embargo, la principal es porque las propiedades de los metales puros se ven limitadas, pero se pueden mejorar por medio de una aleación. Algunos de los procesos por los cuales se pueden obtener son los de conformación forzada dentro de los que sobresalen la pulvimetalurgia y la de conformación térmica.

Por ejemplo, dentro de los procesos de conformación térmica se encuentra la fundición, la cual es un proceso muy antiguo que data de 6 mil años atrás, ofrece ventajas como fabricación de piezas con una geometría compleja; además de producciones muy grandes (100 toneladas). Incluso ésta puede ser en masa, además se realiza con cualquier metal que calentándolo llegue a su estado líquido. Los pasos básicos de la fundición se pueden resumir en los siguientes:

1. Fundición del material (ferroso o no ferroso)
2. Vaciado en un molde del material fundido
3. Enfriamiento

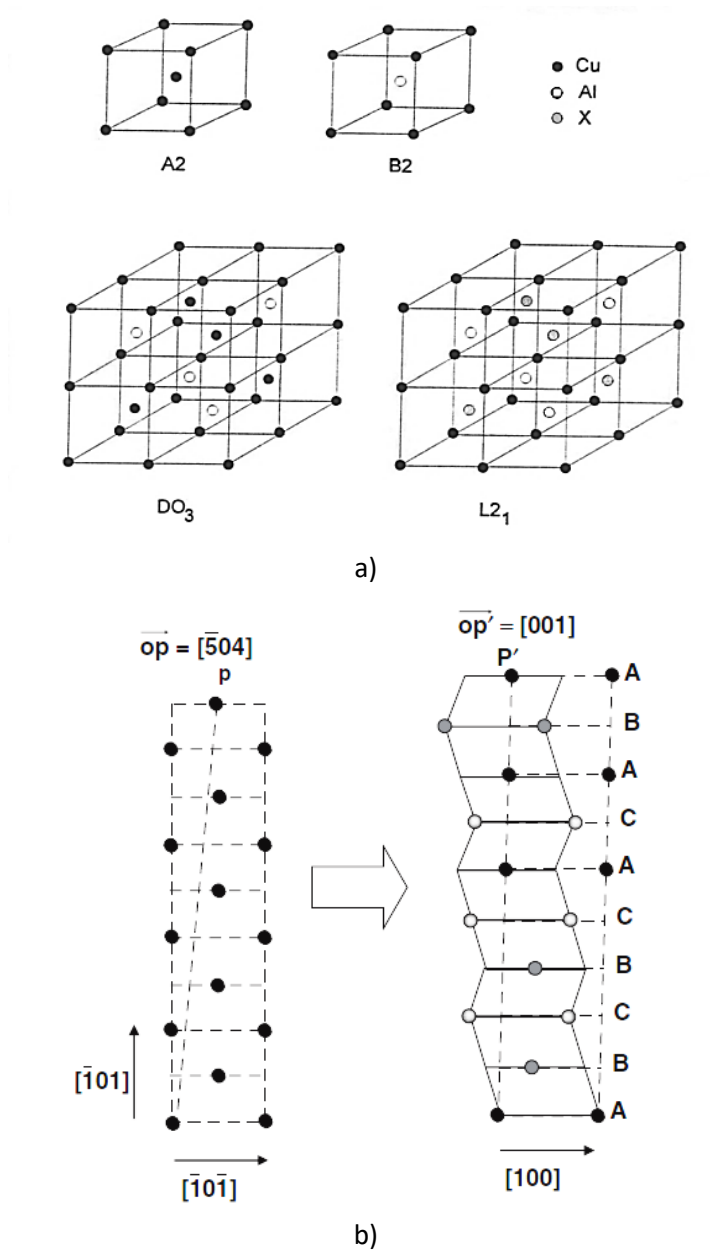


Figura 3: Estructuras presentes en MMF. a) Fase austenita en aleaciones base cobre [51]. b) Martensita 9R obtenida a partir de la fase B2 [52].

En la Tabla 1 se muestra una breve descripción del proceso de fundición. Las primeras dos columnas se refieren a los trabajos que se pueden realizar y las industrias que los desarrollan, asimismo, se mencionan los tipos de moldes que existen, las características de ambos y las técnicas de vaciado.

Tabla 1: Clasificaciones del proceso de fundición para las industrias y tipos de moldes.

Fundición			
Lingotes	Formas	Moldes	
		Desechables	Permanentes
Industrias de metales primarios. Producción grande de forma simple. Procesos subsiguientes: laminado o forjado.	Fundición de piezas complejas que se acercan a la forma final del producto.	El molde se destruye. Velocidad de producción limitada. Molde de arena.	El molde no se destruye. 400 piezas por hora. Molde metal.
		<ul style="list-style-type: none"> • Al vacío • Poliestireno expandido • A la cera perdida 	<ul style="list-style-type: none"> • Centrífuga • En dados

Los productos que se obtienen pueden ser desde coronas dentales, joyería, estatuas, estufas de hierro fundido, bloques y cabezas para motores hasta sartenes [2].

Las aleaciones más comunes por difusión se llevan a cabo con elementos base cuyo punto de fusión se considera bajo en comparación de otros [8], ver Tabla 2.

Tabla 2: Elementos base para fundición.

Elemento	Temperatura de fusión (°C)
• Zinc	420°
• Estaño	240°
• Bronce	800°
• Latón	930°
• Aluminio	620°
• Plomo	340°

Muchas son las posibilidades que ofrece la fundición, no obstante, es un proceso que está muy limitado, si los productos necesitan alguna propiedad para cierta aplicación en específico, tal como la porosidad, que puede ser aprovechada en el área de biomateriales brindando la posibilidad de depositar en los poros enzimas. Otra desventaja que tiene es la baja precisión dimensional, pues podría haber errores con el molde, así como el deficiente acabado superficial de las piezas, requiriendo operaciones adicionales [2]. Por ello, una buena alternativa es la Pulvimetalurgia.

1.1.1 Pulvimetalurgia

La metalurgia de polvos, también conocida como Pulvimetalurgia (*PM*) es un proceso de producción con el cual se fabrican piezas comprimiendo polvos de algún material metálico o cerámico dentro de un molde. Una vez comprimido el polvo, se somete a un proceso de calentamiento conocido como sinterizado, que le proporciona al producto propiedades de resistencia y dureza. [9]

Como todo proceso, *la PM* presenta algunos inconvenientes: la obtención de los polvos, su almacenamiento, y el equipo para llevar a cabo la manufactura son costosos. Además, existen algunas dificultades térmicas al trabajar con elementos como aluminio y magnesio, en el proceso de sinterizado por su bajo punto de fusión [2], [9] .

Por otro lado, una de las principales ventajas de este proceso de manufactura es que se puede emplear para la obtención de piezas utilizando materiales con puntos de fusión elevados. Cabe señalar que la combinación de metales con no metales es económica y la pérdida de material; así como los desperdicios durante la fabricación son muy pocos. Adicional a estas ventajas, la aplicación de piezas obtenidas por este medio cada vez es más común como se muestra en la Tabla 3.

El proceso de la pulvimetalurgia comprende varios pasos para que sea exitoso; el polvo se obtiene mediante diversas técnicas, pasa por métodos de preparación, se consolida para darle forma y resistencia temporal hasta que el sinterizado establece los enlaces mecánicos. En resumen, *la PM* toma polvos con ciertas características como tamaño, forma y empaquetamiento para crear un material de alta dureza y precisión [1], [2], [10]. No sólo la compactación es importante, sino también la unión por medio de la sinterización.

Tabla 3: Aplicaciones comunes de piezas obtenidas por PM.

Aplicación	Ejemplo de usos
Aeroespacial	Motores de Jet, Escudos de Calor, Boquillas De Turbina
Automotriz	Válvulas, Engranés
Química	Filtros, Catalíticos
Construcción	Techado de Asfalto
Eléctrico- electrónico	Contactos, Conectores, Tintas, Paquetes Microelectrónicos
Tratamientos térmicos	Calderas, Termopares, Bandejas de Correa
Industrial	Absorción de Sonido, Herramientas De Corte
Uniones	Soldadores, Electrodo, Llenado de Soldadura
Manufactura	Moldes, Herramientas, Rodamientos
Medicina	Implantes de Cadera, Fórceps, Amalgamas, Prótesis
Metalúrgico	Recubrimientos Metálicos, Aleaciones
Nuclear	Escudos, Filtros, Reflectores
Petroquímico	Catalíticos, Brocas
Plásticos	Herramientas, Moldes, Llenadores, Superficies de Desgaste

La fabricación de piezas por medio de *PM* consiste en:

I. Producción y caracterización de polvos

Los polvos se pueden fabricar por medio de diferentes técnicas como:

1. Extracción
2. Atomización
3. Producción de fibras
4. Producción mecánica de polvo

Las propiedades del producto finalizado se determinan a partir de la forma, el tamaño y la distribución de las partículas.

La forma de la partícula es un factor importante para determinar el procesamiento y está sujeta a la norma ISO 3252. Por ejemplo, se pueden encontrar partículas esféricas, nodulares (ligeramente alargadas), laminares (como placas), aciculares (como agujas) o dendríticas [10].

El tamaño de la partícula no debe de ser demasiado grande ni pequeña; ya que existe la posibilidad de no presentar la estructura deseada en caso de ser muy grandes o aglomerarse al reducir el tamaño [2], [10].

La distribución del tamaño de la partícula se analiza pasando el polvo a través de una serie de tamices con mallas de fineza progresivamente mayor. Tanto la microscopía óptica como la electrónica de barrido se pueden emplear para el análisis del tamaño y forma [2], [10].

Para llevar a cabo el procesamiento anterior, se consideran las propiedades físicas del polvo [10]:

1. El área superficial específica (cm^2/g) indica el área disponible para el aglutinamiento y también el área sobre la cual pueden estar presentes películas o contaminantes adsorbidos.
2. La densidad real (g/cm^3), también llamada densidad teórica, es la masa por el volumen unitario del llenado. La densidad aparente es un valor importante porque define el volumen real lleno por el polvo suelto.
3. Las propiedades de flujo son dadas por la tasa de flujo, es decir, el tiempo necesario para que una cantidad medida de polvo fluya a través de un embudo estándar.
4. La compresibilidad es el término que describe el cambio en la densidad en verde con el aumento de la presión de compactación.

II. Preparación del polvo

Los polvos se someten a pasos preparatorios [1], [2], [10], tales como:

- a) Clasificación: es el proceso de separación en fracciones de acuerdo con el tamaño de la partícula. Algunas veces se requiere la molienda para romper los aglomerados y aplanar las partículas o modificar sus propiedades mediante el endurecimiento por deformación.
- b) Acondicionamiento de polvos: algunos metales, como el hierro, tienen óxidos que se reducen fácilmente mediante una atmósfera adecuada durante el sinterizado. Otros, como el titanio, disuelven su propio óxido, por lo que son adecuados para el procesamiento de polvos. Los óxidos de aluminio contribuyen al reforzamiento por dispersión.

Los polvos de metal finamente distribuidos pueden ser peligrosos y deben tratarse con especial cuidado. Algunos, como el berilio y el plomo son tóxicos, otros como el zirconio, magnesio o aluminio presentan peligro de explosión; muchos otros son pirofóricos (se encienden espontáneamente con el aire) por debajo de un tamaño crítico de la partícula [10].

III. Mezclado

Un solo polvo puede no reunir todos los requisitos de propiedades de producción, por lo que se mezcla con otros. La combinación puede servir para varios propósitos: asegurar la uniformidad de la distribución de tamaños, controlar la respuesta a los esfuerzos impuestos, ajustar la densidad del cuerpo compactado y cambiar la composición o las propiedades [2], [10].

Los distintos tipos de mezclado son [2]:

1. Mezclar una fracción más gruesa con una más fina para asegurar que los intersticios entre las partículas se llenen.
2. Las aleaciones metálicas se pueden producir al mezclar diferentes polvos elementales (para algunos aceros, bronce y aleaciones de Al y Ti). En este caso, la aleación se forma en el sinterizado.
3. En la molienda intensa de dos metales, el severo endurecimiento por deformación, la fractura y la soldadura en frío dan como resultado una aleación mecánica; la molienda de dos fases (un metal con un líquido) se puede utilizar para producir endurecimientos por dispersión. También se pueden obtener compuestos metal- no metal.
4. Los aditivos lubricantes reducen la fricción entre partículas, así como la que hay entre el molde y la pared de este.

IV. Consolidación de polvos

El método para la consolidación, es decir, para convertir el material partícula en la forma deseada, depende del material y de la densidad deseada. Este puede ser en caliente o frío.

Compactación en frío

Los polvos secos, los cuales se recubren con un lubricante seco, se compactan mediante la aplicación de presión para formar un sólido denominado *cuerpo verde*, es decir, sin adhesión permanente [10].

La densidad también está en función de la forma de la partícula: un polvo esférico se compacta con una densidad mayor que un polvo de forma irregular. En el curso del prensado, se expulsa el aire que hay entre partículas, éstas se deslizan una contra otra y contra la superficie de la herramienta de compactación [2]. A presiones mayores, la fuerza aplicada se concentra en puntos de contacto entre partículas; las presiones elevadas locales causan deformación incluso fractura, el compacto adquiere una resistencia en crudo expresada como resistencia de ruptura y se puede medir en pruebas de flexión transversal [1].

Las técnicas de compactación en frío pueden ser:

Prensado uniaxial en matriz

Tiene su aplicación más amplia en piezas de forma sencilla utilizando una matriz de acero, pues las presiones elevadas son permisibles; si las partículas se deforman plásticamente, se pueden lograr densidades en exceso de 90% de la densidad teórica. Las presiones permisibles de la matriz son como las del forjado y la extrusión desde 100 MPa, 500 MPa, inclusive elevando la presión hasta 900 MPa en algunos casos. Las matrices se llenan por gravedad eliminando el exceso de polvo sólo removiéndolo [10].

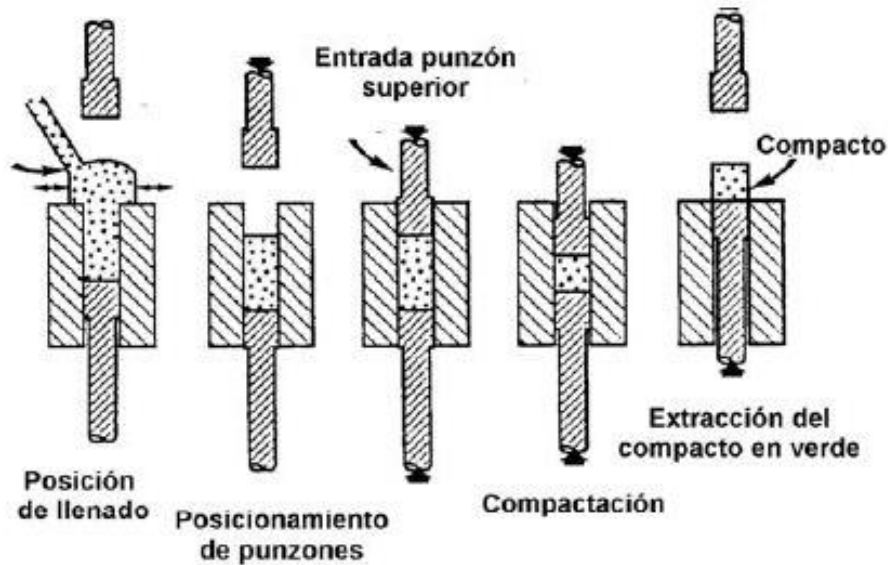


Figura 4: Secuencia de prensado uniaxial en matriz [10].

Prensado isostático en frío

El polvo se introduce por vibración en un molde de caucho, se aplica presión hidrostática (omnidireccional) por medio de un fluido, normalmente agua, y las presiones pueden ser desde 300 hasta 550 MPa; no se necesitan lubricantes ni aglutinantes [10].

Laminación y gravedad

La compactación por laminado, seguida del sinterizado y tal vez de otra laminación, es un método importante para fabricar tiras de Ni; se utiliza para revestir sustratos metálicos sólidos [10].

El llenado por gravedad de un molde produce un compacto de baja densidad con poca resistencia.

V. Sinterizado

La sinterización es el proceso por el cual un conjunto de partículas, compactas o no, se aglomeran o forman enlaces generando un cuerpo coherente bajo la influencia de una temperatura elevada [1], [10]. El compacto crudo se calienta para obtener las propiedades finales requeridas.

Para el proceso de metalurgia de polvos existen dos tipos de sinterizado comunes.

Sinterizado en fase líquida

Este sinterizado consiste en fundir uno de los constituyentes, que envuelve al elemento con temperatura de fusión más elevada, y la mejor aglutinación se consigue cuando existe solubilidad mutua [10].

Sinterización en hornos

La sinterización se realiza a temperaturas muy elevadas, se puede llevar a cabo por medio de dos tipos: los continuos y los de vacío.

Los hornos continuos tienen una zona de precalentamiento (secado o quemado), una zona de calor elevada (sinterizado) y una zona de enfriamiento. Todo el sinterizado se realiza en una atmósfera elegida para proporcionar un ambiente neutro, no oxidante ni reductor [10]. Entre los gases extensamente utilizados se encuentra el nitrógeno. Por otro lado, el sinterizado dentro de un horno de vacío proporciona un medio neutro, pero a temperaturas elevadas favorece la desoxidación de muchos metales [1], [2].

1.1.2 Propiedades físicas y mecánicas de los materiales

Una propiedad física es una característica de la materia que puede ser observada o medida sin alterar la composición química de una sustancia. Algunos ejemplos de propiedades físicas son: temperatura, área, volumen, los puntos de fusión y ebullición, la densidad, la masa, el peso, elasticidad, dureza, entre otras. A continuación, se dan algunos ejemplos de propiedades y sus definiciones básicas:

Densidad

Es la relación entre la masa de un cuerpo por unidad de volumen, es una magnitud intensiva, es decir, que no depende de la cantidad de materia que compone al cuerpo, sino de su composición. Se habla también de densidad relativa, que es la relación entre las densidades de un cuerpo y del agua a 4°C, siendo esta la unidad. Como un centímetro cúbico de agua a 4°C tiene una masa de 1 g, la densidad relativa de la sustancia equivale numéricamente a su densidad expresada en gramos por centímetro cúbico [11].

Es interesante mencionar, que las densidades de la mayoría de los sólidos y líquidos son aproximadamente independientes de la temperatura; así como de la presión, mientras que las de los gases dependen, en su totalidad, de estas magnitudes [12].

Volumen

Como propiedad física de la materia es el espacio que ocupa un cuerpo. El Sistema Internacional de Unidades establece como unidad principal de volumen al metro cúbico. También se encuentran el decímetro cúbico y el litro (L) [13].

Es el resultado del producto entre tres dimensiones, conocidas como alto, ancho y espesor.

Masa

La masa es una propiedad intrínseca de un cuerpo, la cual mide la resistencia de éste a ser acelerado. Es posible comparar este valor con la de otro aplicando a cada uno de ellos una fuerza igual y midiendo las aceleraciones que adquieren. El cociente entre las masas de dichos cuerpos resulta como el recíproco del cociente de las aceleraciones producidas en ellos por la misma fuerza, es decir, $m_1/m_2 = a_2/a_1$ [12].

Formular la hipótesis anterior es válido debido a la segunda Ley de Newton: *“La aceleración de un cuerpo es inversamente proporcional a su masa y directamente proporcional a la fuerza exterior resultante que se ejerza sobre él”*.

La unidad en el Sistema Internacional (SI) es el gramo, y posteriormente, se estableció un patrón para utilizar el kilogramo. Cabe comentar, que la masa es un concepto de suma importancia, pues de él derivan otros como lo es el peso, que resulta del producto entre la masa de un cuerpo y el valor de la aceleración gravitacional.

Temperatura

La Termodinámica es la ciencia que estudia la Temperatura, el calor; así como el intercambio de energía y tiene aplicaciones prácticas en diferentes ramas como Química, Biología, Ciencias de la Salud y las Ingenierías [12].

Gracias a los estudios basados en la Termodinámica es posible establecer una escala de temperaturas absolutas que es independiente de las propiedades de cualquier sustancia. Esto surge debido a la existencia de tres escalas para la medición en grados de la Temperatura, las cuales son [12]:

1. Escala Celsius: que se construye asignando el valor de 0 °C a la temperatura del punto de hielo, asimismo, a la del punto de vapor 100 °C.
2. Escala Fahrenheit: que se forma al asignar a la temperatura del punto de hielo el valor de 32 °F y a la del punto de vapor 212 °F.
3. Escala absoluta de temperaturas: establecida por Lord Kelvin (1824 – 1907), donde se define un “punto triple”, que considera una presión de 4.58 mm Hg y la temperatura es de 0.01 °C estableciendo así, que el valor del *cero absoluto* es de -273 °C.

Estos estudios, permiten también, definir a la Temperatura como la medida de energía cinética molecular interna media de un cuerpo o sustancia [12].

Otra definición encontrada en la literatura dice que es una magnitud que mide el nivel térmico o el calor que un cuerpo posee. Toda sustancia en determinado estado de agregación (sólido, líquido o gas) está constituida por moléculas que se encuentran en continuo movimiento. La suma de las energías de todas las moléculas del cuerpo se conoce como energía térmica, la temperatura es la medida de esa energía promedio [13].

Adicional a los cálculos que se pueden realizar para determinar la temperatura de manera analítica, existe un instrumento que ha evolucionado con el paso del tiempo, este es el termómetro. Sin embargo, el más común es el de mercurio que, al estar en contacto con un cuerpo caliente, el elemento en estado líquido se dilata y sube la columna.

Oxidación

Los materiales están expuestos a todo tipo de ambientes. Esta interacción provoca, generalmente, la pérdida o el deterioro de sus propiedades físicas. Por ello, otra propiedad de interés es la resistencia a la oxidación [14].

La oxidación y la corrosión son procesos de deterioro en materiales metálicos y se pueden distinguir dos tipos:

- a) Oxidación directa, que resulta de la combinación de los átomos metálicos con los de una sustancia agresiva, por ejemplo, la oxidación por oxígeno o por azufre,

generando una reacción, donde el metal pasa de un estado “puro” a uno combinado con otros elementos, dando como resultado óxidos, carbonatos, sulfatos, entre otros, que quedan adheridos a la superficie del metal. A esto se le conoce como película y, en ocasiones, no es una reacción mala, por el contrario, resulta ser un protector, que aísla al material (como Cu, Ni Sn, y Al) del agente corrosivo [14].

- b) Corrosión electroquímica: es aquella que se presenta cuando un metal es atacado por un agente corrosivo en presencia de un electrolito¹, como lo es el agua de mar. Este fenómeno se presenta cuando el metal actúa como ánodo (polo positivo) y cede sus electrones debido a la humedad (que juega el papel de electrolito) del medio ambiente [14].

Elasticidad

Se puede definir un cuerpo elástico aquel que recobra su tamaño y forma originales cuando deja de actuar sobre él una fuerza. Robert Hooke observó experimentalmente que cuando una fuerza “F” actúa sobre un resorte produce en él un alargamiento “s” que es directamente proporcional a la magnitud de la fuerza siendo el primero en establecer esta relación [13]. Actualmente esta relación es generalizada para el estudio de los materiales y será detallada en el capítulo siguiente.

Dureza

Es un término utilizado para describir la capacidad de los metales para resistir fuerzas que tienden a penetrarlos. Los materiales resisten rayaduras, desgastes, penetración o cualquier otro daño físico. La dureza de los metales se prueba con máquinas conocidas como durómetros, que presionan una punta contra los materiales que se probarán [13].

Ductilidad

Es una medida de la capacidad de un material a sufrir deformación plástica significativa antes de la ruptura.

Maleabilidad

Es la propiedad que permite doblar los metales para darles una forma deseada o para laminarlos en forma de hojas [13].

Cada material cuenta con distintas propiedades, éstas son sólo algunas; la mayoría están relacionadas con su microestructura y es posible analizarla gracias a la Metalografía.

¹ Cualquier sustancia, generalmente líquida, que se comporta como medio conductor eléctrico debido a los iones libres que contiene.

1.1.3 Metalografía

La ciencia y tecnología de materiales es un campo interdisciplinario que estudia la composición de los materiales sin dejar de lado su estructura para controlar sus propiedades a través de la síntesis y el procesamiento. La composición se refiere a la constitución química del material, por otro lado, la estructura a la descripción del arreglo de átomos [15].

El arreglo de átomos o mejor conocido como microestructura tiene una influencia profunda sobre muchas de las propiedades; sin embargo, la excepción en este caso se ve representada en las propiedades mecánicas, refiriéndose a la capacidad de los materiales de resistir acciones de carga.

La metalografía estudia las características estructurales y la composición de piezas metálicas para relacionarlas con sus propiedades mecánicas a través de la observación microscópica de una probeta pulida sometida a un ataque químico.

De manera general, para hacer un análisis metalográfico se deben realizar las siguientes etapas:

1. Selección y corte
2. Encapsulado
3. Desbaste
4. Ataque químico y pulido

Selección y corte de muestra

Debido a que es el primer paso del proceso, la selección de la muestra es fundamental, pues debe realizarse donde la pieza contenga todas las características del material.

Después de seleccionar la pieza, se procede a realizar el corte. Este se realiza bajo las condiciones (rpm) adecuadas para cada material. En ningún caso² se debe cambiar la estructura cristalina del material. Es mejor tomarse el tiempo adecuado en el corte, de ese modo ahorrar tiempo en el desbaste y el pulido.

Estos cortes deben ser observados, tanto en el microscopio óptico como en el electrónico con distintas técnicas; por ello, los que son observados sólo en el óptico y que tienen una dureza baja se pueden ejecutar con un arco con segueta. Sin embargo, los cortes que se observan con técnicas como EBSD, DRX u otras, requieren de un espesor particular.

² Se hace la especificación, pues este proceso no sólo se puede realizar en materiales metálicos, sino en no metales, como la fibra de carbono, cerámica o vidrio, y se conoce como Materialografía.

Para este tipo de cortes se recurre a una cortadora automática que trabaja con discos de corte específicos para cada material, incluso, si la elección del disco es la adecuada, se puede mejorar la calidad de la superficie cortada y, por ende, una mayor duración del disco.

En general, un disco de corte duro (poco flexible) es el adecuado para cortar material blando y por el contrario un disco blando (flexible) se usa para cortar material duro. Incluso para algunos materiales y aleaciones existen discos especiales para cortar; tal es el caso del titanio [16].

Encapsulado

La etapa del encapsulado, como su nombre lo dice, consiste en colocar las muestras obtenidas después del corte dentro de “una cápsula”, si bien no es una cápsula, se requiere que la muestra quede dentro de una geometría cilíndrica, como se muestra en la Figura 5, que permita llevar a cabo el desbaste de una manera homogénea y cómoda. El montaje se elabora en materiales plásticos sintéticos como bakelita, licité, acrílico isotérmico o resina poliéster, que son vertidas dentro de un molde; en el que, después del moldeo son relativamente duros y resistentes a la corrosión, evitando contratiempos durante el desbaste donde se obtiene un producto llamado “pastilla”.



Figura 5: Muestras encapsuladas en resina transparente.

Las dos características principales que se deben tener en cuenta al momento de decidir qué resina utilizar son la dureza y el efecto borde.

La dureza de la resina debe ser similar a la de la muestra en estudio para evitar que la superficie de la probeta quede cóncava o convexa después del pulido. Si la probeta queda con este problema después del pulido, cuando se observe a través del microscopio no estará enfocada en todos los puntos y habrá que reenfoclarla [16].

El efecto borde se produce cuando la resina y la muestra no han quedado totalmente unidas. Si existe este caso, los elementos que se utilizan en el pulido (diamante y lubricante), especialmente,

en el ataque químico por ejemplo restos de etanol, pueden generar sobre-ataques en el borde de las muestras en estudio [16].

El encapsulado es mejor conocido como embutido y se puede realizar en caliente o en frío.

Para el embutido en caliente se cuenta con las siguientes opciones de resina:

1. Resina baquelita, que se suele utilizar con muestras muy blandas (aluminio, algunos bronce).
2. Resina EPO negra, que es dura y evita el efecto borde (separación entre la resina y la muestra).
3. Resina DUROPLAST azul, que tiene una dureza muy elevada y evita en mayor medida el efecto borde. Sólo debe utilizarse con materiales extremadamente duros.
4. Resina termoplástica, que se utiliza cuando se necesita que la pastilla sea transparente y así poder ver la muestra a través de ella.
5. Resina DUROPLAST negra, que contiene grafito y la hace conductora. Se utiliza cuando la muestra debe estudiarse con un SEM.

Para el embutido en frío utilizando moldes existen dos tipos de resinas, de metacrilato y epoxi.

1. Resina de metacrilato, de rápido endurecimiento (aprox. 15 minutos). Existen varios tipos dependiendo de su dureza.
2. Resina epoxi, que es transparente y de largo endurecimiento (aprox. 6 horas). Si se necesita eliminar por completo el efecto borde, ésta es la resina adecuada.

El tipo de molde utilizado también puede variar la intensidad del efecto borde. En el caso de los moldes blandos de silicona, el molde se mueve durante el curado de la resina y puede producir el efecto más acusado. En cambio, los moldes duros de teflón disminuyen este problema. Si se utiliza resina epoxi, se debe utilizar los moldes de polipropileno ya que son los únicos que no son atacados por la resina [16].

Desbaste

En seguida del montaje se realiza el desbaste, que puede ser manual o en máquinas pulidoras y consiste en deslizar la pastilla sobre un papel abrasivo (o disco abrasivo) con una presión homogénea para efectuar, como tal, el desbaste de la probeta.

Si el proceso es manual, se puede llevar a cabo sobre un tramo de vidrio perfectamente plano con un trozo de papel abrasivo (lija) de tal forma que cada vez que se cambie, la pastilla se debe de girar 90°. Debido a que los papeles abrasivos son lijas de agua es necesario: 1) agregar abundante agua y 2) comenzar con el número más pequeño (180, pasando por la 220, 280, 500, hasta la número 1500) utilizando todos los abrasivos, pues el tamaño de grano cambia. Hacer esto asegura un buen desbaste y favorece el pulido.

La variación de las lijas es de la misma manera para el desbaste en una pulidora, sin embargo, se deben tener en consideración otros factores, tales como la velocidad de giro del disco abrasivo y la carga.

La velocidad de giro en el desbaste debe ser entre 150 y 200 rpm. No se recomienda trabajar a más velocidad ya que se pueden producir rayas que resultan difíciles de quitar. En el caso de los materiales blandos (como el aluminio o titanio), la velocidad puede ser menor [16].

Si se dispone de un cabezal portamuestras, la dirección de giro debe ser la misma que la del plato, salvo en las lijas de desbaste (#240) que puede ser contrario. Se recomienda hacerlo de este modo con el fin de lijar lo más suave posible [16].

Los tipos de lijas que existen son:

- Lijas de SiC (carburo de silicio): son las lijas tradicionales y más extendidas en su uso.
- Lijas de Zr (zirconio): son lijas para realizar desbastes que se preparan para ensayos de espectrometría, evitan la contaminación de Si.
- Lijas de diamante: son lijas de gran duración con las que se consigue retirar gran cantidad de material rápidamente. Si se tiene un material extremadamente duro (cerámica, vidrio, metal duro, fibra de carbono) se recomiendan estas lijas.

Cuando se usa un cabezal no se recomienda sobrepasar los 40N en presión individual y para una presión central, 160N son adecuados [16].

Después de cada paso de lijado se debe limpiar con agua las muestras; así como la pulidora para evitar arrastrar partículas gruesas al siguiente paso.

Ataque químico y pulido

Después del desbaste, se pueden observar las probetas; sin embargo, no se tendrá la superficie ideal para el análisis metalográfico. Por lo tanto, es necesario realizar un ataque químico, que consiste en sumergir por unos segundos la probeta en un reactivo.

Los reactivos varían; algunos ayudan a definir con mayor claridad el tamaño, forma y distribución del grano, estos generalmente están constituidos por ácidos. El ácido pícrico es utilizado en aceros aleados o fundición gris. El ácido nítrico resalta los diversos constituyentes estructurales y el contorno de los granos de los aceros no aleados mostrando algunas fases como la ferrita, la perlita se distingue por un color más oscuro y la cementita permanece blanca.

Por otro lado, para el titanio y sus aleaciones es recomendable el uso de una solución química ácida tipo Kroll, la cual se debe manejar con mucha precaución porque es muy agresiva. Al utilizar esta suspensión se mejoran las posibles distorsiones de los granos aparecidas durante el desbaste y el pulido.

El pulido es un paso fundamental por dos razones:

1. Es el final del proceso de preparación y debe asegurar una superficie idónea para el estudio, es decir, sin imperfecciones.

2. Debe ser un acabado espejo, que proporcionará todos los datos necesarios para el análisis; después del pulido se podrán observar las fases, el tamaño de grano, la composición, incluso, se puede determinar la estructura del material realizando un indexado.

La manera en que se realiza es apoyando la cara desbastada de la pastilla sobre un paño embebido con una suspensión de abrasivo fijo a un disco. Este paso puede ser manual o en una máquina pulidora. Si es manual, la probeta se tendrá que desplazar de manera radial, desde el borde hacia el centro del disco.

Nuevamente la velocidad de giro (como en el desbaste) es importante, debe ser igual o menor a 150 rpm. Con óxidos de pulido (alúmina o gel de silicio) no se recomienda el utilizar una velocidad superior a 100 rpm. Si se utiliza un cabezal portamuestras no se debe ejercer una presión individual superior a 25N y 100N en presión central [16].

Existen varios tipos de paños específicos para cada tamaño de diamante. En general, cuanto menor es el tamaño del diamante, el paño a utilizar tiene más pelusa. Del mismo modo, los paños duros se utilizan con diamante de mayor tamaño [16].

Para el pulido se utiliza diamante monocristalino o policristalino de tamaño de grano entre 15 a $1\mu\text{m}$ y para el pulido final muy fino se usan óxidos de pulido (alúmina o gel de silicio) inferiores a $1\mu\text{m}$ [16].

El diamante monocristalino tiene una relación calidad-precio muy buena, por lo que es el más utilizado. Por otro lado, el policristalino es más eficiente, ya que está compuesto de cristales que se van rompiendo conforme avanza el pulido. Esto deposita cada vez más diamante en el paño. Se debe utilizar en materiales duros como cerámica, vidrio o fibra de carbono [16].

El pulido final con alúmina se utiliza solamente cuando se debe hacer un estudio con altos aumentos que requiere una superficie totalmente libre de rayas. Su tamaño de grano habitual es de $0.06\mu\text{m}$ y se usa para materiales duros como el hierro fundido, así como todos los tipos de acero [16].

Como se lleva a cabo en el desbaste, se debe tener mucha limpieza de las muestras entre paño y paño (incluso mayor) limpiándolas con agua destilada y alcohol después de cada paso.

Los paños que se utilicen deben limpiarse también con abundante agua para evitar que queden residuos de la probeta o abrasivo.

Como se mencionó anteriormente, el orden del pulido y el ataque varía; la combinación adecuada de ambos permitirá una observación óptima, así como que se logre evitar la distorsión. Lo que es importante recordar es que antes de atacar la probeta debe limpiarse con alcohol, después utilizar la secadora.

Con la limpieza adecuada, el ataque y el pulido, las probetas están listas y se ha completado la preparación metalográfica.

Actualmente existen tablas y métodos para la correcta preparación metalográfica de materiales específicos, en la Tabla 4 se muestran los parámetros recomendados para el cobre y sus aleaciones.

Tabla 4: Especificaciones para preparación metalográfica Cu y aleaciones, [17].

Preparación metalográfica				
Molienda y Pulido; Cobre y aleaciones				
Paso	1	2	3	4
Superficie	Lija	Lija	Lija	Lija
Abrasivo	Tipo	SiC	SiC	SiC
	Tamaño	#500	#800	#1200
Suspensión/Lubricante	Agua	Agua	Agua	Agua
Rpm	300	300	300	300
Fuerza (N)	25	25	25	25
Tiempo (min)	El necesario	1	1	1
Superficie	MD-Mol		MD-Chem	
Abrasivo	Tipo	Diamante		/
	Tamaño	3 μ m		/
Suspensión/Lubricante	DiaPro		Nitrato (1 gota/2 seg)	
Rpm	150		150	
Fuerza (N)	25		15	
Tiempo (min)	4		1	

1.1.4 Biocompatibilidad

En el Siglo XIX se pueden encontrar las primeras referencias acerca de la evaluación de la biocompatibilidad; sin embargo, no existía una definición puntual para este término.

En Chester (Reino Unido) en el año 1991, se celebró una conferencia acerca de definiciones del campo de los biomateriales, donde se concluyó que la biocompatibilidad no es una propiedad intrínseca de un material, dado que el uso del material debe venir calibrado por la aplicación y condiciones de uso. De hecho, ningún material es universalmente biocompatible. Como ejemplo, basta considerar que el polietileno de ultra alta densidad es un material bioinerte cuando se utiliza de forma másica, por ejemplo, en prótesis articulares, pero sus partículas de desgaste producen una seria reacción a cuerpo extraño [17].

Por lo tanto, la biocompatibilidad podría interpretarse como *la aceptabilidad biológica* y es el estudio de la interacción de los biomateriales con los tejidos susceptibles que están en contacto con ellos. Se puede interpretar también como la habilidad de un material para interactuar de una manera positiva con el huésped, pues debe de ser aceptado por el organismo y no generar un rechazo, en una aplicación específica.

La biocompatibilidad se puede examinar a distintos niveles:

1. La interacción entre el material y los tejidos
2. La reacción resultante de la degradación del material
3. Los factores mecánicos (elasticidad, tenacidad, etc.)

Pero no son los únicos factores, se deben considerar también el uso, frecuencia, duración de la exposición, la cantidad y sustancias migradas al cuerpo [17].

Para que un material sea considerado biocompatible debe cumplir con dos especificaciones básicas:

1. Caracterización físico-química, por la que se realizará el estudio de las características mecánicas (estáticas y dinámicas; elasticidad, resistencia, dureza, etc.) del material, así como de su composición química (densidad, microestructura, propiedades termodinámicas, etc).
2. Evaluación biológica, que será con el estudio de biocompatibilidad.

Otros factores que influyen en la biocompatibilidad son los químicos y los eléctricos, así como las propiedades de la superficie en contacto, en conjunto con las interacciones mecánicas, pues estas condicionarán la respuesta del material.

1.1.5 Biomateriales

Se define biomaterial como un material destinado a estar en contacto con sistemas biológicos para evaluar, tratar, aumentar o reemplazar algún tejido, órgano o función del cuerpo [17]. Así como todos los materiales, los biocompatibles también se pueden clasificar según el grupo al que pertenecen, es decir, como metálicos, cerámicos, polímeros y compuestos³.

Dentro del grupo de los metales se encuentran las aleaciones base cobalto, titanio, tantalio y acero inoxidable; este último se clasifica en cuatro grupos según su microestructura; sin embargo, los austeníticos son los más utilizados en la fabricación de implantes.

Los aceros inoxidables se caracterizan por ser resistentes a una gran variedad de agentes corrosivos. Este tipo de aceros contienen, al menos, un 12% de cromo, siendo este tan reactivo produce un recubrimiento con una película superficial tan adherente y autorrenovable que resiste a la corrosión aun a temperaturas elevadas [17], [18].

El acero 316 (16-18% Cr, 10-14% Ni y del 2 al 32% de Mo) y el 316L son aceros inoxidables austeníticos al cromo-níquel-manganeso. Son no magnéticos en condición de recocido y no endurecen con tratamiento térmico. El contenido total de cromo y níquel es, por lo menos, de 23% y se trabajan con facilidad en caliente o en frío. Su amplia aplicación en implantes temporales como placas de fractura, tornillos y clavos, radica en su resistencia a la corrosión gracias al bajo contenido de carbono (de un 0.08% al 0.03%) [18].



Figura 6: Acero inoxidable austenítico en prótesis quirúrgica [19].

³ Derivados de la unión de estos.

1.1.6 Titanio y sus aleaciones

Nombrado así en honor al griego Titán, el titanio fue descubierto en 1791. Es un metal de transición que a temperaturas elevadas y ambiente presenta resistencia a la corrosión. Las aplicaciones de este elemento pueden ser en aeronáutica, componentes de motores a chorro, autos de carrera, componentes para la industria química, petroquímica, aplicaciones marinas, cascos de submarino y biomédicas como lo son los implantes ortopédicos y quirúrgicos.

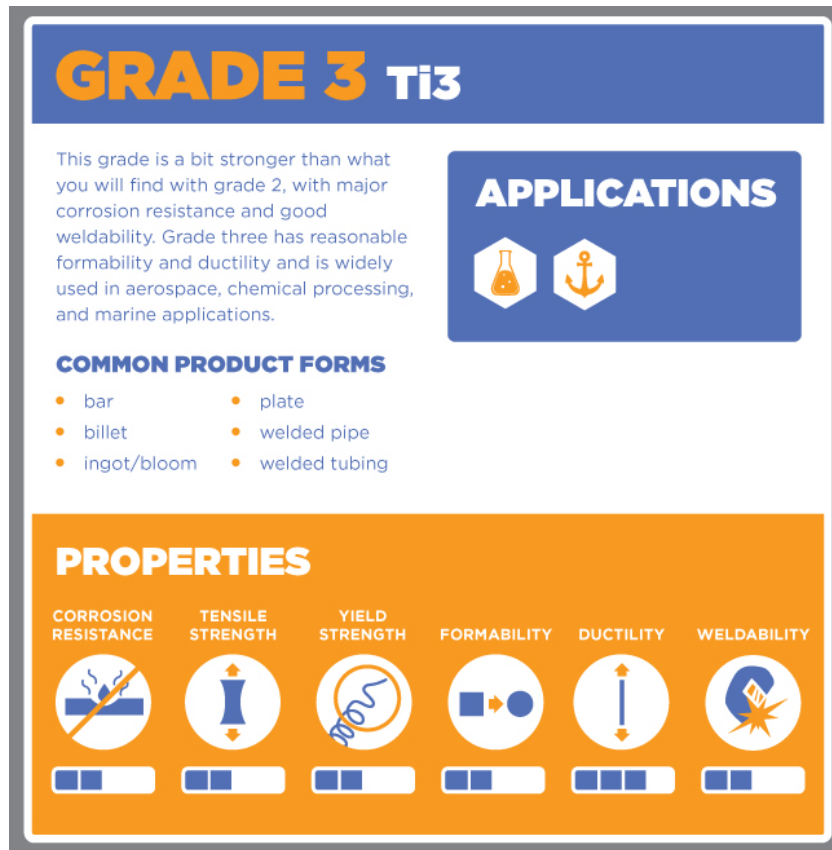


Figura 7: Propiedades mecánicas [54].

El titanio comercialmente puro (*Ti CP*), conocido así debido a que su alta reactividad dificulta la extracción en estado puro, tiene una excelente resistencia a la corrosión para aplicaciones donde la consideración de resistencia mecánica es secundaria.

Sin embargo, se agregan elementos de aleación como el aluminio, el vanadio, el molibdeno, el manganeso, el silicio y otros a las aleaciones de titanio, con la finalidad de mejorar propiedades como mayor resistencia mecánica y una capacidad elevada de endurecimiento.

La manufactura de aleaciones de titanio debe realizarse con meticulosidad, debido a que las propiedades y las características de estas pueden cambiar por pequeñas variaciones en la composición o el procesamiento de los elementos. Por ello, es importante la prevención de la contaminación superficial por hidrógeno, oxígeno o nitrógeno, ya que estos elementos reducen la tenacidad y la ductilidad del titanio propiciando la fragilización [17].

El titanio sufre una transformación alotrópica a la temperatura de 882°C, pasando de una estructura hexagonal compacta (fase α) a una estructura cúbica centrada en el cuerpo (fase β) que permite la realización de tratamientos térmicos [17], [18].

También, existen cuatro grados de titanio sin alear normalizados para implantes quirúrgicos, dependiendo del contenido de impurezas (oxígeno, nitrógeno, carbono, hidrógeno y hierro) que son las que controlan las propiedades mecánicas [17].

Una ventaja del uso del Ti en aplicaciones biomédicas, frente al acero inoxidable y las aleaciones base cobalto, es que su módulo de Young es de 110 GPa frente a los 200 GPa y a los 220 GPa, respectivamente, de las aleaciones anteriores; siendo el módulo elástico del hueso de 20 GPa [17], [18].

Debido a la biocompatibilidad que presentan las aleaciones de Ti también se han utilizado en el área biomédica. La más común es *Ti6Al14V*, debido al equilibrio que existe entre sus propiedades mecánicas; la resistencia a la corrosión, su capacidad para tener un buen mecanizado y poder modificar sus propiedades con tratamientos térmicos [17].

La aleación *Ti6Al14V* es de tipo α - β . Este tipo de aleaciones se ha desarrollado por la mala forjabilidad del tipo alfa, por su baja resistencia en frío y por su fragilidad, si se intenta aumentar la resistencia mediante el aumento del contenido de elementos de aleación [17].

La resistencia del titanio y sus aleaciones es en general inferior a las de acero inoxidable AISI 316 y de las aleaciones base cobalto, pero en relación con su resistencia específica (resistencia/densidad), las aleaciones de titanio son superiores [17].

El proceso de fabricación más favorable, basado en las características del titanio y sus aleaciones, es la metalurgia de polvos. Esta hipótesis se respalda con el trabajo reportado por V. Amigó et al. [20], donde muestra que la obtención de aleaciones β -Ti se pueden producir con dicha técnica mejorando las propiedades del material, como un módulo elástico bajo y alta resistencia a la corrosión. Por ello este material producido de esta forma, tiene distintas aplicaciones, como en aeronáutica o biomateriales [20].

Estos mismos investigadores le han dado continuidad al trabajo de investigación de diferentes aleaciones fabricadas por medio de *PM*, tal como Ti-Cu, obtenida con fines biomédicos. Parte de los resultados obtenidos demuestran que el Cu aumenta la cantidad eutectoide en el límite de grano, favoreciendo la formación de intermetálicos de Ti_2Cu , que disminuyen la pérdida de materia de las prótesis por desgaste o corrosión, además aumenta la dureza [21].

Como se mencionó, el titanio es reactivo a elevadas temperaturas, es por ello, que se han realizado sinterizados en moldes de diferentes materiales, como alúmina, itria, circonita y gres⁴ a temperaturas entre los 1300 – 1400°, obteniendo los mejores resultados con el molde de itria; disminuye la dureza el 40% de las aleaciones *Ti6Al14V*, acercándose a la del hueso cortical [22].

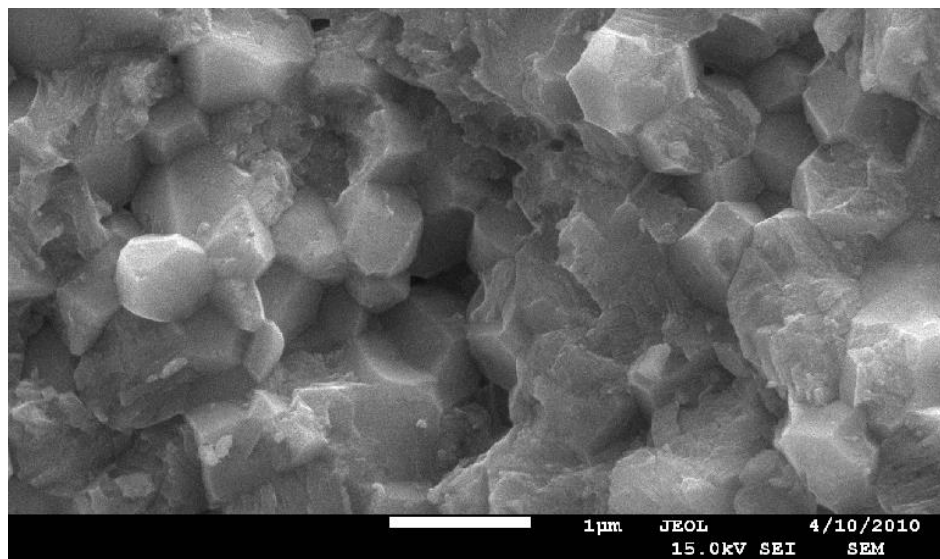


Figura 8: Imagen tomada en SEM de material cerámico a de circonita [23].

⁴ Material cerámico formado por arcillas y sílice.

1.1.7 Silicio como elemento aleante

El silicio es un elemento muy abundante en la corteza terrestre con aspecto gris oscuro azulado, forma parte de los metaloides; es decir, que tiene propiedades intermedias entre metales y no metales, es semiconductor y tiene número atómico 14 [24].

A continuación, se presentan algunas de las propiedades del Si en la Tabla 5.

Tabla 5: Propiedades del Silicio.

Propiedades del Si	
Estado ordinario	Sólido (no magnético)
Densidad	2330 kg/m ³
Punto de fusión	1414°C
Punto de ebullición	2900°C
Estructura cristalina	FCC

El uso más común del silicio es la industria de la construcción donde es utilizado como componente de ladrillos, hormigón y cemento; sin embargo, no es el único. Al ser semiconductor también es muy importante en la industria eléctrica para células solares, pantallas LCD y transistores. Se puede encontrar también en forma de silicatos, por lo tanto, se usa para hacer cerámicas y esmaltes; así como la silicona, un polímero derivado del silicio que se utiliza en aceites y ceras, implantes mamarios, lentes de contacto, explosivos y pirotecnia [24].

No obstante, la mayoría del silicio se utiliza con el fin de producir piezas fundidas con aleaciones de aluminio. Las piezas se producen mediante vaciado en un molde y generalmente forman parte fundamental de la industria automotriz.

2 Capítulo II: Aspectos generales sobre caracterización mecánica en materiales

2.1.1 Elasticidad

Actualmente la elasticidad es estudiada, en términos generales, por la mecánica del medio continuo. Esta rama de la mecánica estudia el comportamiento mecánico de los materiales modelados como continuos en lugar considerarlos como cuerpos formados por partículas discretas. Se divide en el estudio de la mecánica de fluidos y mecánica de sólidos. Utiliza el ente matemático denominado “tensor” el cual es definido como una transformación lineal de un espacio vectorial en el mismo [25] y se representa como sigue:

$$v = Su \quad (1)$$

La teoría de elasticidad por su parte estudia el comportamiento de los materiales de una manera más general que la mecánica de materiales. Dentro de la teoría de elasticidad se definen los esfuerzos y deformaciones de forma separada para posteriormente relacionarlas por medio de ecuaciones constitutivas. En un cuerpo al cual le es aplicado un conjunto de fuerzas en un punto interior de él mismo existen esfuerzos normales y esfuerzos de corte. Únicamente para un corte imaginario sobre el cuerpo se tienen tres esfuerzos (uno normal y dos de corte) los cuales se definen como [26]:

$$\sigma_x = \lim_{\Delta A \rightarrow 0} \frac{\Delta F_x}{\Delta A} = \frac{dF_x}{dA} \quad (2)$$

$$\tau_{xy} = \lim_{\Delta A \rightarrow 0} \frac{\Delta F_y}{\Delta A} = \frac{dF_y}{dA} \quad (3)$$

$$\tau_{xz} = \lim_{\Delta A \rightarrow 0} \frac{\Delta F_z}{\Delta A} = \frac{dF_z}{dA} \quad (4)$$

Donde σ es utilizado para esfuerzos normales y τ para esfuerzos cortantes. Considerando dos cortes más al cuerpo, se tienen todos los esfuerzos posibles en un punto; de tal forma que el tensor de esfuerzos puede escribirse como:

$$[\tau_{ij}] = \begin{bmatrix} \sigma_{xx} & \tau_{xy} & \tau_{xz} \\ \tau_{yx} & \sigma_{yy} & \tau_{yz} \\ \tau_{zx} & \tau_{zy} & \sigma_{zz} \end{bmatrix} \quad (5)$$

Donde los subíndices i y j representan el plano y la dirección en cada caso. Las unidades del esfuerzo en el sistema internacional son pascales Pa (N/m^2) y debido a que son valores altos generalmente se representan en MPa.

Para el caso de la deformación la deformación unitaria está definida como:

$$\varepsilon_o = \frac{L - L_0}{L_0} = \frac{\delta}{L_0} \quad (6)$$

Donde L es la longitud final y L_0 es la longitud inicial. De manera general, las deformaciones en función de los desplazamientos se pueden expresar como sigue:

$$\varepsilon_{ij} = \frac{1}{2}(\nabla u + \nabla u^T) \quad (7)$$

De hecho, para analizar un problema en teoría de elasticidad es necesario considerar 15 ecuaciones en derivadas parciales (3 ecuaciones de equilibrio, 6 relaciones deformación-desplazamiento y 6 relaciones esfuerzo - deformación). Las relaciones esfuerzo - deformación representan la forma general de la ley de Hooke la cual puede escribirse como:

$$\sigma = C\varepsilon \quad (8)$$

Donde σ es el tensor de esfuerzos, C el tensor de constantes elásticas y ε el tensor de deformación. Debido a que el tensor de esfuerzos y el de deformaciones son de rango 2 (9 elementos cada uno) el tensor de constantes elásticas es de rango 4; es decir, matemáticamente tiene 81 términos. Como los tensores de esfuerzo y deformación son simétricos las 81 constantes elásticas se reducen a 36. Finalmente, una reducción más es realizada bajo consideraciones de energía quedando únicamente 21 constantes elásticas. Este último número es el máximo que puede tener un material el cual se va reduciendo de acuerdo a la estructura cristalina que presente el material y a las simetrías presentadas en ella, ver Tabla 6 [27].

Tabla 6: Reducción de constantes elásticas de acuerdo con estructura cristalina y sus simetrías.

Estructura cristalina	Simetría rotacional	Número de constantes elásticas independientes
Triclínica	-	21
Monoclínica	1 rotación en un eje 2	13
Ortorrómica	2 rotaciones de eje 2 perpendiculares	9
Tetragonal	1 rotación de un eje 2	6
Hexagonal	1 rotación de un eje seis	5
Cúbica	4 rotaciones de ejes 3	3
Isotrópica	-	2

Para diseños ingenieriles es considerado el caso isotrópico cuya ley de Hooke es representada como:

$$\varepsilon_x = \frac{1}{E} [\sigma_x - \nu(\sigma_y + \sigma_z)] \quad (9)$$

$$\gamma_{xy} = \frac{\tau_{xy}}{G} \quad (10)$$

$$\varepsilon_y = \frac{1}{E} [\sigma_y - \nu(\sigma_x + \sigma_z)] \quad (11)$$

$$\gamma_{yz} = \frac{\tau_{yz}}{G} \quad (12)$$

$$\varepsilon_z = \frac{1}{E} [\sigma_z - \nu(\sigma_x + \sigma_y)] \quad (13)$$

$$\gamma_{xz} = \frac{\tau_{xz}}{G} \quad (14)$$

Donde E es el módulo de elasticidad, G el módulo de rigidez a corte y ν es el coeficiente de Poisson. Considerando el caso uniaxial $\sigma_y = \sigma_z = 0$; la ecuación 9 queda como:

$$\sigma = E\varepsilon \quad (15)$$

Donde E varía de acuerdo con el tipo de material.

2.1.2 Ensayos para caracterización de materiales

La caracterización de materiales se refiere a la identificación de un material a partir del estudio de sus propiedades físicas, químicas, estructurales, entre otras [28].

Existen para ello distintas técnicas de caracterización, de acuerdo con el interés que despierte dicho material. Una vez conocidas las características del material puede establecerse la naturaleza de este; así como sus posibles aplicaciones [28].

Las pruebas que se realizan para caracterizar se clasifican en dos tipos: ensayos destructivos y no destructivos.

Al momento de trabajar un material se deben conocer sus propiedades mecánicas, y saber que éstas variarán en función de la velocidad de deformación y de la temperatura a la que se encuentre en el cuerpo a ensayar. Los ensayos utilizados para medir las propiedades mecánicas son los ensayos destructivos, que determinan las características mecánicas de los materiales en condiciones de esfuerzo y deformación de las piezas o elementos que estarán sometidos durante su funcionamiento real [29].

Un ensayo destructivo es aquel que deteriora la pieza que inspecciona, pero dependiendo del tipo de ensayo, la pieza experimenta desde una leve marca hasta una deformación permanente o incluso su rotura parcial o total [29].

Dentro de los ensayos destructivos de propiedades mecánicas se pueden diferenciar: los ensayos estáticos, dinámicos y tecnológicos.

Los estáticos tienen una carga estática o progresiva, los dinámicos no tienen carga estática y los tecnológicos se utilizan para comprobar si un material es útil o no para una aplicación en concreto, cuando por medio de pruebas científicas no es posible realizar las comprobaciones [29].

Un ensayo no destructivo es aquel que no altera la forma ni las propiedades de un objeto. No produce ningún tipo de daño en él o el daño es imperceptible. Este tipo de ensayos sirven para estudiar las propiedades físicas, químicas y algunas mecánicas de los materiales [30].

Ensayos de radiografía industrial, de líquidos penetrantes, de ultrasonidos o de partículas magnéticas son algunos de los ensayos no destructivos más comunes.

2.1.3 Ensayos en diferentes arreglos mecánicos

Como se mencionó en la sección anterior en teoría de elasticidad se estudia el comportamiento de los materiales sometidos a diferentes estados de esfuerzos. En especial, se analiza la relación entre las fuerzas aplicadas y las deformaciones resultantes; así como los esfuerzos límite que pueden provocar una falla en el funcionamiento de los componentes [31].

Las características obtenidas a partir de los métodos de ensayo se emplean para desarrollar materiales y diseñar componentes; así como para garantizar calidad. Para caracterizar las propiedades mecánicas de los materiales de la manera más precisa posible, se emplean métodos de ensayo normalizados [31].

Dentro de algunos ensayos normalizados se encuentran los siguientes ASTM B 557-02a: Standard Test Methods of Tension Testing Wrought and Cast Aluminum and Magnesium- Alloy Products [32], ASTM E 8: Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials, ASTM E 290: Ensayo de flexión para la ductilidad de metales [33], además de la ASTM A 1058-12b: Standard Test Methods for MEchanical Testing of Steel Products [34], que incluye tensión, flexión, flexión (tubo), dureza (Brinell, Rockwell) e impacto.

La Tabla 7 muestra los ensayos que se realizan para ciertas propiedades mecánicas.

Tabla 7: Propiedades mecánicas y método de ensayo [31].

Propiedad mecánica	Método de ensayo
Elasticidad, plasticidad	Ensayo de tracción, compresión, flexión y torsión
Comportamiento del material y esfuerzo elástico	
Comportamiento de fluencia	Ensayo de fluencia
Dureza	Brinell, Rockwell, Vickers
Tenacidad	Ensayo de resiliencia
Resistencia a la fatiga, resistencia continua y alterna	Ensayo de Wöhler

Ensayo de tracción

Se considera uno de los ensayos más importantes; en este ensayo, la sección transversal (conocida) de una probeta se somete a una fuerza relativamente pequeña, pero en constante aumento en dirección longitudinal hasta que se produce una fractura.

El diagrama esfuerzo-deformación, Figura 9, muestra el comportamiento, de manera general, de los diferentes materiales y proporciona valores, que son de suma importancia, como el límite elástico, de proporcionalidad y el módulo elástico.

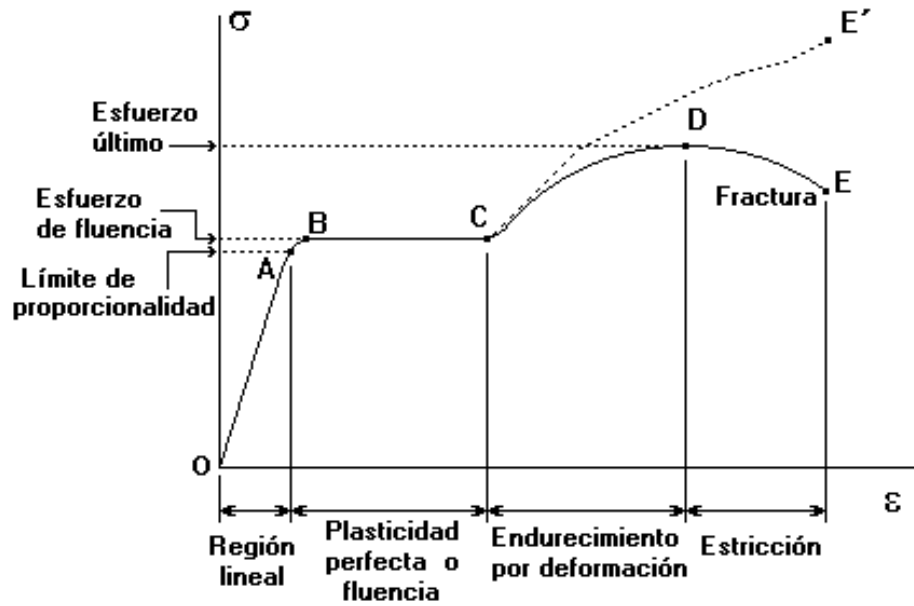


Figura 9: Diagrama esfuerzo-deformación [35].

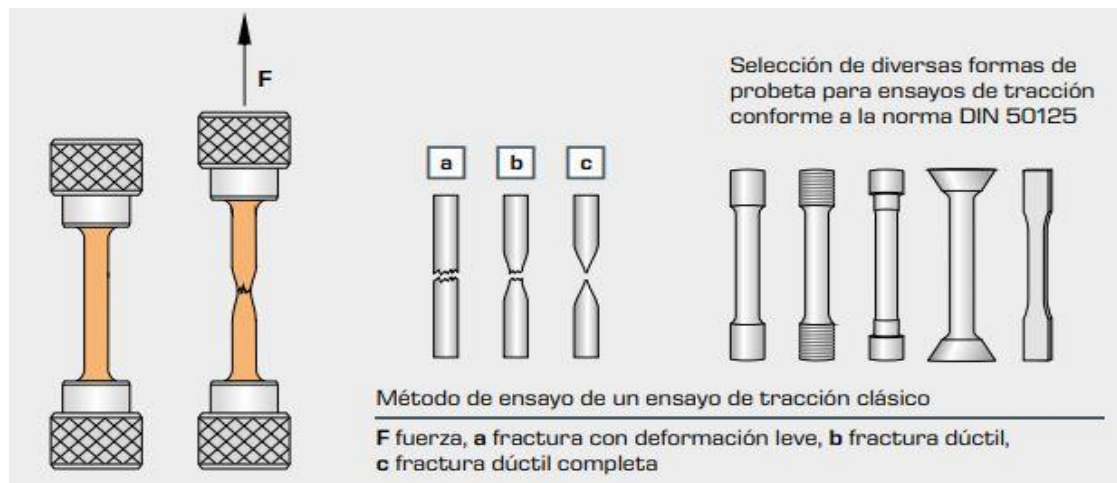


Figura 10: Método de ensayo de una prueba de tracción clásico [31].

El límite elástico, es el esfuerzo máximo que puede sufrir un cuerpo sin que la deformación sea permanente [13].

2.1.4 Obtención de módulo de elasticidad por diferentes métodos

Como se mencionó anteriormente la manera general de obtener el módulo de elasticidad es por medio de los ensayos de tracción, flexión y compresión, no obstante, en los últimos años, se han desarrollado otras metodologías y dispositivos para obtenerlos [36-38], por ejemplo:

1. Por el método de vibraciones: Consiste en captar la señal emitida por un excitador electrodinámico generada por una pequeña carga eléctrica cuando un espécimen es sometido a un esfuerzo mecánico [36].
2. *Own-weight circular ring method* desarrollado por el japonés Atsumi Ohtsuki para facilitar dicha medición. El método consiste en analizar el comportamiento de la deformación basado en la teoría de comportamiento no lineal de ϵ , tanto en el eje X como en el eje Y, que sufre un anillo formado por un cable al que se le aplica la carga de su propio peso [37].

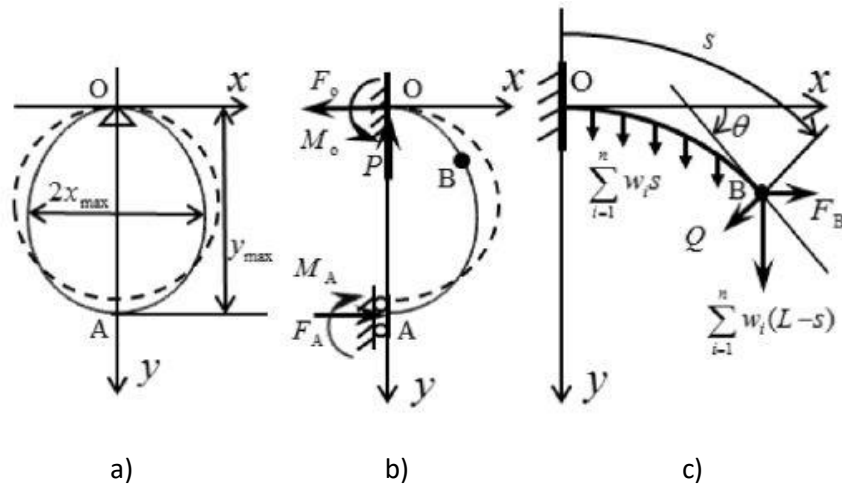


Figura 11: Configuración experimental. a) Configuración esquemática, b) Fuerzas y momentos, c) Región OB [37].

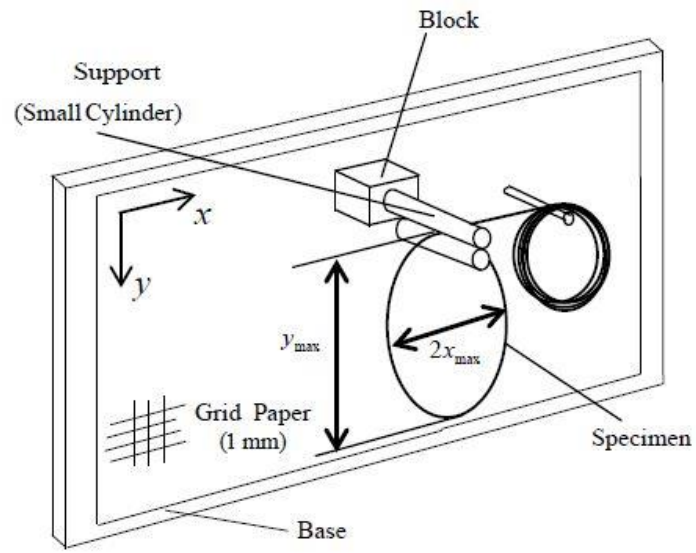


Figura 12: Diagrama del método de anillo [37].

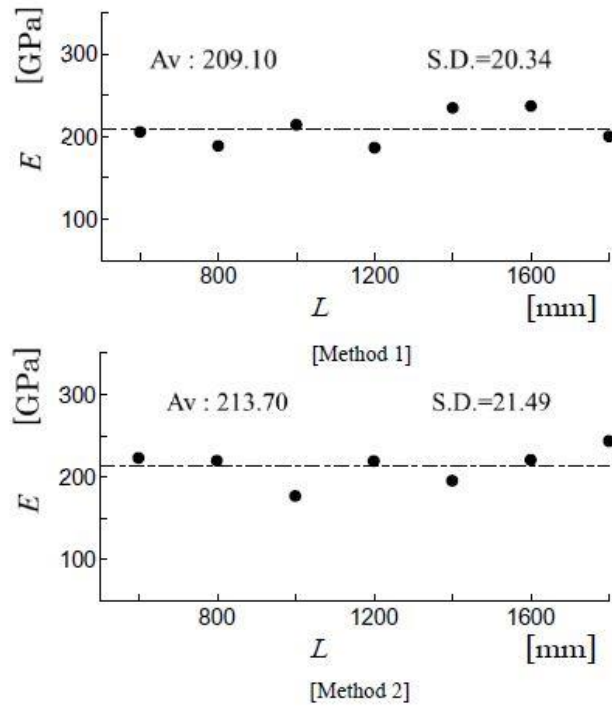


Figura 13: Comparación de dos métodos empleados para medir módulo de Young [37].

3. Método de ultrasonido: que sirve para calcular, a partir de la medición de la velocidad de ondas longitudinales y transversales, módulos como lo son el elástico (E) y el coeficiente de Poisson (ν).

Las ventajas de este último es que se puede aplicar a todo tipo de materiales, incluso materiales porosos, además de ser un ensayo no destructivo.

Los datos principales requeridos son la ρ , la velocidad de propagación longitudinal y la transversal. El principio del método se basa en la medición de la propagación del sonido en el medio que constituye a la probeta con un equipo capaz de captar, generar y emitir diferentes ondas, debido a que hay un cambio en el medio de propagación [38].

Es importante saber que el sonido y el ultrasonido son ondas que comparten la misma naturaleza, pero la frecuencia a la que trabajan es distinta. Los tipos de onda que se captan son longitudinales y transversales.

Cuando las ondas de sonido se propagan desde 16 hasta 20,000 ciclos/seg, las de ultrasonido tienen una frecuencia de más de 20,000 [38].

Es así como un haz sónico de alta frecuencia (125KHz a 20MHz) es introducido en el material con la finalidad de detectar discontinuidades tanto internas como superficiales. El ultrasonido recorre el material, reflejándose en las interfaces. Al captarse, se analiza el tiempo transcurrido desde su emisión hasta la recepción. Si se conoce la distancia, es decir, el espesor de la probeta, se obtiene la velocidad [38]. Existen equipos en los que se puede establecer una velocidad de referencia cuando se conoce el material y a partir de fijar la distancia.

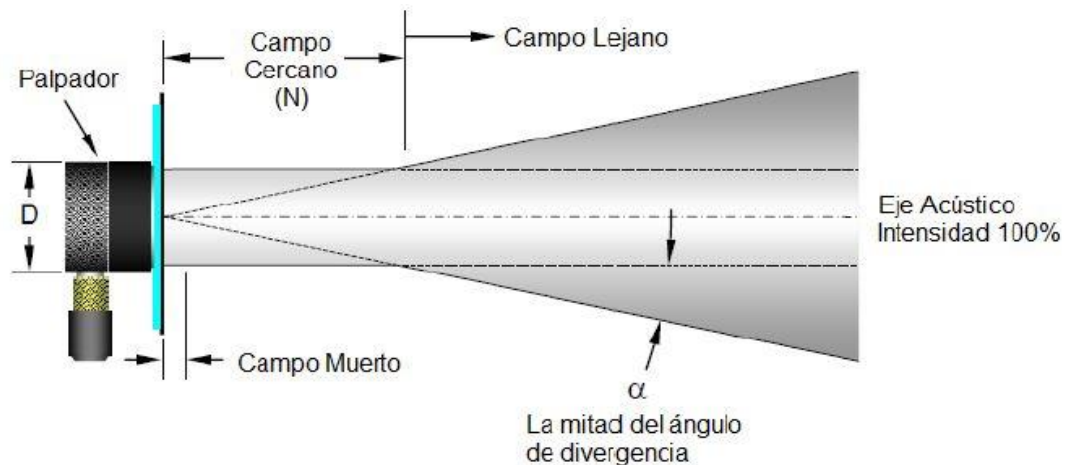


Figura 14: Forma de un haz de ultrasonido [38].

2.1.5 Ensayo de Arquímedes

Este ensayo basado en el principio de Arquímedes tiene dos objetivos: determinar la densidad experimental y el porcentaje de porosidad. El porcentaje de porosidad es un factor importante debido a que las piezas pulvimetalúrgicas presentan una gran cantidad de poros.

La densidad, como se mencionó anteriormente, es una magnitud intensiva, sin embargo, la masa, el peso y el volumen son magnitudes extensivas, es decir, que varían de manera proporcional a la cantidad de materia que constituye a un cuerpo. Se mencionan estas debido a que son las variables en esta prueba.

Al tratar de averiguar si la corona del rey Hierón era de oro puro en el siglo III a.C., Arquímedes ideó este principio [11]:

“Todo cuerpo sumergido dentro de un fluido sufre una fuerza ascendente (o de empuje) cuyo valor es igual al peso del fluido desalojado por el cuerpo.”

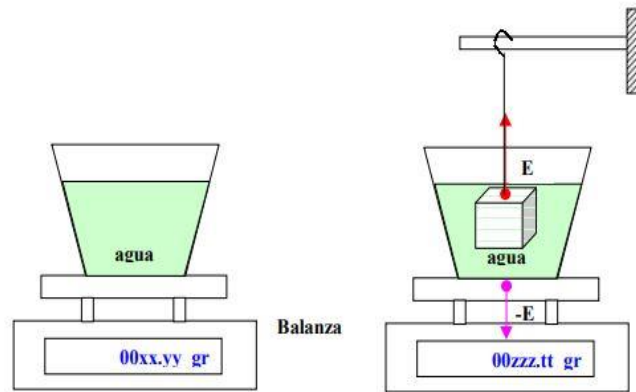


Figura 15: Medición de la densidad de un cuerpo por el método de Arquímedes usando balanza de un solo plato [39].

Aunada al principio de Arquímedes, la tercera ley de Newton ayuda a determinar la densidad de un cuerpo sin la necesidad de conocer su volumen, haciendo aplicable este principio a cuerpos regulares e irregulares.

Al sumergir el cuerpo, este reaccionará sobre el agua con una fuerza igual y opuesta, según la tercera ley de Newton, por lo tanto, este fenómeno se puede describir con la siguiente ecuación:

$$m_E = \frac{E}{g} = V_{cuerpo} * \rho_{agua} = \frac{m_{cuerpo}}{\rho_{cuerpo}} * \rho_{agua} \quad (16)$$

donde E = fuerza de empuje; g = gravedad; V = volumen del cuerpo; ρ = densidad

Por otro lado, la porosidad es la fracción del volumen de una muestra que es ocupada por poro o espacio vacío; no es una medida de fracción de vacío, sino del tamaño del vacío. Dependiendo del medio poroso, la porosidad puede variar de valores cercanos a cero o cercanos a uno [40].

2.1.6 Ensayo de dureza

El ensayo de dureza se define como "una evaluación que permite determinar la resistencia de un material a la deformación permanente mediante la penetración de otro material más duro" [41]. Cuando se extraen conclusiones de un ensayo de dureza, siempre se debe evaluar el valor cuantitativo en relación con:

- La carga aplicada en el penetrador
- Un perfil de tiempo de carga específico y una duración de carga específica
- Una geometría de penetrador específica

La aplicación del ensayo de dureza permite evaluar las propiedades de un material, tales como su fuerza, ductilidad y resistencia al desgaste. También ayuda a determinar si un material o el tratamiento de un material es adecuado para el propósito deseado [41].

Por lo general, un ensayo de dureza consiste en presionar un objeto (penetrador) con unas medidas y una carga concretas sobre la superficie del material a evaluar [41]. La dureza se determina al medir la profundidad de penetración de la punta o bien midiendo el tamaño de la impresión dejada por el penetrador.

- a) Los ensayos de dureza que miden la profundidad de penetración de dicho objeto son: Rockwell, ensayo de penetración instrumentado, y dureza de penetración de bola
- b) Los ensayos de dureza que miden el tamaño de la impresión dejada por el penetrador son: Vickers, Knoop y Brinell

Existen cuatro ensayos de dureza a destacar: Rockwell, Knoop, Brinell y Vickers, cada uno con sus respectivas ventajas y requisitos. Existen diferentes estándares para estos ensayos, que explican los procedimientos y la aplicación del ensayo a detalle.

Para seleccionar un método de ensayo de dureza es importante considerar lo siguiente [41]:

1. El tipo de material que se someterá al ensayo
2. Si es necesario cumplir alguna normativa concreta
3. La dureza aproximada del material
4. La homogeneidad/heterogeneidad del material
5. El tamaño de la pieza
6. Si se necesita embutición
7. La cantidad de muestras que se someterán al ensayo
8. La precisión del resultado

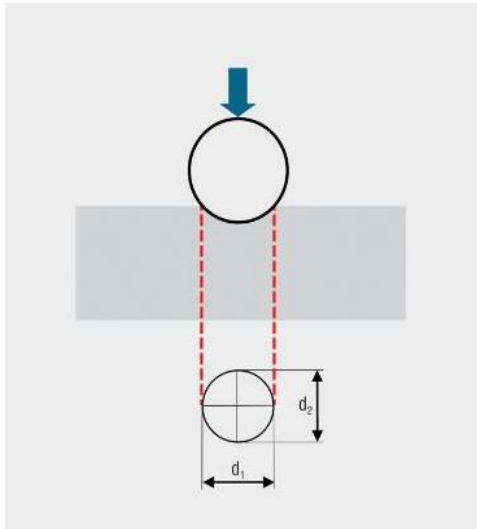


Figura 16: Ensayo de dureza Brinell [42].

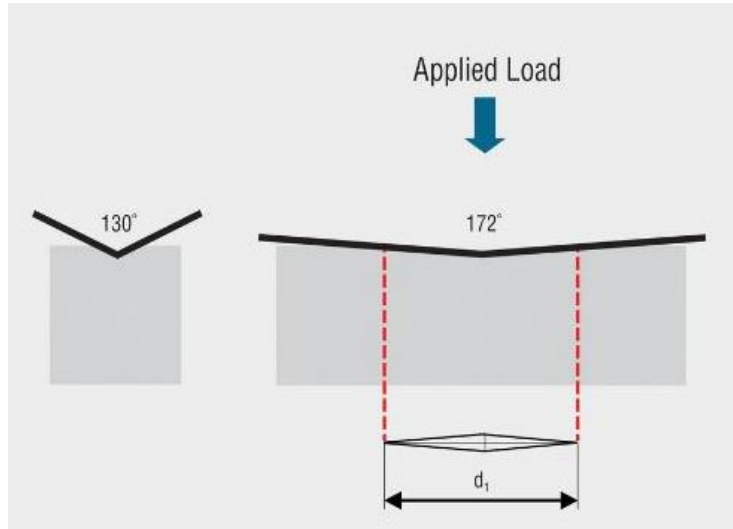


Figura 17: Ensayo de dureza Knoop [42].

A continuación, se describen de manera particular y resumida los ensayos Rockwell y Vickers.

Ensayo Rockwell

Rockwell es un ensayo de dureza rápido desarrollado para el control de producción, que cuenta con una lectura directa de los resultados y se utiliza principalmente con materiales metálicos. La dureza Rockwell (HR) se calcula midiendo la profundidad de la penetración después de haber forzado un penetrador en un material de muestra conforme a una carga concreta [43].

El cálculo del HR consiste en medir la profundidad de una penetración causada por una bola de carburo de diamante o tungsteno [43].

En la Tabla 8 se muestra los tipos de penetradores y las cargas de trabajo.

Tabla 8: Tipos de penetradores y cargas.

Penetradores	Cargas principales [kgf]
Cono de diamante 120°	15, 30, 45,
Bola de 1/16", 1/8", 1/4", 1/2"	60, 100 o 150

El resultado son 30 escalas Rockwell diferentes. Cada una de ellas caracterizada por una combinación diferente de tipo de penetrador y carga principal, y cada una adecuada para una aplicación o un material específico (p. ej.: HRA, HRB, HR30N) [43].

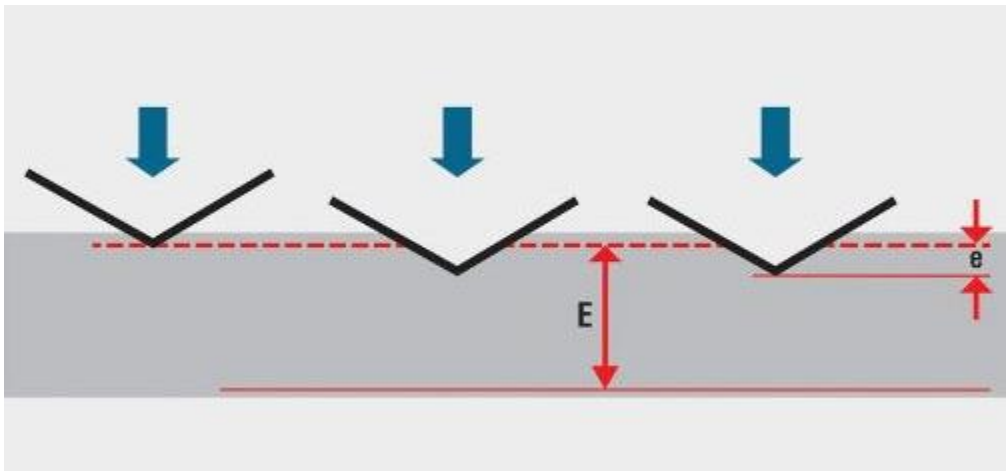


Figura 18: Ensayo de dureza Rockwell [42].

Los resultados se obtienen automáticamente en la carátula del durómetro, que es la máquina en la que se realiza el ensayo. El valor de la dureza se lee directamente sin necesidad de cálculos, en un indicador de caratula con dos graduaciones: una escala con números negros (con 100 divisiones) para las mediciones con punta de diamante y otra escala con números rojos (con 130 divisiones) para las mediciones realizadas con bolas [27], [29].

Ensayo Vickers

El ensayo de dureza Vickers es un método versátil, utilizado para macro y micro ensayos de dureza. Abarca un amplio rango de carga, y es idóneo para múltiples aplicaciones y materiales. A menudo se considera más sencillo de utilizar que otros ensayos de dureza. El proceso se puede realizar en un ensayo de microdureza o dureza universal; los cálculos requeridos son independientes del tamaño del penetrador, y el mismo penetrador (de diamante piramidal) se puede utilizar en todos los materiales, sin importar su dureza [27], [41].

La dureza Vickers (HV) se calcula midiendo ópticamente las longitudes diagonales de la impresión dejada por el penetrador. Las mediciones se convierten en HV mediante una tabla o fórmula [41].

Tabla 9: Cargas según las normas ISO y ASTM para ensayo Vickers [41].

Standard	Load Range	
ISO 6507	10gf - ≤ 100kgf	(0.0981 – 9.807N)
ASTM E384	1gf - ≤ 1kgf	(0.0098 - ≤ 9.807N)
	>1kgf - ≤ 120kgf	(>9.807 - ≤ 1176.800N)

El equipo consiste en una máquina que soporta la probeta y permite un contacto gradual y suave entre ésta y el penetrador, bajo una carga predeterminada (más ligera que la utilizada en el ensayo Brinell) y que se aplica durante un periodo de tiempo dado. Sus cargas van de 5 a 125 kilopondios (de cinco en cinco) [29].

El diseño de la máquina debe ser tal que no tenga balanceos o movimientos laterales de la probeta o del penetrador, mientras se aplica o retira la carga, se utiliza un microscopio de medición que generalmente va montado en la máquina. El penetrador es aplicado perpendicularmente a la superficie cuya dureza se desea medir, bajo la acción de una carga **P**. Ésta carga es mantenida durante un cierto tiempo, después del cual es retirada y medida la diagonal **d** de la impresión que quedó sobre la superficie de la muestra [29].

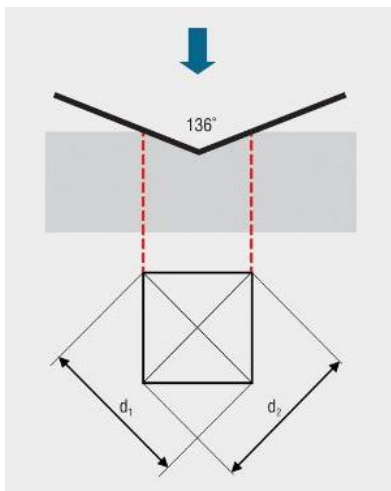


Figura 19: Ensayo de dureza Vickers [42].

Con este valor y utilizando tablas apropiadas se puede obtener la dureza Vickers, que es caracterizada por HV y definida como la relación entre la carga aplicada y el área de la superficie lateral de la impresión. La huella vista desde arriba es un cuadrado y se calcula partiendo de la fuerza en Newton N y de la diagonal en mm² de la huella de la pirámide según la fórmula (17):

$$HV = 1.854 \frac{P}{d^2} \left(\frac{Kg}{mm^2} \right) \quad (17)$$

Donde:

P: carga aplicada en N; d: diagonal media de la huella en mm

La diagonal **d** es el valor medio de las diagonales de las huellas d_1 y d_2 (18):

$$d = \frac{d_2 + d_1}{2} \quad (18)$$

Este tipo de ensayo es recomendado para durezas superiores a 500 HB (en caso de ser inferior, se suele usar el ensayo de dureza Brinell). Este procedimiento es apropiado para aceros nitrurados y cementados en su capa externa, piezas de paredes delgadas de acero, metales no féreos, materiales templados o muy endurecidos, piezas delgadas con espesores mínimos hasta de 0,2 mm y puede usarse en superficies no planas [15].

La notación de la dureza Vickers es XXX HV YY; donde XXX es el número de dureza, HV da la escala de dureza y, por último, YY indica que la carga utilizada en kg.

2.1.7 Técnicas de observación para muestras metalográficas

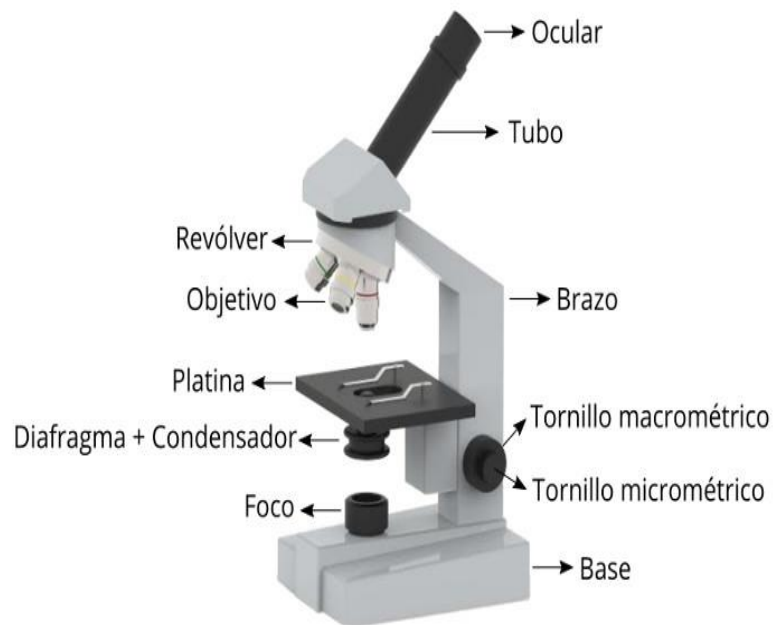


Figura 20: Partes del microscopio óptico [48].

El uso de las lentes data del año 750 a.C.; las civilizaciones, egipcia, griega y babilónica, también conocieron sus propiedades; sin embargo, fue hasta el siglo XIII cuando, en Italia, se empezaron a fabricar las primeras lentes para ser utilizadas como gafas. A partir de esta época, la mejora de la fabricación dio paso a la invención de instrumentos como el telescopio y el microscopio [44].

El microscopio es un instrumento que marcó un antes y un después desde su invención en la historia de la ciencia, ya que permite observar objetos que no son perceptibles a simple vista [44]. Son tres los aspectos que se deben considerar: la magnificación, el contraste; así como la resolución [45]. Enfocándose en estos, la tecnología microscópica ha evolucionado y se dividen en dos tipos: ópticos y electrónicos.

El microscopio óptico fue el que inauguró la era de la microscopía en el Siglo XVII con un funcionamiento muy básico: un juego de lentes y una fuente de luz para aumentar la imagen de la muestra.

Conformado por dos sistemas, uno óptico y uno mecánico, sigue siendo de mucha utilidad en la actualidad. El sistema óptico incluye un conjunto de lentes, un foco que emite rayos de luz dirigidos hacia la muestra, que a su vez atraviesan un condensador que los concentra en el punto de observación. La cantidad de luz se regula con un diafragma y finalmente, el ocular se encarga de ampliar la imagen que proviene del objetivo y es así como llega al ojo humano. Por otro lado, el sistema mecánico proporciona el soporte estructural a todo el sistema óptico por medio de una base y un brazo que los conecta. La probeta en observación se coloca sobre la platina, la pieza horizontal, que se posiciona con los tornillos macrométrico y micrométrico permitiendo un enfoque adecuado [44].

El principio de funcionamiento se basa en la propiedad de algunos materiales de cambiar la dirección de los rayos de luz; es decir, hacer converger o divergir los rayos por medio de lentes. La combinación de estas lentes genera una imagen aumentada [44].

Existe el microscopio compuesto denominado así porque utiliza dos o más lentes; el monocular, aquel que cuenta con un solo ocular; el binocular, que como su nombre lo dice, tiene dos oculares; el microscopio trinocular con dos oculares y uno adicional en el que se puede conectar una cámara para capturar imágenes; el digital, que tiene una cámara en lugar de oculares permitiendo la captura digital de imágenes. Estos microscopios tienen algo en común: su funcionamiento.

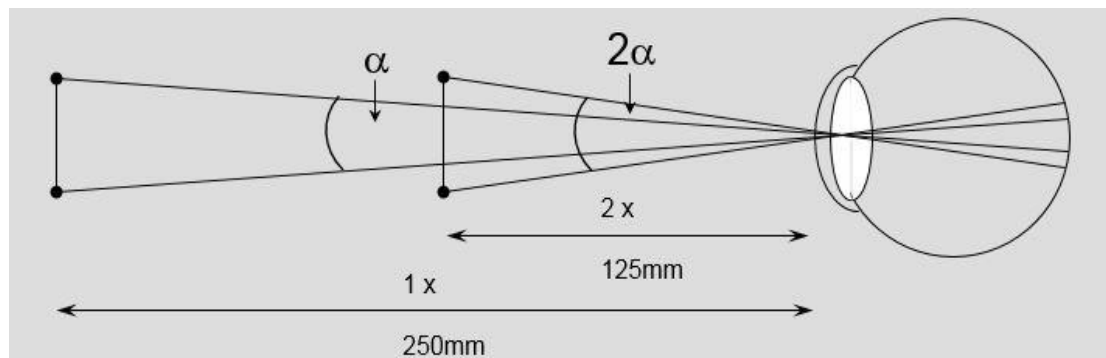


Figura 21: Principio de magnificación [45].

No obstante, la manipulación del haz de luz no es la única técnica. Actualmente en el campo de investigación científica incluyen el microscopio electrónico, que utiliza un haz de electrones para generar la imagen de la muestra [46], [47].

Un microscopio electrónico de barrido está compuesto por:

- i. Un emisor de electrones
- ii. Una columna
- iii. Lentes electromagnéticos

Donde el emisor genera un haz de electrones incidentes con una aceleración entre 200V-30 keV (electronvoltio) que viajan a través de la columna en vacío, traspasando cada lente y un sistema de deflexión⁵, que permite conducir el haz y realizar un barrido superficial sobre la muestra [46], [47].



Figura 22: Microscopio electrónico, UPV.

Después de esta interacción, se producen diferentes señales:

- a) Electrones secundarios
- b) Electrones retrodispersados
- c) Rayos X

que son capturadas por distintos detectores con la finalidad de obtener información acerca de la composición química superficial y morfología [46], [47].

⁵ Cambio de dirección que sufre un haz de electrones o partículas cargadas a causa de un campo magnético [49].

Lo que proporcionan las señales obtenidas por este tipo de microscopios son:

- a) SE (electrones secundarios): información sobre la morfología
- b) BSE (electrones retrodispersados): genera imágenes de la composición química con diferente brillantez
- c) EDS (espectrometría de energía dispersa de rayos X): detecta los rayos X representativos de los elementos químicos presentes, es decir, un análisis cuantitativo de la composición química detectada

Los materiales analizados bajo esta técnica pueden ser nanoestructurados, aleaciones metálicas, polímeros, minerales, fibras, películas delgadas, biomateriales e incluso algunos con alto contenido de humedad.

Su campo de aplicación tan amplio se debe a que es una técnica de caracterización superficial no destructiva; así como la rapidez con que se obtienen las micrografías. Abarca la Biología, Geociencias, Materiales, Ciencias ambientales y Medicina.



Figura 23: Probeta en observación, UPV.

3 Capítulo III: Método experimental

El desarrollo del proyecto se explicará en este capítulo. Se describirá cómo se obtuvieron las probetas, su proceso de caracterización por medio de distintos ensayos; así como la preparación metalográfica que se realizó para observarlas bajo diferentes técnicas.

El desarrollo experimental del presente estudio consta de dos fases:

- Fase 1: obtención y preparación de probetas
- Fase 2: caracterización mecánica de probetas

3.1.1 Obtención de probetas por medio de Pulvimetalurgia

Extracción de polvos

La fabricación de las probetas comenzó con la selección de los porcentajes de cada una de las aleaciones. Estos porcentajes fueron elegidos a partir del diagrama de equilibrio correspondiente a la Figura 1.b).

El contenido de Silicio corresponde a los porcentajes 0.35%, 0.70% y 2%, así, una vez establecidos, se realizaron los cálculos correspondientes para saber cuánta masa se requería para fabricar seis probetas de cada aleación.

Dentro del laboratorio de Pulvimetalurgia de la Universidad Politécnica de Valencia (UPV) se realizó la mezcla de polvos. Este procedimiento se llevó a cabo dentro de la caja de guantes, Figura 24, que cuenta con atmósfera controlada de Argón para evitar la oxidación de los materiales.

Posteriormente se realizó el proceso de extracción siguiente:

1. Se tomó polvo de Ti CP, masándolo y colocándolo en cuatro botes marcados, cada uno con el porcentaje de Silicio correspondiente.
2. Se tomó polvo de Si, masándolo y colocándolo en los botes dependiendo del porcentaje requerido.
3. Se colocaron dentro de los botes tres bolas de acero al cromo para evitar que los polvos se aglomeren y, a su vez, la mezcla fuera mejor.
4. Los botes marcados se cerraron para realizar la extracción. El tubo de extracción de la cámara debe estar cerrado para que no haya fugas de Argón o se contamine la cámara.
5. Se extrajeron los polvos.

Después de la extracción, los botes se depositaron dentro de la *turbula Bioengineering* para hacer el mezclado durante 20 minutos.

Al finalizar se llevó a cabo la compactación.



Figura 24: Caja de guantes, UPV.



Figura 25: Polvo de titanio.



Figura 26: Turbula Bioengineering, UPV.

3.1.2 Compactación en frío uniaxial y sinterizado por horno de vacío

La compactación se realizó con meticulosidad, para obtener el material sólido y se llevó a cabo con la Prensa hidráulica INSTRON 1343. con una presión de 600 MPa.

El procedimiento que se llevó a cabo es el siguiente:

1. Se masaron los polvos una vez más, pero sólo para una probeta.
2. Se llenó el molde de la prensa, se lubricó con estearato de Zinc (polvo) para evitar que los polvos se adhieran a las paredes y se colocó en posición.
3. Se activó el programa preestablecido en la computadora.
4. Se realizó la compactación automática.
5. Al término de la compactación, se tomó el molde y se extrajo la probeta.
6. Se masó una vez más para conocer la masa real de la probeta.
7. Se dimensionó la probeta.
8. Se enumeró la probeta.



Figura 27: Prensa hidráulica INSTRON 1343.

Debido a que se utilizó un molde estándar para realizar la compactación de los polvos, las dimensiones esperadas para las probetas fueron las mostradas en la Tabla 10.

Tabla 10: Dimensiones de probetas.

Dimensiones de probetas para aleaciones TiSi		
Largo (mm)	Ancho (mm)	Espesor (mm)
30	12	5

Este procedimiento se repitió para cada aleación, es decir, hasta obtener seis probetas por cada porcentaje. Para identificarlas se enumeraron, empezando con el 1118 hasta el 1135. Este número se colocó en ambos extremos de las probetas para evitar confusión y errores, Figura 28.



Figura 28: Probetas obtenidas después de compactación.

Posteriormente se sometieron a un tratamiento térmico con la finalidad de mejorar la compactación.

La difusión provoca la soldadura de las partículas, es decir, un mecanismo de difusión en estado sólido, pues la temperatura del sinterizado no alcanza la temperatura de fusión.

El sinterizado se programó en el *horno Carbolite de alto vacío modelo HVT 15/75/450* a una temperatura de 1250°C durante 3 horas y con éste, la fase 1 ha concluido.

3.1.3 Ensayos no destructivos

Con los ensayos no destructivos comienza la fase 2: la caracterización del material.

3.1.3.1 Ensayo de Arquímedes

Se realizó esta prueba con la finalidad de determinar la densidad experimental y compararla con la densidad teórica, así como obtener el porcentaje de porosidad de las probetas, ya que al ser fabricadas por medio de Pulvimetalurgia este porcentaje es elevado.

La prueba consistió en:

1. Masar las probetas en seco después del sinterizado.
2. Colocar con pinzas en un vaso de precipitados con agua destilada dentro de una cámara de vacío las probetas con la finalidad de llenar los huecos y considerarlas como un cuerpo sólido.
3. Extraer una probeta, colocarla sobre el dispositivo previamente ensamblado. El ensamble permite medir la masa
4. Tomar la probeta con las pinzas nuevamente, sumergirla en un vaso con agua y jabón para romper la tensión superficial y quitar el exceso con un paño húmedo.
5. Masar la probeta para obtener la masa saturada.

Al terminar las mediciones, los datos se capturaron en una hoja de cálculo de Excel para determinar la densidad experimental y la porosidad; así como el porcentaje de poro abierto y cerrado.



Figura 29: Ensamble para prueba de Arquímedes, UPV.

3.1.3.2 Ensayo de ultrasonido

El ensayo de ultrasonido se realizó después de la prueba de Arquímedes. Para facilitar la medición, las probetas se lijaron un poco sólo para quitar las irregularidades que podrían presentar en la superficie después del sinterizado.

El equipo de ultrasonido está compuesto por un Digital-ECHOGRAPH con el cual se miden las ondas y podemos conocer la velocidad, dos palpadores para cada una de las ondas y un acoplador especial para mejorar la adherencia entre la muestra y el palpador.



Figura 30: Ecógrafo y melasa para prueba de ultrasonido.

El procedimiento del ensayo de ultrasonido realizado fue el siguiente:

1. Medir el espesor de la probeta, esto con la finalidad de tener un parámetro con el cuál comenzar las mediciones.
2. Multiplicar el valor del espesor por 2, 3 incluso 4, con el objetivo de obtener una distancia de referencia entre los picos para tener un rango más amplio y reducir errores.
3. Tomar una probeta y con el palpador buscar una zona que arroje un patrón que coincida con las distancias previamente establecidas, es decir, que en la pantalla aparezcan dos, tres o cuatro picos dependiendo del factor por el que se multiplicó el espesor.

Una vez ejecutado el procedimiento, el equipo arrojó de manera automática el valor de la velocidad de la onda longitudinal o transversal. Con estos datos se llenó una hoja de cálculo con el cual se determinó el módulo de Young y el coeficiente de Poisson.



Figura 31: Prueba de ultrasonido probeta TiSi.

3.1.3.3 Ensayo de dureza Rockwell

Como propiedad mecánica, la dureza juega un papel importante dependiendo de la aplicación que tendrá el material. En este caso, la aleación propuesta tendría una aplicación biomédica y por ello se busca que las propiedades mecánicas del material y del huésped sean compatibles, es decir, que su valor tienda a ser semejante.

La medición de la dureza de las aleaciones de TiSi se realizó en el laboratorio de Metalografía de la UPV, donde se encuentra el durómetro.

El durómetro cuenta con dos tipos de puntas; la redonda y la triangular. En este caso se utilizó la punta redonda HR15T con diámetro de $1/16''$. Los datos que arroja la máquina son en la escala Rockwell, por ello, después se convierten a Vickers por medio de una hoja de cálculo.



Figura 32: Prueba de dureza.

La prueba se realizó de la siguiente manera:

1. Se observó la probeta y colocó en la plataforma de manera convexa para que la medición fuera mejor.
2. Se seleccionó un punto de la probeta para realizar la medición. Esta selección fue, de izquierda a derecha, esquina inferior, centro y esquina superior.
3. Se acercó la punta hasta hacer contacto con la probeta.
4. Se hizo una marca de prueba para conocer la escala que se utilizaría.
5. Una vez conocida la escala, seleccionar la carga adecuada tanto para el material como para la punta.
6. Se cargó y accionó la máquina.
7. Se aplicó la carga durante 10 segundos y se retiró.
8. Alejar la punta.
9. Se posicionó nuevamente la probeta.

Así, sucesivamente, con cada una de las probetas.

Los ensayos no destructivos terminaron con la prueba de dureza para continuar con el ensayo de flexión.

3.1.4 Ensayo de flexión a tres puntos

El ensayo de flexión realizado consiste en aplicar una carga puntual hasta llegar a la fractura sobre una muestra soportada en dos puntos.

Para poder realizar este ensayo se prepararon las muestras de la siguiente manera:

1. Se etiquetaron cada una de las probetas; uno de los laterales se pintó con barniz negro y sobre de él un punto blanco en el centro.
2. Se midió el espesor y el ancho de cada probeta para posteriormente introducirlos en el software del equipo.

El equipo utilizado para la realización del ensayo fue *Shimadzu AG-Xplus SC (short-column type)*, Figura 33, el cual cuenta con un software previamente programado para probetas de pulvimetalurgia.

Cuando todas las muestras se prepararon, la prueba comenzó.

1. Se utilizó el software llamado "Sinterizado_flexión_3_puntos".
2. Se colocó la probeta dentro del equipo y se calibró la cámara haciendo coincidir el punto naranja de la pantalla con el punto blanco que se pintó anteriormente sobre la probeta.
3. Al presionar el botón "MANUAL" del control, se ajustó el cabezal aproximándolo a la muestra.

4. Se introdujeron los datos de la probeta (código, ancho y espesor). La altura asignada fue de 25 mm.
5. Se activó el programa, que realizó automáticamente la prueba.

Se guardaron los datos obtenidos con el programa en una carpeta con el título de TiSi_flexión. Este software arroja dos documentos, un PDF y un EXCEL, en los que se registraron los datos de esfuerzo último, la carga a la que cedió el material, entre otros, que permiten la comparación de los valores de Ti CP 3 y la aleación de TiSi.

Al tratarse de un ensayo destructivo, al final se obtuvieron probetas fracturadas y con ello comenzó la preparación metalográfica.



Figura 33: Equipo de flexión Shimadzu AG-Xplus SC (short-column type).



Figura 34: Probetas para flexión.



Figura 35: Realización de prueba de flexión.

3.1.5 Metalografía

Como se mencionó con anterioridad, en esta etapa se realizaron los siguientes pasos para la preparación metalográfica: corte, encapsulado, desbaste y pulido.

Después de la fractura, se tienen dos trozos por probeta; sin embargo, no se utilizaron todas para el estudio. Se seleccionó una probeta por cada aleación considerando la media del valor del esfuerzo máximo, dato obtenido por medio del ensayo previo. De la aleación con 0.35% de Si fue la probeta 1119, la 1128 con 0.70% y de 2% la 1130.

I Corte de muestras

El trozo más grande de la probeta se guardó para ser encapsulada después y observar el área de fractura; el pedazo más pequeño se cortó con distintos espesores para observarlos, tanto en el microscopio óptico como en el electrónico.



Figura 36: Cortadora de precisión STUERS.

Los cortes requeridos fueron:

- A partir de la fractura -> 1.5 mm
- SEM -> 1-1.5 mm
- EBSD -> 1-1.5 mm
- TEM -> 150-200 μ

Dichos cortes se realizaron en la cortadora de precisión STRUERS Accutom-5, Figura 36, con un disco de corte con espesor de 500 μ . Conocer el espesor del disco es indispensable, pues se debe de considerar al programar la máquina. En este caso, la velocidad de corte y el paso se programaron a partir de los datos del disco.



Figura 37: Probeta montada para corte.

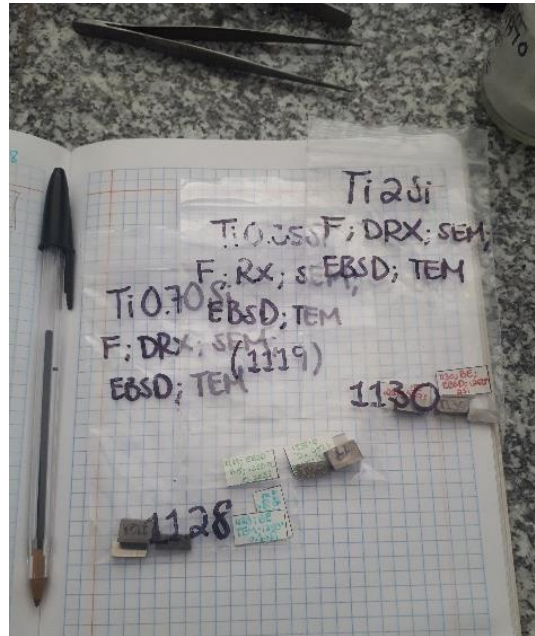


Figura 38: Muestras cortadas y clasificadas por % de Si.

II Encapsulado

Existen diferentes maneras de realizar el encapsulado, pues éste depende del tipo de resina. En este caso se utilizaron dos resinas termoplásticas; la resina TransOptic- compression mounting compound, que como dice su nombre es transparente y permite ver a través de la pastilla, para las muestras de DRX y SEM, y una resina negra con carbono para las de EBSD.



Figura 39: Embutidora Struers, Lab. de metalografía.



Figura 40: Probeta en embutidora.

Se realizó en la embudidora STRUERS LaboPress-3, Figura 39, donde, dentro del tubo, se colocó una etiqueta con los datos de las probetas tanto de DRX y SEM como para EBSD, encima de ésta la muestra, se vertió la resina en polvo y se accionó la máquina. Es un proceso caliente-frío y el ciclo dura 14 minutos. Finalmente se obtuvieron 9 muestras encapsuladas, tres por cada aleación.

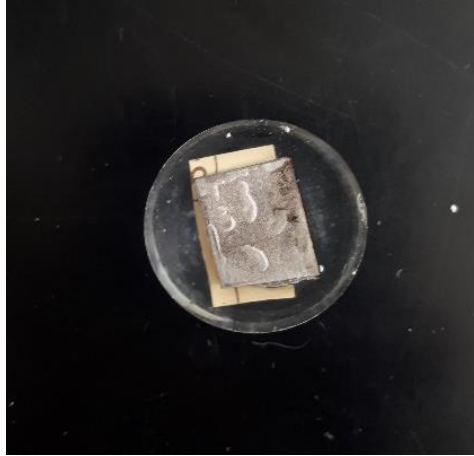


Figura 41: Pastilla transparente.



Figura 42: Encapsulado con resina conductora.

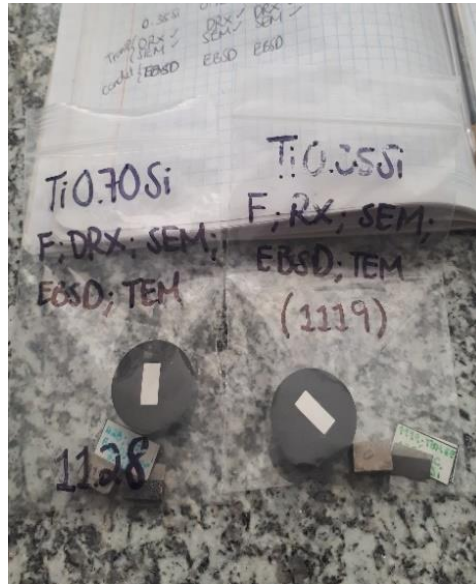


Figura 43: Pastillas de resina conductora.

III Desbaste y pulido

Para el desbaste se utilizaron 3 lijas comenzando con la 220, después la 500, para terminar con la 1000. Durante el proceso se utilizó la máquina Stuers Lavopol-5, una pulidora de preparación manual para garantizar la homogeneidad.

Las actividades realizadas para el desbaste fueron:

1. Colocar la lija de 220, accionar la máquina de disco y esperar que se humedezca por completo.
2. Tomar con tres dedos la primera probeta, acercarla a la lija y ejercer presión.
3. Poner una marca de referencia para saber dónde comenzó el desbaste.
4. Mover la probeta radialmente para mejorar el desbaste.
5. Observar las líneas que se generan por el desbaste, tratando que todas tengan la misma dirección.
6. Girar 90° en sentido horario la muestra hasta completar 360°.
7. Cambiar la lija por el siguiente número y repetir los pasos 3 al 6.
8. Tomar la última lija y repetir el procedimiento.
9. Retirar la probeta y apagar la máquina.

Observar el desbaste es importante para evitar que se presenten líneas en distintas direcciones. Si el desbaste es adecuado se puede pulir para conseguir un acabado espejo, pero si no lo es se debe repetir el proceso, al menos, con la última lija.



Figura 44: Máquina de discos y lijas para desbaste.

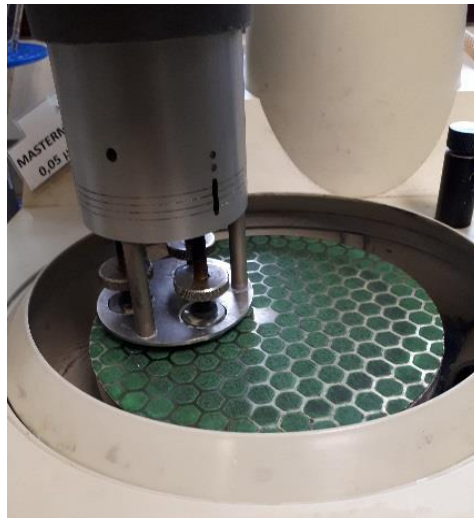


Figura 45: Pulido grueso, probetas en cabezal.

Las muestras se limpiaron antes de pulirlas eliminando cualquier residuo posible que pudiera rayar el desbaste. Primero se pasaron debajo del chorro de agua sin tocarlas, después se tomó una botella con pipeta y se enjuagaron utilizando agua destilada, seguido de alcohol, evaporando posteriormente el excedente con ayuda de una secadora.



Figura 46: Limpieza de probetas.

Se realizó un pulido grueso sobre un paño MD largo con un abrasivo de diamante de 9μ en la pulidora LaboForce, que tiene tres cabezales donde se colocan las muestras, es decir, que es un pulido semiautomático. Este se deja en funcionamiento durante 6 minutos con 120rpm y aproximadamente cada dos segundos se agrega un lubricante base aceite con diamante.

Cuando el proceso de pulido grueso terminó, se observaron algunas muestras en el microscopio óptico y se tomaron imágenes. Sin embargo, para que la observación en SEM sea adecuada se lleva a cabo después de un ataque químico; éste se hizo con la sustancia Kroll sumergiendo la muestra durante 2-3 segundos; la limpieza es similar a la que se realiza después del desbaste; agua destilada, alcohol y finalmente evaporar el exceso con la secadora.

Por otro lado, las probetas que se observarían con la técnica de EBSD tuvieron un proceso de pulido adicional; se vertió abrasivo coloide OPS no hidratado sobre un paño y durante tres horas se dejaron en la pulidora vibratoria Buehler Vibromet eliminando bordes o deformaciones a causa de la preparación.

Observación

La primera parte de observación se llevó a cabo en el laboratorio de microscopía óptica (MO).

Se utilizó un microscopio Nikon sobre el cual se colocó la muestra en un punto medio de la base, se enfocó adecuadamente, se desplazó el joystick conectado a la computadora para generar un rectángulo; de manera horizontal y vertical. De cada aleación, se observó sólo la probeta con la etiqueta de SEM, se tomaron imágenes a diferentes escalas de las zonas que presentaban información relevante, como lo es la concentración de granos o poros. Se realizaron dos rondas, una después del desbaste para asegurar que la preparación fue adecuada y la segunda una vez que se sometieron al ataque químico, con la finalidad de esclarecer los granos y sus límites.

Como se menciona anteriormente, las probetas preparadas para EBSD se pulieron una vez más antes de introducirlas en el microscopio electrónico. Después del pulido con la máquina vibratoria, las muestras se identificaron con una marca y sobre una base especial se acomodaron para la observación. Esta se realizó a lo ancho de la probeta, se consideró un punto medio y se marcaron algunas zonas para realizar el análisis de composición; así como la determinación del tamaño de grano por medio de EBSD, además de su caracterización microestructural con microscopía electrónica de barrido y difracción de rayos X.

4 Capítulo IV: Resultados y conclusiones

En este capítulo se presentarán los resultados recopilados durante el proyecto: las dimensiones finales de las probetas (TiSi y Ti CP) y cómo cambiaron debido al sinterizado, las lecturas de las pruebas de caracterización mecánica, es decir, los valores de la porosidad, la variación del volumen final a causa de la contracción, el módulo elástico y de dureza, asimismo, se expondrán las imágenes capturadas por medio de *MO*, también se mostrarán los análisis adquiridos con las técnicas de microscopía electrónica de barrido.

4.1 Resultados

Se fabricaron por la técnica de pulvimetalurgia un total de 24 probetas:

- 6 muestras de Ti-0.35Si
- 6 muestras de Ti-0.70Si
- 6 muestras de Ti-2Si
- 6 muestras de Ti CP

Los polvos fueron compactados con una presión de 600 MPa. Posteriormente, se midieron los sólidos en verde para conocer los valores reales del largo, el ancho, además del espesor. Después se sinterizaron durante 3 horas a una temperatura de 1250°C, al finalizar, nuevamente se dimensionaron para realizar una comparación entre los datos antes y después de este tratamiento térmico.

La caracterización de las probetas comenzó con la prueba de Arquímedes, de la cual se obtuvieron las masas en seco, saturada y sumergida, para calcular la densidad; así como el porcentaje de porosidad.

Los resultados del ensayo de dureza Rockwell, realizado para las 18 probetas de la aleación TiSi, se convirtieron a escala Vickers para comparar los valores con el Ti CP.

También, se realizó el ensayo de ultrasonido, con la finalidad de conocer las velocidades de las ondas longitudinales y transversales para calcular tanto el módulo elástico como la razón de Poisson. Una vez finalizado, se adecuaron las muestras junto con el equipo para llevar a cabo la prueba de flexión a tres puntos, obteniendo valores como esfuerzo máximo, carga máxima o el porcentaje de deformación.

Al llegar a la fractura en la prueba de tensión, se consiguieron dos piezas por probeta; de estas se tomó una, que fue cortada para llevar a cabo la preparación metalográfica.

El proceso de preparación se realizó para 9 probetas con el objetivo de observar los encapsulados de resina transparente antes y después del ataque químico con Kroll en el microscopio óptico. Por otro lado, los de resina conductora fueron analizados bajo la técnica de electrónica de barrido.

4.1.1 Compactación

Como se mencionó en el método experimental, el proceso de llenado del molde para la compactación se realizó con precaución para evitar pérdida de material y como consecuencia, cambios tanto en el tamaño como en la masa de las muestras. En la 12 se muestran los valores finales obtenidos por cada muestra para la aleación Ti-0.35, Ti-0.70, Ti-2, respectivamente. Como puede observarse, de manera general, las variaciones en todos los casos son mínimas.

Las muestras 1134 y 1135 se resaltan debido a que, por un error en el programa de la prensa, la compactación se realizó con una carga más alta provocando un cambio más notorio en el espesor final respecto al esperado.

Tabla 11: Dimensiones de probetas Ti CP después de compactación.

Ident. Muestra	Aleación	Masa antes compactación (g)	Masa después compactación (g)	Dimensiones después compactación		
				Largo (mm)	Ancho (mm)	Espesor (mm)
1136	Ti CP	7.301	7.173	30.205	12.225	5.44
1137		7.306	7.262	30.235	12.26	5.615
1138		7.304	7.265	30.21	12.245	5.57
1139		7.302	7.217	30.22	12.23	5.46
1140		7.301	7.191	30.175	12.265	5.505
1141		7.306	7.129	30.175	12.19	5.37

Tabla 12: Dimensiones de probetas aleación TiSi después de compactación.

Ident. Muestra	Aleación	Masa antes compactación (g)	Masa después compactación (g)	Dimensiones después compactación		
				Largo (mm)	Ancho (mm)	Espesor (mm)
1118	Ti-0.35Si	7.272	7.144	30.235	12.25	5.385
1119		7.276	7.108	30.225	12.245	5.39
1120		7.280	7.188	30.24	12.255	5.47
1121		7.279	7.224	30.235	12.275	5.505
1122		7.278	7.195	30.235	12.265	5.515
1123		7.276	7.228	30.235	12.26	5.495
1124	Ti-0.70Si	7.258	7.162	30.27	12.275	5.46
1125		7.255	7.179	30.23	12.265	5.405
1126		7.254	7.153	30.245	12.255	5.475
1127		7.254	7.125	30.27	12.275	5.47
1128		7.255	7.165	30.25	12.265	5.445
1129		7.256	7.16	30.26	12.25	5.505
1130	Ti-2Si	7.167	7.04	30.275	12.27	5.475
1131		7.167	7.08	30.3	12.27	5.525
1132		7.167	7.06	30.28	12.28	5.41
1133		7.167	7.086	30.245	12.26	5.455
1134		7.168	7.08	30.245	12.355	4.85
1135		7.167	7.05	30.335	12.335	4.885

4.1.2 Arquímedes

Las notas referentes a la prueba de Arquímedes, donde se encuentran el volumen, la densidad y porosidad en verde, es decir, antes del sinterizado, se compilaron por aleación en la Tabla 13, así como la 14 muestra los valores de Ti CP.

Tabla 13: Volumen, densidad y porosidad en verde de aleaciones TiSi.

Ident. Muestra	Aleación	Volumen en verde (cm ³)	Densidad en verde (g/cm ³)	Densidad en verde (g/cm ³) promedio	Densidad en verde (%)	Porosidad en verde (%)	Porosidad en verde (%) promedio
1118	Ti-0.35Si	1.994	3.582	3.549	79.736	20.264	20.955
1119		1.995	3.563		79.319	20.681	
1120		2.027	3.546		78.935	21.065	
1121		2.043	3.536		78.71	21.29	
1122		2.045	3.518		78.316	21.684	
1123		2.037	3.549		79.253	20.747	
1124	Ti-0.70Si	2.029	3.53	3.533	78.845	21.155	20.775
1125		2.004	3.582		80.007	19.993	
1126		2.029	3.525		78.724	21.276	
1127		2.032	3.506		78.294	21.706	
1128		2.02	3.547		80.168	19.832	
1129		2.041	3.509		79.31	20.69	
1130	Ti-2Si	2.034	3.461	3.48	78.242	21.758	21.334
1131		2.054	3.447		77.91	22.09	
1132		2.012	3.51		79.329	20.671	
1133		2.023	3.503		79.184	20.816	
1134		1.812	3.907	3.882	88.302	11.698	12.259
1135		1.828	3.857		87.18	12.82	

Tabla 14: Volumen, densidad y porosidad en verde de Ti CP.

Ident. Muestra	Aleación	Volumen en verde (cm ³)	Densidad en verde (g/cm ³)	Porosidad en verde (%)	Porosidad en verde (%) promedio	Densidad en verde (g/cm ³) promedio	Densidad en verde (%)
1136	Ti CP	2.009	3.571	20.771	21.230	3.550	79.229
1137		2.081	3.489	22.586			77.414
1138		2.060	3.526	21.768			78.232
1139		2.018	3.576	20.648			79.352
1140		2.037	3.530	21.688			78.312
1141		1.975	3.609	19.922			80.078

4.1.3 Contracción

En las Tabla 15 y 16, se muestran las dimensiones de las probetas después del sinterizado junto con la contracción, que se calculó, tomando en consideración la variación (Δ) del largo, el espesor y el volumen como se indica a continuación. La ecuación 19 se utilizó para ello.

$$= (C\# - G\#) / C\# * 100 \quad (19)$$

donde C# es la dimensión (mm) después de compactación

G# es la dimensión (mm) después del sinterizado

Tabla 15: Dimensiones después de sinterizado y contracción de Ti CP.

Muestra	Aleación	Dimensiones después sinterizado			Volumen después sinterizado (cm ³)	Contracción							
		Largo (mm)	Ancho (mm)	Espesor (mm)		Δ largo %	Promedio	Δ ancho %	Promedio	Δ espesor %	Promedio	Δ volumen %	Promedio
1136	Ti CP	28.04	11.24	5.023	1.583	7.17	7.45	8.06	8.15	7.67	6.45	21.19	20.47
1137		27.915	11.325	5.265	1.664	7.67		7.63		6.23		20.03	
1138		27.92	11.235	5.213	1.635	7.58		8.25		6.41		20.64	
1139		27.925	11.19	5.133	1.604	7.59		8.5		5.99		20.52	
1140		27.94	11.23	5.12	1.606	7.41		8.44		6.99		21.15	
1141		27.975	11.215	5.08	1.594	7.29		8		5.4		19.31	

Tabla 16: Dimensiones después de sinterizado y contracción de aleaciones TiSi.

Muestra	Aleación	Dimensiones después sinterizado			Volumen después sinterizado (cm ³)	Contracción							
		Largo (mm)	Ancho (mm)	Espesor (mm)		Δ largo %	Promedio	Δ ancho %	Promedio	Δ espesor %	Promedio	Δ volumen %	Promedio
1118	Ti-0.35Si	27.92	11.27	4.965	1.562	7.66	7.81	8	8.59	7.8	6.89	21.67	21.54
1119		27.86	11.175	4.99	1.554	7.82		8.74		7.42		22.12	
1120		27.815	11.25	5.2	1.627	8.02		8.2		4.94		19.73	
1121		27.87	11.165	5.21	1.621	7.82		9.04		5.36		20.65	
1122		27.89	11.175	5.08	1.583	7.76		8.89		7.89		22.58	
1123		27.875	11.195	5.06	1.579	7.81		8.69		7.92		22.48	
1124	Ti-0.7Si	27.945	11.225	5.045	1.583	7.68	7.92	8.55	8.81	7.6	8.07	21.99	22.81
1125		27.91	11.215	5	1.565	7.67		8.56		7.49		21.9	
1126		27.87	11.155	5.04	1.567	7.85		8.98		7.95		22.79	
1127		27.82	11.12	5.03	1.556	8.09		9.41		8.04		23.44	
1128		27.835	11.205	5.01	1.563	7.98		8.64		7.99		22.65	
1129		27.76	11.18	4.99	1.549	8.26		8.73		9.36		24.11	
1130	Ti-2Si	27.755	11.185	4.99	1.549	8.32	8.31	8.84	8.96	8.86	8.85	23.83	23.91
1131		27.685	11.125	5	1.54	8.63		9.33		9.5		25.03	
1132		27.9	11.205	4.95	1.547	7.86		8.75		8.5		23.07	
1133		27.695	11.165	4.99	1.543	8.43		8.93		8.52		23.72	
1134		29.305	11.85	4.53	1.573	3.11	3.15	4.09	3.93	6.6	7.14	13.2	13.6
1135		29.365	11.87	4.51	1.572	3.2		3.77		7.68		14	

4.1.4 Ultrasonido

Cálculo del módulo elástico y relación de Poisson

El módulo elástico se determinó por medio del ensayo de ultrasonido. Las lecturas del ecógrafo se recopilaron en un documento de Excel, con el cual se calcularon el módulo elástico, la razón de Poisson y sus promedios, Tabla 17 y Tabla 18, por medio de las ecuaciones 20 y 21, respectivamente.

$$= (I_x * (G_x * G_x) * ((3 * F_x * F_x) - (4 * G_x * G_x))) / ((F_x * F_x) - (G_x * G_x)) \quad (20)$$

Donde: $I = \rho(\text{kg}/\text{m}^3)$,

F= velocidad longitudinal, G=velocidad transversal

$$= (F_x^2 - (2 * G_x^2)) / (2 * (F_x^2 - G_x^2)) \quad (21)$$

Donde F= vel. Longitudinal, G= vel. Transversal

Se calcularon los valores de las muestras 1134 y 1135 de manera independiente.

Tabla 17: Lecturas de ultrasonido, cálculo de módulo elástico, razón de Poisson y promedios de Ti CP.

Muestra	Aleación	e (mm)	2e	3e	V _L (m/s)	V _T (m/s)	E (Gpa)	E _{prom} (Gpa)	v	v _{prom}
1136	Ti CP	5.02	10.05	15.07	5882	3071	108.494	110.779	0.313	0.312
1137		5.27	10.53	15.8	6015	3174	116.138		0.307	
1138		5.21	10.43	15.64	5912	3107	111.42		0.309	
1139		5.13	10.27	15.4	5889	3073	109.228		0.313	
1140		5.12	10.24	15.36	5894	3092	110.226		0.31	
1141		5.08	10.16	15.24	5933	3067	109.171		0.318	

Tabla 18: Lecturas de ultrasonido, cálculo de módulo elástico, razón de Poisson y promedios de aleación TiSi.

Muestra	Aleación	e (mm)	2e	3e	V _L (m/s)	V _T (m/s)	E (Gpa)	E _{prom} (Gpa)	V	V _{prom}
1118	Ti-0.35Si	4.97	9.94	14.91	5950	3021	108.231	106.113	0.326	0.336
1119		4.99	9.98	14.97	5957	3104	113.01		0.314	
1120		5.2	10.4	15.6	6042	2801	95.4		0.363	
1121		5.21	10.42	15.63	6143	3040	110.515		0.338	
1122		5.08	10.16	15.24	5990	3074	111.139		0.321	
1123		5.06	10.12	15.18	5983	2849	98.387		0.353	
1124	Ti-0.70Si	5.05	10.1	15.15	6028	3102	113.66	112.705	0.32	0.318
1125		5	10	15	5972	3140	116.127		0.309	
1126		5.04	10.08	15.12	6016	3170	117.982		0.308	
1127		5.03	10.06	15.09	5975	3106	113.176		0.315	
1128		5.01	10.02	15.03	5969	2872	99.486		0.349	
1129		4.99	9.98	14.97	5973	3144	115.799		0.308	
1130	Ti-2Si	4.99	9.98	14.97	6124	3172	119.085	118.848	0.317	0.314
1131		5	10	15	6093	3173	118.646		0.314	
1132		4.95	9.9	14.85	6078	3185	118.946		0.311	
1133		4.99	9.98	14.97	6093	3175	118.716		0.314	
1134		4.53	9.06	13.59	6123	3091	113.87	113.825	0.329	0.331
1135		4.51	9.02	13.53	6166	3088	113.78		0.333	

4.1.5 Dureza

A continuación, se muestran los datos recabados durante el ensayo de dureza, así como el cálculo de los promedios por aleación. Cabe mencionar que son las lecturas arrojadas por el durómetro, es decir, se encuentran en escala Rockwell, Tabla 19. Posteriormente, se convirtieron a escala Vickers, Tabla 20, con la ecuación 10 en una hoja de cálculo de Excel para comparar los valores contra los del Ti CP.

$$= 0.000006 * C\#^4 - 0.00006 * C\#^3 - 0.003 * C\#^2 + 0.708 * C\# + 83.35; \quad (22)$$

donde C#= es el valor que se convertirá

Tabla 19: Dureza Rockwell R15T de aleación TiSi.

N.º	Aleación	H1	H2	H3	H prom probeta	H prom
1118	Ti-0.35Si	93.5	93	93.2	93.2	92.9
1119		92	92.8	90.5	91.8	
1120		92.5	92.1	94.2	92.9	
1121		93.1	94.2	94.5	93.9	
1122		91.8	92.1	94	92.6	
1123		92.5	92.8	93.2	92.8	
1124	Ti-0.70Si	91.8	90.3	94	92	92.6
1125		90.8	92.3	92.5	91.9	
1126		92	92.9	94.1	93	
1127		92.4	94.1	94.1	93.5	
1128		92.3	91.7	91.2	91.7	
1129		94.1	92.2	94.1	93.5	
1130	Ti-2Si	92.1	90.7	91	91.3	92.1
1131		91.2	92.2	91.2	91.5	
1132		92.1	92.1	89.9	91.4	
1133		93.1	93.1	94.5	93.6	
1134		91.5	91.5	92.2	91.7	
1135		93.1	93	93.5	93.2	

Tabla 20: Dureza Vickers de aleación TiSi.

N.º	Aleación	H1	H2	H3	H prom probeta	H prom
1118	Ti-0.35Si	532.8	523.8	527.4	528	522.1
1119		506.2	520.2	480.9	502.4	
1120		514.9	507.9	545.7	522.9	
1121		525.6	545.7	551.3	540.9	
1122		502.8	507.9	542	517.6	
1123		514.9	520.2	527.4	520.9	
1124	Ti-0.70Si	502.8	477.6	542	507.4	517.2
1125		485.8	511.4	514.9	504.1	
1126		506.2	522	543.9	524	
1127		513.2	543.9	543.9	533.6	
1128		511.4	501	492.5	501.7	
1129		543.9	509.7	543.9	532.5	
1130	Ti-2Si	507.9	484.2	489.2	493.8	508.5
1131		492.5	509.7	492.5	498.3	
1132		507.9	507.9	471.1	495.7	
1133		525.6	525.6	551.3	534.2	
1134		497.6	497.6	509.7	501.6	
1135		525.6	523.8	532.8	527.4	

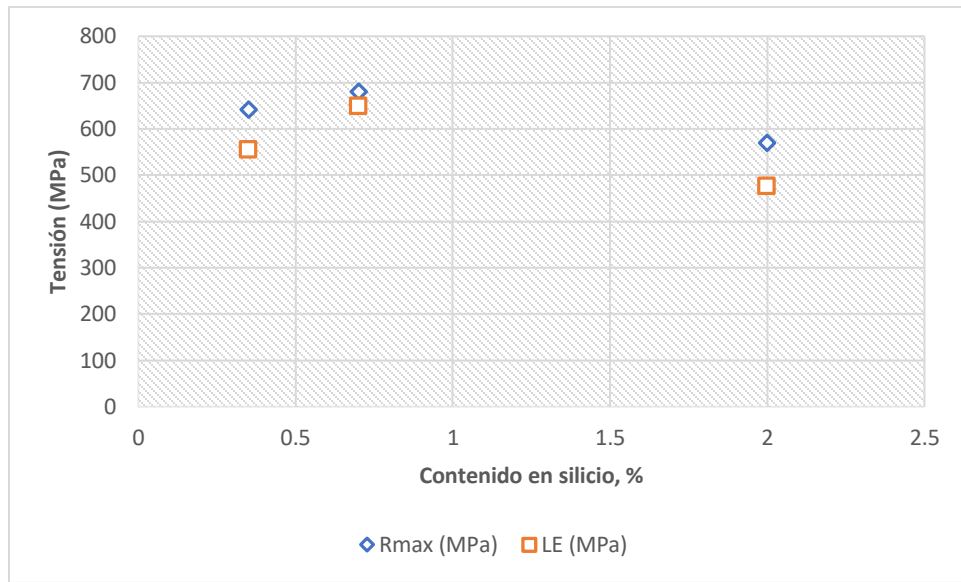
4.1.6 Flexión

Los resultados de la prueba de flexión de cada aleación se encuentran en la Tabla 21.

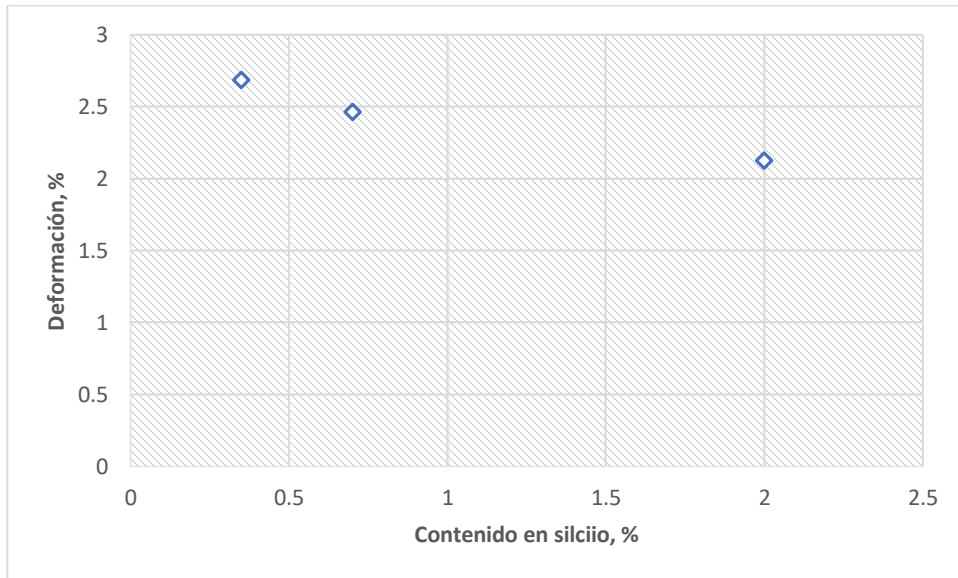
Tabla 21: Flexión a tres puntos de aleación TiSi.

Muestra	% Si	LE (MPa)	Rmax (MPa)	Despl. (mm)	Def. (%)
1118	0.35	568.824	574.055	0.572	2.726
1119		317.667	634.836	0.54	2.587
1120		567.97	606.226	0.519	2.592
1121		616.397	683.7	0.568	2.843
1122		703.326	714.049	0.551	2.69
Promedio		554.836	642.573	0.55	2.687
1124	0.7	560.413	630.193	0.48	2.325
1125		686.984	717.743	0.531	2.549
1126		719.011	730.21	0.533	2.582
1127		584.704	627.282	0.495	2.39
1128		693.088	697.138	0.511	2.46
Promedio		648.84	680.513	0.51	2.461
1130	2	419.075	563.857	0.44	2.108
1131		-	607.09	0.473	2.272
1132		-	640.025	0.51	2.425
1133		466.043	493.01	0.435	2.084
1134		543.088	548.184	0.4	1.741
Promedio		476.068	570.433	0.451	2.126

Las gráficas 1 y 2 muestran el comportamiento obtenido en flexión.



Gráfica 1: Tensión contra contenido de silicio.



Gráfica 2: % de deformación contra contenido de silicio.

4.1.7 Microscopía óptica y electrónica de barrido

En la Tabla 22, se observan las imágenes de cada aleación antes y después de un ataque químico.

Se realizó la caracterización microestructural de los sinterizados por microscopía electrónica de barrido y difracción de rayos X, obteniendo la diferencia en la distribución de fases, tamaño y forma de granos.

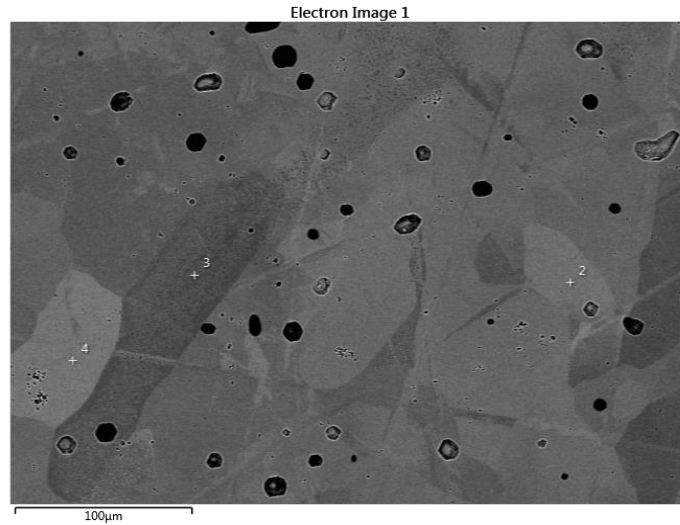


Figura 47: Imagen de microscopía electrónica de barrido.

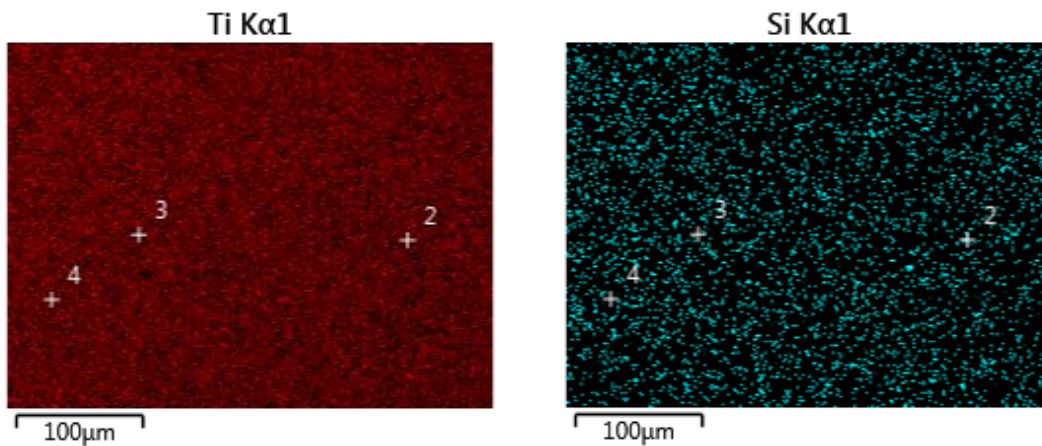
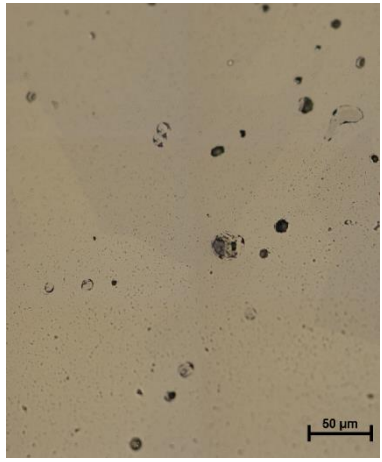
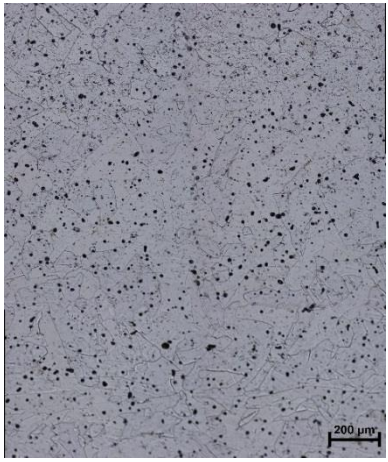

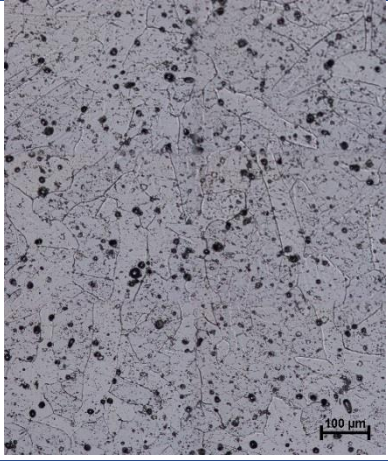
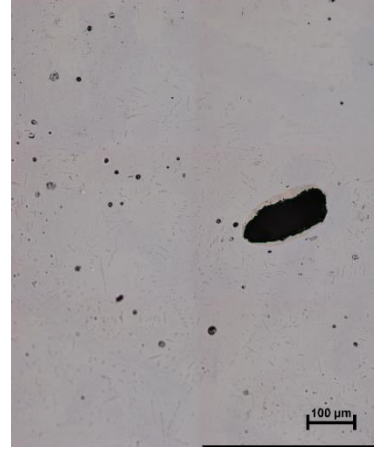



Figura 48: Distribución de titanio, fase α .

Figura 49: Distribución de silicio, fase α .

Tabla 22: Imágenes de MO de las tres aleaciones.

Microscopía óptica		
Muestra	Desbaste	Ataque químico
Ti-0.35Si		
Ti - 0.70Si		
Ti -2Si		

4.2 Análisis de resultados

Es evidente, al analizar la 16, que el porcentaje de contracción de las probetas 1134 y 1135 es mayor, debido a la compactación con carga más elevada que experimentaron.

Con la prueba de Arquímedes, los datos analizados reflejan que las aleaciones tienen una sinterabilidad semejante al Ti CP grado 3 (utilizado como referencia), Tabla 23. A pesar de presentar una porosidad en verde inferior al valor referente en cerca de 10 unidades, la contracción en volumen final es superior consiguiendo una densidad relativa en los sinterizados ligeramente superior a la del Ti CP, alcanzando valores del 99.5%.

Tabla 23: Porosidad en verde, contracción y densidad de los sinterizados de TiSi y Ti CP.

Aleación	Si (%)	Porosidad en verde (%) promedio	Contracción en volumen (%)	Densidad relativa sinterizado (%)
Ti CP	0	29.42 ± 0.87	25.78 ± 0.72	97.44 ± 0.19
Ti-0.35Si	0.35	20.96 ± 0.50	21.54 ± 1.13	98.39 ± 0.21
Ti-0.70Si	0.70	20.78 ± 0.74	22.81 ± 0.85	98.73 ± 0.23
Ti-2Si	2	21.33 ± 0.70	23.91 ± 0.81	99.43 ± 0.32

Después de la recopilación de los resultados promedio de las pruebas de ultrasonido y dureza para la caracterización mecánica, es posible decir que el módulo elástico y el límite de elasticidad son similares al de Ti CP, aunque la resistencia máxima resulta muy inferior, así como la deformación a rotura. Es notable el incremento en la dureza, pero resulta independiente del contenido final de silicio.

Tabla 24: Características mecánicas de las aleaciones Ti-Si y Ti CP.

Aleación	HV	E (GPa)	LE (MPa)	Rmax (MPa)	Def. (%)
Ti CP	357 ± 7	111 ± 3	650 ± 178	1308 ± 109	15.51 ± 4.15
Ti-0.35Si	522 ± 18	106 ± 7	555 ± 146	643 ± 57	2.69 ± 0.11
Ti-0.70Si	515 ± 22	113 ± 7	649 ± 71	681 ± 48	2.46 ± 0.11
Ti-2Si	508 ± 20	119 ± 1	476 ± 63	570 ± 56	2.13 ± 0.26

Finalmente, se analizaron los datos de *MO* y electrónica de barrido. Al observar las imágenes de microscopía óptica, Tabla 22, se aprecia que posterior a la interacción con el ácido, la muestra con 2% de silicio permite ver la formación de estructura laminar, Figura 50.

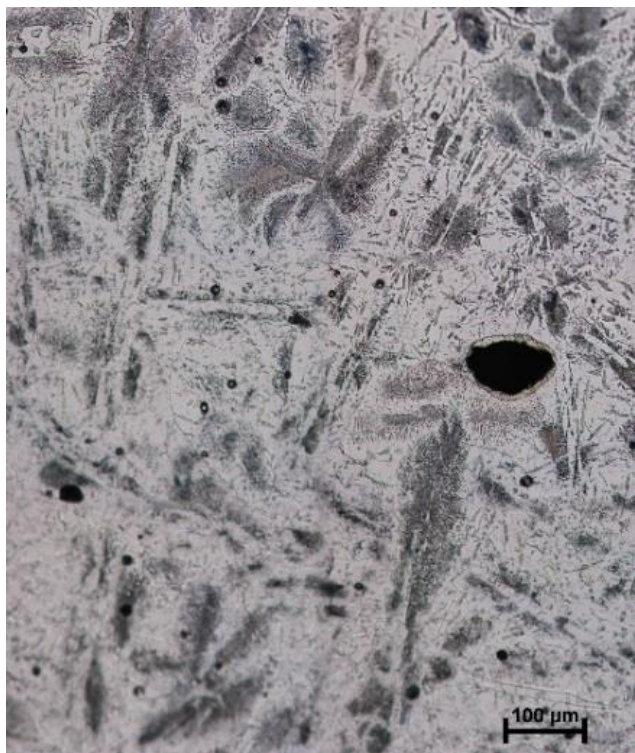


Figura 50: Estructura laminar aleación Ti-2Si.

Además, en la Figura 51, se muestra la porosidad capturada en *MO*; las imágenes de electrones retrodispersados donde se observa la formación de agujas de color más oscuro correspondientes al intermetálico, así como la forma, tamaño y distribución del Ti_5Si_3 en la imagen de distribución de fases (de color azul).

En los análisis de electrónica de barrido, se confirma que las aleaciones tienen fase α , asimismo, la aparición del intermetálico Ti_5Si_3 , Tabla 25, en las aleaciones con 0.70% y 2% de contenido de silicio. También se pudo medir el tamaño de grano de estas.

Tabla 25: Formación de intermetálico y tamaño de grano.

Aleación	Intermetálico (%)	Grano (μm)
Ti CP	/	
Ti-0.35Si	/	
Ti-0.70Si	0.01	56.69
Ti-2Si	3.00	25.96

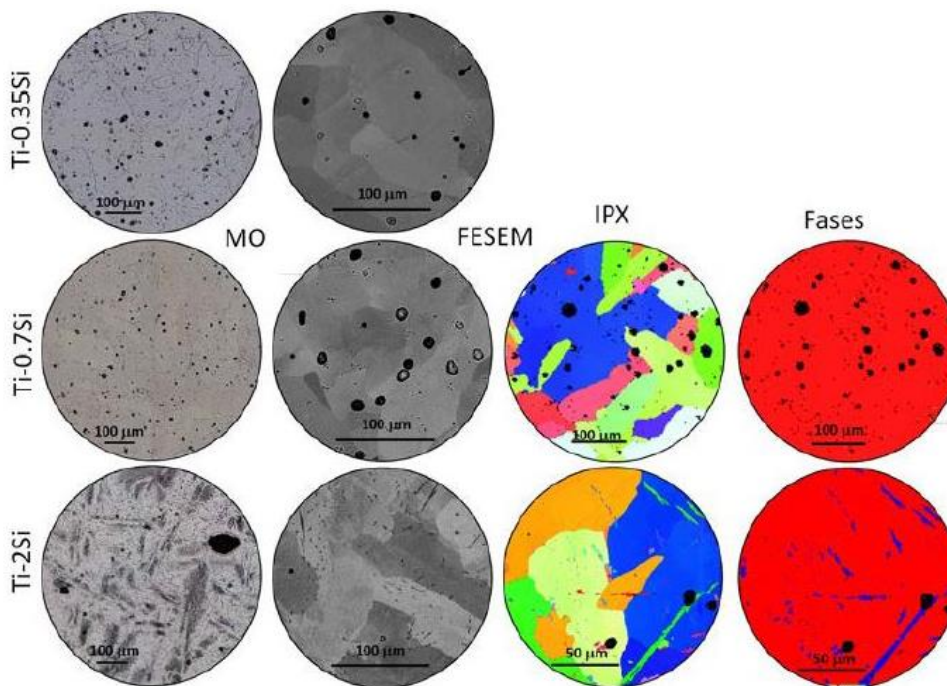


Figura 51: Microestructura de las aleaciones TiSi, obtenidas por microscopía óptica, electrónica de barrido, imagen de polos inversa y distribución de fases.

4.3 Conclusiones

La variación en las dimensiones es resultado de la contracción después de llevar a cabo el sinterizado; sin embargo, resalta más en las probetas 1134 y 1135 por la compactación con mayor carga.

Al comparar los resultados obtenidos en el proceso de caracterización mecánica de las aleaciones TiSi con los valores del Ti CP grado 3, material empleado como referencia, es evidente que, si el contenido de silicio es menor al 1%, no se presentan diferencias apreciables tanto en la densificación, el tamaño de grano o la fase en la que se encuentran.

A diferencia de las propiedades elásticas, que resultan semejantes, las plásticas se ven fuertemente disminuidas; la dureza presenta un incremento evidente del 44%, posiblemente por la formación del intermetálico. Sin embargo, la aleación Ti2Si, la cual presenta el mayor porcentaje, no tiene un aumento en la dureza, sino una disminución en su límite de elasticidad y su resistencia máxima, pero sobre todo en su deformación a rotura en ensayos de flexión. Al presentar un aumento en la dureza tan significativo, no es posible darle una aplicación biomédica, ya que este valor no es compatible con la propiedad del hueso.

Las aleaciones muestran microestructura completamente α , con formación del intermetálico Ti_5Si_3 en el 2% de silicio. Además, el grano disminuye con el incremento del contenido de silicio debido a la formación de Ti_5Si_3 .

5 Bibliografía

- [1] S. Kalpakjian y S. R. Schmid, *Manufactura, Ingeniería y Tecnología*, México: Pearson, 2014.
- [2] M. P. Groover, *Materiales en ingeniería: metales*, Cd. de México: McGraw-Hill, 2007, p. 1022.
- [3] J. Bodega Magro, *El compuesto intermetálico ZrCr₂: influencia de los efectos y microestructura en las transformaciones de fase (Tesis)*, Madrid: Universidad Autónoma de Madrid, UAM Biblioteca, 2011.
- [4] F. N. García Castillo, J. Cortés Pérez, D. Aldama, J. A. Souza Jiménez y A. Reyes Solís, «Implementación de un sistema de calidad para la evaluación de la eficiencia mecánica de piezas forjadas de latón y acero al carbón,» *memorias del XXIII congreso de la SOMIÑM*, pp. 73-79, 2018.
- [5] J. L. Murray, «Binary alloy phase diagrams,» Ohio, Metals Park, ASM, 1987.
- [6] F.N. García-Castillo, J. Cortés-Pérez, V. Amigó, F.M. Sánchez-Arévalo y G.A. Lara-Rodríguez, «Development of a stress-induced martensitic transformation criterion for a Cu–Al–Be polycrystalline shape memory alloy undergoing uniaxial tension,» *Acta Materialia*, vol. 97, nº 15, pp. 131-145, 2015.
- [7] F. N. García Castillo, *Estudio de las interacciones intergranulares durante la Transformación Martensítica Inducida por Esfuerzo en materiales con memoria de forma policristalinos. (Tesis Doctoral)*, Cd. de México: UNAM, 2016.
- [8] R. F. Tylecote, *A History of Metallurgy*, Michigan: CRC Press, 2002.
- [9] M. e. I. A. Reyes Solís, *Procesos de conformado de materiales*, Edo. de México: FES Aragón.
- [10] J. A. Schey, *Procesos de manufactura*, México: McGraw-Hill, 2002.
- [11] M. Alonso y E. J. Finn, *Fundamental University Physics*, Florida: Addison-Wesley Publishing Company, 1969.
- [12] P. A. Tipler, *Física Preuniversitaria*, Rochester, Michigan: Editorial Reverté, S. A., 2000, p. 490.
- [13] P. E. Tippens, *Física: conceptos y aplicaciones*, México: McGraw Hill.
- [14] J.-E. Bäckvall, *Modern Oxidation Methods*, Suecia: Рипол Классик, 2006.

- [15] D. R. Askeland, F. Pradeep P y W. Wendelin J, Ciencia e ingeniería de materiales, Cd. de México: CENGAGE Learning, 2013.
- [16] N. Instruments, «Neurtek Instruments,» 08 2018. [En línea]. Available: <https://www.neurtek.com/es>. [Último acceso: 18 01 2019].
- [17] I. Proubasta, Fundamentos de Biomecánica y Biomateriales, Madrid: Ediciones ERGON , 2002.
- [18] M. e. C. e. I. G. González Hernández, *Obtención y caracterización de recubrimientos de hidroxiapatita sobre aleación Ti6Al4V y el acero 316L, obtenidas por proyección térmica por flama*, México: UNAM, 2009.
- [19] «JN Aceros,» 2019. [En línea]. Available: <http://www.jnaceros.com.pe/blog/>. [Último acceso: Mayo 2019].
- [20] F. Devesa Albeza y V. Amigó Borrás, «Scientific.net,» 2012. [En línea]. Available: <https://www.scientific.net/MSF.727-728.61>. [Último acceso: Abril 2019].
- [21] V. Guiñon Piña, V. Amigó Borrás y A. Igual Muñoz, «Elsevier,» 2016. [En línea]. Available: <http://dx.doi.org/10.1016/j.corsci.2016.02.014>. [Último acceso: Abril 2019].
- [22] L. Reig Cerdá, V. Amigó Borrás, D. Busquets Mataix y J. Calero Martinez, «Elsevier,» 2012. [En línea]. Available: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2011.06.026>. [Último acceso: Abril 2019].
- [23] «Virial,» 2013. [En línea]. Available: <http://www.virial.ru/en/materials/202/>. [Último acceso: Mayo 2019].
- [24] R. Chang, Química, McGraw-Hill, 2016.
- [25] M. E. Gurtin, An introduction to continuum mechanics, California: Academic Press, 1981.
- [26] J. Chakrabarty, Theory of plasticity, Reino Unido: Elsevier, 2006.
- [27] G. E. Dieter, Mechanical Metallurgy, McGraw-Hill, 1961.
- [28] W. D. Callister, Introducción a la Ciencia e Ingeniería de los Materiales, México: Editorial REVERTÉ, S.A., 2015, p. 800.
- [29] «Ensayos destructivos metalúrgicos,» Mayo 2011. [En línea]. Available: <https://www.feandalucia.ccoo.es/docu/p5sd8427.pdf>. [Último acceso: 15 03 2019].

- [30] SCISA, «SCI: control & inspeccion,» 2018. [En línea]. Available: <https://scisa.es/ensayo-no-destructivo/>. [Último acceso: 19 Marzo 2019].
- [31] GUNT, «GUNT Hamburg,» 2019. [En línea]. Available: https://www.gunt.de/images/download/Mtodos-de-ensayo-mecnicos-conocimientos-bsicos_spanish.pdf. [Último acceso: 20 Marzo 2019].
- [32] ASTM, «ASTM,» [En línea]. Available: <https://www.astm.org/DATABASE.CART/HISTORICAL/B557-02A.htm>. [Último acceso: Mayo 2019].
- [33] INSTRON, «INSTRON: by test ype,» 2019. [En línea]. Available: <https://www.instron.es/es-es/testing-solutions/by-test-type/flexure>. [Último acceso: Mayo 2019].
- [34] ASTM, «ASTM,» [En línea]. Available: <https://www.astm.org/DATABASE.CART/HISTORICAL/A1058-12B.htm>. [Último acceso: Mayo 2019].
- [35] BitPoints, «ESPOL weblog,» 28 Julio 2011. [En línea]. Available: <http://blog.espol.edu.ec/gwtriana/2011/09/12/diagrama-esfuerzo-deformacion-unitaria/>. [Último acceso: Junio 2019].
- [36] R. Pintelon, P. Guillaume, K. De Belder y Y. Rolain, «Measurement of Young's modulus via modal analysis experiments: a system identification approach,» IFAC Publications, Rotterdam, 2003.
- [37] A. Ohtsuki, «ScienceDirect,» 2016. [En línea]. Available: www.materialstoday.com/proceedings. [Último acceso: 30 Marzo 2019].
- [38] R. E. Belmar Campos, Determinación de las constantes elásticas mediante ultrasonido (Tesis), Concepción, Chile: Universidad del Bío-Bío, 2014.
- [39] S. Gil y E. Rodríguez, «DocPlayer,» 2016. [En línea]. Available: <https://docplayer.es/6617399-Medicion-de-masas-y-densidades.html>. [Último acceso: 25 Abril 2019].
- [40] J. R. Dávila Nava, Estudio experimental del efecto de la porosidad de partículas sobre el proceso de secado en un lecho fluidizado a vacío empleando aire (Tesis), Cholula: UDLAP, 2004.
- [41] Struers, «Struers Ensuring Certainty,» 2019. [En línea]. Available: <https://www.struers.com/es-ES/Knowledge/Hardness-testing/Vickers#>. [Último acceso: 19 Marzo 2019].

- [42] STRUERS, «Struers Ensuring Certainty,» 2019. [En línea]. Available: <https://www.struers.com/es-ES/Knowledge/Hardness-testing#>. [Último acceso: Abril 2019].
- [43] Struers, «Struers Ensuring Certainty,» 2019. [En línea]. Available: <https://www.struers.com/es-ES/Knowledge/Hardness-testing/Rockwell#introduction>. [Último acceso: 20 Marzo 2019].
- [44] W. Nachtigall, Microscopía: Materiales, instrumental y métodos, OMEGA, 1997.
- [45] D. Basurto, «Introducción a microscopía de luz,» México, 2018.
- [46] J. Renau-Piqueras y M. Faura, Principios básicos del microscopio electrónico de barrido, Coruña: Universidade da Coruña, 1994.
- [47] Y. J. Amano y L. Díaz Cevallos, Introducción a la Microscopía Electrónica: Principios - Aplicaciones, Ecuador: INSPI, 2015.
- [48] «Mundo Microscopio,» 2019. [En línea]. Available: <https://www.mundomicroscopio.com/>. [Último acceso: 26 Marzo 2019].
- [49] «Definición.de,» 2019. [En línea]. Available: <https://definicion.de/?s=deflexi%C3%B3n>. [Último acceso: 27 Marzo 2019].
- [50] TPC, «Titanium Processing Center,» 2019. [En línea]. Available: <https://titaniumprocessingcenter.com/guide-to-titanium-grades/pure-titanium-guide/grade-3/>. [Último acceso: 25 Abril 2019].
- [51] J. Cortés, Modelación matemática de la transformación martensítica inducida por esfuerzo. (Ph.D. thesis), Cd. de México: Tesis UNAM, 2007.
- [52] T. -H. Lee, Y. -O. Kim y S. -J. Kim, Crystallographic model for bbc-to-9R martensitic transofrmation of Cu precipitates in ferritic steel, Philosophical Magazine, 2009.
- [53] E. Weidmann y A. Guesnier, «Struers,» Marzo 2019. [En línea]. Available: <https://www.struers.com/es-ES/Material>. [Último acceso: 28 Mayo 2019].