Proyecto Fin de Carrera Ingeniería Aeronáutica

Caracterización Microestructural y Mecánica de TiMMCs reforzados con Carburo de Boro y Boro amorfo producidos por técnicas avanzadas de compactación en caliente.

Autor: Ana Rovira Ortega Tutor: Isabel Montealegre Meléndez Cristina M. Arévalo Mora

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

> > Sevilla, 2015





Proyecto Fin de Carrera Ingeniería Aeronáutica

Caracterización Microestructural y Mecánica de TiMMCs reforzados con Carburo de Boro y Boro amorfo producidos por técnicas avanzadas de compactación en caliente.

Autor:

Ana Rovira Ortega

Tutor: Isabel Montealegre Meléndez Cristina M. Arévalo Mora

Departamento de Ingeniería y Ciencia de los Materiales y del Transporte Escuela Técnica Superior de Ingeniería Universidad de Sevilla Sevilla, 2015

Proyecto Fin de Carrera: Caracterización Microestructural y Mecánica de TiMMCs reforzados con Carburo de Boro y Boro amorfo producidos por técnicas avanzadas de compactación en caliente.

Autor: Ana Rovira Ortega

Tutor: Isabel Montealegre Meléndez Cristina M. Arévalo Mora

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

Presidente:

Vocales:

Secretario:

Acuerdan otorgarle la calificación de:

Sevilla, 2015

El Secretario del Tribunal

A mi Abuela Ana, Mi segunda madre.

Gracias a Mercedes y a Jesús, técnicos de laboratorio, por toda su ayuda en los ensayos mecánicos realizados.

A mis dos tutoras Dra. Cristina Arévalo y la Dra. Isabel Montealegre, por toda su ayuda y dedicación, ha sido un placer poder compartir estos meses con vosotras.

A Tomás Llebres, compañero en este proyecto, por toda su ayuda.

A mis amigas del ``PAT´´ por esos viernes que curaban de semanas eternas estudiando, a mis ``mujeres de la Esi´´ que alegraban las largas clases en la facultad y por supuesto a todos y cada uno de los miembros de la gran familia del ``Comando Labs´´, sin lugar a duda ellos han sido mi sonrisa cada día y mis ganas de levantarme cada mañana, siempre seréis parte de mi. Gracias.

A Ana Maria Vallecillos, una hermana adoptiva durante todo este largo camino y a su manera, una maestra para la vida.

A Isabel Bautista, que ha escuchado cada una de mis quejas durante los meses que ha durado este proyecto, gracias por tus palabras diarias.

A todos aquellos que me dieron esas palabras de ánimo que necesitaba cuando me faltaban fuerzas para seguir.

Pero sobretodo a mi padre Manuel, a mi madre Concha y a mi hermana Rocio, ellos han sido los que más han tenido que soportar mis días malos y los que mas me han ayudado a levantarme de las caídas. Todo esto es para ellos.

En la industria aeronátucia se emplean nuevos productos, aleaciones y procesados de Titanio.Su uso tenderá a incrementarse. El hecho de que el Titanio sea un material con cierta importancia en este sector se debe a sus específicas propiedades tales como la buena relación que presenta resistencia/peso, integridad, resistencia a la corrosión, propiedades mecánicas y dilatación térmica.

Concretamente, materiales compuestos de base de titanio (TiMMCs) son considerados como excelentes candidatos para aplicaciones aeronáuticas. Sus características como alta resistencia, tenacidad y resitencia a la fricción favorecen a los compuestos de base de titanio su uso en aplicaciones técnicas. Existen diversos tipos de compuesto de base de titanio como los reforzados por fibras largas, fibras cortas o mediante partículas.

Por otro lado, la producción de piezas mediante Pulvimetalurgia tiene considerables ventajas cuando se compara con otros métodos tradicionales como el mecanizado de bloques. Algunas de estas ventajas son el gran ahorro en la producción enfocada a la fabricación en cadena y a la precisión dimensional. Además, la pulvimetalurgia es una técnica de conformado "near net shape", lo que significa que operaciones secundarias en mucho casos no son necesarias. En el presente trabajo, para la fabricación de TiMMCs se ha elegido una técnica de procesado de polvos, concretamente una técnica de compactación en caliente "direct hot pressing". La flexibilidad que tiene esta técnica para fabricar compuestos con ciertas composiciones que no son posibles mediante otras técnicas, es una de las ventajas más atractivas que ofrece este proceso, el cual se emplea para poder llegar al objetivo del presente trabajo.

Para llevar a cabo el presente proyecto, en la empresa austriaca "RHP-Technologies-GmbH" mediante la técnica de procesado mencionada anteriormente se han fabricado diversos TiMMCs. Para la producción de las matrices se ha empleado dos polvos de Titanio grado 1 con distinto tamaño de partícula (30 and 100 μ m), y como fase de refuerzo se han usado nano y micro carburo de boro además de boro amorfo.

La finalidad de este Proyecto es el estudio del comportamiento y propiedades de los TiMMCs mecionados anteriormente, mediante una exhaustiva caracterización de los mismos, para poder lograr una determinación de la mejor combinación entre los parámetros de fabricación y los materiales empleados.

New Titanium products, alloys and manufacturing methods are employed by the aircraft industry, the use of Titanium will expand in this application. The selection of Titanium in this sector is a result of the specific properties associated with the metal including: strength to weight ratio, reliability, corrosion resistance, mechanical properties and thermal expansion.

In particular, Titanium metal matrix composites (TiMMCs) are considered as novel candidates for aircraft-grade applications. Their properties like high stiffness, strength and wear resistance makes Titanium composites of interest for technical applications. There are several existing types of Titanium composites like particulate or continuous fiber reinforced types.

On another hand, production of components via powder metallurgy has many potential advantages compared to producing them via conventional methods, such as machining from billets. Some of these advantages include as huge potential savings in production by using powder metallurgy which is geared towards mass production and the dimensional accuracy possible. Additionally, powder metallurgy is a near net shape forming process, meaning that in many cases no finishing operations are required. In the present work, powder metallurgy was selected as manufacturing route of the TiMMC studied more specifically FAST: direct hot pressing (dHP) technique. Its flexibility to produce composites compositions not possible by other methods is the most attractive advantage of this development processes to achive the objective of the present work.

To carried out the present work, several TiMMCs have been fabricated by dHP technique in RHP-Technologies-GmbH (Austria). The matrices have been made from two different Titanium grade 1 powders (30 and 100 μ m size), and as reinforcemtet materials nano and micro Boro Carbide have been employed in addition to Boro amorphous.

Finally, the aim of this project is the study of the behaviour of theseTiMMCs by means of an exhaustive characterisation of them, to address the best combination between process parametersmaterial reinforcement-matrix powders.

Contenido

Agradecimientos					
R	Resumen 1				
Α	bstract	3			
1	1 Introducción				
2	Objetivos	11			
3	Motivación	13			
4	Base Teórica	15			
	4.1 El Titanio como elemento químico	15			
	4.2 Estructuras cristalinas del Titanio	16			
	A temperatura ambiente	16			
	A temperatura > a 882°C = Temperatura Transus	17			
	4.3 Elementos aleantes del Titanio	17			
	4.3.1 Elementos Neutros	17			
	4.3.2 Elementos Alfágenos (α -Estabilizadores)	17			
	4.3.3 Elementos Betágenos (β -Estabilizadores)	18			
	4.3.4 Transformaciones de no equilibrio	18			
	4.4 Aleaciones del Titanio	19			
	4.4.1 Aleaciones alfa	19			
	4.4.2 Aleaciones $\alpha + \beta$	19			
	4.4.3 Aleaciones β	20			
	4.5 Microestructuras límites del Titanio	22			
	4.5.1 Estructura Laminar- Widmanstätten	22			
	4.5.2 Estructura Equiaxial	23			
	4.5.3 Estructura Bimodal	23			
	4.6 Material compuesto de matriz metálica	23			
	4.7 Pulvimetalurgia	24			
	4.7.1 Producción de polvos metálicos	11			
	4.7.2 Caracterización de polvos	12			
	4.7.3 Procesos de fabricación	14			
5	Estado del Arte	21			
	5.1 Titanio y sus aleaciones	21			
	5.1.1 Historia del Titanio	21			
	5.1.2 Obtención del Titanio	22			
	5.1.3 Aleaciones y compuestos	24			
	5.2 Aplicaciones del Titanio y sus aleaciones	25			
	5.3 Pulvimetalurgia	28			
	5.4 Pulvimetalurgia del Titanio	30			
	5.5 Material compuesto con matriz metálica	30			
6	6 Materiales				
	o.1 intanio comercialmente puro grado 1	33			
	D.∠ KEJUETZOS	34			
	D.2.1 BORD	34			
	b.2.2 Aplicaciones del Boro c.2.2 Carbana da Dara assas Carbana da D	35			
	6.2.3 Carburo de Boro y nano Carburo de Boro	36			

7	Procedir	niento Experimental	39
	7.1 Fab	ricación de las probetas a ensayar	39
	7.1.1	Preparación de los polvos	39
	7.1.2	Producción de los platos de TiMMCs	40
	7.2 Mea	dida de la densidad	44
	7.3 Enso	ayo de dureza	45
	7.4 Enso	ayo de tracción	48
	7.5 Enso	ayo de flexión	50
	7.6 Aná	lisis microestructural	51
	7.7 Aná	lisis microestructural con Microscopía Electrónica de Barrido (Scanning Electron	
	Microscopy	ν, SEM)	52
8	Resultad	los	53
	8.1 Den	sidad	53
	8.1.1	RHP 1350 Ti Grado 1 (100 μm) con refuerzo de 0.18% vol. B₄C Nano	54
	8.1.2	RHP 1352 Ti Grado 1 (100 μ m) con refuerzo de 0.9 % vol. B4C Nano	55
	8.1.3	RHP 1358 Ti Grado 1 (30 μm) con refuerzo de 0.9 % vol. B₄C Nano	56
	8.1.4	RHP 1358 Ti Grado 1 (30 μ m) con refuerzo de 0.9 % vol. B4C	57
	8.1.5	RHP 1372 Ti Grado 1 (100 μ m) molido con refuerzo de 0.9 % vol. B4C Nano	58
	8.1.6	RHP 1363 Ti Grado 1 (30 μm) con refuerzo de B amorphous 0.9 % vol. (900ºC)	59
	8.1.7	RHP 1369 Ti Grado 1 (30 μ m) con refuerzo de 0.9 % vol. de Boro amorfo (950 $^{\circ}$ C).	60
	8.1.8	RHP 1352 Ti Grado 1 (100 μ m) con refuerzo de 3.6 % vol. B ₄ C Nano	61
	8.1.9	RHP 1352 Ti Grado 1 (100 μ m) con refuerzo de 9 % vol. B4C Nano	62
	8.2 Dur	eza	63
	8.2.1	RHP 1350 Ti Grado 1 (100 μ m) con refuerzo de 0.18% vol. B ₄ C Nano	64
	8.2.2	RHP 1352 Ti Grado 1 (100 μ m) con refuerzo de 0.9% vol. B ₄ C Nano	65
	8.2.3	RHP 1358 Ti Grado 1 (30 μ m) con refuerzo de 0.9 % vol. B ₄ C Nano	66
	8.2.4	RHP 1358 II Grado 1(30 μ m) con refuerzo de 0.9 % vol. B ₄ C	6/
	8.2.5	RHP 1372 II Grado 1 (100 μ m) molido con retuerzo de 0.9 % vol. B ₄ C Nano	68
	8.2.0	RHP 1363 II Grado 1 (30 µm) con refuerzo de B amorphous 0.9 % vol. (900 ℃)	69 70
	0.2.1 0 7 0	RHP 1369 Π Grado 1 (30 μm) con refuerzo de 8 amorphous 0.9 % vol. (950°C)	70
	0.2.0	RHP 1352 TI Grado 1 (100µm) con refuerzo de 9.% vol. B4C Nano	71
	0.2.5 83 Enci	avo de Tracción	72
	831	RHP 1350 Ti Grado 1 (100um) con refuerzo de 0 18% vol. B/C Nano	75
	832	RHP 1352 Ti Grado 1 (100 μ m) con refuerzo de 0.9 % vol. B4C Nano	76
	8.3.3	RHP 1358 Ti Grado 1 (30 μ m) con refuerzo de 0.9 % vol. B4C Nano	77
	8.3.4	RHP 1358 Ti Grado 1 (30 μ m) con refuerzo de 0.9 % vol. B ₄ C	78
	8.3.5	RHP 1372 Ti Grado 1 (100 µm) molido con refuerzo de 0.9 % vol. B₄C Nano	79
	8.3.6	RHP 1363 Ti Grado 1 (30 µm) con refuerzo de 0.9% vol. B amorfo (900ºC)	80
	8.3.7	RHP 1369 Ti Grado 1 (30 µm) con refuerzo de B amorphous 0.9 % vol. (950°C)	81
	8.3.8	RHP 1352 Ti Grado 1 (100 μm) con refuerzo de 3.6 % vol. B ₄ C Nano	82
	8.3.9	RHP 1352 Ti Grado 1 (100 μm) con refuerzo de 9 % vol. B₄C Nano	83
	8.4 Mea	dida de la Elongación	84
	8.5 Mea	dida de la Tenacidad	86
	8.6 Mea	dida de Rigidez	88
	8.7 Enso	ayo de Flexión	90
	8.7.1	RHP 1350 Ti Grado 1 (100 μ m) con refuerzo de 0.18 % vol. B4C Nano	90
	8.7.2	RHP 1352 Ti Grado 1 (100 μ m) con refuerzo de 0.9 % vol. B4C Nano	90
	8.7.3	RHP 1358 Ti Grado 1 (30 μ m) con refuerzo de 0.9 % vol. B4C Nano	91
	8.7.4	RHP 1358 Ti Grado 1 (30 μ m) con refuerzo de 0.9 % vol. B4C	92
	8.7.5	RHP 1372 Ti Grado 1 (100 $\mu m)$ molido con refuerzo de 0.9 % vol. B4C Nano	93

	8.7	.6	RHP 1363 Ti Grado 1 (30 μm) con refuerzo de B amorphous 0.9 % vol. (900 C)	94
	8.7	.7	RHP 1369 Ti Grado 1 (30 μm) con refuerzo de B amorphous 0.9 % vol. (950 C)	95
8.7.8		.8	RHP 1352 Ti Grado 1 (100 μm) con refuerzo de 3.6 % vol. B₄C Nano	96
8.7		.9	RHP 1352 Ti Grado 1 (100 μ m) con refuerzo de 9 % vol. B ₄ C Nano	97
8.7.10		.10	Análisis de la fractura tras la realización del ensayo a flexión	99
8.8 N		Mic	roscopía óptica	101
	8.9	Mic	roestructura SEM	110
	8.10	Tan	naño de grano y tamaño de refuerzos	116
9	Dis	cusió	n	117
	9.1	Der	nsidad	117
	9.2	Dur	eza	121
	9.3	Ens	ayo de Tracción	124
	9.4	Ens	ayo de Flexión	128
	9.5	Der	nsidad Vs Dureza	130
	9.6	Lím	ite elástico vs Dureza	132
	9.7	Res	istencia a Tracción vs Resistencia a Flexión	134
	9.8	Mic	roscopía óptica y Microscopía electrónica de barrido (SEM)	135
	9.8	.1	Tamaño de grano	135
	9.8	.2	Tamaño de los límites de granos	137
C	Conclus	iones	5	139
т	rabajo	futu	ro	141
E	bibliogra	afía		143
A	nexo			145
	Ilustracio		es	145
Gráficas		as		148
Tablas		s		150

1 INTRODUCCIÓN

Las nuevas tecnologías de extracción del Titanio, que producen Titanio elemental en forma de polvo, sitúan a la pulvimetalurgia en un puesto estratégico para la fabricación de componentes del Titanio, reduciendo el coste final de producto debido al desarrollo de nuevas tecnologías de extracción del Titanio.

La disminución de coste del material base, junto a la economía de los procesos pulvimetalúrgicos, hacen más viable la diversificación de la industria del Titanio, lo que permite alcanzar volúmenes de producción capaces de popularizar el material y estabilizar su precio.

Además, el uso de materiales compuesto de matriz metálica está sufriendo un gran crecimiento debido a las ventajas que proporciona frente a materiales compuestos cerámicos o poliméricos. Ventajas tales como mejor comportamiento a fatiga, mayores valores de dureza, un mayor módulo elástico, mejor comportamiento en aplicaciones de alta temperatura, una mayor libertad de diseño y flexibilidad de fabricación proporcionando la capacidad de poder desarrollar geometrías innovadoras y una rigurosa morfología y tolerancia.

Todo ello se está traduciendo en descubrimientos de nuevas fibras, nuevas matrices y arquitecturas, así como en el desarrollo de nuevos procesos de manufactura para mejorar las propiedades y reducir el coste de estos materiales, mediante la introducción de economías de escalas, para lograr hacerlos competitivos en el mercado mundial y que podrían repercutir en la disminución del coste final del producto en un 30 %- 50 % [1, 2]

Una de las ventajas más importantes que ofrece la pulvimetalurgia sobre las técnicas convencionales de procesado es la posibilidad de diseñar fácilmente aleaciones a medida y materiales compuestos reforzados con partículas. La selección adecuada del procesado de una pieza que reúna los requisitos para una determinada aplicación, pueden contribuir notablemente a optimizar su coste final. Por ello, técnicas como la pulvimetalurgia que permiten un conformado muy cercano a la forma final son altamente eficientes, ya que minimizan el desperdicio de material y reducen las etapas de mecanizado; lo que en el caso del Titanio es especialmente importante.

Gracias a la excelente solubilidad de la mayoría de los elementos en Titanio, es posible obtener aleaciones de Titanio con microestructuras homogéneas mediante técnicas pulvimetalúrgicas.

Los materiales compuestos de matriz Titanio tienen amplias perspectivas de aplicación en el ámbito de la industria aeroespacial, automotriz y otras industrias de altos requerimientos debido a su buena combinación de excelentes propiedades como alta resistencia específica, buena ductilidad y excelentes propiedades de fatiga [3].

La introducción de refuerzos como el Boro amorfo o el Carburo de Boro, ambos con una gran estabilidad con el Titanio, suponen resistencias, módulo de elasticidad y resistencias al desgaste muy superiores a los del metal base [4, 5].

La necesidad de materiales a la carta para aplicaciones cada vez más específicas y con requerimientos mecánicos, físicos y químicos cada vez más exigentes justifican el desarrollo del presente estudio.

2 OBJETIVOS

El Titanio presenta propiedades mecánicas, físicas y químicas superiores a muchos materiales utilizados actualmente en la industria ingenieril, si bien necesita de un proceso muy específico para evitar su contaminación y la consecuente disminución de sus propiedades, hecho que eleva su precio.

La reducción del número de etapas, que conlleva el uso de la pulvimetalurgia para su conformado, minimizaría la probabilidad de contaminación, así como se evitarían los desperdicios de material durante el procesado, a la vez que se reducen las etapas de mecanizado. Todo ello resultaría en una disminución del coste final de la pieza.

El objetivo principal de este trabajo es el estudio y análisis del comportamiento de materiales compuestos de matriz metálica de Titanio (TiMMCs) reforzados con nano y micro partículas de Boro amorfo y Carburo de Boro, fabricados mediante la técnica pulvimetalúrgica Direct Hot Pressing, a partir de polvos de Titanio grado 1 con el fin de mejorar las propiedades del metal base.

Se estudia, en relación a las propiedades conocidas del Titanio base, los distintos tipos de refuerzos así como la manipulación de los mismos durante el proceso de fabricación, con el objetivo de determinar el grado de influencia que tiene sobre las propiedades finales. Dichas propiedades se obtienen mediante la correspondiente caracterización mecánica y microestructural tras la realización de ensayos mecánicos destructivos y análisis metalográfico de los distintos materiales.

Otros objetivos secundarios son la optimización de los parámetros del proceso de pulvimetalurgia tales como tiempo, temperatura o presión en la fabricación y la distribución de las partículas reforzadoras en la matriz de Titanio.

3 MOTIVACIÓN

Las exigencias de materiales avanzados en sectores como el aeroespacial, el automovilístico y de altas solicitaciones en general, conducen al estudio y desarrollo de nuevos materiales. Las necesidades de reducir el peso de las estructuras, haciéndolas más eficientes, y el consumo de combustibles en el caso de medios de transporte, así como el aumento de la carga de pago efectiva, hacen de este estudio una respuesta a las nuevas demandas de sistemas sostenibles con el medio ambiente, con alto grado de fiabilidad y durabilidad.

El estudio y desarrollo de conocimientos en esta materia, suponen el incremento de futuras aplicaciones para la pulvimetalurgia (PM), basados en la eficiencia de los procesos. El futuro promete novedosos materiales que combinen el ahorro de los costos y factores como la calidad, dureza, control de dimensión y la capacidad de formar piezas exclusivas.

4.1 El Titanio como elemento químico

El Titanio es un metal de transición de color plata, ligero y con una alta resistencia; propiedades que lo hacen ideal para aplicaciones estructurales que requieren poco peso y altos requerimientos mecánicos.

Sus principales características son:

- El Titanio está en la corteza terrestre de forma muy abundante, constituyendo un 0.6% de la misma, solo por detrás en metales del Aluminio, Hierro y Magnesio, pero dada su alta reactividad se encuentra en estado oxidado (rutilo, anatasa...). Es muy difícil de extraer, ya que se necesita mucha energía para liberar el Oxígeno, lo que lo hace muy caro (x10 precio Aluminio).
- Es un material ligero, posee una densidad de 4.51 g/cm³ a 20 °C (menos que el Aluminio, pero más que el Acero) y una dureza de 96 Ksi para el Ti 99.0% [6].
- Una alta temperatura de fusión (1670°C)[6].
- Excelente resistencia a la corrosión. Como el Aluminio, forma una capa de óxido (impermeable y no porosa) que promueve la condensación y que ofrece una superficie resistente a la adherencia de residuos.
- Muy buen comportamiento mecánico a altas temperaturas (400°C- 600°C).
- No tóxico y biocompatible.
- Paramagnético, no se imanta.
- Poco conductor, tanto del calor como de la electricidad. Su conductividad es inferior a la del Aluminio o a la del Cobre, pero es entre un 10%- 20% superior a la del Acero inoxidable.
- Es un metal polimórfico, es decir, posee diferentes estructuras cristalinas, solo estables en distintos rangos de temperaturas.

En la siguiente gráfica se muestra una comparativa de las propiedades mecánicas de distintos materiales competidores del Titanio en el mercado como son el Aluminio, el Carbono, el Acero y el Magnesio. En ella se aprecia las propiedades sobresalientes del Titanio con respecto a sus principales competidores en la industria. Llama la atención propiedades como la resistencia y comportamiento frente a la corrosión, muy superior al de resto de materiales.



Ilustración 1. Comparativa Propiedades Mecánicas de Materiales Competidores del Titanio

Número atómicos	22	
Peso Atómico	47.88	g/mol
Valencia	2,3,4	
Punto de fusión	1670 ± 5	°C
Punto de ebullición	3260	°C
Temperatura de transición α-β	882 ± 2	°C
Densidad Fase α	4.51	g/cm ³
Densidad Fase β	4.35	g/cm ³
Capacidad calorífica	523	j/kg·°C
Conductividad térmica	17	W/m·°C

La siguiente ilustración 2 muestras un resumen de las principales propiedades del Titanio [7].

Ilustración 2. Propiedades del Titanio

4.2 Estructuras cristalinas del Titanio

El Titanio es el único metal ligero que presenta dimorfismo, ya que en estado puro su estructura hexagonal compacta presenta una transformación alotrópica a 882°C, pasando a una estructura cúbica centrada en el cuerpo [8].

A temperatura ambiente

Posee una estructura hexagonal compacta o Hexagonal Close Packed (HCP), conocida como Titanio- α , con sólo 3 sistemas de deslizamiento; si bien es verdad que la HCP del Titanio no es exacta (la relación altura/perímetro base = 1.59 < 1.69 correspondiente al teórico exacto) es decir, se trata de un prisma achatado, por lo que algunos planos oblicuos también pueden deslizar tensiones relativamente bajas.

Posee, por lo tanto, una pequeña capacidad de deformación, lo que encarece aún más los procesos de mecanizado del Titanio.

A temperatura > a 882°C = Temperatura Transus

Como se ha avanzado anteriormente, a la temperatura de β -transus, el Titanio cambia de estructura a Body Centered Cubic (BCC) también conocida como Titanio- β .

La difusión atómica en fase α es menor que en la fase β debido a la mayor densidad de empaquetamiento atómico. Por lo general posee mejor comportamiento frente al creep.

En general, la existencia de las dos estructuras cristalinas diferentes y la correspondiente temperatura alotrópica de transformación son de vital importancia ya que son la base para la gran variedad de propiedades que poseen las aleaciones de Titanio.





Ilustración 3. Estructura BCC

Ilustración 4. Estructura HCP

4.3 Elementos aleantes del Titanio

Esta transformación ofrece la posibilidad de obtener aleaciones con microestructuras de tipo α , β y α - β , dependiendo de los elementos aleantes que estabilizan una u otra fase.

La manipulación de estas variaciones cristalográficas mediante la adición de aleantes y procesos termomecánicos da lugar a un amplio rango de aleaciones y propiedades.

La estabilización de las fases implica el aumento o disminución de la temperatura de transición con respecto al Ti puro y se puede observar directamente en los diagramas de fase.

Los elementos de aleación del Ti se dividen en 3 grupos dependiendo del efecto estabilizador que tienen sobre las fases α y β .

A continuación se realiza una clasificación de dichos elementos aleantes:

4.3.1 Elementos Neutros

Los elementos de aleación neutros no afectan. El Estaño, el Circonio y el Hafnio disminuyen la temperatura de transición β si su concentración es baja, y la incrementan si su concentración es elevada.

4.3.2 Elementos Alfágenos (α -Estabilizadores)

Los elementos alfágenos incrementan la temperatura de transición β . Alguno de los elementos alfágenos son Al, O N, C.

4.3.3 Elementos Betágenos (β -Estabilizadores)

Los elementos betágenos disminuyen la temperatura de transición β y se dividen, en función de la transformación que inducen en:

- Elementos isomorfos: tienen solubilidad total en la fase β. Los elementos son principalmente V, Mo, Nb, Ta, Re.
- Elementos eutectoides: forman compuestos intermetálicos. Los elementos más comunes son Cr, Mn, Ni, Fe, Pd, Si H, Cu, W, Bi, Co, Ag, Au, Pt, Be [8].



Ilustración 5. Diagrama modificación alfágenos y betágenos

4.3.4 Transformaciones de no equilibrio

El polimorfismo del Ti permite que sus aleaciones puedan ser tratadas térmicamente y mediante el empleo de diferentes elementos de aleación, se pueden diseñar microestructuras en los que se estabilice la fase β a T^a ambiente, consiguiendo distintas propiedades en el material.

La fase β puede ser retenida de forma metaestable tras un enfriamiento rápido desde la región β .

La cantidad de fase β metaestable obtenida tras el temple depende de la composición de la aleación.

La fases martensíticas se forman tras el temple de las aleaciones con concentraciones baja-media de elementos de aleación estabilizadores de la fase β . Con mayor concentración de elementos de aleación betágenos, se puede retener la fase β parcial o totalmente de forma mestaestable, sin formarse martensita. La división entre los dos tipos de comportamiento vienen determinada por la línea de inicio de transformación martensítica (M_s). Si la aleación continene suficiente contenido de elemento estabilizador betágeno para llevar la línea M_s hasta una temperatura por debajo de la temperatura ambiente, entonces se puede obtener una microestructura completamente β [9].



Ilustración 6.Esquema de un diagrama de fase con las líneas de inicio y fin de la transformación martensítica

4.4 Aleaciones del Titanio

A partir de los diagramas de equilibrio que presenta el Titanio aleado con diferentes elementos, se puede realizar una clasificación de las aleaciones de Titanio según el tipo de fase que presenta la estructura de la aleación a temperatura ambiente.

4.4.1 Aleaciones alfa

Las aleaciones de Ti- α contienen cantidades apreciables de elementos estabilizadores de la fase α y la menor cantidad posible de β -estabilizadores (cuando tienen importancia estructural, se denominan aleaciones casi- α). Su microestructura les confiere una mayor resistencia a la fluencia en caliente que las aleaciones β y α - β . Las aleaciones α con Al, Sn y/o Zr son las más adecuadas tanto para usos a altas temperaturas como en aplicaciones criogénicas (debido a la ausencia de transición dúctil-frágil). Para estas aplicaciones criogénicas es preferible utilizar las calidades con menor proporción de impurezas intersticiales ("Extra low intersticials", ELI, como por ejemplo, Ti-5Al-2,5Sn-ELI), pues, aunque su coste es mayor, retienen ductilidad y tenacidad a muy bajas temperaturas.

Debido a que no es posible conseguir cambios microestructurales importantes mediante tratamiento térmico (como mucho pasar de estructuras α a casi- α), estas aleaciones no pueden ser fortalecidas térmicamente. Las aleaciones denominadas súper- α , se obtienen añadiendo aleantes β -estabilizadores, con lo que se pueden aplicar tratamientos térmicos para intentar un ligero fortalecimiento.

Los cambios en la microestructura de las aleaciones α se consiguen por recristalización mediante trabajo en frío y recocido. Las tensiones residuales introducidas por el trabajo en frío se pueden aliviar mediante un recocido de alivio de tensiones o de recristalización. Los cambios microestructurales se ven afectados por cambios en la temperatura máxima de tratamiento de disolución y en las velocidades de enfriamiento. También es posible reducir el nivel de tensiones utilizando sistemas mecánicos de vibración, sin necesidad de tratamiento térmico.

Es posible obtener cierto fortalecimiento mediante la formación de soluciones sólidas, pues por cada 1% de Al añadido se aumenta la resistencia en 55 MPa (en 28 MPa por cada 1% de Sn) [10].

Una ventaja destacable de las aleaciones α es su buena soldabilidad, debido precisamente a que la fase α no se ve afectada por los tratamientos térmicos. Pero tienen la desventaja de tener mala forjabilidad, dando lugar a defectos de forjado como sopladuras en el interior de la pieza o fisuras superficiales. Las soluciones aplicadas de forma más habitual son trabajos en frío en pasos con pequeña reducción y frecuentes recalentamientos durante el conformado, o aplicando forjados isotérmicos.

4.4.2 Aleaciones $\alpha + \beta$

Este tipo de aleaciones se obtienen cuando se alean en las proporciones adecuadas elementos estabilizadores de ambas fases. Además, mediante los correspondientes tratamientos térmicos es posible controlar la proporción entre fases hasta llegar a aleaciones casi- β . La formación de fase β permite que estas aleaciones se fortalezcan mediante tratamientos de formación de soluciones sólidas y por envejecimiento. La obtención de la microestructura deseada es función de la proporción de aleantes que estabilicen esa fase β y de las condiciones concretas del tratamiento utilizado. Estas mismas características posibilitan que estas aleaciones puedan obtenerse en una amplia variedad de microestructuras.

En los tratamientos térmicos de las aleaciones α - β es posible, controlando el proceso de enfriamiento, obtener microestructuras con fase β retenida o incluso fases provenientes de la transformación martensítica. El resultado final dependerá de la composición de la aleación, de la temperatura máxima alcanzada en el tratamiento, de la velocidad de enfriamiento y de la sección de la pieza tratada (secciones grandes presentan mayores dificultades para controlar la velocidad de enfriamiento). Normalmente, después del tratamiento de formación de soluciones sólidas se aplica

un envejecimiento (480-650°C) para provocar la precipitación de fase α y poder así formar una mezcla de α - β dispersa sobre la fase β retenida. Un tratamiento térmico de este tipo, correctamente realizado, puede incrementar la resistencia de la aleación entre un 30 y un 50% [11].

De forma general, se puede decir que la capacidad de endurecimiento aumenta con el contenido de aleantes β -estabilizadores. Si ese contenido no es lo suficientemente elevado, se podrán endurecer mejor aquellas piezas que tengan una sección más delgada, aunque el interior puede quedar entre un 10 y un 20% por debajo de los valores obtenidos en la superficie. Por tanto, es importante conocer previamente la proporción y la distribución de la fase β para poder tener una idea aproximada de la capacidad de endurecimiento de la pieza.

Las aleaciones α - β también son susceptibles de endurecimiento por precipitación, dispersando fases duras en la matriz. Con ello se consigue un incremento notable en la resistencia a la fluencia en caliente, sobre todo si la aleación contiene cantidades significativas de Si, casi siempre por encima de 0,2% (como, por ejemplo, en el caso de la aleación Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-0,2Si), que da lugar a la formación de un compuesto fácilmente dispersable.

4.4.3 Aleaciones β

Las aleaciones de Ti- β se caracterizan por su elevada capacidad de endurecimiento. Para obtener la fase β estable a temperatura ambiente es necesario añadir cantidades importantes de aleantes estabilizadores de esa fase, como Mo, Zr, Cr. Además, el enfriamiento debe hacerse en aire frío, cuando la pieza tiene una sección pequeña, o con temple en agua, si la sección es mayor. Es habitual referirse a estas aleaciones como metaestables pues cuando se trabajan en frío o se calientan hasta temperaturas moderadas, suele producirse una transformación parcial de fase β en α (debido a que la aleación presenta un comportamiento más próximo al de equilibrio). Este comportamiento puede aprovecharse para obtener aleaciones de propiedades especiales.

Entre sus propiedades destacables está la ya mencionada alta capacidad de endurecimiento, excelente forjabilidad y buena conformabilidad en frío (sobre todo con tratamiento térmico de formación de soluciones sólidas). Cuando interesa envejecer la aleación β para transformarla parcialmente en β - α , se suelen aplicar tratamientos de envejecimiento entre 450 y 650°C. Así se consigue una fina dispersión de partículas de fase α y retener propiedades mecánicas interesantes a temperatura ambiente.

Las aleaciones β con tratamiento de formación de solución sólida tienen buena ductilidad y tenacidad, relativamente baja resistencia y excelente conformabilidad. Pero dado que a altas temperaturas comienza a precipitar fase α , no son aleaciones adecuadas para usos en esas condiciones, salvo que previamente se traten térmicamente para estabilizarlas o sobre-envejecerlas.

Respecto a las aleaciones α , las β tienen una densidad mayor, menor resistencia a la fluencia en caliente y también menor ductilidad a la tracción, después de envejecidas. Por el contrario, la tenacidad a la fractura suele ser mayor.

El resumen de las características de los diferentes tipos de aleaciones de Titanio se muestra en la siguiente ilustración [12].

α	α+β	β	
Alfa, cuasi-alfa	Alfa + beta	Beta	
 No admiten tratamiento térmico Son los que mejor pueden soldarse Resistencia baja – media Empleo en ambientes criogénicos La mayor resistencia a corrosión Alta resistencia a fluencia Difícil conformado 	 Son tratables térmicamente La mayoría son soldables Resistencia media – alta Fases α y β a temperatura ambiente La más empleada Ti-6Al-4V Conformado en frío limitado 	- Densidad incrementada un 7-10% - Tratables térmicamente - Soldables - Altas resistencias - Excelente formabilidad	

Ilustración 7. Características de los distintos tipos de aleación del Ti

Se muestra a continuacion una tabla a modo de resumen de aleaciones comerciales de Titanio. En ella se muestra la designacion, la composicion en tanto por ciento en peso (wt%) y la temperatura de transicion β -Transus en grados (T_{β}),

Designación	Composición (wt%)	T_{β} (°C)		
Aleaciones a				
Grado 1	CP-Ti (0.2 Fe, 0.18 O)	890		
Grado 2	CP-Ti (0.3 Fe, 0.25 O)	915		
Grado 3	CP-Ti (0.3 Fe, 0.35 O)	920		
Grado 4	CP-Ti (0.5 Fe, 0.40 O)	950		
Grado 6	Ti-5Al-2.5 Sn	1040		
Grado 7	Ti-0.2Pd	915		
Grado 12	Ti-0.3Mo-0.8Ni	880		
Aleaciones $\alpha + \beta$				
Ti-8-1-1	Ti-8Al-1V-1Mo	1040		
Ti-11	Ti-6Al-2Sn-1.5Zr-1Mo-0.35Bi-0.1Si	1015		
TIMETAL 1100	Ti-5.9Al-2.6Sn-3.8Zr-0.4Mo-0.45Si	1010		
IMI 679	Ti-2.5Al-llSn-5Zr-lMo-0.2Si	945		
IMI 685	Ti-6Al-5Zr-0.5Mo-0.25Si	1020		
IMI 829	Ti-5.5Al-3.5Sn-3Zr-lNb-0.25Mo- 0.3Si	1015		
IMI 834	Ti-5.8Al-4Sn-3.5Zr-0.5Mo-0.7Nb- 0.35Si-0.06C	1045		
Ti-56-21-S	Ti-5Al-6Sn-2Zr-0.8Mo-0.25Si	1005		
Ti-6-2-4-2	Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-0.1 Si	995		
Ti-55-22-S	Ti-5Al-5Sn-2Zr-2Mo-0.25Si	980		
Ti-3-2.5	Ti-3A1-2.5V	935		
Ti-6-4	Ti-6A1-4V	995		
Ti-6-6-2	Ti-6Al-6V-2Sn	945		
IMI 550	Ti-4Al-2Sn-4Mo-0.5Si	975		

Tipos de aleaciones comerciales del Titanio [13]:

Ti-55-24-S	Ti-5Al-2Sn-2Zr-2Mo-0.25Si	960	
Ti-6-Q2	Ti-6Al-2Sn-2Zr-2Mo-2Cr-0.25Si	970	
Ti-6-2-4-6	Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo	940	
TIMETAL 62S	Ti-6Al-2fe-0.1Si	1015	
Corona 5	Ti-4.5Al-5Mo-1.5Cr	935	
Ti-17	Ti-5Al-2Sn-2Zr-4Mo-4Cr	890	
Aleaciones β metaestables			
B 120 VCA	Ti-13V-11Cr-3Al	720	
Beta III	Ti-11.5Mo-6Zr-4.5Sn	760	
Beta C	Ti-·Al-8V-6Cr-4Mo-4Zr	795	
TIMETAL 10-2-3	Ti-10V-2Fe-3Al	800	
TIMETAL 15-3	Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn	760	
TIMETAL 21S	Ti-15Mo-2.7Nb-3Al-0.2Si	815	
TIMETAL LCB	Ti-4.5Fe-6.8Mo-1.5 Al	810	
Beta-CEZ	Ti-4.5Fe-6.8Mo-4Zr-1Fe	890	
SP 700	Ti-4.5Al-3V-2Mo-2Fe	900	

Tabla 1. Pricipales Aleaciones del Titanio

4.5 Microestructuras límites del Titanio

Al igual que en todas las aleaciones, la microestructura del Titanio depende del trabajo en frío y del proceso de recocido realizado. Además, si se enfría el material desde temperaturas superiores a β -transus, la microestructura también se ve influenciada por la velocidad de enfriamiento. Todos estos factores hacen posible la obtención 3 microestructuras diferentes del Titanio puro [12].

4.5.1 Estructura Laminar- Widmanstätten

Se obtienen por enfriamiento lento desde temperaturas superiores a β -transus hasta la región bifásica. La ralentización del proceso de enfriamiento permite una difusión controlada entre las fases α y β cuando la temperatura disminuye por debajo de β -transus y la fase α comienza a nuclear en los bordes de grano de la β , produciéndose un crecimiento de la fase α en forma de láminas. En Titanio de alta pureza esta estructura se conoce como fase alfa serrada, mientras que la presencia de impurezas produce un efecto de placas en forma de cesta.

4.5.2 Estructura Equiaxial

La microestructura equiaxial se obtiene cuando el titanio se trabaja en frío y se le realiza un recocido a temperaturas inferiores a la de β transus. El tamaño de grano que se obtiene tiende a ser pequeño debido a las temperaturas de trabajo relativamente bajas y a la presencia de impurezas en los límites de grano. Se pueden encontrar estructuras equiaxiales formadas tanto por fases α como por $\alpha + \beta$.

4.5.3 Estructura Bimodal

Cuando se eleva la temperatura de la aleación en el dominio de predominancia $\alpha+\beta$, se obtiene durante el enfriamiento una estructura en la que existe una fase α primaria equiaxial y una fase α formando láminas separadas por β retenida.



Ilustración 10.Estructura Laminar Titanio

Ilustración 9. Estructura Equiaxial Titanio

Ilustración 8. Estructura Bimodal Titanio

Generalmente, en función del tipo de microestructura, las principales propiedades de las aleaciones son:

- Microestructuras finas incrementan resistencia, ductilidad y retardan la propagación de grietas.
- Microestructuras vastas son más resistentes a la fatiga y al creep.
- Microestructuras equiaxiales exhiben gran ductilidad y son preferibles para la deformación superplástica.
- Microestructuras laminares tienen mayor tenacidad a fractura, superior resistencia al creep y al crecimiento de grietas bajo cargas cíclicas.

4.6 Material compuesto de matriz metálica

Los composites o materiales compuestos son materiales constituidos por dos o más materiales de características distintas con el fin de compensar las propiedades negativas y potenciar las positivas de ambos.

Se forma un nuevo material que combina las propiedades de los dos anteriores. Se consigue así que un material con elevada resistencia, rigidez y una baja densidad, que pueda tener aplicaciones más diversas que los materiales primigenios.

Los materiales compuestos de matriz metálica es una de las familias de materiales que ha sido más investigada en la actualidad, debido a que proporcionan elevada resistencia y módulo elástico, resistencia a elevada temperatura y buenas propiedades de conductividad térmica y eléctrica.

Los materiales más utilizados como matriz son el Aluminio, el Magnesio y el Titanio ya que poseen

valores de densidad relativamente bajos y unas buenas propiedades mecánicas.

La mayor parte de los materiales compuestos están formados por dos fases; una, llamada matriz, que es continua y rodea a la otra fase, denominada refuerzo.

Las funciones que tiene la matriz metálica en los materiales compuestos son:

- Proteger las fibras o partículas del ambiente exterior.
- Propiciar la unión solidaria de los elementos que constituyen el refuerzo.
- Repartir y transmitir las cargas a los elementos de refuerzo.

Por otro lado las funciones del material del refuerzo son:

- Soportar las tensiones que se ejercen sobre el compuesto.
- Aumentar las características mecánicas de la matriz, su dureza y resistencia al desgaste.
- Mitigar los fallos de estas características con el aumento de temperatura.
- Frenar o detener la propagación de grietas a través del compuesto y el desarrollo de las fisuras.

Los tipos de MMCs clasificados según el tipo de refuerzo, son los siguientes:



Ilustración 11. Clasificación MMCs según tipo de refuerzos

MMCs reforzados con Partículas con Orientación Aleatoria

Es el refuerzo de menos coste económico y el que permite obtener una mayor isotropía de propiedades pudiéndose optimizar las propiedades deseables. Permiten obtener materiales a la carta de manera más sencilla que los otros tipos de refuerzos.

El control del tamaño y la pureza son los principales requisitos para su empleo en materiales compuestos.

Los refuerzos particulados más comunes son la Alúmina, Carburo de Boro, Carburo de Silicio, Carburo de Titanio y Carburo de Tunsgteno.

4.7 Pulvimetalurgia

La pulvimetalurgia (PM) es el estudio de todo el proceso de los polvos metálicos y cerámicos, incluidos fabricación, caracterización y conversión del metal en polvo a componentes ingenieriles.

En el siguiente diagrama de flujo, se observa de manera esquemática todo el proceso que involucra la pulvimetalurgia. Dicho proceso incluye la aplicación a los polvos de leyes básicas de calor, trabajo y deformación (ya que este proceso cambia la forma, propiedades y estructura del producto final

derivado de los polvos), el procesado de las piezas a fabricar para obtener la forma que se desea y la caracterización mecánica de los materiales mediante la realización de ensayos tanto destructivos como no destructivos, así como de un análisis metalográfico [14].



Ilustración 12. Diagrama de flujo del proceso pulvimetalúrgico

La pulvimetalurgia, si bien es un proceso que existe desde hace más de 100 años, en los últimos 25 años se ha perfeccionado como una forma de producir partes de altísima calidad [14].

El éxito de esta técnica se debe a que abre la posibilidad de fabricar piezas de formas complejas con dimensiones cercanas a las del producto final y con mejores propiedades mecánicas, por su mayor homogeneidad y control del tamaño de los granos; factores esenciales para lograr la formación de enlaces fuertes entre las partículas y en consecuencia, incrementos en la dureza y tenacidad de los materiales. La tecnología PM es una realidad industrial, lo suficientemente madura como para asumir un papel preponderante en el desarrollo de materiales avanzados, no en vano, este proceso se viene utilizando desde hace años en la industria aeroespacial, médica y automotriz entre muchas otras.

Se realiza mezclando polvos de aleaciones elementales y compactando luego la mezcla en un molde para conseguir una preforma con un mínimo de resistencia mecánica. Las formas resultantes son sinterizadas o se calientan en un horno por debajo de la temperatura de fusión con atmósfera controlada para unir las partículas metalúrgicamente. Durante este calentamiento, los procesos de difusión hacen que las partículas pierdan su identidad, obteniéndose el material continuo.

Es un proceso en que se aprovecha casi el 97% del material de partida y se puede llevar a cabo con un control de la exactitud dimensional que repercute en la pieza final de manera positiva, evitándose el mecanizado y abaratándose los costes de la misma [15].

La pulvimetalurgia se puede resumir en 4 grandes pasos, que se esquematizan en el siguiente diagrama de flujo y que se describe de manera más detallada en los apartados que le siguen.



Ilustración 13. Principales etapas del proceso pulvimetalúrgico
4.7.1 Producción de polvos metálicos

La selección y aplicación de un polvo dependen del tipo de material y los objetivos que se quieran alcanzar, por esto, en la industria se eligen los polvos según su forma, tamaño y distribución de las partículas, además de su pureza, densidad, velocidad de flujo y compresibilidad, ya que estas características determinan las propiedades finales de las piezas.

Se dispone de 4 grandes grupos para su obtención, los cuales a su vez engloban submétodos que difieren poco entre sí.



Ilustración 14. Esquema tipos de métodos de producción de polvos

Prácticamente cualquier material puede ser transformado en polvo por la aplicación de uno o más de estos métodos. El método escogido debe estar relacionado con el tipo de aplicación y con las propiedades y estructura deseada del producto final [16].

4.7.1.1 MÉTODOS QUÍMICOS

Estos métodos pueden clasificarse en reducción y descomposición química.

- Reducción química: Implican compuestos químicos; con mayor frecuencia un óxido y otras veces haluros o sales de metal. Puede llevarse a cabo:
 - a) Desde el estado sólido: como la reducción del óxido de hierro con Carbono o de óxido de Wolframio con Hidrógeno.
 - b) Desde el estado gaseoso: como la reducción de tetracloruro de Titanio gaseoso con Magnesio fundido (es decir, el conocido proceso Kroll).
 - c) Desde una solución acuosa: como la precipitación de Cobre a partir de una solución de sulfato de Cobre con Hierro o bien como la reducción de una solución salina de Níquel amoniacal con Hidrógeno bajo presión.
- Descomposición química de compuestos: Los dos métodos más comunes de producción de polvo en este caso son:
 - a) Descomposición de hidruros metálicos.
 - b) Descomposición de carbonilos metálicos.

4.7.1.2 MÉTODOS FÍSICOS

Los métodos más extendidos son el método electroquímico y la atomización.

- Método electroquímico: Es muy utilizado en la preparación de polvo de Cobre, Berilio, Hierro y Níquel. El ajuste de las condiciones físicas y químicas durante la electrodeposición hacen posible la deposición del metal en el cátodo en forma de escamas. Este método proporciona polvo metalúrgico de alta pureza y con excelentes propiedades para su procesado. Esta técnica implica el control y la manipulación de muchas variables por lo que en algunos casos resulta más costosa que otras técnicas. Así por ejemplo, el polvo de Hierro electroquímico es más caro que el polvo reducido o atomizado teniendo propiedades similares. Sin embargo, el polvo de Cobre electroquímico es bastante competitivo comparado con el polvo reducido o precipitado.
- Atomización: Está basado en el hecho de que cualquier material fundido puede formar polvo por desintegración del líquido. Aparte de la reactividad química, la cual puede necesitar materiales o una atmósfera específica, el proceso es independiente de las propiedades físicas y químicas asociadas con el material sólido. Este método está ampliamente adoptado, ya que permite obtener directamente del fundido metales con alta pureza y polvos prealeados. El procedimiento básico empleado consiste en hacer pasar a través de un orificio al fondo de un crisol un líquido e incidir un chorro de gas o líquido al fundido emergente.
 - Atomización con gas: generalmente los gases empleados son Nitrógeno, Argón y aire. En la práctica se utilizan dos tipos de geometrías de atomización. En la conocida como mezclado externo el contacto entre el medio de atomización y el fundido tiene lugar fuera boquilla. El mezclado externo es ampliamente utilizado para la atomización de metales. El mezclado interno es bastante común para la atomización de materiales que son líquidos a temperatura ambiente.
 - Atomización con agua: un chorro de agua a alta presión es forzado a través de una boquilla para formar una fase dispersa de gotitas las cuales impactan con el chorro de metal. Este método requiere grandes cantidades de energía para proporcionar el agua a alta presión. Debido a la formación de óxidos esta técnica no es apropiada para metales altamente reactivos como el Titanio. En general, los polvos obtenidos son de forma irregular con superficies oxidadas y rugosas.

4.7.1.3 MÉTODOS MECÁNICOS

Estos métodos no son muy utilizados como procesos primarios de obtención de polvos metálicos. La trituración mecánica es posible por métodos como el impacto, rozamiento, corte y compresión. La formación de polvo metálico por métodos mecánicos se basa en varias combinaciones de estos cuatro mecanismos básicos.

4.7.2 Caracterización de polvos

4.7.2.1 <u>Propiedades metalúrgicas</u>

4.7.2.1.1 Composición química e impurezas

Son características de reacción ante diferentes elementos. También se relacionan con la pureza del polvo utilizado.

4.7.2.1.2 Microestructuras

La microestructuras es el aspecto que presentan a la observación microscópica los polvos desbastados y pulidos.

El tamaño, la forma y la disposición de los distintos granos que constituyen una partícula de polvo, dependen del método de obtención del polvo, de su pureza y del tratamiento térmico al que ha estado sometido.

4.7.2.2 Propiedades geométricas

4.7.2.2.1 Distribución de tamaño de las partículas

El tamaño de la partícula queda definido por sus dimensiones.

En el caso de partículas no esféricas, se aplica el concepto de diámetro medio, cuya definición depende del método escogido para su determinación. Por ejemplo, si se emplea el tamizado, se expresa el diámetro medio en términos de la malla, si se utiliza el recuento microscópico, se recurre a la media de varias dimensiones.

Es raro encontrar polvos que tengan un tamaño de partícula uniforme, por ello se hace necesario introducir la distribución, que define la desviación de tamaño del conjunto y repercute en las características secundarias del polvo.

La determinación de la distribución y del tamaño se hace de forma simultánea.

Entre los métodos aplicados a la determinación del tamaño de las partículas cabe diferenciar los que necesitan medios húmedos y los que no:

- Medio húmedo: Sedimentación, centrifugación, microscopía y modulación del flujo eléctrico.
- Medio seco: Tamizado, elutriación, microscopía y permeabilidad.

4.7.2.2.2 Forma externa de la partícula

La forma del polvo depende de la manera en la que se produjo, ésta puede ser esférica, quebrada, dendrítica, plana o angular.

4.7.2.2.3 Estructura interna de la partícula (Porosidad)

La porosidad indica el grado de compacidad de la partícula de polvo. Se puede distinguir dos tipos de porosidad, según el poro se encuentre en la superficie o en el interior de las partículas pulverulentas y que denominan porosidad externa y porosidad interna respectivamente.

A su vez en la porosidad interna pueden distinguirse dos tipos de poros: el tipo esponja, en el cual los poros se presentan como un conjunto de huecos aislados y el tipo erizo en el cual los poros están interconectados.

La porosidad interna se detecta mediante observación al microscopio o por medida de densidad.

4.7.2.3 Propiedades físicas

4.7.2.3.1 Flujo o caudal de los polvos

Es el tiempo requerido para que una muestra de polvo estándar fluya bajo condiciones atmosféricas a través de un embudo para ser recogidas en un recipiente posteriormente. Para su determinación se suele utilizar el medidor de flujo de Hall o de Carney.

El procedimiento consiste en cronometrar el tiempo para el cual la muestra de polvo seco desaloja el embudo.

4.7.2.3.2 Densidad aparente y densidad del polvo

En este tipo de medidas es preciso hacer la distinción entre la densidad aparente y la densidad del polvo vibrado. La primera se define con la relación entre el peso en gramos y el volumen en centímetros cúbicos de una masa pulverizada. La densidad de polvo vibrado es esta misma relación, pero tras someter la masa a sacudidas de intensidad y duración normalizadas, en un recipiente de dimensiones fijas.

La medida de la densidad aparente se efectúa pesando un recipiente de volumen conocido enrasado con el polvo. Esta medida depende de la forma de las partículas, de su tamaño y distribución, así como de su porosidad.

4.7.2.3.3 Compresibilidad

Es la relación que existe entre el volumen inicial del polvo utilizado y el volumen final de la pieza comprimida. Esta propiedad varía considerablemente en función del tamaño de las partículas de polvo y afecta directamente a la resistencia de las piezas.

4.7.2.4 Propiedades mecánicas

4.7.2.4.1 Resistencia en verde

Es necesaria una resistencia en verde suficiente para prevenir grietas durante la expulsión de la pieza tras la compactación y para permitir el transporte de las piezas compactadas desde la prensa al horno de sinterización.

4.7.3 Procesos de fabricación

Después de la producción de polvos metálicos, la secuencia convencional de la metalurgia de polvos consiste en tres pasos[17]:

1) Combinación y mezclado de polvos.

2) Compactación en la cual se prensan los polvos para obtener la forma deseada.

3) Sinterizado que implica calentamiento a una temperatura por debajo del punto de fusión para provocar la unión de las partículas en estado sólido.



Ilustración 15. Secuencia de Proceso de Fabricación PM

4.7.3.1 MEZCLADO Y COMBINACIÓN

Para lograr buen resultado en la compactación y el sinterizado, los polvos metálicos necesitan homogeneizarse perfectamente antes del proceso. Para ello, se deben mezclar y combinar. El mezclado se refiere a la mezcla de polvos de la misma composición química pero posiblemente con diferentes tamaños de partículas mientras que la combinación se refiere a la mezcla de polvos con diferente composición química.

Tienen por objetivos:

- Obtener uniformidad, ya que los polvos fabricados por los distintos procesos tienen diferentes tamaños y formas.
- Poder introducir polvos de distintos materiales, para impartir propiedades y características físicas y mecánicas especiales al producto.
- Poder mezclar lubricantes con los polvos para mejorar sus características de flujo. Se obtiene una menor fricción entre las partículas metálicas, menos flujo de los metales en polvo hacia los moldes y una mayor vida de las matrices.

El mezclado y la combinación se realizan por medios mecánicos, utilizando tambores rotatorios o fijos (molinos) pero con paletas mezcladoras. El mezclado de los polvos se debe hacer bajo condiciones controladas para evitar contaminaciones o deterioro. Los polvos se pueden mezclar en aire, atmósferas inertes que eviten la oxidación o en líquidos lubricantes.



Ilustración 16. Mezclado y Combinación

4.7.3.2 COMPACTACIÓN

En la compactación se aplica presión a los polvos para darles la forma requerida.

El método convencional de compactación es el prensado, en el cual dos punzones opuestos aprietan el polvo contenido en un dado, matriz o en un molde. Las prensas que se usan son de acción hidráulica o neumática. Los objetivos de la compactación son obtener la forma, densidad y contacto entre partículas necesarios para que la pieza tenga la resistencia suficiente y se pueda seguir procesando.

El polvo prensado se llama comprimido, crudo o en verde. El término verde significa que la pieza no está completamente procesada. El polvo debe fluir con facilidad para llenar bien la cavidad del molde. El prensado se suele hacer a temperatura ambiente, aunque también se puede hacer a altas temperaturas.

Como resultado del prensado, la densidad de la parte, llamada densidad verde, es mayor que la densidad volumétrica inicial, tendiendo a la del metal macizo. La resistencia verde de la pieza cuando es prensada es adecuada para el manejo pero mucho menor que la que se logra después del sinterizado.

La presión que se aplica en la compactación produce inicialmente un reempaquetamiento de los polvos de manera más eficiente, elimina los puentes que se producen durante el llenado, reduce los poros e incrementa el punto de contacto entre las partículas. Al incrementarse la presión, las partículas se deforman plásticamente, ocasionando que el área de contacto interparticular aumente y entren en contacto partículas adicionales. Esto viene acompañado de una reducción posterior del volumen de los poros.

Un factor importante a tener en cuenta es la distribución de los tamaños de las partículas ya que si todas son del mismo tamaño, siempre habrá algo de porosidad.

4.7.3.2.1 Técnicas de compactación a temperatura ambiente

• Prensado en frío uniaxial

Los polvos se mezclan con lubricantes y se presionan en dirección axial. Tras ello, la matriz en verde posee dimensiones y formas precisas para su producción.

• Prensado isostático en frío (CIP)

Transmite la presión de manera uniforme en todas las direcciones para compactar los polvos de metal, plástico, compuesto o de cerámica encerrándose en un contenedor flexible, sellado y sumergido en un recipiente a presión a temperatura ambiente, el cual se sobredimensiona para compensar la contracción.

Se usa agua o aceite para ejercer la presión hidrostática contra el molde dentro de la cámara.

Las ventajas de este método incluyen densidad más uniforme, herramientas menos costosas y mayor aplicación a lotes de corta producción.

Por otro lado es muy difícil lograr una buena precisión dimensional debido a la flexibilidad del molde, por ello se requieren operaciones de acabados posteriores.



Ilustración 17. Prensado isostático en frío

• Laminación de polvos

Los polvos pueden comprimirse en una operación de laminado para formar el material metálico en tiras. El proceso se dispone para operar de forma continuo, los polvos metálicos se compactan entre dos rodillos para formar una tira verde que alimenta directamente a un horno de sinterizado. Después se enfría, lamina y resinteriza.



Ilustración 18. Laminación de Polvos

• Colaje

El compactado en verde de los polvos se obtiene por moldeo en barbotina. La suspensión consiste en verter los polvos de metal en un molde poroso. El líquido es absorbido por el molde. En ocasiones se le aplica vibración para aumentar la densidad de la pieza producida.

Los componentes se secan y se sinterizan para obtener la resistencia suficiente.

• Moldeo por inyección de metal

El moldeo por inyección de metal es un proceso que se deriva de la inyección de plásticos.

Se divide en cuatro partes: mezclado del polvo con un aglutinante, moldeo por inyección, eliminación del ligante y sinterización.

4.7.3.2.2 Técnicas de consolidación en caliente

• Prensado en caliente [11]

Consiste en recubrir el interior de una matriz de grafito con un papel de grafito previamente rociado con un aerosol de boro, posteriormente, los polvos de material son vertidos dentro de la matriz. Todo ello se hace para evitar reacciones entre los polvos y la matriz donde se fabrica.

• Prensado isostático en caliente (HIP)

Se lleva a cabo a alta presión y temperatura, usando como medio de compresión un gas que puede ser Argón o Helio, realizándose en un solo paso el prensado y sinterizado.

El molde que contiene los polvos se hace de lámina de metal para resistir las altas temperaturas.

Las partes hechas por este procedimiento se caracterizan por su alta densidad, unión interparticular completa y buena resistencia mecánica.



Ilustración 19. Prensado isostático en caliente

• Forja en caliente

El polvo se calienta a la temperatura de forjado, la cual es un poco inferior a la temperatura de sinterización. Posteriormente se forja en un troquel.

• Extrusión de polvos

El polvo inicial se coloca al vacío en una lata de lámina metálica hermética, se calientan y se extruyen junto con el recipiente. En otra variante, se preforman los tochos por un proceso de prensado convencional y sinterizacion y después se extruyen en caliente. Estos métodos alcanzan un alto grado de densificación en los procesos de polvo metálicos.

• Sinterizacion asistida por corriente pulsada (SPS o Spark Plasma Sintering)

Es una técnica de consolidación de polvos de alta velocidad, basada en una descarga de una chispa de corriente eléctrica que genera un plasma a altas temperaturas, que permite su conformado con alta homogeneidad y densificación del material.

4.7.3.3 SINTERIZADO

Después del prensado, el compacto verde carece de fuerza y resistencia, se desmorona fácilmente ante el menor esfuerzo. El sinterizado es el proceso de calentar los comprimidos crudos en un horno con atmósfera controlada hasta una temperatura menor al punto de fusión pero lo suficientemente alta (0.7 a 0.9 del punto de fusión) como para permitir la adhesión (fusión) de las partículas individuales, incrementando así su resistencia y su fuerza. Se cree que la fuerza básica que mueve al sinterizado es la reducción de la energía superficial. El compacto verde consiste en muchas partículas distintas que tienen su propia superficie, por tanto la superficie total contenida en el compactado es muy alta. Bajo la influencia del calor, el área se reduce por la formación y crecimiento de las uniones entre las partículas, implicando una reducción de la energía superficial. Mientras más fino sea el polvo inicial más alta será la superficie del área total y más grande la fuerza que mueve el proceso.

Las variables principales del sinterizado son la temperatura, el tiempo y la atmósfera del horno.

Las atmósferas de los hornos de sinterizado comunes son: vacío, gas inerte, basadas en Nitrógeno, amoniaco disociado, Hidrógeno y basada en gas natural.

Es importante remarcar que es imposible eliminar por completo la porosidad, porque quedan huecos después de la compactación y porque en el sinterizado se desprenden gases.



Ilustración 20. Sinterizado

4.7.3.4 OPERACIONES SECUNDARIAS Y DE ACABADO

Para mejorar las propiedades de los productos de metalurgia de polvos o para impartirles características especiales, se pueden efectuar varias operaciones después de sinterizado.

- 1. Acuñado y dimensionado, son operaciones de compactación a gran presión. Los objetivos de estas operaciones son impartir exactitud en las dimensiones de la parte sinterizada y mejorar su resistencia y acabado superficial, mediante una mayor densificación.
- 2. Un avance importante es usar comprimidos de polvos de aleaciones preformadas y sinterizadas, que después se forjan en frío o en caliente hasta su forma definitiva. Estos productos tienen un muy buen acabado superficial, buenas tolerancias dimensionales y un tamaño de grano fino y uniforme. Las mejores propiedades alcanzadas hacen que esta técnica sea especialmente adecuada para aplicaciones tales como la fabricación de componentes automotrices y de motores de reacción de alto empeño.
- 3. La porosidad inherente a los productos de metalurgia de polvos se puede aprovechar impregnándolos con un fluido. Una aplicación característica es impregnar la parte sinterizada con aceite, por lo general sumergiéndola en aceite caliente, por ejemplo en bujes y cojinetes.

- 4. La infiltración es un proceso en el que una masa de metal de menor punto de fusión se apoya en la parte sinterizada y a continuación se calienta el conjunto hasta una temperatura suficiente para fundir dicha masa. El metal fundido se infiltra por los poros, por acción capilar y produce una parte relativamente libre de poros, con buena densidad y resistencia. Mejoran la dureza y la resistencia a la tensión.
- 5. Las partes hechas con la metalurgia de polvos se pueden someter a otras operaciones de acabado como las siguientes:
 - Tratamientos térmicos para mejorar la resistencia y la dureza.
 - Mecanizado para producir diversas características geométricas.
 - Rectificado para aumentar la exactitud dimensional y el acabado superficial.
 - Deposición para mejorar la apariencia e impartir resistencia al desgaste y a la corrosión.

Con todo lo mencionando anteriormente, los procesos comunes a la fabricación de productos utilizando la tecnología de la metalurgía de polvos se muestran en el siguiente esquema:



Ilustración 21. Procesos comunes a la fabricación de productos

5.1 Titanio y sus aleaciones

El Titanio presenta propiedades únicas que lo convierten en un excelente material. Como se ha comentado, su alta resistencia, baja densidad, excelente resistencia a la fatiga y a la corrosión hacen que los componentes fabricados con él sean no sólo extremadamente fuertes y duraderos, sino también increíblemente ligeros.

No se oxida ni se corroe bajo ninguna condición atmosférica. También se usa por su excelente resistencia a la corrosión en muchos ambientes químicos, como las soluciones de Cloro y las de cloruro inorgánico.

Además es uno de los metales más respetuosos con el medio ambiente. Los desechos de Titanio resultantes de los procesos de fabricación son totalmente reciclables.

Otra gran ventaja, que le abre una gran cuota de mercado, es que es un metal biocompatible, porque los tejidos del organismo toleran su presencia sin que se hayan observado reacciones alérgicas del sistema inmunitario. Esta propiedad de biocompatibilidad del Titanio unido a sus cualidades mecánicas de dureza, ligereza y resistencia ha hecho posible una gran cantidad de aplicaciones médicas, como prótesis de cadera y rodilla o tornillos óseos [18].

Actualmente el 45% del Titanio producido se destina a aplicaciones aeronáuticas como pieza de motores de aeronaves civiles y más ampliamente en aviación militar, otro 45% se emplea en aplicaciones industriales donde es necesaria una alta resistencia a corrosión y el 10% restante corresponde a aplicaciones creadas por nuevos mercados emergentes [19].

Dentro de la industria aeronáutica, los principales competidores del Titanio son los materiales compuestos de fibra de carbono en aplicaciones de baja temperatura y las superaleaciones a altas temperaturas.

La industria tradicional está manifestando un interés creciente por los materiales basados en Titanio gracias a la aparición de nuevas tecnologías, relacionadas principalmente con la extracción del Titanio y que podrían repercutir en la disminución del coste del producto final entre un 30% y un 50% [10].

5.1.1 Historia del Titanio

Se trata de un metal de transición de color gris plata que comparado con el acero, con quien compite en aplicaciones técnicas, es mucho más ligero (4.51g/cm³ frente a 7.8g/cm³) [20].

Tiene alta resistencia a la corrosión y gran resistencia mecánica pero es mucho más caro que el acero debido que no es tan frecuente su existencia en concentraciones que hagan económicamente viable su extracción, lo cual limita su uso industrial.

Principalmente está presente en rocas ígneas y en los sedimentos derivados de ella, pero también en muchos silicatos remplazando al silicio. Los minerales que muestran una mayor concentración de Titanio son el rutilo (TiO₂) y la ilmenita, además de la anatasa y la brookita.

El Titanio fue descubierto por el sacerdote y mineralogista inglés William Gregor en 1791, mientras estudiaba unas arenas negras procedentes de la zona de Cornualles. En la ilmenita procedente de esta fuente halló el óxido de un nuevo metal.

En 1795, el alemán Martin Heinrich Klaproth volvió a descubrir el mismo elemento en el mineral rutilo, y le dio el nombre de Titanio, derivado de la palabra latina titans, como alusión a la fuerza de los mitológicos titanes griegos [21].

En 1887 Nilson y Pettersson obtuvieron una muestra impura de Titanio. A pesar de que se intentó obtener este metal en forma pura (99,9 %) durante mucho tiempo, no se consiguió una muestra Titanio puro hasta el año 1910, cuando Mattheu A. Hunter calentó a 700-800°C una mezcla de sodio y el compuesto TiCl₄ en un reactor de acero, de forma que redujo el cloruro y consiguió una muestra pura de metal, si bien en una cantidad muy pequeña (Proceso de Hunter).

El Titanio como metal no se usó fuera del laboratorio hasta que en 1946 William Justin Kroll desarrolló un método para poder producirlo comercialmente: mediante la reducción del $TiCl_4$ con magnesio, y éste es el método más utilizado hoy en día (Proceso Kroll).

La temperatura de fusión del Titanio (1670°C) es mucho más alta que la del aluminio, su competidor en aplicaciones donde se requiere ligereza. Esto es una ventaja en aplicaciones donde la temperatura supera los 150°C. La alta reactividad del Titanio con el oxígeno limita su uso a temperaturas máximas de 600°C aproximadamente, ya que a mayores temperaturas la difusión del oxígeno a través de la capa protectora es muy rápida lo que causa un crecimiento excesivo de la capa de óxido y una fragilización de las capas adyacentes muy ricas en oxígeno.

5.1.2 Obtención del Titanio

La alta reactividad del Titanio hace que nunca se presente en estado elemental en la naturaleza, sino que se encuentra en forma de óxidos. Ésto conlleva a que su reducción, debido a la elevada estabilidad de estos óxidos, sea muy costosa y complicada. Dichas dificultades aumentan a altas temperaturas y, a causa de la alta reactividad, se requieren técnicas de procesado especiales para no introducir impurezas en el material.

El Titanio reacciona con el oxígeno, el agua, el dióxido de carbono, el hidrogeno, etc.; por lo que se requieren de hornos de vacío o atmósferas inertes durante su procesado. También es necesario evitar la presencia de aceites, huellas dactilares, grasas y pinturas en la superficie del material porque aumentan el riesgo de fragilización.

El Oxígeno y el Nitrógeno son fuertes estabilizadores de la fase alfa y contribuyen al endurecimiento por solución sólida. Este hecho incrementa la resistencia y la dureza del material, pero disminuye notablemente la ductilidad y las propiedades a fatiga.

A diferencia de la oxidación provocada por el Oxígeno, el Hidrógeno no crea una superficie visible con la que se pueda controlar su contaminación. El Hidrógeno reduce la resistencia por fatiga por lo que hay que evitar su absorción durante el procesado.

El proceso Kroll es el más usado para obtenerlo, a pesar de su alto coste.

Proceso Kroll

El Titanio elemental obtenido por este proceso es poroso y con apariencia de esponja.

El proceso Kroll conlleva las siguientes etapas:

1. <u>Cloración del óxido para producir TiCl4</u>

Este proceso tiene lugar en un lecho fluidizado que contiene Carbono, el mineral de partida y las impurezas arrastradas por este último. Las reacciones básicas que tienen lugar en el reactor de cloración son:

$$TiO_2 + 2 Cl_2 + C \rightarrow TiCl_4 + CO_2$$

$$\Gamma iO_2 + 2 \operatorname{Cl}_2 + 2\operatorname{C} \rightarrow \operatorname{TiCl}_4 + 2\operatorname{CO}$$

Los productos de la reacción son el CO_2 , CO y TiCl₄ gaseoso, que se evacuan por la parte superior del reactor y se llevan a la unidad de destilación.

2. <u>Destilación del TiCl₄ para purificarlo</u>

Se lleva a cabo una destilación fraccionada, en la que primero se destilan las impurezas de bajo punto de ebullición (CO_2 y CO) y luego las de mayor punto de ebullición como el SiCl₄ y el SnCl.

3. <u>Reducción del TiCl₄ con Mg para producir Titanio metálico</u>

En esta etapa el TiCl₄ se introduce en un reactor de atmósfera inerte que contiene magnesio metálico y se aumenta la temperatura hasta un valor variable entre 700 y los 800° C para que tenga lugar su reducción:

$$TiCl_4 + 2 Mg \rightarrow Ti + 2MgCl_2$$

4. Purificación del Titanio metálico para eliminar los productos secundarios

Se pretende retirar el $MgCl_2$ de la esponja para obtener una muestra íntegramente compuesta por Titanio. Para ello se pueden usar diversos métodos: lixiviación, barrido de gas inerte o destilación en vacío.

La lixiviación se basa en la solubilidad del $MgCl_2$ en solución con el ácido clorhídrico diluido para poder extraerlo de la esponja. Su uso no está muy extendido ya que tiene lugar en un reactor distinto al reactor en el que se produce la reducción.

El método de barrido, usa argón como portador para transportar el vapor $MgCl_2$ mientras que en el procesos de destilación en vacío, a causa de la alta temperatura, la esponja absorbe pequeñas cantidades de Hierro y Níquel de las paredes de Acero inoxidable del reactor que quedan como impurezas en el Titanio metálico.

El barrido de gas inerte y la destilación en vacío cuentan con la ventaja de que la supresión del $MgCl_2$ se efectúa en el propio reactor de reducción. Estos dos procesos hacen uso de la alta presión de vapor del $MgCl_2$ para extraerlo por evaporación y posteriormente, recondensarlo para recuperarlos.

5. Troceado de la esponja de Titanio para reducir su tamaño.

Tras la eliminación del magnesio y del cloruro magnésico, la esponja se tritura para producir gránulos de Titanio. Más tarde, los gránulos más grandes se cortan para reducir su tamaño.

El proceso de Kroll fue criticado desde sus inicios por ser costoso y poco eficiente.Se han llevado a cabo numerosas iniciativas para el estudio de la reducción de los óxidos de Titanio, mediante procesos que reemplacen el de Kroll. Muchas de estas tecnologías producen Titanio en forma de polvo por lo que la industria pulvimetalúrgica se beneficia directamente de estos desarrollos.

Existen otros métodos como el proceso Hunter, Armstrong o el proceso FFC- Cambridge que han sido desarrollados pero que no han alcanzado la popularidad del primero:



Ilustración 22. Proceso Kroll

Proceso Hunter

El proceso de Hunter fue el primer proceso industrial para producir Titanio puro metálico dúctil.

El proceso conlleva la reducción de TiCl₄ con Sodio (Na) en una bomba de acero a 700-800°C.

$$TiCl_4 + 4 Na \rightarrow 4 NaCl + Ti$$

Antes del proceso de Hunter, todos los esfuerzos para producir Ti de metal proporcionó material altamente impuro, a menudo de nitruro de Titanio (que se asemeja a un metal). El proceso de Hunter fue reemplazado por el más económico proceso de Kroll en la década de 1940.

Proceso Armstrong

Se trata de una modificación del proceso Hunter para convertirlo en un proceso continuo, en el que se produce polvo de Titanio y del que se puede obtener aleaciones de Titanio con ligeras modificaciones que mejoran la economía del método original.

Una de las limitaciones de este procedimiento es que el polvo obtenido posee una densidad muy baja por lo que debe ser tratado posteriormente.

Proceso FCC-Cambridge

El Proceso de FFC Cambridge es un método electrolítico en el que los óxidos son catódicamente reducidos a Titanio. Es uno de los métodos más estudiados, pudiendo ser uno de los más económicos debido a que parte directamente del óxido de Titanio.

5.1.3 Aleaciones y compuestos

Alrededor del 95% de la producción de Titanio se consume en forma de dióxido de Titanio, un pigmento permanente intensamente blanco, con un excelente poder de adherente en pinturas, papel, pasta de dientes. Es un compuesto barato, no tóxico y disponible en grandes cantidades.

El nitruro de Titanio es ampliamente usado en la fabricación de herramientas de corte, tales como brocas para mecanizado. Así mismo el bromuro de Titanio es utilizado en superaleaciones y cableado.

Su peso ligero, resistencia a la corrosión y su capacidad para soportar temperaturas extremas, hacen que las aleaciones de Titanio sean muy utilizadas en aviones, blindajes, buques de guerra, naves espaciales y misiles.

El uso que se hace de estos materiales en los principales y más actuales modelos de las dos grandes compañías de fabricación de aeronaves son los mostrados en la siguiente tabla:

	Compañía Boein	g	Compañía Airbus		
Tipo de aeronave	B777	B747	A340	A380	
Peso aeronave	134 Ton 162 Ton		130 Ton	270 Ton	
Peso Titanio	58 Ton	18 Ton	24 Ton	77 Ton	

Tabla 2. Usos de aleaciones de Titanio en compañías aeronaúticas

En general la industria actual del Titanio se reparte porcentualmente de la siguiente manera:

Aleaciones de Titanio. Mercado y requerimientos							
Mercado USA (%) Europa (%) Requerimientos							
Motores Jet	42	37	Resistencia a elevada temperatura. Resistencia al Creep. Estabilidad a elevada temperatura. Resistencia a fatiga. Tenacidad a fractura.				
Estructuras aeroespaciales	38	33	Alta resistencia mecánica. Resistencia a fatiga Tenacidad a fractura. Facilidad de manufactura.				
Industria	20	30	Resistencia a la corrosión. Resistencia adecuada. Maquinabilidad. Competitividad económica.				

Tabla 3.	. Industria	actual	del	Titanio
----------	-------------	--------	-----	---------

5.2 Aplicaciones del Titanio y sus aleaciones

En la siguiente grafica se visualiza el uso del Titanio en los distintos sectores comerciales en la última década: En ella, se puede observar cómo los sectores aeroespaciales e industrial son los que más cuota de consumo de Titanio tienen.



Ilustración 23. Comparativa usos del Titanio en la última década

Aplicaciones aeronáuticas

La rigidez específica y la consecuente pérdida de peso se traducen en que la mayor parte de forjados estructurales, discos de ventilación, álabes y palas de turbinas de las aeronaves están fabricadas con aleaciones de Titanio.Pero no solo en estas partes estructurales o de potencia; gran parte del sistema de tuberías también está realizado en Titanio debido a sus requerimientos de temperatura, resistencia a la corrosión y estabilidad térmica.

En naves espaciales su uso está limitado al depósito de combustible. La baja densidad del Titanio y su alta resistencia específica, unidos a su compatibilidad química a altas temperaturas lo hacen idóneo para esta aplicación [12].

Aplicaciones biomédicas

Las principales ventajas del Titanio frente a sus competidores con propiedades mecánicas y químicas parecidas son tales como la resistencia a la corrosión, la baja densidad o el alto módulo de elasticidad son su biocompatibilidad, su bioadhesion y la resistencia a la fatiga.

Estas características hacen del Titanio idóneo para placas, tornillos, articulaciones para la cadera y la rodilla, válvulas cardiacas, material quirúrgico o prótesis dentales.

Aplicaciones automóviles

Las principales aplicaciones del Titanio en la automoción son los chasis, tubos de escape, suspensión, llantas, árboles de levas y cigüeñales.Debido al alto coste del Titanio, suelen ser de uso en competiciones tales como la Fórmula1 más que para automóviles civiles [22].

En la industria del automóvil, el Titanio tiene su mayor competidor en las aleaciones férreas.

Aplicaciones deportivas

Se usa en equipos de alta competición y en deportes de alto rendimiento.

Algunos de los usos del Titanio en equipos deportivos son en bicicletas, bombonas de aire comprimido para buceo, bates de béisbol, cabezas de palos de golf.

Aplicaciones de seguridad y salvamento

Siguiendo en la misma línea de las ventajas del uso del Titanio, en este caso resulta de especial interés por la alta resistencia y la reducida densidad que ofrecen a cuerpos policiales, bomberos y salvamento en su material de trabajo tales como extintores, botellas de oxígeno, chalecos antibalas, hachas, palancas.

Aplicaciones militares

La principal justificación del uso del Titanio en el ámbito militar reside en el hecho de que se reduce mucho el peso con respecto a blindajes de Aluminio o de acero, pues éstos requieren de mucho más material para dar las mismas prestaciones.

Así mismo, el Titanio presenta la ventaja frente a sus competidores de ser mucho más resistente al desgaste y a la fatiga.

Aplicaciones de joyería y moda

Los factores más importantes que conllevaron a la introducción del Titanio en la industria de la joyería fueron el hecho de ser hipoalergénico y su ligereza.

Está presente en anillos, piercings, pendientes, brazaletes, pulseras y monturas de gafas.

Aplicaciones en la industria energética

El Titanio es muy utilizado en la construcción de sistemas de intercambio térmico en las centrales térmicas eléctricas, nucleares, debido principalmente a sus características de resistencia mecánica (lo que hace que los haces tubulares que constituyen esos intercambiadores sean muy resistentes a las vibraciones y que los espesores de los tubos puedan ser menores, facilitando el intercambio de calor) y químicas (el Titanio, a semejanza del Cobre, genera una capa inoxidable sobre su superficie)

Las aleaciones de Titanio se utilizan para fabricar componentes de las industrias de proceso tales como bombas, depósitos, reactores químicos y columnas de fraccionamiento en centrales que utilizan agua de mar como refrigerante.

Aplicaciones en la Industria relojera

Los relojes deportivos que requieren un material resistente a menudo usan el Titanio, un metal fuerte, blanco. Los relojes de pulsera de Titanio son de peso ligero, 30% más fuertes que los de acero y resisten la corrosión. Generalmente tienen una capa protectora para hacerlos resistentes al rayado. Se fabrican las cajas de Titanio e incluso las correas de sujeción.

Aplicaciones superconductividad

Se denomina superconductividad a la capacidad intrínseca que poseen ciertos materiales para conducir corriente eléctrica sin resistencia y precisa de energías nulas en determinadas condiciones. La resistividad eléctrica de un conductor metálico disminuye gradualmente a medida que la temperatura se reduce.

Las aleaciones de Nb-Ti son de las más utilizadas como superconductores junto con las de Nb-Zr.

Sus aplicaciones pueden ser cuantiosas, desde imanes superconductores capaces de generar altos campos con poco consumo de potencia para equipos científicos y de investigaciones o para producir imágenes por resonancia magnética en el campo médico. Además de otras aplicaciones potenciales como pueden ser la transmisión de potencia eléctrica a través de materiales superconductores, imanes para aceleradores de partículas de alta energía, conectores de alta velocidad, transmisión de señales para ordenadores y trenes de alta velocidad levitados.

Aplicaciones debidas a su resistencia al fuego

Cuando el Titanio se combina con el oxígeno se crea una fuerte reacción exotérmica. Bajo determinadas condiciones de elevada presión y temperatura el Titanio puede ser autoinflamable. En los últimos años ha

habido varios ejemplos de incendios en motores a causa de este fenómeno.

Las aleaciones de Titanio resistentes al fuego no son ampliamente usadas debido a su elevado coste. La decisión de incorporarlas en un motor depende de hasta qué punto la reducción de peso es importante. Por ejemplo, tienen su aplicación en motores militares en los que la reducción de peso es más importante que el coste.



Ilustración 24. Aplicaciones de aleaciones de Titanio

5.3 Pulvimetalurgia

La pulvimetalurgia o metalurgia de polvos es un proceso de fabricación que, partiendo de polvos finos y tras su compactación para darles una forma determinada (compactado), se calientan en atmósfera controlada (sinterizado) para la obtención de la pieza.

Tiene su origen en la fabricación de joyas en civilizaciones antiguas como la Inca o los egipcios.

No fue hasta el siglo XIX cuando se comenzó a utilizar de forma industrial. La necesidad de aparatos de Platino de laboratorio llevó al desarrollo de precipitación química de polvos y nuevas rutas de consolidación sin el uso de elevadas temperaturas.

Actualmente, la principal razón por la que se utiliza este método de fabricación es porque la PM lleva asociada una mejora de la calidad, homogeneidad y además hace viable económica y productivamente la fabricación de cierto tipo de materiales.



La metalurgia de polvos es muy usada para formar gran cantidad de piezas pequeñas. Este proceso hace factible fabricar o trabajar ciertos metales que por otros medios serian casi imposibles ya que supone una

Ilustración 25. Trinomio PM

forma práctica de refinar y fabricar piezas de metales con altos puntos de fusión y también es el único método factible de consolidar y formar materiales separados para herramientas como carburos cementados y óxidos sintetizados. Las composiciones más usadas son los polvos en base de Cobre o de Hierro, Latón y Acero para partes estructurales, Bronce para cojinetes...

Otros de importancia aunque en cantidades menores son el Acero inoxidable, Aluminio, Titanio, Níquel, Estaño, Tungsteno, Cobre, Zirconio. Se usan polvos de metal puro para ciertas partes y aleaciones para otras. Estas últimas pueden obtenerse aleando un metal antes del pulverizado y por el mezclado de polvos de los ingredientes deseados. A continuación se muestra en una gráfica la producción relativa ponderada en tanto por uno:



Ilustración 26. Producción Relativa de Materiales por Técnicas PM

Además de la ventaja económica, la PM permite el desarrollo de nuevos materiales con cierta facilidad debido a que permite un control químico y microestructural.

Las previsiones futuras son prometedoras en el uso de esta técnica debido a su combinación de ahorro de costos y el aporte de confiabilidad, calidad, dureza y control dimensional. Así como la posibilidad de creación de nuevos materiales tales como nuevas aleaciones para aeronaves y estructuras de alta dureza involucrando microestructuras a escalas muy pequeñas.

Se dice que existen 5 ingredientes comunes que permiten el crecimiento continuo de los materiales conformados por técnicas pulvimetalúrgicas:

- 1. Desarrollo de técnicas que permitan altas tasas de producción de materiales con altas propiedades estructurales.
- 2. Consolidación de procesos que permitan una densificación total y material con alta fiabilidad.
- 3. Fabricación de materiales que son complicados de conformar por otras técnicas ya existentes.
- 4. Consolidación económica de forma que se abaratan costes y sea una técnica competitiva en el mercado mundial.
- 5. Síntesis de materiales que no están en equilibrio microestructural como materiales amorfos, microcristalinos o aleaciones metaestables.

En la siguiente tabla se aprecia las ventajas y las desventajas de la técnica pulvimetalurgia con otros métodos convencionales:

Técnicas	Ventajas frente a PM	Desventajas frente a PM
Conformado en frío	Rápida Producción Alta rigidez Buen acabado superficial	Menor precisión Vida de herramientas corta Materiales limitados
Extrusión	Grandes piezas Superficie lisa Rápida producción	Menor precisión Gran aporte de energía
Estampado	Alta precisión Altos ratios de producción Grandes piezas	Dificultad con piezas pequeñas Desperdicio de material Materiales limitados
Colado	Técnica muy desarrollada Bajos costes de herramientas Bajo coste pieza final	No válido para refractarios Defectos como porosidad y falta de homogeneidad
Forjado	Altas propiedades mecánicas Formas complejas Producción rápida	Desperdicio de material Poco control dimensional Inclusiones e impurezas
Mecanizado	Alta precisión Gran rango de tamaños Todos los materiales y formas	Desperdicios Baja productividad Propiedades no uniformes

Tabla 4. Ventajas y desventajas de la técnica PM en comparación con las convencionales

5.4 Pulvimetalurgia del Titanio

La pulvimetalurgia del Titanio supone abaratamiento de los costes, lo cual la hace una técnica muy competitiva, más económica y de más calidad (ya que se obtienen piezas con una alta fiabilidad) que los procesos convencionales para fabricar de piezas de Titanio.

Todas estas características junto con la que se han comentado con anterioridad, abren un abanico de posibilidades y cuotas de mercado que sitúan a la pulvimetalurgia en un puesto estratégico y casi exclusivo para la fabricación de piezas de Titanio.

5.5 Material compuesto con matriz metálica

El uso de fibras para reforzar y endurecer los materiales es un arte que ha existido en la naturaleza desde antes de la era de los dinosaurios. Sin embargo, el desarrollo sistemático de materiales compuestos de matriz metálica (MMCs) comenzó hace unos cuarenta años aunque los problemas por la baja relación resistencia/temperatura los eliminaron de cierta consideración comercial [23].

No fue hasta hace dos décadas cuando se retomó su investigación debido a la necesidad de altos

requerimientos estructurales, particularmente para la industria aeroespacial y automovilística.

Los MMCs se desarrollaron principalmente por la capacidad de obtener propiedades imposibles de conseguir con un material monolítico, pues de esta manera se potencian las propiedades de cada uno de los materiales por separado en uno solo y se compensan aquellas que son inadecuadas para los usos requeridos.

6.1 Titanio comercialmente puro grado 1

Existen varios tipos de Titanio puro; en el presente proyecto se ha utilizado el de grado 1, que es el Titanio comercialmente disponible con mayor porcentaje de pureza.

Las propiedades mecánicas del Titanio están muy influenciadas por la presencia de Oxígeno, Nitrógeno, Hidrógeno e Hierro.

La cantidad de elementos intersticiales que contiene y que modifican en mayor o menor medida sus propiedades son los que quedan resumidos en la siguiente tabla en la que se visualiza la cantidad de impurezas en peso (wt%) que tiene [6]:

Componente	Porcentaje en peso (wt%)
С	0.1
Fe	0.2
Н	0.10
Ν	0.03
0	0.18
Ti	99.47

Tabla 5. Porcentaje de impurezas en el Titanio Grado 1

En la siguiente tabla se puede observar la propiedades del Titanio puro grado 1 con respecto a Titanios de grado 2, 3 y 4. En ella se muestra el módulo de Young (E), límite elástico (tensión de tracción a deformación del 0.2 %, $\sigma_{0.2}$), la tensión última soportada (UTS) y la elongación porcentual sufrida [6].

	E (GPa)	σ _{0.2} (MPa)	UTS(MPa)	Elongación (%)
Grado 1	105	170	240	24
Grado 2	105	275	345	20
Grado 3	105	380	445	18
Grado 4	105	480	550	15

Tabla 6. Propiedades del Titanio Puro Grado 1

6.2 Refuerzos

6.2.1 Boro

El Boro es un elemento químico con el símbolo B y número atómico 5, que se encuentra en la corteza terrestre, pero rara vez se encuentra en forma pura. En el entorno, se combina principalmente con el oxígeno para formar compuestos conocidos como boratos. Compuestos de borato comunes incluyen bórax, ácido bórico y sales de ácido bórico. Constituye un miembro del grupo 13 de la tabla periódica, es un metaloide que tiene propiedades intermedias entre los metales y los no metales.

Existen dos alotropos del Boro, el metálico y el amorfo que es el que se ha utilizado en el presente proyecto.

Boro amorfo o impuro es un polvo de color marrón oscuro, que convencionalmente se produce en forma de fibras, posee una combinación única de propiedades mecánicas: módulo elástico alto, dureza, resistencia y flexibilidad. En este contexto, el uso de variedad de polvo de Boro amorfo se cree que es muy prometedor para la síntesis de nuevos materiales.

Es un mal conductor de la electricidad a temperatura ambiente, pero es bueno a alta temperatura; en este aspecto se parece al Silicio. Entre sus propiedades ópticas se incluye la transmisión de ciertas zonas de infrarrojo.

Propiedad	Valor
Número atómico	5
Peso molecular	10.81 g/mol
Densidad	2340 kg/m ³
Punto de fusión	2079°C
Punto de ebullición	2550°C
Calor específico (A 25°C)	309 cal/g°C
Dureza (Mohs a 20°C)	9.3
Banda de energía	1.50-1.56 eV

En la siguiente tabla se muestran algunas de las propiedades principales del Boro [24]:

Tabla 7. Propiedades del Boro

6.2.2 Aplicaciones del Boro

Los derivados del Boro se utilizan ampliamente en la industria, por ejemplo en la fabricación de fibra de vidrio aislante y vidrios de borosilicato, esmaltes (por ejemplo para utensilios de cocina y herramientas odontológicas), aleaciones de diversos tipos y para la obtención de metales de gran resistencia de impacto, aceros especiales y en forma de carburos para fabricar abrasivos, debido a su gran dureza.

En la producción textil, el ácido bórico es muy importante, siendo frecuente su uso.

En la industria metalúrgica, por su gran reactividad a altas temperaturas, se usa como desgasificante, así como en retardantes a la llama, desinfectantes de fruta y madera, control de hierbas e insecticidas, así como en manufactura de papel, cuero y plásticos.

El Boro tiene también varias aplicaciones importantes en el campo de la energía atómica. Se usa en instrumentos diseñados para detectar y contar las emisiones de neutrones. A causa de su gran capacidad de absorción de neutrones, es empleado como amortiguador de control en reactores nucleares y como un material constituyente de los escudos de neutrones.

El decahidrato de borato de sodio, popularmente conocido como bórax, es muy común en lavandería y en antisépticos suaves, además, en farmacología, actualmente constituye uno de los elementos más prometedores en el tratamiento de enfermedades como la artritis.

A un nivel mucho más sofisticado, al ser el Boro un elemento tan fuerte, sólido y resistente y a la vez ligero, complejos filamentos de Boro se utilizan en la construcción de avanzadas estructuras aeroespaciales. Una de sus formas más sorprendentes es el nitruro de Boro, capaz de formar un material tan resistente como el diamante.



Ilustración 27. Aplicaciones del Boro

6.2.3 Carburo de Boro y nano Carburo de Boro

El carburo de Boro es un compuesto excepcionalmente duro (dureza de Mohs de 9.497), únicamente el diamante y el nitruro de Boro cúbico tienen una dureza superior.

Este material posee las siguientes características:

- Eléctricamente aislante,
- Alta conductividad térmica,
- Alta resistencia y rigidez,
- Disponible en un rango de distintas purezas,
- Excelente resistencia a ácidos y álcalis fuertes a elevadas temperaturas,
- Buenas propiedades nucleares,
- Alta resistencia al desgaste,
- Alta resistencia a compresión,
- Baja densidad

Se produce principalmente mediante la reacción de carbono con B_2O_3 en un horno de arco eléctrico a través de la reducción carbotérmica o por reacciones en fases gaseosa. Para su uso comercial, los polvos de B_4C tienen que ser molidos y purificados para eliminar las impurezas metálicas.

El Carburo de Boro fue descubierto en el siglo XIX como un subproducto de las reacciones que implican boruros de metal; sin embargo, su fórmula química era desconocida. No fue hasta la década de 1930 que la composición química se estimó como B_4C . Ya que su estequiometría no es exacta 4:01, siendo carbono deficiente. [25].

La capacidad de carburo de Boro para absorber los neutrones sin formar radionucleidos de período largo lo hace atractivo como un absorbente para la radiación de neutrones que surja en las plantas de energía nuclear.

En la siguiente tabla se muestra las propiedades principales del Carburo de Boro en unidades del sistema internación (SI) en un rango de valores (máximos y mínimos) [6].

Propiedad	Valor mínimo (SI)	Valor máximo (SI)	Unidades (SI)
Volumen atómico medio	0.0043	0.0045	m/Kmol
Densidad	2300	2550	Kg/m ³
Energía	200	300	MJ/Kg
Módulo de compresibilidad	218	271	GPa
Resistencia a la compresión	2583	5687	MPa
Ductibilidad	0.00058	0.00124	
Límite elástico	261	569	MPa
Límite de resistencia	222	512	MPa
Tenacidad de fractura	2.5	5	MPa \cdot m ^{1/2}
Dureza	38100	44100	MPa
Módulo de ruptura	310	680	MPa

Coeficiente de Poisson	0.18	0.21	
Módulo de cizallamiento	180	195	GPa
Resistencia a la tracción	261	569	MPa
Módulo de Young	362	472	GPa
Temperatura máxima de servicio	1000	2000	K
Punto de fusión	2645	2780	K
Calor específico	840	1288	J/Kg·K

Tabla 8. Propiedades del Carburo de Boro

6.2.3.1 Aplicaciones del Carburo de Boro

Las excelentes propiedades mostradas con anterioridad con valores de dureza Vickers y de tenacidad próximos al diamante hacen del carburo de Boro un material ideal para la fabricación de:

- Candados y blindaje antibalístico personal y del vehículo,
- Boquillas de corte de chorro de agua de alta presión,
- Rasca y recubrimientos resistentes al desgaste,
- Herramientas y troqueles de corte,
- Abrasivos,
- Absorbente de neutrones en los reactores nucleares y compuestos de matriz de metal,
- Combustible de alta energía para ramjets combustible sólido,
- En las pastillas de freno de vehículos.

A continuación se muestra un tabla con todos los materiales que se van a ensayar. En primer lugar se encuentra la identificación seguida por la empresa que se encargó de la fabricación de las muestras (RHP Technology). Esta nomenclatura se va a seguir utilizando a lo largo de todo el texto. Se muestra cada tipo de material conformado con el porcentaje y con el tipo de material que se ha utilizado para reforzar la matriz de Titanio. También se puede visualizar los parámetros de fabricación de los distintos platos de los que posteriormente se han mecanizado las probetas para los ensayos de tracción y de flexión. En el siguiente apartado de este documento se muestra la manera en la que se ha realizado dicho mecanizado. Los colores mostrados, han sido lo usados en las gráficas

RUN	RUN MUESTRAS	Т	t	Р	Granulometría	Atm	Molde	Color	Probetas	Probetas
		°C	min	MPa	μm			ID.	Tracción	Flexion
RHP 1350	Ti + 0.18 % vol. B4C Nano	900	15	30	100	Vacío	Papel de Grafito		4,5 y 6	1,2 y 3
RHP 1352	Ti + 0.9 % vol. B4C Nano	900	15	30	100	Vacío	Papel de Grafito		4,5 y 6	3,7 y 8
RHP 1358	Ti + 0.9 % vol. B4C	900	15	30	30	Vacío	Papel de Grafito		4,5 y 6	1,2 y 3
RHP 1358	Ti + 0.9 % vol. B4C Nano	900	15	30	30	Vacío	Papel de Grafito		4,5 y 6	1,2 y 3
RHP 1372	Ti milled + 0.9 % vol. B4C Nano	900	15	30	100	Vacío	Papel de Grafito		4,5 y 9	1,2 y 3
RHP 1363	Ti + 0.9 % vol. B amorfo	900	15	30	30	Vacío	Papel de Grafito		4,5 y 6	1,2 y 3
RHP 1369	Ti + 0.9 % vol. B amorfo	950	15	30	30	Vacío	Papel de Grafito		2	1
RHP 1352	Ti + 3.6 % vol. B4C Nano	900	15	30	100	Vacío	Papel de Grafito		4,5 y 6	1,2 y 3
RHP 1352	Ti + 9 % vol. B4C Nano	900	15	30	100	Vacío	Papel de Grafito		3,4 y 5	1 y 2

Ilustración 28. Resumen Parámetros de TiMMCs fabricados

7 PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

En este capítulo se describe el trabajo experimental realizado. Se incluye la fabricación de las piezas a estudiar, así como las diversas técnicas de caracterización tanto de los polvos de partida como de las probetas fabricadas.

Tras la fabricación de las muestras, éstas son caracterizadas. Primero se mide la densidad y la dureza de las distintas probetas. Posteriormente se realizan ensayos mecánicos de tracción y flexión. De forma complementaria las muestras son observadas en el microscopio óptico y el microscopio electrónico de barrido para estudiar su microestructura.

7.1 Fabricación de las probetas a ensayar

7.1.1 Preparación de los polvos

Se parte de los siguientes materiales particulados:

- Titanio de grado 1
- Refuerzos:
 - Boro amorfo
 - Carburo de Boro
 - o Nano-partículas de Carburo de Boro

Se han preparado diferentes mezclas:

Con Titanio de granulometría 100 micras (µm):

- Ti reforzado con 0.18 vol. % de B₄C Nano (RHP1350, 900°C)
- Ti reforzado con 0.9 vol. % de B₄C Nano (RHP1352, 900°C)
- Ti reforzado con 3.6 vol. % de B₄C Nano (RHP1352, 900°C)
- Ti reforzado con 9 vol. % de B₄C Nano (RHP1352, 900°C)
- Ti molido reforzado con 0.9 vol. % de B₄C Nano (RHP1372, 900°C)

Y con Titanio de granulometría 30 µm:

- Ti reforzado con 0.9 vol. % de B₄C Nano (RHP1358, 900°C)
- Ti reforzado con 0.9 vol. % de B₄C (RHP1358, 900°C)
- Ti reforzado con 0.9 vol. % de B amorfo (RHP1363, 900°C)
- Ti reforzado con 0.9 vol. % de B amorfo (RHP1369, 950°C)

La realización del mezclado de polvos se ha llevado a cabo de la siguiente manera:

7.1.1.1 Molienda de los polvos de Titanio (únicamente para una muestra que se hizo)

- 1. Moler Titanio puro en el mezclador con bolas de metal duro (HM, Hard Metal) de 3 mm de diámetro y ciclohexano como disolvente durante 6 horas. Las cantidades de cada uno de ellos se toman partiendo del volumen de la masa de polvo que se necesita para la fabricación del plato. Se añadirá el mismo volumen de disolvente así como el mismo de bolas.
- 2. Tras la molienda en húmedo, el disolvente tiene que ser eliminado. Para evaporar el disolvente se secan los polvos en un horno tubular de laboratorio a vacío y a unos 100°C durante un día.
- 3. Una vez retirada la humedad, se tamizan los polvos para retirar las bolas de molienda.

4. Por último se mezclan los polvos para evitar aglomeración entre las partículas del polvo que se hayan podido formar durante el secado y así la mezcla de polvo quede homogénea. Se colocan en la mezcladora los polvos nuevamente sin bolas durante aproximadamente 2 horas.



Ilustración 29. Mezcladora

Este procedimiento de molienda de polvos es el que se ha utilizado para la muestra Titanio molido reforzado con 0.9 vol. % de B_4C Nano (RHP1372, 900°C). En el resto de las muestras no han sido sometidas a molienda de los polvos de Titanio.

7.1.2 Producción de los platos de TiMMCs

Las dimensiones de los platos se han fijado de manera que se puedan cortar piezas para los ensayos necesarios para el estudio de las propiedades de las matrices. Se han fijado los valores de: D = 78 mm y H = 4 mm; siendo D el diámetro y H la altura del plato. Con dichas dimensiones es posible cortar de él tres piezas para tracción y tres para flexión.

El diseño ha sido realizado por el Ingeniero en Mecatrónica D. Claudiu Adrian Pascale.

A continuación se muestran el plato y sus dimensiones:





Ilustración 30. Esquema distribución de probetas en plato y Mecanizado de las mismas

Conociendo la densidad teórica de cada mezcla de polvos y el volumen del plato a fabricar, se obtiene la masa de polvos que se necesita.

1. Se mezcla polvos de titanio puro con el porcentaje y material del refuerzo detallado anteriormente (Apartado 7.1.1)

2. Se introducen en el mezclador con bolas de ZrO₂ de 3 mm de diámetro y Ciclohexano durante 12 horas.

3. Los polvos se secan en un horno tubular a vacío a 100°C durante un día.

4. Se tamiza la mezcla y se retiran las bolas para moler de nuevo durante 2h.

5. Compactación en frio: Antes de la compactación en caliente, se lleva a cabo una compactación en frío para obtener los platos en verde. Para ello, los polvos se sitúan en la matriz con papel de grafito y de pulverización de boro, y se compactan en frio a baja presión.

6. Compactación en caliente: Se sinteriza el plato en verde mediane la técnica de "Direct Hot Pressing" (dHP) durante 15 minutos en el equipo DSP 518.

6.1. Técnica de FAST (Field Assited Sintering Technique)-Direct Hot Pressing:

La idea básica es el sinterizado por corriente eléctrica, en este caso corriente no pulsada. La ventaja fundamental de esta técnica es que el molde está conectado directamente con la corriente eléctrica. La resisitividad del molde y del compacto en verde generan el calor directamente dentro del molde. El calor solo se genera cuando se necesita. Esta técnica se caracteriza por una tasa alta de calentamiento/enfriamiento de hasta 400 K/min y un aumento significativo de la actividad del proceso de sinterizado. Además disminuye la temperatura y presión de sinterizado si se compara con procesos de sinterizado convencional. Esto hace esta técnica atractiva para el procesado económico de materiales de alta prestaciones.

El equipo utilizado es la máquina DSP 518; esta máquina de SPS (Spark Plasma Sintering) - FAST (Field Assited Sintering technique) trabaja con un transformador a 180 kVA, ejerciendo una fuerza de 1400 kN. Los parámetros fudamentales son: presión de 30 MPa, temperatura hasta un máximo de 2400°C y tiempo desde 15min hasta un máximo de 6 horas. Además se puede trabajar en atmósferas de Nitrógeno, Argón y alto vacío.

Aunque los rangos usuales de trabajo de DSP 518 son los indicados anteriormente, en este caso se han sinterizado los platos a 900°C o 950°C, 15 min de tiempo y 30 MPa de presión como se muestra en la Ilustración 28. La ventaja que se ha aprovechado de esta máquina es que alcanzar la temperatura de trabajo muy rápidamente y realiza la sinterización en ciclos muy cortos. Es usual en materiales difíciles de sinterizar.



Ilustración 31. Máquina para Direct Hot Pressing: DSP 518

Cuando la matriz se ha sacado del equipo, se desmonta y se obtiene el plato. Éste debe ser limpiado mediante arena a presión con una máquina llamada Sand Blast Machine.



Ilustración 32. Sand Blast Machine

Se repite el mismo procedimiento con diferentes portencages y materiales de refuerzo.

7.2 Medida de la densidad

La determinación de la densidad se lleva a cabo siguiendo el principio de Arquímedes (método de flotabilidad), que afirma que un cuerpo sumergido en un fluido aparentemente pierde peso en una cantidad igual al peso del fluido que desplaza. Con este método se podrá determinar la densidad de sustancias sólidas, viscosas o pastosas, así como líquidas.

El procedimiento de Arquímedes es el siguiente:

- 1. Se pesa la probeta en seco. Este valor corresponde a D (masa en gramos).
- 2. Se calienta la probeta en agua destilada durante 5 horas. Se deja reposar en agua 24 horas.
- 3. Se pesa la probeta impregnada sumergida en agua. Este valor corresponde a S (en gramos).
- 4. Se saca la probeta sumergida y se elimina el exceso de agua con un paño húmedo.
- 5. Se pesa la probeta sin el agua sobrante. Este valor se corresponde a la mása de la probeta saturada M (masa en gramos).

La siguiente ecuación 1 ha sido utilizada para el cálculo de la densidad del agua:

$$\rho = \frac{D}{M-S}$$

Ecuación 1

Se ha utilizado la balanza Explorer Pro (OHAUS).



Ilustración 33. Balanza

Cuando se realizan las medidas hay que tener en cuenta las siguientes pautas:

- ✓ Se debe anotar la temperatura, humedad y presión de la habitación donde se está realizando la medida para saber exactamente el valor de la densidad del agua destilada y del aire en esas condiciones.
- ✓ La habitación debe permanecer con la puerta cerrada y con el menor número de personas dentro de ella, ya que el ruido altera los valores de la balanza.
- ✓ La persona encargada de tomar la medida no deber tocar la mesa de trabajo para no dar lugar a resultados engañosos.
- ✓ La balanza se tara antes y después de cada medida y se debe cerrar la puerta de ésta.
- ✓ Cuando las muestras sean pesadas en agua, éstas no pueden rozar los bordes del vaso dentro del que se sumergen. Además se debe anotar el primer valor que dé el equipo antes de que empiece a subir éste debido a la penetración del agua destilada en los poros.
- ✓ Tras la medida del peso en agua destilada se deben secar las piezas muy bien con papel.

Como ya se ha mencionado, se mide en aire y posteriormente en agua destilada y se anotan los valores y con la ecuación antes mostrada se calcula la densidad de la pieza.

La temperatura del agua destilada es de 20° C y su densidad es de 0,998g/cm³. A la misma temperatura, la densidad del aire es aproximadamente de 1,2 g/cm³.

Para comparar mejor las propiedades relacionadas con la densidad (evolución, porosidad, etc.) se calcula la densidad relativa (%) como una relación entre la densidad aparente y la densidad absoluta:

$$\rho_{rel} = \frac{\rho_{ap}}{\rho_{abs}} * 100$$
 Ecuación 2

" ρ_{rel} " \rightarrow Densidad relativa de la probeta (%)

" ρ_{ap} " \rightarrow Densidad aparente; es la calculada mediante el método de Arquímedes (g/cm³)

" ρ_{abs} " \rightarrow Densidad absoluta; densidad teórica del elemento o mezcla de sustancias con las que se ha fabricado la probeta (g/cm³)

7.3 Ensayo de dureza

La dureza es la propiedad de la capa superficial de un material de resistir la deformación, en presencia de esfuerzos de contacto locales inferidos por otro cuerpo, más duro, el cual no sufre deformaciones residuales (indentador o penetrador), de determinada forma y dimensiones.

En la medición estandarizada de dureza Vickers se hace penetrar un indentador de diamante en forma de pirámide de cuatro caras con un ángulo determinado en el vértice (136 °). La utilización de una pirámide de diamante tiene las siguientes ventajas:

- Las improntas resultan bien perfiladas, cómodas para la medición
- La forma de las improntas es geométricamente semejante, por lo cual la dureza para un mismo material es constante, independientemente de la magnitud de la carga
- Este método es aplicable con igual éxito para los materiales blandos y duros, y sobre todo para los ensayos de probetas delgadas y las capas superficiales

Para obtener la dureza Vickers de la superficie de un material se ha presionado contra cada probeta un indentador piramidal de diamante con ángulo entre sus caras $\alpha = 136^{\circ}$. La pirámide se mantiene algún tiempo bajo la carga P (40 segundos). Luego se retira la carga y se miden las dos diagonales dejadas por el indentador piramidal, con ayuda de un microscopio. El valor medio de las diagonales (d) y el valor de la carga se han sustituido en la fórmula de trabajo para obtener el valor de la dureza Vickers.

La dureza Vickers (HV) se ha calculado partiendo de la fuerza aplicada en newton y de la diagonal en mm² de la huella de la pirámide según la ecuación 3:

$$HV = 1,8544 * \frac{P}{d^2}$$
 Ecuación 3

Donde P es la carga aplicada en Kg y d es la diagonal media de la huella en mm. La diagonal (d) es el valor medio de las diagonales de la huella (d1) y (d2) como se ha dicho con anterioridad.



Ilustración 34. Esquema ensayo de Dureza Vickers

Para caracterizar el material, las medidas se han realizado conforme a la norma UNE-EN-ISO 6507-1.

Se ha usado la escala de dureza vickers HV10, que indica una dureza Vickers bajo 10 Kg de carga, aplicada por un tiempo de 40s.

El durómetro empleado ha sido el Zwick 3212.



Ilustración 35. Durómetro Zwick 3212.
Los ensayos se han llevado a cabo sobre la superficie plana en contacto con el aire, realizándose un promedio de 3 medidas por cada una de las probetas. En la siguiente imagen se representa la probeta con el lugar donde se han realizado las indentaciones:



Ilustración 36. Indentaciones realizadas en el ensayo de Dureza

7.4 Ensayo de tracción

Los ensayos estáticos de tensión son los más utilizados debido a su sencillez. Proporcionan fiabilidad y repetitividad de los resultados que se derivan del mismo. Este ensayo implica la normalización de las probetas con respecto a tamaño, forma y método de preparación y del procedimiento de ensayo.

Permite la determinación de la resistencia a tracción, el límite elástico, el módulo de Young (pendiente de la región elástica), el alargamiento y la estricción. Las dos últimas medidas permiten calcular la ductilidad del material de forma indirecta.

La probeta de ensayo, tiene sección rectangular y un recrecimiento en los extremos adecuado para que la muestra pueda ser bien sujeta por unas mordazas evitando así que se deslicen a lo largo de ellas al aplicar la carga longitudinal.



Ilustración 37. Ensayo de Tracción

La forma y dimensiones de las probetas quedan reguladas por la norma UNE EN 10002-1:2002.

En dicha norma se diferencia entre probetas mecanizadas y las que no lo están, así como aquellas que son o no proporcionales.

En el caso objeto de estudio, las probetas son proporcionales y han sido mecanizadas.

En cuanto a la sujeción a las mordazas, las probetas han sido mecanizadas de manera que se tiene una conexión axial entre la probeta y la máquina de tracción, de forma que se garantiza la ausencia de flexión en la probeta durante el ensayo.

El procedimiento utilizado consiste en una máquina de ensayo que deforma una muestra o probeta del material a estudiar, aplicando la fuerza uniaxialmente en el sentido del eje de la muestra. A medida que se va deformando la muestra, se va registrando la fuerza (carga) en función del alargamiento (mediante la disposición de bandas extensométricas), llegando generalmente hasta la fractura de la pieza. Así pues, el resultado inmediato es una curva de carga frente a alargamiento, que transformados en tensión y deformación, en función de la geometría inicial de la probeta ensayada, aportan una información más general [26].



Ilustración 38. Esquema de corte de las probetas de los plato fabricados de TiMMCs

Los pasos a seguir son los que se muestran a continuación:

- 1. Se enumeran las probetas de 1-6 (1-3 probetas de flexión y 4-6 probetas de tracción, tal y como se indica en la imagen adjunta). Además se identifica cada uno de los extremos con las letras A y B.
- 2. Se mide el ancho y el espesor ocho veces a lo largo de la sección de la probeta con un calibre y se hace una media.
- 3. Se realiza una marca en cada extremo: en uno un punto (o) y en el otro una equis (x). Del punto al centro se mide 25 mm y se hace una marca; y desde la esquina al centro se hace de la misma manera. Esto se realiza para posteriormente medir el alargamiento máximo.



Ilustración 39. Probeta ensayo de Tracción

- 4. Se coloca la probeta en la máquina del ensayo y se sujeta con las mordazas.
- 5. Se selecciona la velocidad de ensayo de acuerdo con la norma ASTM.

La máquina de ensayo debe ser capaz de:

- Alcanzar la fuerza suficiente para producir la fractura de la probeta.
- Controla la velocidad de aumento de fuerzas.
- Registrar las fuerzas que se aplican y los alargamientos que se observan en la probeta.

La evaluación del ensayo se realiza a partir de las curvas tensión-deformación. Los parámetros más característicos que se van a calcular y analizar en el presente proyecto son los que siguen a continuación:

- Tensión (σ): σ = P/A, siendo P la fuerza aplicada sobre la sección inicial de la probeta A.
- Alargamiento (ΔL): es el incremento en longitud producido por la tensión de tracción y se expresa en unidades de longitud, usualmente en mm.
- Deformación (ϵ): $\epsilon = \Delta l/l$, siendo l la longitud inicial en la dirección en la que se aplica el esfuerzo.
- Límite elástico (σ_y): es la máxima tensión que el material es capaz de mantener sin desviación de la ley de Hooke, es decir es una medida de su resistencia a la deformación plástica. Se expresa en fuerza por unidad de área, en MPa.
- Resistencia a la tracción (σ_{max}): tensión máxima de tracción que ha soportado la probeta durante el ensayo. Se expresa en MPa
- Tensión de tracción a rotura (σ_R): tensión de tracción soportada por la probeta en el momento de su rotura. Se expresa en MPa
- Módulo de Young o Rigidez (E): es la relación entre la tensión realizada y la deformación adquirida en el tramo lineal de la curva tensión-deformación, en el tramo elástico, y se mide en MPa.

Para la obtención de estos valores se ha hecho uso de un programa de análisis de imágenes y datos que se denomina Digital Micrograph y un programa de tratamiento de datos (EXCEL, Microsoft Office 2013).

7.5 Ensayo de flexión

La flexión es la deformación que presenta un elemento estructural en una dirección perpendicular a su eje longitudinal.

El ensayo de flexión permite el cálculo de la resistencia a flexión del material. Consiste en la aplicación de una fuerza en el centro de una barra soportada en cada extremo para determinar la resistencia del material hacia una carga cuasi estática. La muestra se dobla hasta un ángulo determinado o hasta su rotura.

El equipo empleado ha sido una máquina de ensayo de flexión en tres puntos universal Instaron 5505.

Para realizar el cálculo de la resistencia a flexión que soportan cada uno de los materiales ensayados se ha hecho uso de la siguiente ecuación 4 [26]:

$$\sigma = F * \frac{3 \cdot L}{2 \cdot b \cdot e^2}$$
 Ecuación 4

donde:

"σ" es la tensión máxima que aguanta la pieza (MPa)

"F" es la fuerza máxima (N)

"L" Longitud de la probeta

"e" espesor de la probeta

"b" es el ancho de la probeta

Las medidas de cada una de las probetas ensayadas son las siguientes:

La forma y dimensiones de las probetas quedan reguladas por la norma UNE EN 10002-1:2002.



Ilustración 40. Esquema ensayo de Flexión a tres puntos

7.6 Análisis microestructural

Para la observación de la microestructura, debe llevarse a cabo inicialmente un proceso de preparación metalográfica.

Para ello se han seleccionado las probetas con mejores propiedades mecánicas obtenidas en los ensayos de dureza y tracción y las que ofrecían mejores valores de densificación.

Para la preparación, se cortan las probetas sinterizadas y se embuten en resina, tras lo cual se desbastan con papel de lija de SiC, marca Hermes de granulometría decreciente (320, 600, 1200, 2500 y 4000), usando agua como refrigerante.



Ilustración 41. Pulidora y empastilladora

A continuación, la superficie se pule mediante el empleo de paños impregnados con una suspensión de 9 ml. de sílica y 1ml. de peróxido de hidrogeno al 30% en peso.

Finalmente mente las muestras se han atacado químicamente con el fin de revelar los microconstituyentes. El ataque se ha realizado con el reactivo Kroll (inmersión de la muestras durante 5s en una suspensión de 92ml. de H₂O, 6ml. de HNO₃ y 2ml. de HF) para su visualización en el microscopio óptico.

7.7 Análisis microestructural con Microscopía Electrónica de Barrido (Scanning Electron Microscopy, SEM)

La escala microestructural intrínsecamente fina de aleaciones de Titanio requiere un examen con relativamente altos aumentos. Esto, parejo con algunas de las dificultades en el pulido mecánico de las aleaciones de Titanio presenta un desafío para preparar muestras con el plano de campo adecuado para obtener micrografías de luz de alta calidad con grandes aumentos.

El uso de la microscopía electrónica de barrido (Scanning Electron Microscopy, SEM) para el examen metalográfico a magnificaciones superiores se ha vuelto común en los últimos años.

La alta profundidad de campo y la buena resolución de SEM permiten hacer un examen de muestras pulidas electrolíticamente fácil y con resultados muy buenos.

Utiliza electrones, en lugar de luz para formar las imágenes. El equipo cuenta con un dispositivo que genera un haz de electrones para iluminar la muestra y con detectores que recogen los electrones generados en la interacción con la superficie para crear una imagen.

Existen dos tipos de interacciones de los electrones con la muestra, que dan lugar a dos tipos de imágenes:

<u>Electrones retrodispersados</u>: Se produce la colisión de un electrón con un átomo provocando un cambio en la componente de dirección del electrón pero deja virtualmente intacta la velocidad del mismo; por tanto la energía cinética del electrón permanece prácticamente constante. El ángulo de desviación de una colisión es aleatorio y puede variar desde 0° hasta 180°. Algunos de los electrones pierden su energía; sin embargo, la mayoría experimenta numerosas colisiones y como resultado, acaban saliendo de la superficie como electrones retrodispersados. El diámetro del haz retrodispersado es uno de los factores que limitan la resolución de los microscopios de electrones. Da información de la composición de la muestra.

<u>Electrones secundarios</u>: Se observa que cuando la superficie de un sólido se bombardea con un haz de electrones del orden de varios KeV, se emiten de la superficie electrones con energías de menos de 50 eV junto con los electrones retrodispersados. Los electrones secundarios, que tienen energías entre 3 y 5 eV, se producen como resultado de interacciones entre los electrones de elevada energía del haz (primarios) y los electrones de la banda de conducción del sólido lo que da lugar a la expulsión de estos electrones con energías de unos pocos electron-voltios. Da información topográfica de la superficie de la muestra.

La preparación metalográfica de las muestras sólo requieren que están sean conductoras, por ello sólo es necesario que sean recubiertas por una capa de Carbono o de Oro.

Este dispositivo suele llevar acoplado un equipo de energía dispersiva de Rayos-X (EDX) para la determinación de la composición elemental de la muestra.

8 RESULTADOS

Una vez fabricados los platos de los distintos materiales, considerando las medidas necesarias para los ensayos de tracción y flexión, dichos platos han sido mecanizados. La forma en la que se ha llevado a cabo la mecanización y corte de las muestras está descrita en la última parte del capítulo 7 (Ilustración 30) del Procedimiento Experimental. De cada plato se han cortado las muestras necesarias para poder obtener valores representativos de sus propiedades mecánicas. A su vez, de cada una de las piezas que se han obtenido del corte de los platos, se han ido midiendo su densidad, dureza, propiedades mecánicas y microestructura, como se irá desarrollando a lo largo de este capítulo.

En este capítulo se presentan los resultados obtenidos tras la caracterización de las muestras. Los resultados se van a exponer considerando el ensayo o la caracterización realizada. Se irán mostrando dentro de cada propiedad medida, teniendo en cuenta el % vol. de refuerzo empleado, el tipo de refuerzo usado y el polvo de titanio empleado para la matriz en cada uno de los compuestos. La Ilustración 28 muestra de una forma clara lo comentado anteriormente.

8.1 Densidad

Los valores de densificación obtenidos después de realizar los ensayos de medida de densidad mediante el método de Arquímedes, han sido por un lado expuestos en las tablas desde Tabla 9 hasta la Tabla 17 y por otro lado representados desde la Gráfica 1 hasta Gráfica 9. En las tablas se irá observando en primer lugar la densidad teórica del material con la que se ha ido calculando la densidad relativa. Además se puede ver la densidad geométrica de cada una de las probetas que han sido cortadas para flexión (las probetas mecanizadas a tracción, no se ha podido calcular su densidad geométrica y están marcadas con *). Mediante las dimensiones geométricas de las piezas y el peso de las mismas se ha realizado el cálculo de dicha densidad geométrica.

Para el cálculo de la densidad relativa se han tomado de partida los valores teóricos de las densidades del Titanio grado 1 y los valores de las densidades teóricas de cada uno de los refuerzos empleados [6].

A continuación, considerando los materiales producidos, los valores de densidad medidos en cada una de las probetas cortadas de los distintos platos de partida serán mostrados.

8.1.1 <u>RHP 1350 Ti Grado 1 (100 μm) con refuerzo de 0.18% vol. B₄C Nano</u>

Los resultados muestran como, para una cantidad relativamente baja de refuerzo, los valores de densificación de cada una de las probetas medidas dan una media en torno al 93% de densificación. Esto se puede apreciar en la siguiente tabla.

RHP 1350 Ti + 0.18% vol. B ₄ C Nano	Theorical Density (g/cm ³)	Archimides Density (g/cm ³)	Geometric Density (g/cm ³)	Densification (%)
1		4.25	4.46	94.32
2	4.51*	4.20	4.48	93.14
3		4.22	4.47	93.62
4		4.13	*	91.57
5		4.29	*	95.23
6		4.15	*	91.99

Tabla 9. Medida Densidad Ti (100 µm) con refuerzo de 0.18% vol. B₄C Nano

(⁺) El cálculo de la densidad teórica se ha realizado haciendo uso de la ley de mezclas.

* No determinado.

Además, en la siguiente gráfica se puede apreciar cómo hay muestras que manifiestan mayor dispersión en los valores medidos de densidad, como es el caso de las probetas 5 y 4.



Gráfica 1. Densidad Ti (100 µm) con refuerzo de 0.18% vol. B₄C Nano

8.1.2 RHP 1352 Ti Grado 1 (100 μm) con refuerzo de 0.9 % vol. B₄C Nano

Los valores obtenidos de densificación para este material presentan considerables variaciones dependiendo de la probeta que se ha medido. Esta dispersión de los valores de densidad se puede ver en la Tabla 10 y en la Gráfica 2. Se aprecia como en las probetas 1 y 2 hay una considerable dispersión entre los valores obtenidos tras medidas de densidad. Ambas probetas corresponde a un mecanizado para flexión.

RHP 1352 Ti + 0.9% vol. B4C Nano	Theorical Density (g/cm ³)	Archimides Density (g/cm ³)	Geometric Density (g/cm ³)	Densification (%)
1		4.21	4.47	93.38
2	4.51	4.34	4.49	96.23
3		4.09	4.46	90.80
4		4.08	*	90.48
5		4.08	*	90.64
6		4.10	*	91.01

Tabla 10. Medida Densidad Ti (100 $\mu m)$ con refuerzo de 0.9% vol. B4C Nano

Considerando los valores mostrados en la tabla anterior, el resultado medio de densificación está en torno al 90.9%.



Gráfica 2. Densidad Ti (100 μ m) con refuerzo de 0.9 % vol. B₄C Nano

8.1.3 <u>RHP 1358 Ti Grado 1 (30 μm) con refuerzo de 0.9 % vol. B₄C Nano</u>

La densificación de las probetas de Titanio reforzado con 0.9 % vol. B_4C Nano son representadas en la siguiente Tabla 11 y en la Gráfica 3.

RHP 1358 Ti + 0.9% vol. B ₄ C Nano	Theorical Density (g/cm ³)	Archimides Density (g/cm ³)	Geometric Density (g/cm ³)	Densification (%)
1	4.51	4.14	4.41	91.91
2		4.07	4.45	90.35
3		4.23	4.46	93.85
4		4.21	*	93.46
5		4.16	*	92.38
6		4.23	*	93.85

Tabla 11. Medida Densidad Ti (30 μ m) con refuerzo de 0.9% vol. B₄C Nano

Se puede apreciar como los valores medidos de densificación están en torno a un valor medio de 92.91%.



Gráfica 3. Densidad Ti (30 µm) con refuerzo de 0.9 % vol. B₄C Nano

Un valor de densificación que llama la atención es el obtenido en la probeta número 2. La baja densidad media obtenida y la gran dispersión entre los valores registrados de densidad nos dan una idea de la poca fiabilidad de este valor. Una posible explicación sería un poro o grieta en esta parte del plato fabricado.

8.1.4 RHP 1358 Ti Grado 1 (30 μm) con refuerzo de 0.9 % vol. B₄C

Las medidas de densidad en las probetas de Titanio reforzado con 0.9 % vol. B_4C se han representado en la Tabla 12 y Gráfica 4.

RHP 1358 Ti + 0.9% vol. B ₄ C	Theorical Density (g/cm ³)	Archimides Density (g/cm ³)	Geometric Density (g/cm ³)	Densification (%)
1		4.24	4.46	93.99
2	4.54	4.14	4.40	91.80
3		4.23	4.46	93.80
4	4.51	4.17	*	92.47
5		4.26	*	94.44
6		4.16	*	92.25

Tabla 12. Medida Densidad Ti (30 μ m) con refuerzo de 0.9% vol. B₄C

El valor medio de los resultados de densidad es 93.13%. Se puede ver en la siguiente Gráfica 4, que los valores medios de densidad de las probetas para este material manifiestan similares dispersiones.



Gráfica 4. Densidad Ti (30 µm) con refuerzo de 0.9% vol. B₄C

8.1.5 RHP 1372 Ti Grado 1 (100 μm) molido con refuerzo de 0.9 % vol. B₄C Nano

Los valores de densidad de teórica, densidad de Arquímedes y la densidad relativa del plato de Titanio reforzado con 0.9 % vol. B₄C Nano se representan en la Tabla 13 y en la Gráfica 5.

El valor medio de la desificación obtenido es de 92.56%

Se aprecia un valor mayor medio para la probeta 7 (Probeta mecanizada para flexión) relativamente superior respecto a los demás, pero con gran dispersión.

RHP 1372 Ti + 0.9% vol. B4C Nano	Theorical Density (g/cm ³)	Archimides Density (g/cm ³)	Geometric Density (g/cm ³)	Densification (%)
3		4.18	4.45	92.86
7	4.51	4.27	4.41	94.75
8		4.11	4.34	91.10
4		4.16	*	92.27
9		4.16	*	92.24
5		4.19	*	93.06

Tabla 13. Medida Densidad Ti (100 µm) molido con refuerzo de 0.9% vol. B4C Nano



Gráfica 5. Densidad Ti (100 μ m) molido con refuerzo de 0.9 % vol. B₄C Nano

8.1.6 RHP 1363 Ti Grado 1 (30 μm) con refuerzo de B amorphous 0.9 % vol. (900°C)

Los resultados de las medidas de densidad de las distintas muestras cortadas del plato de Titanio reforzado con Boro amorfo con una cantidad 0.9 % vol, han sido mostradas en la Tabla 14 y Gráfica 6. El valor medio de la densificación obtenida para este material ha sido de 93.62%.

RHP 1363 Ti + 0.9% vol. B amorphous	Theorical Density (g/cm ³)	Archimides Density (g/cm ³)	Geometric Density (g/cm ³)	Densification (%)
1		4.23	4.48	94.30
2	4.49	4.14	4.47	92.21
3		4.29	4.46	95.50
4		4.23	*	94.25
5		4.18	*	93.00
6		4.12	*	91.79

Tabla 14. Medida Densidad Ti (30 µm) con refuerzo de 0.9% vol. B amorfo



Gráfica 6. Densidad Ti (30 $\mu m)$ con refuerzo de 0.9% vol. Boro amorfo

En la gráfica anterior se puede ver como la muestra 3 de este material presenta un valor medio superior de densificación respecto a las demás, y a su vez una mayor dispersión.

8.1.7 <u>RHP 1369 Ti Grado 1 (30 μm) con refuerzo de 0.9 % vol. de Boro amorfo (950°C).</u>

Para este material únicamente se han podido medir dos probetas, con un valor medio de 94.93%. Los valores de la densificación de las probetas de Titanio reforzado con Boro amorfo 0.9 % vol. se han representado en la Tabla 15 y Gráfica 7.

RHP 1369 Ti + 0.9% vol. B amorphous	Theorical Density (g/cm ³)	Archimides Density (g/cm ³)	Geometric Density (g/cm ³)	Densification (%)
1	4.40	4.22	4.48	94.05
2	4.49	4.30	*	95.82

Tabla 15. Medida Densidad Ti (30 µm) con refuerzo de 0.9% vol. B amorfo



Gráfica 7. Densidad Ti (30 µm) con refuerzo de 0.9 % vol. Boro amorfo

8.1.8 RHP 1352 Ti Grado 1 (100 μm) con refuerzo de 3.6 % vol. B₄C Nano

Este material presenta una densificación media próxima a 93.68 %. Los resultados de las medidas de densidad en cada una de las probetas que han sido cortadas del plato de partida han sido representados en las siguientes Tabla 16 y Gráfica 8.

RHP 1352 Ti + 3.6 % vol. B4C Nano	Theorical Density (g/cm ³)	Archimides Density (g/cm ³)	Geometric Density (g/cm ³)	Densification (%)
1		4.18	4.42	94.21
2	4.44	4.11	4.37	92.62
3		4.16	4.45	93.63
4		4.11	*	92.64
5		4.16	*	93.74
6		4.23	*	95.23

Tabla 16. Medida Densidad Ti (100 µm) con refuerzo de 3.6 % vol. B₄C Nano



Gráfica 8. Densidad Ti (100 μ m) con refuerzo de 3.6 % vol. B₄C Nano

8.1.9 RHP 1352 Ti Grado 1 (100 μm) con refuerzo de 9 % vol. B₄C Nano

La densificación de las probetas cortadas a partir del plato de Titanio reforzado con 9 % vol. B_4C Nano, siendo esta cantidad de refuerzo la mayor de las que se han empleado, se muestran en la Tabla 19. Se aprecia que los valores de densidad medida están próximos a un valor medio de 92.69 %.

RHP 1352 Ti + 9 % vol. B4C Nano	Theorical Density (g/cm ³)	Archimides Density (g/cm ³)	Geometric Density (g/cm ³)	Densification (%)
1		4.04	4.31	93.18
2		4.03	4.32	93.09
3	4.33	4.01	*	92.68
4		4.01	*	92.69
5		3.99	*	92.22

Tabla 17. Medida Densidad Ti (100 µm) con refuerzo de 9% vol. B4C Nano

Por otro lado los resultados mostrados en la Gráfica 9 dan una idea de la baja dispersión que hay entre los valores medidos en cada una de las probetas cortadas de los platos de partida de este material.



Gráfica 9. Densidad Ti (100 $\mu m)$ con refuerzo de 9 % vol. B4C Nano

8.2 Dureza

Los valores medios de dureza para cada uno de los materiales se han obtenido a partir de las medias calculadas de cada una de las probetas cortadas de los platos de origen.

Como se explica en el capítulo 7: Procedimiento Experimental, la dureza ha sido medida en la superficie de las muestras en tres puntos diferentes. De los tres valores obtenidos se ha sacado una media que es el valor que se ha ido mostrando junto con su desviación, en las tablas desde Tabla 18 hasta Tabla 26.

Para la representación gráfica se han fijado los ejes con valores máximos y mínimos idénticos de dureza Vickers de 400 y 150 respectivamente (excepto la muestra reforzada con 0.18% vol. B₄C, que inicia en HV10 100) para todas las figuras, con el objetivo de hacer una mejor comparativa de los resultados obtenidos. Además el fijar estos valores permite de forma rápida ver el efecto del incremento de refuerzo en las propiedades de dureza de los compuestos.

8.2.1 RHP 1350 Ti Grado 1 (100 µm) con refuerzo de 0.18% vol. B4C Nano

Los valores medios de dureza para el material con menor cantidad de refuerzo se muestran en la siguiente Tabla 18.

RHP 1350		Average	Deviation
Samples	Ti + 0.18 % vol.B4C Nano		
1	173		5
2	189		7
3	183	182	1
4	176		6
5	189		7

Tabla 18. Dureza Ti (100 μ m) con refuerzo de 0.18% vol. B₄C

Como se aprecia en la siguiente Gráfica 10, los valores de dureza para las distintas probetas de este material no superan el valor HV10 189. Además están todas muy próximas al valor medio HV10 182.



Gráfica 10. Dureza Ti (100µm) con refuerzo de 0.18% vol. B4C Nano

8.2.2 RHP 1352 Ti Grado 1 (100 μm) con refuerzo de 0.9% vol. B₄C Nano

Los valores medios de la dureza medida se pueden ver en la Tabla 19 y en la Gráfica 11. Para el plato de Titanio puro con refuerzo de 0.9 % vol. B₄C Nano se aprecian valores de dureza muy próximos a HV10 215.5, con muy poca dispersión. Esto indica la gran homogeneidad de la muestra y la precisión del ensayo.

RHP 1352		Average	Doviation	
Samples	Ti + 0.9 % vol. B4C Nano	Average	Deviation	
5	225		9.5	
1	222	215.5	6.5	
2	212		3.5	
4	212		3.5	
6	219		3.5	
3	210		5.5	

Tabla 19. Dureza Ti (100 μ m) con refuerzo de 0.9 % vol. B₄C



Gráfica 11. Dureza Ti (100µm) con refuerzo de 0.9 % vol. B₄C

8.2.3 RHP 1358 Ti Grado 1 (30μm) con refuerzo de 0.9 % vol. B₄C Nano

Los valores medios de dureza de las probetas de Titanio puro con refuerzo de 0.9 % vol. B₄C Nano junto a sus desviaciones, se presentan en la Tabla 20 y en la Gráfica 18. Se puede ver como todos los valores medios están en torno a HV10 260.

RHP	1358		
Samples	Ti + 0.9 % vol. B4C Nano	Average	Deviation
1	274	260	14
3	270		10
6	265		5
4	255		5
2	251		9
5	241		19

Tabla 20. Dureza Ti (30µm) con refuerzo de 0.9 % vol. B4C Nano



Gráfica 12. Dureza Ti (30µm) con refuerzo de 0.9 % vol. B4C Nano

8.2.4 RHP 1358 Ti Grado 1(30 µm) con refuerzo de 0.9 % vol. B4C

Para las probetas de Titanio puro (tipo de polvo) con refuerzo de 0.9 % vol. B₄C, se han obtenido unos valores medios en torno HV10 255. Esto se puede evaluar en la Tabla 21.

RHP 1358				
Samples	Ti + 0.9 % vol. B4C	Average	Deviation	
1	282	255	27	
6	276		21	
3	255		0	
2	255		0	
4	245		10	
5	243		12	

Tabla 21. Dureza Ti (30 μ m) con refuerzo de 0.9 % vol. B₄C

Como se aprecia en la Gráfica 13, la probeta 1 presenta el mayor valor medio de dureza y la mayor desviación. Por otro lado las muestras 2 y 3 presentan valores idénticos. Esto indica la precisión de estas medidas y la fiabilidad del valor medio obtenido de dureza para este material.



RHP 1358 Ti + 0.9 (%)vol. B4C

Gráfica 13. Dureza Ti (30µm) con refuerzo de 0.9 % vol. B₄C

8.2.5 RHP 1372 Ti Grado 1 (100 μm) molido con refuerzo de 0.9 % vol. B₄C Nano

En las probetas de Titanio puro molido con refuerzo de 0.9 % vol. B₄C Nano se aprecian valores de dureza por encima de HV10 330. La Tabla 22 y la Gráfica 14 muestran unas altas desviaciones obtenidas tras el cálculo de los valores de dureza medios.

RHP 1372				
Samples	Ti milled + 0.9 % vol. B4C Nano	Average	Deviation	
7	327		47.5	
9	313		33.5	
5	246	279.5	33.5	
4	232		47.5	
5	225		54.5	

Tabla 22. Dureza Ti (100 μ m) molido con refuerzo de 0.9 % vol. B₄C Nano



Gráfica 14. Dureza Ti (100µm) molido con refuerzo de 0.9 % vol. B4C Nano

8.2.6 RHP 1363 Ti Grado 1 (30 µm) con refuerzo de B amorphous 0.9 % vol. (900°C)

Los valores medios de la dureza Vickers de cada una de las muestras de Titanio puro con refuerzo de Boro amorfo 0.9 % vol., han sido representados en la Tabla 24 y en la Gráfica 15.

RHP 1363		Average	Doviation	
Samples	Ti + 0.9 % vol. B Amorphous	Average	Deviation	
6	329		44	
3	309		24	
2	294	205	9	
4	276	205	9	
1	253		32	
5	251		34	

Tabla 23. Dureza Ti (30µm) con refuerzo de 0.9 % vol. Boro amorfo (900°C)

Todos los valores medios están por encima de HV10 250. La muestra 6 es la que manifiesta mayor valor de dureza y dispersión.



RHP 1363 Ti+ 0.9 (%) vol. B amorphous

Gráfica 15. Dureza Ti (30µm) con refuerzo de 0.9 % vol. Boro amorfo (900°C)

8.2.7 <u>RHP 1369 Ti Grado 1 (30 μm) con refuerzo de B amorphous 0.9 % vol. (950°C)</u>

Para este material solamente se han podido medir dos probetas. Los valores medios de la dureza Vickers de cada una de las probetas de Titanio puro con refuerzo de Boro amorfo amorphous 0.9 % vol. se han presentado en la Tabla 24 y Gráfica 16.

RHP 1369			
Samples	Ti + 0.9 % vol. B amorphous	Average	Deviation
1	287	200	7
2	273	260	7

Tabla 24. Dureza Ti (30µm) con refuerzo de 0.9 % vol. Boro amorfo (950°C)



Gráfica 16. Dureza Ti (30µm) con refuerzo de 0.9 % vol. Boro amorfo (950°C)

8.2.8 RHP 1352 Ti Grado 1 (100µm) con refuerzo de 3.6 % vol. B4C Nano

Para el Titanio puro con refuerzo de 3.6 % vol. B₄C Nano, se observan valores de dureza en torno a un valor de HV10 283 como se ve en la Tabla 25. Además se puede apreciar como la muestra 2 (probeta de Flexión) presenta un valor medio de dureza calculado con una gran dispersión. Esto hace ver poca precisión de este resultado.

RHP 1352				
Samples	Ti + 3.6 % vol. B4C Nano	Average	Deviation	
1	289		6	
4	289		6	
3	284	202	1	
5	282	283	1	
2	269		14	
6	227		56	

Tabla 25. Dureza Ti (100µm) con refuerzo de 3.6 % vol. B₄C Nano



Gráfica 17. Dureza Ti (100µm) con refuerzo de 3.6 % vol. B₄C Nano

8.2.9 RHP 1352 Ti Grado 1 (100μm) con refuerzo de 9 % vol. B₄C Nano

Para el compuesto con el mayor volumen de refuerzo de los que se han empleado, se observan valores relativamente altos de dureza, todos ellos por encima de HV10 300. Esto se puede apreciar en la siguiente Tabla 26 y Gráfica 18.

RHP 1352		Average	Doviation	
Samples	Ti + 9 % vol. B4C Nano	Average	Deviation	
1	383		28	
2	357		2	
3	355	355	0	
5	322		33	
4	304		51	

Tabla 26. Dureza Ti (100 μ m) con refuerzo de 9 % vol. B₄C Nano

Llama la atención las diferencias de desviación obtenidas entre las muestras 2 y 3 de este material.



Gráfica 18. Dureza Ti (100µm) con refuerzo de 9 % vol. B4C Nano

8.3 Ensayo de Tracción

Como se explicó en el capítulo 7 de Procedimiento Experimental, los materiales fabricados con geometría de platos fueron cortados basándose en los estándares exigidos para los ensayos de tracción. Todas estas muestras extraídas se han ensayado bajo los mismos parámetros.

El ensayo de tracción se ha realizado en el laboratorio a una temperatura de 25°C y una humedad relativa en el laboratorio de 50%. Se ha medido a una velocidad de 1 mm/min (se registran 5 valores por segundo para la representación de las gráficas). Tomando la **UNE EN 100021**, "Materiales metálicos.Ensayos de tracción. Método de ensayo a temperatura ambiente".

A continuación, mediante la Tabla 27 se trata de ver de forma esquemática una comparativa de las propiedades que manifiestan los distintos materiales fabricados. Las propiedades representadas son una media de los valores obtenidos tras los ensayos. Para el cálculo de estas medias, tres probetas de cada una fueron ensayadas.

Además tras los ensayos de tracción se han podido calcular propiedades muy significativas de los materiales fabricados como la ductilidad, la tenacidad y la rigidez. Dichos resultados se irán mostrando dentro de este apartado.

Los resultados han sido representados mediantes gráficas (desde la Gráfica 19 hasta la

Gráfica 27).

RUN	SAMPLES	Yield Strength	Tensile Strength (UTS)	Fracture Strength	Young Modulus	Maximum Deformation
		MPa	MPa	MPa	MPa	%
RHP 1350	Ti (100µm) + 0.18 % vol. B4C Nano	292.73	394.59	373.78	1540.03	31.52
RHP 1352	Ti (100µm) + 0.9 % vol. B4C Nano	508.27	597.58	594.67	1588.36	7.97
RHP 1358	Ti (30µm) + 0.9 % vol. B ₄ C	455.10	531.70	526.38	1016.80	13.14
RHP 1358	Ti (30µm) + 0.9 % vol. B4C Nano	701.63	779.40	775.41	1517.38	13
RHP 1372	Ti (100µm) milled + 0.9 % vol. B4C Nano	599.87	659.72	658.03	1387.73	5.41
RHP 1363	Ti (30µm) + 0.9 % vol. B amorphous	562.30	686.41	680.79	1497.49	8.53
RHP 1369	Ti (30µm) + 0.9 % vol. B amorphous	597.37	721.33	718.51	1519.28	8.52
RHP 1352	Ti (100µm) + 3.6 % vol. B4C Nano	*	531.52	531.52	1725.52	0.4
RHP 1352	Ti (100μm) + 9 % vol. B4C Nano	*	194.86	194.86	2140.82	0.13

Como se puede apreciar en la Tabla 27, hay muestras de las que no se han podido dar valores de límite elástico (Yield Strength), esto es debido a que no alcanzan más deformación del 0.2% y por tanto no es posible calcular el valor del límite elástico por el método utilizado.

Dentro de los resultados de las propiedades de tracción de los compuestos, es importante estudiar la evolución de las probetas durante los ensayos de tracción, para ello se han representado las siguientes curvas tensión-deformación (stress-strain) desde la Gráfica 19 hasta la

Gráfica 27.

A continuación se presentan por apartados separados cada uno de los materiales fabricados. En cada apartado a su vez, se representan las curvas de los comportamientos a tracción de cada una de las probetas.

8.3.1 RHP 1350 Ti Grado 1 (100μm) con refuerzo de 0.18% vol. B₄C Nano

La Gráfica 19 muestra la curva tensión-deformación de Ti Grado 1 con 0.18% vol. B₄C Nano. Se observa cómo los valores de las probetas ensayadas están próximos a 400 MPa de tensión y una deformación del 31.52 %, siendo su comportamiento dúctil.



Gráfica 19. Ensayo de Tracción. Curva tensión-deformación Ti (100µm) con refuerzo de 0.18 % vol. B₄C Nano

8.3.2 RHP 1352 Ti Grado 1 (100 μm) con refuerzo de 0.9 % vol. B₄C Nano

En la

Gráfica 20 se muestra la curva tensión-deformación de Ti (Grado 1) + 0.9 % vol. B_4C Nano. Los valores de deformación 7.97 % y 600MPa de tensión indican su comportamiento relativamente dúctil.



Gráfica 20. Ensayo de Tracción. Curva tensión-deformación Ti (100µm) con refuerzo de 0.9% vol. B4C Nano

8.3.3 RHP 1358 Ti Grado 1 (30 µm) con refuerzo de 0.9 % vol. B4C Nano

La

Gráfica 21 muestra la curva tensión-deformación de Ti + 0.9 % vol. B₄C Nano. Su comportamiento es relativamente ductil con una deformación máxima 13.14 % y una tensión 780 MPa.



Gráfica 21. Ensayo de Tracción. Curva tensión-deformación Ti (30µm) con refuerzo de 0.9% vol. B4C Nano

8.3.4 RHP 1358 Ti Grado 1 (30 μm) con refuerzo de 0.9 % vol. B₄C

La siguiente gráfica muestra la curva tensión-deformación de Ti + 0.9 % vol. B₄C. La deformación máxima es del 13 % y 560 MPa. Su comportamiento es relativamente dúctil.



Gráfica 22. Ensayo de Tracción. Curva tensión-deformación Ti (30µm) con refuerzo de 0.9% vol. B₄C

8.3.5 RHP 1372 Ti Grado 1 (100 µm) molido con refuerzo de 0.9 % vol. B₄C Nano

La

Gráfica 23 muestra la curva tensión-deformación de Ti molido con bolas de metal duro (HM) de 3mm de diámetro con 0.9 % vol. B_4C Nano. Su comportamiento es menos ductil de lo esperado. La deformación que manifiesta esta en torno al 5.41 % y la tensión máxima es 650MPa.



Gráfica 23. Ensayo de Tracción. Curva tensión-deformación Ti (100 μ m) molido con refuerzo de 0.9% vol. B₄C Nano

8.3.6 RHP 1363 Ti Grado 1 (30 µm) con refuerzo de 0.9% vol. B amorfo (900°C)

En la Gráfica 24 se muestra la curva tensión-deformación de Ti Pure + 0.9% vol. B amorfo, donde se aprecia un comportamiento relativamente dúctil con una deformación máxima media de 8.53 %.



Gráfica 24. Ensayo de Tracción. Curva tensión-deformación Ti (30µm) con refuerzo de 0.9% vol. Boro amorfo (900°C)

8.3.7 RHP 1369 Ti Grado 1 (30 µm) con refuerzo de B amorphous 0.9 % vol. (950°C)

En la Gráfica 25 se muestra el único ensayo de tracción que se le hizo a este material. 8.52%. es el valor máximo de deformación que presenta esta muestra.



Gráfica 25. Ensayo de Tracción. Curva tensión-deformación Ti (30µm) con refuerzo de 0.9% vol. Boro amorfo (950°C)

8.3.8 RHP 1352 Ti Grado 1 (100 μm) con refuerzo de 3.6 % vol. B₄C Nano

El ensayo de tracción de las probetas de Ti con 3.6 % vol. B_4C Nano indica según la siguiente gráfica que muestra la curva tensión-deformación su comportamiento muy frágil y se aprecia que su deformación máxima media se aproxima al 0.4%.



Gráfica 26. Ensayo de Tracción. Curva tensión-deformación Ti (100µm) con refuerzo de 3.6 % vol. B4C Nano
8.3.9 RHP 1352 Ti Grado 1 (100 μm) con refuerzo de 9 % vol. B₄C Nano

Como se puede ver en la siguiente gráfica, la curva tensión-deformación de Ti +9 % vol. B₄C Nano para las distintas probetas manifiesta un comportamiento muy frágil. Se aprecia que los valores de las probetas ensayadas están próximos a 200 MPa de tensión y una deformación 0.13 %.



Gráfica 27. Ensayo de Tracción. Curva tensión-deformación Ti (100µm) con refuerzo de 9% vol. B₄C Nano

8.4 Medida de la Elongación

Considerando las curvas tensión-deformación, se puede extraer información muy significativa del material, como es su elongación cuantificada.

La elongación se expresa como el alargamiento porcentual calculado como se indica a continuación:

$$EL(\%) = \frac{\text{Lfinal-Linicial}}{\text{Linicial}} \cdot 100$$
 Ecuación 5

Los valores obtenidos de alargamiento tras realizar el ensayo de tracción han sido los siguientes representados en la Tabla 28 y en la Gráfica 28.

RUN	SAMPLE	L_{final}	Linitial	EL %		
RHP 1350	Ti (100µm) + 0.18 % vol. B ₄ C Nano	NOT BROKEN AFTER TEST				
RHP 1352	Ti (100µm) + 0.9 % vol. B ₄ C Nano	26.76	24.9	7.46		
RHP 1358	Ti (30µm) + 0.9 % vol. B ₄ C	27.59	24.95	10.58		
RHP 1358	Ti (30µm) + 0.9 % vol. B ₄ C Nano	27.49	24.83	10.71		
RHP 1372	Ti (100 μ m) milled + 0.9 % vol. B ₄ C Nano	25.45	24.44	4.13		
RHP 1363	Ti (30µm) + 0.9 % vol. B amorphous	26.73	24.18	10.54		
RHP 1369	Ti (30µm) + 0.9 % vol. B amorphous	26.67	24.71	7.93		
RHP 1352	Ti (100µm) + 3.6 % vol. B ₄ C Nano	24.725	24.325	1.64		
RHP 1352	Ti (100µm) + 9 % vol. B ₄ C Nano	24.35	24.33	0.082		

Tabla 28. Medidas de alargamiento

Mediante la medida de elongación se puede calcular de forma cuantitativa la ductilidad de los materiales, tal y como se ha explicado en el capítulo 7: Procedimiento Experimental.



Gráfica 28. Alargamiento sufrido por las muestras durante el ensayo de tracción

Como se aprecia en la Gráfica 28 existe un tendencia muy marcada por el incremento de refuerzo en la ductilidad de los TiMMCs; el descenso de la elongación conforme aumenta el porcentaje en volumen de refuerzo se aprecia para los compuestos de base Titanio ($100\mu m$) con el refuerzo de Carburo de Boro Nano (RHP 1352).

Con el incremento de la tempretura de fabricación de 900° a 950°C, la ductilidad del material se ve disminuida. Esto se puede ver en la Gráfica 28 para los TiMMCs reforzados con Boro amorfo (0.9% vol.), como a 900°C la elongación supera el 10% mientras que para el mismo material fabricado a 950°C no se alcanza ni el 8%.

Para igual porcentaje en volumen de refuerzo, se aprecian remarcadas diferencias dependiendo del tipo de refuerzo utilizado y el polvo de Titanio de la matriz.

Si se evalua el efecto del polvo de la matriz, a igualdad de parámetros de fabricación e idético tipo de refuerzo, se puede apreciar como para una granulometría del polvo de la matriz de 30µm (RHP 1358 y 1352) la ductilidad es mayor que para el polvo de la matriz de 100µm. Aún más se ve afectada la ductilidad cuando el polvo de matriz se ha molido previamente, como se aprecia en la gráfica (RHP 1372), donde la elongación llega a un valor máximo de 4.13%.

La influecia del tipo de refuerzo se estudia para una composición fija del 0.9% vol. El refuerzo que aporta mayor ductilidad es el de nano Carburo de Boro. No obstante, se alcanza un valor muy próximo cuando se usa como refuerzo micro Carburo de Boro. Esto también ocurre cuando se usa como refuerzo Boro amorfo.

8.5 Medida de la Tenacidad

La tenacidad es una medida de la capacidad de un material de absorber energía durante la deformación plástica, antes de la fractura.

La tenacidad puede ser evaluada como el área bajo la curva de tensión-deformación, la cual es la máxima cantidad de energía por unidad de volumen que puede absorber el material sin fracturarse.

Se va a realizar una aproximación de esa área de acuerdo con la siguiente ecuación:

$$Tenacidad = \frac{1}{2} \cdot (\sigma_y + \sigma_u) \cdot \varepsilon_f$$
 Ecuación 6

donde

 σ_v es el límite elástico o Yield Strength

 σ_u es la resistencia a Traccion o Tensile Strength (UTS)

 ϵ_f es la deformacion final que sufre el especimen

Los valores obtenidos de tenacidad tras realizar el ensayo de tracción se muestran en la Tabla 30 y han sido representados de forma comparativa en la Gráfica 29.

RUN	SAMPLE	Yield Strength	Tensile Strength	Ultimate Deformation	Toughness Modulus
		MPa	MPa	MPa	MPa
RHP 1350	Ti (100µm) + 0.18 % vol. B4C Nano	292.73	373.78	31.83	106.08
RHP 1352	Ti (100µm) + 0.9 % vol. B ₄ C Nano	508.27	594.67	7.55	41.64
RHP 1358	Ti (30µm) + 0.9 % vol. B ₄ C	455.10	526.38	12.90	63.31
RHP 1358	Ti (30µm) + 0.9 % vol. B ₄ C Nano	701.63	775.41	12.69	93.72
RHP 1372	Ti (100µm) milled + 0.9 % vol. B4C Nano	599.87	658.03	6.24	39.25
RHP 1363	Ti (30 μ m) + 0.9 % vol. B amorphous	568.70	680.79	8.47	52.92
RHP 1369	Ti (30 μ m) + 0.9 % vol. B amorphous	562.87	718.51	8.49	54.40
RHP 1352	Ti (100µm) + 3.6 % vol. B4C Nano	*	531.52	0.42	*
RHP 1352	Ti (100µm) + 9 % vol. B4C Nano	*	194.86	0.14	*

Tabla 29. Propiedades obtenidas del ensayo de Tracción



Gráfica 29. Porcentaje de refuerzo con respecto a Tenacidad

Como se aprecia en la Gráfica 29 el valor más alto es para el de menor contenido de refuerzo y para compuestos de base Titanio ($100\mu m$) con el refuerzo de Carburo de Boro Nano (RHP 1352).

No se observa una diferencia significativa con el incremento de la tempretura de fabricación para los TiMMCs reforzados con Boro amorfo (0.9% vol.).

8.6 Medida de Rigidez

El modulo de Young es un coeficiente que indica la capacidad de un material para resistir las deformaciones elásticas.

Se ha obtenido de manera gráfica, haciendo uso de las curvas tensión-deformación de cada uno de los materiales. Se ha tomado dos pares de valores en el tramo elástico de dichas curvas y se ha aplicado la siguiente ecuación para obtener la pendiente de la misma, que es el coeficiente de rigidez buscado.

$$E = \frac{\sigma_2 - \sigma_1}{\varepsilon_2 - \varepsilon_1}$$
 Ecuación 7

donde:

 σ_1 = Tensión en el punto 1 de la curva tensión- deformación en el tramo elástico

 σ_2 = Tensión en el punto 2 de la curva tensión- deformación en el tramo elástico

 ϵ_1 = Deformación en el punto 1 de la curva tensión- deformación en el tramo elástico

 ϵ_2 = Deformacioón en el punto 2 de la curva tensión- deformación en el tramo elástico

Los valores obtenidos de rigidez tras realizar el ensayo de tracción se muestran en la Tabla 30 y han sido representados de forma comparativa en la Gráfica 30.

RUN	MATERIAL	Young Modulus (E stiffness) (GPa)			Average		Deviation	1
		1	2	3	E (GPa)	1	2	3
RHP 1350	Ti (100µm) + 0.18 % vol. B4C Nano	85.83	144.14	123.77	115.26	29.43	28.88	8.51
RHP 1352	Ti (100µm) + 0.9 % vol. B4C Nano	128.94	113.50	135.38	125.60	13.68	1.76	20.12
RHP 1358	Ti (30µm) + 0.9 % vol. B4C	252.54	87.92	99.79	130.37	137.28	27.35	15.47
RHP 1358	Ti (30µm) + 0.9 % vol. B ₄ C Nano	121.07	134.08	153.67	135.62	5.81	18.82	38.40
RHP 1372	Ti (100µm) milled + 0.9 % vol. B4C Nano	102.40	296.55	72.61	130.16	12.86	181.28	42.65
RHP 1363	Ti (30µm) + 0.9 % vol. B amorphous	113.58	119.94	122.88	118.74	1.68	4.68	7.62
RHP 1369	Ti (30µm) + 0.9 % vol. B amorphous	112.87			112.87	2.39	115.26	115.26
RHP 1352	Ti (100µm) + 3.6 % vol. B ₄ C Nano	189.62	119.63	206.66	167.36	74.35	4.36	91.39
RHP 1352	Ti (100µm) + 9 % vol. B ₄ C Nano	144.33	130.65	268.65	171.75	29.07	15.39	153.39

Tabla 30. Cálculo Módulo de Young o Módulo de Elasticidad



Gráfica 30. Porcentaje de refuerzo frente al Módulo de Young

Como se aprecia en la Gráfica 30 existe un tendencia muy marcada por el incremento de refuerzo en el módulo de Young de los TiMMCs; a medida que aumenta el porcentaje de refuerzo aumenta el valor de E (RHP1350-RHP1352).

El efecto de la temperatura de fabricación no es muy significativo. Esto se puede ver en la Gráfica 30 para los TiMMCs reforzados con Boro amorfo (0.9% vol.).

Para igual porcentaje en volumen de refuerzo e igual polvo de la matriz los nanorefuerzos presentan un valor superior de E (RHP1358).

Para igual porcentaje en volumen de refuerzo nanométrico y distinto tamaño de polvo de matriz, el compuesto que presenta un menor E es aquel donde el polvo de matriz ha sido previamente molido.

Si se compara el tipo de refuerzo, los compuestos con refuerzo de nano B_4C presentan valores superiores a los de B amorfo.

8.7 Ensayo de Flexión

Al igual que en los ensayos de tracción, en el capítulo 7 de Procedimiento Experimental, se ha detallado las especificaciones para la realización de estos ensayos. Los platos de los distintos materiales fueron cortados basándose en los estándares exigidos para los ensayos de flexión. Todas las muestras cortadas se han ensayado bajo idénticos parámetros.

En la Tabla 31, se muestra el promedio de cada una de las 3 muestras pertenecientes a los distintos materiales fabricados. Esta tabla es un resumen esquemático de los resultados de las propiedades obtenidas.

Además las distintas curvas obtenidas tras los ensayos se presentan por separado considerado los distintos materiales que se han fabricado.

8.7.1 <u>RHP 1350 Ti Grado 1 (100 μm) con refuerzo de 0.18 % vol. B₄C Nano</u>

La muestra de Ti puro (Grado 1) TLS con 0.18 % vol. B₄C Nano no ha podido ser ensayada correctamente debido a un error producido en el equipo durante su ensayo.

8.7.2 RHP 1352 Ti Grado 1 (100 µm) con refuerzo de 0.9 % vol. B₄C Nano

La Gráfica 31 muestra la curva tensión-deformación de Ti + 0.9 % vol. B₄C Nano para el ensayo de flexión a tres puntos realizado. Los valores obtenidos de resistencia a flexión para este material están en torno al 3657.80 MPa y han sufrido una deformación máxima media de 9.39%.





8.7.3 <u>RHP 1358 Ti Grado 1 (30 μm) con refuerzo de 0.9 % vol. B₄C Nano</u>

La resistencia a la flexión máxima soportada por el de Ti + 0.9 % vol. B₄C Nano es de 2784.87 MPa como puede observarse en la Gráfica 32, igualmente se puede visualizar como las probetas han sufrido una deformación durante el ensayo de flexión a tres puntos que ronda el 7.31 %.



Gráfica 32. Ensayo de Flexión. Curva tensión-deformación Ti (30µm) con refuerzo de 0.9% vol. B4C Nano

8.7.4 RHP 1358 Ti Grado 1 (30 μm) con refuerzo de 0.9 % vol. B₄C

La siguiente Gráfica 33 muestra la curva tensión-deformación de Titanio reforzado con 0.9 % vol. B₄C. La deformación máxima sufrida por la probeta 3 es del 10.06 % y la tensión máxima soportada supera los 2500 MPa. Su comportamiento es relativamente dúctil.



Gráfica 33. Ensayo de Flexión. Curva tensión-deformación Ti (30µm) con refuerzo de 0.9% vol. B₄C

8.7.5 RHP 1372 Ti Grado 1 (100 μm) molido con refuerzo de 0.9 % vol. B₄C Nano

La grafica 34 muestra la curva tensión-deformación de Ti molido con bolas de metal duro (HM) de 3mm de diámetro con 0.9 % vol. B_4C Nano. Ha sufrido una deformación medio máxima de 3.75 %, soportando una tensión máxima a flexión media de 2187.09 MPa.



Gráfica 34. Ensayo de Flexión. Curva tensión-deformación Ti (100µm) molido con refuerzo de 0.9% vol. B₄C Nano

8.7.6 <u>RHP 1363 Ti Grado 1 (30 μm) con refuerzo de B amorphous 0.9 % vol. (900°C)</u>

La grafica 35 muestra la curva tensión-deformación de Ti + B amorphous 0.9 % vol. La deformación que manifiesta esta en torno al 7.27 %, algo superior a la mostrada para el ensayo de tracción, con una tensión máxima soportada de 2459.34 MPa.



Gráfica 35. Ensayo de Flexión. Curva tensión-deformación Ti (30µm) con refuerzo de 0.9% vol. Boro Amorfo (900°C)

8.7.7 <u>RHP 1369 Ti Grado 1 (30 μm) con refuerzo de B amorphous 0.9 % vol. (950°C)</u>

La grafica 36 muestra la curva tensión-deformación de Ti + B amorphous 0.9 % vol. En este caso solo se tiene una probeta del material. Sufre una deformación del 8% algo superior a la que sufre el material en el caso del conformado a 900°C. y la tensión máxima soportada es de 2600.52 MPa.



Gráfica 36. Ensayo de Flexión. Curva tensión-deformación Ti (30µm) con refuerzo de 0.9% vol. Boro amorfo (950°C)

8.7.8 RHP 1352 Ti Grado 1 (100 μm) con refuerzo de 3.6 % vol. B₄C Nano

La grafica 37 muestra la curva tensión-deformación de Ti + 3.6 % vol. B₄C Nano. Nótese la poca deformación sufrida por el material, en torno al 1.35 %. Se concluye un comportamiento muy frágil. La resistencia a la tracción media es de 1246.41MPa.



Gráfica 37. Ensayo de Flexión. Curva tensión-deformación Ti (100µm) con refuerzo de 3.6 % vol. B4C Nano

8.7.9 RHP 1352 Ti Grado 1 (100 μm) con refuerzo de 9 % vol. B₄C Nano

Los valores obtenidos de resistencia a la flexión para el Ti + 9 % vol. B₄C Nano se muestran en la grafica 38. Este material ha sufrido una deformación media del 1.2% y una resistencia a la flexión de 566.31 MPa, siendo éste el menor valor de todos los materiales ensayados.



Gráfica 38. Ensayo de Flexión. Curva tensión-deformación Ti (100µm) con refuerzo de 9% vol. B₄C Nano

A continuación se muestra una tabla resumen con los datos de resistencia a flexión máxima (Ultimate Bending Stress) soportada por cada una de las probetas:

		Ultimate Bending Stress	Maximum deformation				
RUN	SAMPLES			(%)		
	MPa Average Value		Deviation 1	Deviation 2	Deviation 3		
RHP 1350	Ti (100µm) + 0.18 % vol. B ₄ C Nano	*	*		*	*	
RHP 1352	Ti (100µm) + 0.9 % vol. B ₄ C Nano	3657.80	9.40	0.81	0.50	1.19	
RHP 1358	Ti (30µm) + 0.9 % vol. B ₄ C	2988.46	10.06	1.02	1.14		
RHP 1358	Ti (30µm) + 0.9 % vol. B4C Nano	2784.87	7.32	0.59	0.40	1.10	
RHP 1372	Ti (100 μ m) milled + 0.9 % vol. B ₄ C Nano	2187.09	3.75	1.13	0.24	1.04	
RHP 1363	Ti (30µm) + 0.9 % vol. B amorphous	2459.34	7.27	0.06	0.06	0.11	
RHP 1369	Ti (30µm) + 0.9 % vol. B amorphous	2600.52	8.01	0.00			
RHP 1352	Ti (100µm) + 3.6 % vol. B ₄ C Nano	1246.41	1.35	0.02	0.04	0.02	
RHP 1352	Ti (100µm) + 9 % vol. B ₄ C Nano	566.31	1.20	0.05	0.32		

Tabla 31. Resistencia a Flexión Máxima Soportada

8.7.10 Análisis de la fractura tras la realización del ensayo a flexión

Se define fractura como la separación de un sólido bajo un estado de esfuerzos en dos o más trozos. Existen múltiples maneras de clasificar las fracturas, sin embargo desde el punto de vista del comportamiento mecánico se van a clasificar en frágil o dúctil.

La fractura dúctil se produce después de una apreciable deformación plástica, con una elevada absorción de energía antes de la fractura, en cambio las fracturas frágiles aparecen brillantes y cristalinas, son rápidas y tiene lugar sin una apreciable deformación debido a una rápida propagación de una grieta.

Se muestra a continuación (ilustraciones desde la 42 hasta la 49) la superficie de fractura de las probetas de flexión.



Ilustración 42. Fractura Ti (100 μ m) con refuerzo de 0.9% vol. B₄C Nano



Ilustración 43. Fractura Ti (100µm) con refuerzo de 3.6% vol. B₄C Nano

En la Ilustración 42 se observa una deformación de la muestra en torno al 9.39 % siendo la que más ductilidad presenta tras el ensayo a flexión. Esto se comprueba macroscópicamente en la imagen con una fractura tipo copa y cono y los típicos microhoyuelos correspondientes a una fractura dúctil.

En la Ilustración 43 la muestra sufre un gran decremento en cuanto a la cantidad de energía que absorben antes de la fractura (resiliencia); sólo alcanza un valor de deformación del 1.4%. Esto se comprueba macroscópicamente en la imagen con una fractura prácticamente plana y sin deformación plástica.



9% vol. B₄C Nano



Ilustración 44. Fractura Ti (100µm) con refuerzo de Ilustración 45. Fractura Ti (30µm) con refuerzo de 0.9% vol. B₄C Nano

Se puede observar en la Ilustración 44 la superficie lisa y brillante que se comentó anteriormente sobre las fracturas frágiles, solo presenta un deformación del 1.2% siendo la de menor ductilidad. A medida que aumenta el porcentaje de nanorefuerzo, la fractura se vuelve más frágil.

La muestra correspondiente a la Ilustración 45, con un valor de deformación en rotura del 7.31%, y observando la muestra macroscópicamente, se considera que ha sufrido una fractura semi- dúctil. Si se compara con la de tamaño de partículas de 100 µm es algo más frágil.



Ilustración 46. Fractura Ti (30µm) con refuerzo de 0.9% vol. B₄C



Ilustración 47. Fractura Ti (30µm) con refuerzo de 0.9% vol. Boro amorfo a 900°C

En la Ilustración 46 se puede visualizar la zona central de desgarramiento (fractura tipo copa-cono) y una zona fibrosa radial desde el centro hasta los extremos de la probeta cilíndrica, propia de las fracturas con cierta ductilidad. Ha sufrido una deformación final del 9.39%. Si se compara con el nanorefuerzo presenta algo más de ductilidad.

El refuerzo de Boro amorfo (Ilustración 47) tiene un comportamiento a fractura similar a los reforzados con carburo de boro de igual porcentaje de refuerzo (0.9 % vol.), con unos valores de deformación en rotura dúctil en torno al 7.27 %.



Ilustración 48. Fractura Ti (30µm) con refuerzo de 0.9% vol. Boro amorfo a 950°C



Ilustración 49. Fractura Ti (100 μ m) molido con refuerzo de 0.9% vol. B₄C Nano

En la Ilustración 48, la muestra ha sufrido una deformación en torno al 8% durante el ensayo de flexión. Se concluye un comportamiento dúctil de la misma. En la Ilustración 49 se muestra la superficie tras la fractura de Ti (100µm) molido con refuerzo de 0.9% vol. B₄C Nano que ha sufrido una deformación del 3.75 % mostrando algo de ductilidad en la misma pero inferior a las muestras que no han sufrido un molido del Titanio.

8.8 Microscopía óptica

Se presentan en las ilustraciones desde 50 hasta la 68, la visualización de la microestructura de las probetas al microscopio óptico, tras ser preparadas metalográficamente según el procedimiento explicado con anterioridad en el capítulo 7.

8.8.1.1 Evolución de la microestructura con el porcentaje volumétrico de refuerzo de Carburo de Boro a 20X





8.8.1.2 Evolución de la microestructura con el porcentaje volumétrico de refuerzo de Carburo de Boro a 50X





8.8.1.3 Diferencias en la microestructura según el tamaño del refuerzo de Carburo de Boro y el tamaño de partícula del polvo de matriz utilizado a 20X



8.8.1.4 Diferencias en la microestructura según el tamaño del refuerzo de Carburo de Boro y el tamaño de partícula del polvo de matriz a 50X

Ti $(30\mu m) + 0.9$ % vol. B4C	Muestra	Aumentos	Material
	1		Ti + 0.9 % vol. B₄C Nano
TAL	2	50x	Ti + 0.9 % vol.% B₄C
13-2537 0			Ti milled + 0.9 % vol. B ₄ C Nano
<u>10 μm</u>			
Ilustración 61. Microscopía Ti con refuerzo de 0.9 % vol. B_4C a 50X			
Ti (30μm) + 0.9 % vol.B4C Nano	Al compa del refue observar o más defir con partíc 60 y 61).	arar la micr erzo de Ca que los lím nidos en las culas de tam	roestructura según el tamaño arburo de Boro, se puede ites de granos están bastante s microestructuras reforzadas naño nanométrico (ilustración
Ti (100μm) Milled + 0.9 % vol. B4C Nano	En la ilus son meno debido al por el ' material. Significat tamaño da molido (c sin moler)	stración 62 s circulares proceso de Titanio, ar ivamente s e grano, cu comparado o).	se observa como los granos s que en el resto de muestras molienda sufrida en este caso nterior al conformado del se aprecia la reducción del ando se usa polvo de Titanio con la ilustración 54, Titanio
Ilustración 63. Microscopía Ti molido con refuerzo de 0.9 % vol. B ₄ C Nano a 50X			

8.8.1.5 Diferencias en la microestructura de Titanio con refuerzo de Boro según temperatura de conformado a 20X

Ti + 0.9 % vol. B		Muestra	Aumentos	Material		
Amorphous (900 C)		1	20x	Ti + 0.9 % vol. B amorphous a 900°C		
		2		Ti + 0.9 % vol. B amorphous a 950°C		
Ilustración 64. Microscopía Ti con refuerzo de 0.9 % vol. B amorfo Nano a 20X a T ^a de 900°C] ii 0 1 1 0 1	Las dos microestructuras poseen una estructura equiaxial, formando 120° entre los granos, indicativo de que el enfriamiento se ha realizado de manera lenta. Se observa un tamaño de grano más homogéneo de los granos de la microestructura, debido al tamaño de partida del polvo de matriz de 30 um.				
Ti + 0.9 % vol. B Amorphous (950°C) 100 μm	11	Al compa observars medio es el caso c medio de	arar las ilu e como a de 17.04 μ le 900°C, 24.12 μm.	astraciones 63 y 64, puede 950°C el tamaño de grano m y menos definido que en con un tamaño de grano		
Ilustración 65. Microscopía Ti con refuerzo de 0.9 % vol. B amorfo Nano a 20X a T ^a de 950°C						

8.8.1.6 Diferencias en la microestructura de Titanio con refuerzo de Boro según temperatura de conformado a 50X

Ti + 0.9 % vol. B	Muestra	Aumentos	Material
Amorphous (900 C)	1	50x	Ti + 0.9 % vol. B amorphous a 900°C
A A A A A A A A A A A A A A A A A A A	2		Ti + 0.9 % vol. B amorphous a 950°C
<u>10 µт</u>			
Ilustración 66. Microscopía Ti con refuerzo de 0.9 % vol. B amorfo a 50X a T ^a de 900 °C			
Ti + 0.9 % vol. B Amorphous (950°C) 10 µm	En esta o algo mejo grano enti	comparació or la mínin re las ilustr	ón de imágenes se aprecia na diferencia de tamaño de aciones 65 y 66.
Ilustración 67. Microscopía Ti con refuerzo de 0.9 % vol. B amorfo a 50X a T ^a de 950 °C			

8.8.1.7 Diferencias en la microestructura de Titanio con refuerzo de Boro según temperatura de conformado a 100X

Ti + 0.9 % vol. B	ſ	Muestra	Aumentos	Material		
Amorphous (900 C)		1		Ti + 0.9 % vol. B amorphous a 900°C		
		2	100x	Ti + 0.9 % vol. B amorphous a 950°C		
Π ustración 68. Microscopía Ti con refuerzo de 0.9 % vol. B amorfo a 100X a T ^a de 900 °C			rzos en el c n de forma arburo de E forman pe pueden ver o	aso de Boro amorfo no se homogénea como en el Boro por los límites de queñas aglomeraciones en la ilustración 67.		
Ti + 0.9 % vol. B Amorphous (950°C) 10 μm						
Ilustración 69. Microscopía Ti con refuerzo de 0.9 % vol. B amorfo a 100X a T ^a de 950°C						

8.9 Microestructura SEM

Se presentan en las ilustraciones desde 69 hasta la 95, la visualización de la microestructura de las probetas en SEM, para ello se les ha dado una capa de oro, así como se le ha puesto una banda de grafito para mejorar la conducción. Tal y como se ha explicado en el capítulo de procedimiento experimental se han realizado análisis con electrones retrodispersados y con electrones secundarios. Además el voltaje aplicado fue de 15 kV (el equipo utilizado fue Philips XL 30).

8.9.1.1 Evolución de la microestructura con el porcentaje volumétrico de refuerzo de Carburo de Boro a 500 y a 1000 magnificaciones



8.9.1.2 Evolución de la microestructura con el porcentaje volumétrico de refuerzo de Carburo de Boro a 2000 y a 5000 magnificaciones





8.9.1.3 Diferencias en la microestructura según el tamaño del refuerzo de Carburo de Boro y con y sin Titanio molido a 500 y 1000 magnificaciones



8.9.1.4 Diferencias en la microestructura según el tamaño del refuerzo de Carburo de Boro y con y sin Titanio molido a 2000 y a 5000 magnificaciones





8.10 Tamaño de grano y tamaño de refuerzos

Para el cálculo del tamaño del grano se ha realizado un procedimiento análogo al de los aceros según la norma UNE ISO 643.

A continuación en las Tablas 32 y 33 se muestran dichos resultados para cada una de las microestructuras visualizadas en microscopía óptica y en SEM. El cálculo sólo se ha realizado para las muestras observadas mediante microscopia óptica.

	SAMPLES	Horizontal µm	Vertical µm	Average µm
RHP 1350	Ti (100µm) + 0.18 % vol. B4C Nano	59.83	64.66	62.19
RHP 1352	Ti (100μm) + 0.9 % vol. B4C Nano	56.62	63.77	56.62
RHP 1358	Ti (30µm) + 0.9 % vol. B4C	19.48	22.67	19.48
RHP 1358	Ti (30µm) + 0.9 % vol. B4C Nano	13.50	14.17	13.50
RHP 1372	Ti milled (100 μ m) + 0.9 % vol. B4C Nano	40.01	43.31	40.01
RHP 1363	Ti (30µm) + 0.9 % vol. B amorphous 900 °C	24.12	27.55	24.12
RHP 1369	Ti (30µm) + 0.9 % vol. B amorphous 950°C	17.04	18.35	17.04
RHP 1352	Ti (100μm) + 3.6 % vol. B4C Nano	68.57	74.04	68.57
RHP 1352	Ti (100μm) + 9 % vol. B4C Nano	62.15	61.05	62.15

Tabla 32. Tamaño de granos de las muestras

SAMPLES		GRAINS BOUNDARIES					
		WIDTH (µm)					
		1	2	3	Average		
RHP 1350	Ti (100µm) + 0.18 % vol. B4C Nano	0.41	0.65	0.38	0.48		
RHP 1352	Ti (100µm) + 0.9 % vol. B4C Nano	1.67	1.55	1.64	1.62		
RHP 1358	Ti (30μm) + 0.9 % vol. B4C	1.64	3.35	1.42	1.98		
RHP 1358	Ti (30µm) + 0.9 % vol. B4C Nano	0.92	1.20	1.05	1.05		
RHP 1372	Ti milled (100µm) + 0.9 % vol. B4C Nano	1.16	0.58	0.94	0.86		
RHP 1363	Ti (30μm) + 0.9 % vol. B amorphous 900 °C	1.31	0.71	1.41	1.09		
RHP 1369	Ti (30µm) + 0.9 % vol. B amorphous 950°C	1.01	0.69	1.15	0.93		
RHP 1352	Ti (100µm) + 3.6 % vol. B4C Nano	3.90	3.16	3.64	3.55		
RHP 1352	Ti (100µm) + 9 % vol. B4C Nano	4.58	2.93	3.05	3.45		

Tabla 33. Tamaño de los límites de granos de las muestras

En este capítulo se va a tratar de comparar y explicar, así como justificar los resultados obtenidos tras la extensa caracterización que se ha realizado a cada uno de los materiales producidos.

Para llevar a cabo una discusión clara y concisa, los resultados serán explicados y comparados considerando distintos factores con cierta influencia en las propiedades y comportamiento de los TiMMCs como son:

- Distintos tipos de refuerzo y polvos de partida a idénticas concentraciones (0.9 % vol). bajo similares parámetros de fabricación.
- Para un mismo tipo de polvo de matriz e indénticos parámetros de procesado, el efecto de la tipología de un mismo refuerzo (nano y micro B₄C) y el porcentaje del mismo.
- La influencia de la temperatura (900° y 950°C) de compactación en un mismo material de partida (TiMMCs reforzados con 0.9 % vol. de Boro amorfo).
- El efecto de molienda en el polvo de Titanio de la matriz, para TiMMCs producidos bajo idénticas condiciones de fabricación y con iguales cantidades de refuerzo (con 0.9 % vol. de nano B₄C).

9.1 Densidad

Los valores de densificación obtenidos han sido contrastados con la densidad teórica del Titanio [6].

En general, se observan valores diversos de densidad en función del tipo de material y tamaño del refuerzo y de la cantidad del mismo empleada.

Considerando cómo han sido mecanizadas las probetas a caracterizar de cada material, la influencia de este hecho en la densificación ha sido también evaluada. Se observa que la densificación aumenta en función de la posición de la probeta en el plato, poseyendo mayor densidad relativa aquellas muestras que se encuentran más cercanas al centro del mismo. Este fenómeno está relacionado con el proceso de fabricación, donde la carga se aplica uniaxialmente al plato. Probablemente se ha podido aplicar una carga ligeramente superior en el centro que en la periferia del mismo.

a) Densificación en función de los materiales de partida:

A continuación, se van a comentar los valores de densidad (ver

Gráfica 39) obtenidos considerando los materiales de partida:

- Tipo de refuerzo empleado
- Tipo de polvo de Titanio de la matriz



Gráfica 39. Comparación densificación para distintos materiales con el mismo porcentaje de refuerzo

Si se comparan los valores de densificación de los compuestos reforzados con Boro amorfo y Carburo de Boro se aprecia que las muestras reforzadas con Boro amorfo poseen por lo general mayores valores de densificación (en valor promedio un 94.93% a 900°C y 93.62% a 950°C). Estos compuestos además se han fabricado partiendo de polvo de Titanio con una granulometría de 30 micras de tamaño de diámetro medio. El pequeño tamaño de los polvos de partida de Titanio, junto con tamaño de partículas de refuerzo nanométrico del Boro amorfo son factores que han posibilitado una mayor densificación para este tipo de TiMMCs[29].

Además, si se compara únicamente como parámetro variable el tipo de refuerzo (Titanio 30 micras con refuerzo nanométrico), se aprecia como el TiMMCs reforzado con Boro amorfo posee una densificación mayor. Esto puede ser consecuencia de que el Boro amorfo se haya distribuido de una forma más homogénea en la matriz (veáse la Ilustración 95).

El efecto del tamaño del polvo de la matriz, así como la molienda del mismo, se puede observar en la

Gráfica 39. Como cabe esperar a menor granulometría del polvo de la matriz, mayores valores de densificación son observados. Para el refuerzo, en el caso de Carburo de Boro, ocurre lo contrario, el tamaño nanométrico no favorece la densificación del TiMMCs.
b) Densificación en función de la cantidad de refuerzo :

Comparando los valores de densidad, considerando los distintos porcentajes de refuerzos empleados de Carburo de Boro (Gráfica 40) se aprecia un cambio de tendencia significativo en la densidad. Aunque si bien puede observarse que la densificación aumenta con el incremento de porcentaje volumétrico de refuerzo, se produce un máximo en el porcentaje 3,6 % vol. que después baja relativamente cuando se tiene un porcentaje en volumen del 9 vol.%. A mayores cantidades de refuerzo el efecto de ``grain bondering decoration'' (acumulación de refuerzo es los límites de grano) es mayor y puede ocasionar peores valores de densidad [29].

En el caso del refuerzo de 0.9 % vol. el valor tan bajo de densificación puede ser indicativo de algún tipo de error en el proceso de fabricación. Se recomendaría realizade nuevo este plato en posteriores trabajos.



Gráfica 40 Comparativa densificación para el mismo material con distintos porcentajes de refuerzo

Habría que realizar ensayos a materiales en un rango más amplio de porcentajes volumétricos de refuerzos para ver en cuál de ellos se produce el máximo.

c) Densificación en función de la temperatura de compactación:

Como se puede ver en la Gráfica 41, las dos muestras de Titanio reforzado con 0.9% vol. de Boro amorfo a comparar tienen como única diferencia que la muestra RHP 1363 Ti + 0.9 % vol. B amorfo ha estado sometida a una temperatura durante el conformado de 900 °C, mientras que la RHP 1369 Ti + 0.9 % vol. B amorfo lo ha hecho a una temperatura de 950 °C. Esta diferencia de temperatura ha supuesto un ligero incremento de la densificación. Así pues se puede concluir que la temperatura favorece la densificación, como es bien conocido [6]. Además al tener en cuenta la reactividad del Titanio con el Boro, el hecho de que se incremente la temperatura puede suponer formaciones de compuestos Boro-Titanio en el límite de la temperatura transus del Titanio que puedan afectar a la densidad del material de forma positiva. El único problema de aumentar la temperatura es que se aumente el tamaño de grano de la matriz, pero esto no debe afectar a la densificación.



Gráfica 41. Comparación densificación refuerzo con Boro amorfo a 900°C y a 950°C

9.2 Dureza

Los resultados obtenidos de los ensayos de dureza Vickers (HV10) llevados a cabo en las probetas, muestran los valores que se esperaban, siendo superada la dureza del Titanio puro.

La discusión de la dureza se hará análoga a la realizada en el apartado anterior.

a) Dureza en función de los materiales de partida:

Al analizar los valores de dureza de los compuestos reforzados con Boro amorfo y Carburo de Boro se observa que las muestras reforzadas con Boro amorfo poseen por lo general mayores valores de dureza. La formación in situ de diboruro de Titanio de una forma homogénea en la matriz potencia este hecho (Ilustración 96). Este también se pone de manifiesto cuando se comparan TiMMCs con Boro amorfo y con Carburo de Boro nanométricos con la misma granulometría de matriz y a la misma temperatura (veáse en la Gráfica 42).

Los compuestos con nano refuerzos presentan una dureza similar, con la muestra de microrefuerzos ligeramente superior.



Gráfica 42. Comparativa de HV10 para distintos tipos de refuerzos con el mismo porcentaje volumétrico

Se observa también en la Gráfica 42, al comparar las muestras RHP 1372 con Titanio molido con 0.9 % vol. de refuerzo de Carburo de Boro con la RHP 1352 con Titanio reforzado con 0.9% vol. de Carburo de Boro, que el hecho de haber realizado una molienda del polvo de Titanio contribuye al aumento de la dureza del material. Esto es debido a una posible contaminación de los polvos de Titanio con parte de residuos procedentes de las bolas utilizadas en la molienda. Estas bolas son de metal duro y han sido utilizadas en el laboratorio para la molienda de otros materiales, y a pesar de haber sido perfectamente limpiadas, alguna posible contaminación ha podido producirse. Otra posible causaes el hecho de que el tamaño de grano en el caso del Titanio molido es inferior ($40\mu m$) al del mismo compuesto pero sin moler el Titanio ($56\mu m$).

b) Dureza en función de la cantidad de refuerzo :

Con el aumento del porcentaje de refuerzo como puede apreciarse en la Gráfica 43, la tendencia de aumento de la dureza de los TiMMCs va en paralelo con el aumento de la concentración de refuerzo (0.18 % vol. \rightarrow HV10 de 182, 0.9 % vol. \rightarrow HV10 de 215, 3.6 % vol. \rightarrow HV10 de 283 y la de 9 % vol. De refuerzo de Carburo de Boro \rightarrow HV10 de 355)

En el caso del Carburo de Boro, las muestras que están reforzadas con 3.6 % vol. y con 9 % vol., se observan ciertas desviaciones al realizar los ensayos de dureza en las tres partes de la superficie de la probeta. A mayor porcentaje de refuerzo, mayor acumulación del mismo en determinadas zonas, lo que da valores más dispares de dureza y una mayor dispersión entre los valores medidos. Esto se puede consultar en los valores mostrados en las Tabla 19,Tabla 25 y Tabla 26.



Gráfica 43. Comparación valores de HV10 para el mismo material con distinto porcentaje de refuerzo

c) Densificación en función de la temperatura de compactación:

En la matriz metálica de Titanio reforzado con Boro amorfo, se han obtenido para ambas valores de HV10 285 y HV10 280 en valores promedios, ya que se ha realizado tres ensayos por cada probeta. Dichos valores no difieren unos de otros (Poseen desviaciones muy cercanas a cero) por lo que se puede concluir que el reparto del refuerzo por el material ha sido bastante homogéneo. Este hecho se puede visualizar en las imágenes de microscopia óptica y en el SEM en el apartado 8.8 y 8.9 de Resultados.



Gráfica 44. Resultados del ensayo de Dureza HV10 para Titanio reforzado con Boro amorfo a 900°C y 950°C

9.3 Ensayo de Tracción

Como se ha comentado anteriormente, los ensayos de tracción permiten analizar el comportamiento de los materiales cuando son sometidos a estados de tensiones uniaxiales.

De forma general, en la Gráfica 45 se representan las curvas de tensión-deformación media para cada uno de los materiales. Se ha realizado un aumento de la zona elástica para poder visualizar con mayor detalle la tensión elástica máxima que soporta cada material.



Gráfica 45. Comparativa porcentaje gráficas tensión-deformación

A continuación se representa cada gráfica por separado:



Gráfica 46. Gráficas ensayos de tracción

En los siguientes apartados se van a discutir los resultados de resistencia a tracción de cada uno de los TiMMCs fabricados.

- a) Límite elástico en función de los materiales de partida:
- Tipo de refuerzo empleado

Si únicamente se compara la influencia del tipo de refuerzo en las propiedades de resistencia a la tensión de los compuestos, la matriz reforzada con Boro amorfo posee unos resultados en cuanto al límite elástico algo inferiores a los TiMMCs con B₄C Nano (veáse Gráfica 47). Los diboruros de Titanio formados in situ no en los compuestos con Boro amorfo, no potencian el incremento de las propiedades mecánicas del Titanio de partida.

En general, las matrices reforzadas con Carburo de Boro nanoparticulados son las que poseen mayor resistencia a la tracción.

• Tipo de polvo de Titanio de la matriz

En cuanto a la influencia de la granulometría del polvo de matriz, a menor tamaño de partícula, mejores propiedades mecánicas de tracción de los TiMMCs.Este hecho esta directamente relacionado con el tamaño de grano de la microsestructura de los compuestos.



Gráfica 47. Comparativa límite elástico según material de refuerzo y tamaño de los mismos

b) Límite elástico en función de la cantidad de refuerzo :

Conforme se aumenta el porcentaje de refuerzo, aumenta la resistencia a la tracción del material hasta un límite. Este tope coincide con una cantidad de refuerzo para las muestra con más del 1 % vol. de B_4C . Para estas probetas se ha apreciado una fragilidad tal que no se les ha podido calcular el módulo de elasticidad al no alcanzar el 0.2 % de deformación. Esto nos impide representarlas por tanto en la Gráfica 48. Este comportamiento es debido, como se ha visto en microscopia óptica y SEM (Ilustración 73 e Ilustración 75), al hecho de que los refuerzos estén concentrados en los límites de granos. La acumulación de refuerzos en los límites de granos fragiliza mucho estos compuestos, disminuyendo las propiedades mecánicas de los mismos.

Así mismo, se observa como el Titanio reforzado incrementa su resistencia de 300 MPa a 700 MPa aproximadamente al pasar de 0.18 % vol. a 0.9 % vol. de refuerzo de Carburo de Boro. Por tanto se puede concluir, que el material es bastante sensible a la cantidad de refuerzo volumétrico que se añade.



Gráfica 48. Comparativas módulo elástico según porcentaje del mismo refuerzo

c) Límite elástico en función de la temperatura de compactación:

Se observa que tanto el hecho de someter a molienda al Titanio, como aumentar la temperatura de sinterizacion en el caso del refuerzo de Boro amorfode 900°C a 950°C tiene efecto positivos sobre el límite elástico como se puede ver en la Gráfica 46.

9.4 Ensayo de Flexión

El ensayo de flexión permite conocer la tendencia dúctil- frágil que presenta un material. La rotura limpia indica un material frágil, mientras que la deformación de la probeta sin rotura muestra ductilidad.

Los resultados obtenidos confirman los visualizados al observar las superficie de las probetas de flexión tras la ruptura de las mismas en el apartado 8.7.10 del capítulo 8 de Resultados, quedando patente el efecto del refuerzo en el compuesto cuando se compara con las fractura en el titanio puro.

En general, se observan valores diversos de resistencia a la flexión en función del tipo de material y tamaño del refuerzo y de la cantidad del mismo empleada (veáse las Gráfica 49 y Gráfica 51).

a) Resistencia a la flexión en función de los materiales de partida y la temperatura de conformado:

La siguiente Gráfica 49, muestra una comparativa de las matrices de Titanio todas ellas reforzadas con diferentes tipos de refuerzo pero igual contenido volumétrico (0.9 % vol. de refuerzo).



Gráfica 49. Comparativa porcentaje de Refuerzo- Resistencia a la flexión

En dicha Gráfica 50 se visualiza como en este caso los materiales reforzados con micropartículas, responden mejor a los esfuerzos de flexión que aquellas que lo están con partículas de tamaños nanométricos (Comportamiento contrario al que se observa en el ensayo de tracción)

Al evaluar únicamente como parámetro variable el tipo de refuerzo (Titanio 30 micras con refuerzo nanométrico), se aprecia como el TiMMCs reforzado con Boro amorfo posee unos valores menores de resistencia a la flexión (Tabla 31), esto va en similitud con las propiedades de obtenidas en el ensayo de tracción.

Además, se puede observar con el efecto de la molienda de los polvos de Titanio desciende dicha resistencia a flexión en casi 1500 MPa (veáse Tabla 31). Esto puede ser debido a una posible contaminación del polvo de Titanio de la matriz durante la molienda, como ya se ha cometando en apartados anteriores.

b) Límite elástico en función de la cantidad de refuerzo :

En cuanto a la comparativa con el porcentaje de refuerzo que vemos en la Gráfica 51, se observa de una forma muy clara, un descenso de la tensión soportada tanto cuando los polvos de Titanio están sometidos a molienda. Este descenso también se observa con el aumento de porcentaje de refuerzo de carburo de Boro. Este resultado está en estrecha relación con las propiedades discutidas anteriormente

La muestras de Titanio con refuerzo del 0.18 % vol. de B₄C no ha podido ser representada debido a que ha mostrado una resistencia casi inexistente a esfuerzos de flexión.



Gráfica 51. Compartiva Resistencia a la flexión según porcentaje de refuerzo y molienda del Titanio.

9.5 Densidad Vs Dureza

En la Gráfica 52 se muestra una comparativa de valores de densificación frente a dureza.

En general al aumentar la cantidad de refuerzo en el TiMMCs se produce un aumento de la dureza de los mismos.

A la vista de la gráfica, un porcentaje ideal de B_4C estaría situado entre los 0.9% vol. y 3.6% vol. Esto es debido a que valores por debajo de 0.9 % vol. no mejoran la dureza del material y valores por encima de 3.6% vol. suponen la fragilización del compuesto.

El Boro amorfo presenta mejores valores de densificación y dureza para el mismo porcentaje de refuerzo de Carburo de Boro. Así mismo, interesa que el TiMMCs reforzado con Boro amorfo esté compactado en caliente a una temperatura de 950°C, ya que presenta una dureza similar al mismo material compactado a 900°C, pero una mayor densificación.



Gráfica 52. Comparativa Dureza Vickers- Densificación

RUN	MATERIAL	Densification (%)	HV10
RHP 1350	Ti + B ₄ C Nano 0.18 % vol.	93.37	182
RHP 1352	Ti + B ₄ C Nano 0.9 % vol.	90.9	255
RHP 1352	Ti + B ₄ C Nano 3.6 % vol.	93.68	283
RHP 1352	Ti + B₄C Nano 9 % vol.	92.69	355
RHP 1358	Ti + B ₄ C 0.9 % vol.	93.13	216
RHP 1358	Ti + B₄C Nano 0.9 % vol.	92.91	260
RHP 1372	Ti+ B₄C Nano 0.9 % vol.	92.56	279
RHP 1363	Ti + B amorphous 0.9 % vol.	93.62	285
RHP 1369	Ti + B amorphous 0.9 % vol.	94.93	280

Tabla 34. Valores de Dureza Vickers y Densificación

9.6 Límite elástico vs Dureza

En relación a la comparación entre el límite elástico de los distintos materiales reforzados y la dureza obtenida de los mismos, se puede ver que existe una dependencia directa entre la dureza del material y su límite de comportamiento elástico. Se observa en los refuerzos de Carburo de Boro (0.18 % vol. B₄C y 0.9 % vol. B₄C) que conforme se aumenta el porcentaje de refuerzo aumenta tanto la dureza del material como su límite elástico (véase en la Gráfica 53).

También se observa que para el mismo porcentaje de refuerzo 0.9 % vol. B₄C, el hecho de que el Titanio usado como polvo de matriz sea previamente molido aumenta tanto la dureza como la resistencia del material compuesto, consecuencia de la contaminación y del menor tamaño de grano del TiMMCs con Titanio molido (Tabla 32). Para porcentajes mayores de refuerzo debido a la fragilidad del compuesto, no se he podido obtener su límite elástico.

Al comparar el tamaño de las partículas de refuerzo, se observan valores similares de dureza, pero un límite elástico superior en el nano refuerzado. Esto es debido, como se observa en microscopía óptica, a un reparto mas homogéneo del refuerzo nanométrico.

Al comparar el tipo de refuerzo, el TiMMCs reforzado con Boro amorfo presenta una dureza superior, pero menor límite elástico debido a la formación de los diboruros de Titanio repartidos por toda la matriz.



Gráfica 53. Comparativa Límite Elástico- Dureza Vickers

RUN	MATERIAL	Hardness	Strength Modulus
		H V 10	MPa
RHP 1350	$Ti + B_4C$ Nano 0.18 % vol.	182	292.73
RHP 1352	$Ti + B_4C$ Nano 0.9 % vol.	216	508.27
RHP 1352	Ti + B ₄ C Nano 3.6 % vol.	283	*
RHP 1352	Ti + B ₄ C Nano 9% vol.	355	*
RHP 1358	$Ti + B_4C 0.9\%$ vol.	260	455.1
RHP 1358	$Ti + B_4C$ Nano 0.9% vol.	255	701.63
RHP 1372	Ti+ B ₄ C Nano 0.9% vol.	279	599.87
RHP 1363	Ti + B amorphous 0.9% vol.	285	562.3
RHP 1369	Ti + B amorphous 0.9% vol.	280	597.37

Tabla 35. Comparativa Límite Elástico- Dureza Vickers

9.7 Resistencia a Tracción vs Resistencia a Flexión

En la Gráfica 54Gráfica 52 se muestra una comparativa de valores de resistencia a tracción frente a resistencia a flexión.

En ella se observa como al aumentar el porcentaje de refuerzo del material se produce una fragilización del material, con el consiguiente descenso tanto en la resistencia máxima soportada en el ensayo de tracción como en el ensayo a flexión.

Al comparar el tamaño de las partículas de refuerzo y según la aplicación que se le quiera dar al material, se debe utilizar micro o nano-refuerzo. Si se busca una mejor respuesta frente a los esfuerzos de tracción, se utilizará nanorefuerzos, mientras que en el caso de requerimientos mecánicos de flexión se utilizará TiMMCs reforzados con micro Carburos de Boro., ya que tanto la densificación como la dureza no varían significativamente en ambos casos.



Gráfica 54. Comparación Resistencia máxima a la tracción frente a Resistencia máxima a la flexión

9.8 Microscopía óptica y Microscopía electrónica de barrido (SEM)

9.8.1 Tamaño de grano

El tamaño de grano tiene un notable efecto en las propiedades mecánicas del material. En general en los metales es preferible tamaños de granos pequeños ya que poseen mayor resistencia a la tracción, límite elástico y dureza y se distorsionan menos a altas temperaturas de uso. Así como también son menos susceptibles al agrietamiento, siempre que no se tengan fragilizados los límites de granos.

Este hecho queda justificado visualizando la Gráfica 55, pues la tendencia es como ya se ha avanzado una relación inversa entre el tamaño de grano y el límite elástico de las probetas. Esto ocurre tanto para TiMMCs con mismo refuerzo con tamaños de partículas nano y micros como para tamaños de polvo de partida de 100 y $30 \,\mu\text{m}$.

Los materiales compuestos de matriz metálica que han sido nanoreforzados con Carburo de Boro y Boro amorfo en un porcentaje volumétrico del 0.9 % con granulometría 30 µm son los que tienen el tamaño de grano más pequeño y los que presentan un mayor límite elástico.

Así mismo se observa que en función del refuerzo, el TiMMCs nanoreforzado con Carburo de Boro presenta un mayor límite elástico y un tamaño de grano menor que el reforzado con Boro amorfo.



Gráfica 55. Comparativa Límite Elástico-Tamaño de Grano



El tamaño de refuerzo no se ve afectado por el aumento del porcentaje de refuerzo como se aprecia en la

Gráfica 56. Así mismo, como se ha comentado anteriormente el TiMMCs con refuerzo de Boro amorfo a 950°C presenta un menor tamaño de grano y por tanto mejores propiedades mecánicas.

Si comparamos el tamaño de grano según el tipo de refuerzo, con el mismo porcentaje de refuerzo (En este caso 0.9 % vol de B_4C o B amorfo, según corresponda) en términos generales las muestras con Boro amorfo poseen un tamaño de grano mayor que las reforzadas con Carburo de Boro análogas.



Gráfica 56. Comparativa porcentaje de Refuerzo-Tamaño de Grano

9.8.2 Tamaño de los límites de granos

Al comparar el tamaño de los límites de grano con respecto al porcentaje de refuerzo se observa que conforme se aumenta la cantidad volumétrica de refuerzo que se añade a la matriz de Titanio, aumenta el tamaño de los límites de granos debido a que los refuerzos se concentran en ellos.

Este hecho fragiliza los límites de granos, por el descenso de adhesión entre los mismos, con la consecuente pérdida de las propiedades mecánicas. Las muestras con porcentajes volumétricos de 3.6 % y 9 % de B₄C son extremadamente frágiles tal y como se ha podido observar de los ensayos destructivos realizados.

Si se compara el tamaño de la partícula con el micro y nano refuerzo para el caso de los TiMMCs reforzados con Carburo de Boro se ve que el compuesto con micropartículas tiene un límite de grano mas ancho que los formados por nano refuerzos, esto queda corroborado mediante microscopía donde se observan aglomeraciones de Carburo de Boro (veáse Ilustración 58).

Así mismo en el caso de los TiMMCs reforzados con Boro amorfo presentan bajos valores de anchura de límites tamaños de grano. Estos valores justifican las buenas propiedades mecánicas obtenidas para este material.



Gráfica 57. Comparativa porcentaje de Refuerzo-Tamaño de límite de grano

En este trabajo se ha demostrado que una buena selección del material de refuerzo y del polvo de matriz, se traduce en una mejora considerable de las propiedades de materiales compuestos fabricados vía "diret hot pressing". Esto queda reflejado en la comparativa de los resultados obtenidos tras una exhaustiva caracterización de los TiMMCs reforzados con Boro amorfo y Carburo de Boro.

En términos de estudio del tipo de refuerzo que mejor relación de densificación y dureza muestran se concluye que el que ofrece unos resultados mejores es el TiMMCs reforzado con 0.9% vol. de Boro amorfo, con una temperatura de compactación a 950°C, en cambio es el reforzado con 0.9% vol. de Carburo de Boro Nano el que ofrece un límite elástico y resistencia a tracción superiores, ambos materiales con una granulometría del polvo de Titanio de partida de 30 µm.

Si se comparan los materiales en términos de granulometría del polvo de Titanio, fijando el porcentaje de refuerzo nanométrico en 0.9% vol., es el de 30 μ m el que ofrece en todos los ensayos realizados al material mejores resultados, por tanto se concluye que los polvos de tamaño 30 μ m son mejores que los de 100 μ m para los TiMMCs reforzados.

Una conclusión que se extrae del comportamiento de los TiMMCs cuando se fabrican con concentraciones de 3.6% y 9% de refuerzo (bajo condiciones idénticas de procesado), es que la aglomeración de los mismos potencia el fenómeno de "grain boundary decoration". Este hecho de incrementar el contenido de refuerzo (B₄C) en el límite de grano afecta disminuyendo las propiedades mecánicas de los TiMMCs producidos, fragilizándolos. Una buena optimización del contenido de refuerzo puede significar unas mejoras considerables en el material compuesto.[27]

De las otras variables investigadas en este trabajo, el estudio de la temperatura como variable a investigar, sólo se ha hecho para un tipo de TiMMCs (0.9% vol. de Boro amorfo), lo que no permite extrapolar la información al resto de los materiales compuestos. Se puede concluir que su grado de influencia en las propiedades finales del material analizado es ligeramente beneficiosa, debido a que, si bien la dureza no se ve afectada por el aumento de temperatura, tanto la densificación del material como el límite elástico son superiores en el caso de los TiMMCs reforzados con Boro amorfo a 950°C frente a los que han sido compactados a 900°C.

El hecho de someter el polvo de Titanio a molienda, tiene efectos contrarios en el material según las propiedades que se analicen, pues a pesar de la reducción de tamaño de polvo que se consigue tras la molienda, con el consecuente aumento del límite elástico del material y de la dureza del mismo, su resistencia a flexión se ve disminuida.

Al igual que ocurre con la elección del tamaño de refuerzo nano o micro, como en el caso anterior de Titanio molido, queda determinada por el tipo de aplicación para la que se vaya a utilizar el material.

Finalmente se puede concluir que de todos los TiMMCs fabricados el que mejores propiedades ha manifestado es TiMMCs con 0.9% vol. de refuerzo nanométrico de B₄C, donde el polvo de Titanio utilizado es el de menor tamaño (30 μ m). Debido a una buena distribución del nano-refuerzo como se puede apreciar en las imágenes de SEM y a un tamaño de grano de 13.5 μ m.

Las investigaciones futuras sobre el desarrollo de TiMMCs reforzados deben tener como objetivo la disminución del coste del compuesto, la optimización del procesado por pulvimetalurgia y la evaluación de las propiedades que presenten dichos materiales

Por todo ello se proponen las siguientes líneas de trabajo:

- Para obtener mayores valores de densificación se propone un estudio de la densidad en verde del material con el objetivo de obtener las curvas de compresibilidad y así aumentar la compactabilidad del mismo.
- Otra posible línea interesante para aumentar la densificación es el estudio de lubricantes internos que permitieran el deslizamiento de los polvos de Ti, siempre que no introdujeran impurezas, así como aumentar el tiempo de compactación en caliente a 30 min.
- Caracterización química de los materiales, mediante ensayos de oxidación y corrosión, que permitan conocer la naturaleza de los enlaces químicos o la estabilidad del material frente a agentes corrosivos para determinar las condiciones de servicio a las que puede exponerse el material.
- Aumento de la temperatura de compactación en caliente de los TiMMCs reforzados con Carburo de Boro para poder estudiar la influencia de la temperatura en sus propiedades como se ha realizado con los TiMMCs reforzados con Boro amorfo en el que se ha concluido que éstos muestras mejores propiedades a 950°C que a 900°C.
- Aumento del porcentaje de refuerzo de Boro amorfo, como se ha hecho con las muestras reforzadas con B₄C, para analizar la influencia del porcentaje de refuerzo en las propiedades de los mismos.
- Así mismo se plantea un estudio de la posible formación de Carburos y Boruros de Titanio en las muestras mediante la técnica de difracción de Rayos-X.
- Por último y en vista de los resultados obtenidos en el presente proyecto, se propone realizar la fabricación y caracterización microestructural y mecánica de TiMMCs reforzados con Carburo de Boro en porcentajes que vayan del 0.9% vol. al 3.6% vol. en aras de obtener el porcentaje que dé las propiedades óptimas.

BIBLIOGRAFÍA

[1] Froes Sam FH. 8 - Powder metallurgy of titanium alloys. In: Chang I, Zhao Y, editors. Advances in Powder Metallurgy: Woodhead Publishing; 2013. p. 202-40.

[2] Froes FHS, Gungor M, Ashraf Imam M. Cost-affordable titanium: The component fabrication perspective. JOM 2007;59:28-31.

[3] Xie L, Wang L, Jiang C, Lu W. The variations of microstructures and hardness of titanium matrix composite (TiB;TiC)/Ti–6Al–4V after shot peening. Surface and Coatings Technology 2014;244:69-77.

[4] Choi B-J, Kim ILY, Lee Y-Z, Kim Y-J. Microstructure and friction/wear behavior of (TiB+TiC) particulate-reinforced titanium matrix composites. Wear 2014;318:68-77.

[5] Jorio A, Kauppinen E, Hassanien A. Carbon-Nanotube Metrology. Carbon Nanotubes2008. p. 63-100.

[6] Alcaraz IM. Desarrollo de materiales compuestos de matriz metálica de titanio (TICS) vía prensado en caliente.

[7] Bolzoni L, Esteban PG, Ruiz-Navas EM, Gordo E. Mechanical behaviour of pressed and sintered titanium alloys obtained from master alloy addition powders. Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials 2012;15:33-45.

[8] Odériz EG, Navas EMR. Aleaciones de Titanio.

[9] Esteban PG, Odériz EG, Navas EMR. Diseño y procesado por vía pulvimetalúrgica convencional de aleaciones de Ti de bajo coste.

[10] MOMPEAN, L. El titanio y sus aleaciones. Revista Soldadura 21(3), 1991.

[11] <u>http://www.obtesol.es/index2.php?option=com_content&do_pdf=1&id=2279</u>. Aleaciones α/β .

[12] Bolzoni L, Gordo E, Lalana EH. Proyecto fin de grado.estudio de aleaciones de titanio.pulvimetalúrgicas con adición de Fe y Cr. 2012.

[13] G. Lutjering, Microstructure and mechanical properties of titanium alloys.

[14] <u>http://flautistico.com/blog/topics/Tecnolog%C3%ADa</u>. Pulvimetalurgia: nuevo proceso para la manufactura de tubos de flautas.

[15] BAUTISTA, Metalurgia de polvos.

[16] Torralba J. M., Campos M., UC3M, Fabricacion de polvos. Tema 2.

[17] Borkosky ID. Tecnologias y procesos de producción.metalurgia de polvos. 2012.

[18] Patiño LFC. Titanio:El Metal más Resistente de la Industria. Metal Actual.

[19] P.G. Esteban, E. Gordo. Introducción al procesado pulvimetalúrgico del titanio.

[20] http://www.jeronimocycles.com/ique-tipo-de-titanio.html. ¿Que tipo de Titanio?

[21] Quiroga. RM. Historia del titanio.

[22] <u>http://www.amt-advanced-materials-technology.com/applications/automotive-titanium-engine/</u>.

Titanium for Automotive engine applications.

[23] CYRIAC AJ. Metal matrix composites: history, status, factors and future. Cochin University of Science and Technology Cochin, Kerala, India. 2005.

[24] <u>http://elementos.org.es/boro</u>. Propiedades principales del Boro.

[25] <u>http://campodocs.com/articulos-utiles/article_104423.html</u>. Carburo de boro, Estructura cristalina, Propiedades, Preparación, Utilizacion.

[26] <u>http://www.academia.edu/8068298/ENSAYO_DE_TENSI%C3%93N_O_TRACCI%C3%93N</u>. Ensayo de Tracción y Tension. Guía de Laboratorio

[27] Montealegre-Melendez I, Neubauer E, Danninger H, Mozden G. Fabrication of Nano-reinforced Titanium Matrix Composites via Powder Metallurgy. In: Krenkel W, editor. 17 Syposium Verbundwerkstoffe und Werkstoffverbunde. Bayreuth: Wiley-VCH GmbH & Co. KGaA; 2009. p. 109-15.

Ilustraciones

Ilustración 1. Comparativa Propiedades Mecánicas de Materiales Competidores del Titanio	16
Ilustración 2. Propiedades del Titanio	16
Ilustración 3. Estructura BCC	17
Ilustración 4. Estructura HCP	17
Ilustración 5. Diagrama modificación alfágenos y betágenos	18
Ilustración 6. Esquema de un diagrama de fase con las líneas de inicio y fin de la transformación	n martensítica
	18
Ilustración 7. Características de los distintos tipos de aleación del Ti	20
Ilustración 8. Estructura	23
Ilustración 9. Estructura	23
Ilustración 10.Estructura	23
Ilustración 11. Clasificación MMCs según tipo de refuerzos	24
Ilustración 12. Diagrama de flujo del proceso pulvimetalúrgico	25
Ilustración 13. Principales etapas del proceso pulvimetalúrgico	26
Ilustración 14. Esquema tipos de métodos de producción de polvos	11
Ilustración 15. Secuencia de Proceso de Fabricación PM	14
Ilustración 16. Mezclado y Combinación	15
Ilustración 17. Prensado isostático en frío	16
Ilustración 18. Laminación de Polvos	16
Ilustración 19. Prensado isostático en caliente	17
Ilustración 20. Sinterizado	18
Ilustración 21. Procesos comunes a la fabricación de productos	19
Ilustración 22. Proceso Kroll	23
Ilustración 23. Comparativa usos del Titanio en la última década	26
Ilustración 24. Aplicaciones de aleaciones de Titanio	28
Ilustración 25. Trinomio PM	28
Ilustración 26. Producción Relativa de Materiales por Técnicas PM	29
Ilustración 27. Aplicaciones del Boro	35
Ilustración 28. Resumen Parámetros de TiMMCs fabricados	38
Ilustración 29. Mezcladora	40
Ilustración 30. Esquema distribución de probetas en plato y Mecanizado de las mismas	41
Ilustración 31. Máquina para Direct Hot Pressing: DSP 518	42
Ilustración 32. Sand Blast Machine	42
Ilustración 33. Balanza	44

Ilustración 34. Esquema ensayo de Dureza Vickers	46
Ilustración 35.Durómetro Zwick 3212.	46
Ilustración 36. Indentaciones realizadas en el ensayo de Dureza	47
Ilustración 37. Ensayo de Tracción	48
Ilustración 38. Esquema de corte de las probetas de los plato fabricados de TiMMCs	49
Ilustración 39. Probeta ensayo de Tracción	49
Ilustración 40. Esquema ensayo de Flexión a tres puntos	51
Ilustración 41. Pulidora y empastilladora	51
Ilustración 42. Fractura Ti (100µm) con refuerzo de 0.9% vol. B4C Nano	99
Ilustración 43. Fractura Ti (100µm) con refuerzo de 3.6% vol. B4C Nano	99
Ilustración 44. Fractura Ti (100µm) con refuerzo de 9% vol. B4C Nano	100
Ilustración 45. Fractura Ti (30μm) con refuerzo de 0.9% vol. B4C Nano	100
Ilustración 46. Fractura Ti (30 μ m) con refuerzo de 0.9% vol. B ₄ C	100
Ilustración 47. Fractura Ti (30µm) con refuerzo de 0.9% vol. Boro amorfo a 900°C	100
Ilustración 48. Fractura Ti (30µm) con refuerzo de 0.9% vol. Boro amorfo a 950°C	101
Ilustración 49. Fractura Ti (100µm) molido con refuerzo de 0.9% vol. B4C Nano	101
Ilustración 50. Microscopía Ti con refuerzo de 0.18 % vol. B4C Nano a 20X	102
Ilustración 51. Microscopía Ti con refuerzo de 0.9 % vol. B4C Nano a 20X	102
Ilustración 52. Microscopía Ti con refuerzo de 3.6 % vol. B4C Nano a 20X	102
Ilustración 53. Microscopía Ti con refuerzo de 9 % vol. B4C Nano a 20X	103
Ilustración 54. Microscopía Ti con refuerzo de 0.18 % vol. B4C Nano a 50X	104
Ilustración 55. Microscopía Ti con refuerzo de 0.9 % vol. B4C Nano a 50X	104
Ilustración 56. Microscopía Ti con refuerzo de 3.6 % vol. B4C Nano a 50X	104
Ilustración 57. Microscopía Ti con refuerzo de 9 % vol. B4C Nano a 50X	105
Ilustración 58. Microscopía Ti con refuerzo de 0.9 % vol. B4C a 20X	106
Ilustración 59. Microscopía Ti con refuerzo de 0.9 % vol. B4C Nano a 20X	106
Ilustración 60. Microscopía Ti molido con refuerzo de 0.9 % vol. B4C Nano a 20X	106
Ilustración 61. Microscopía Ti con refuerzo de 0.9 % vol. B_4C a 50X	107
Ilustración 62. Microscopía Ti con refuerzo de 0.9 % vol. B4C Nano a 50X	107
Ilustración 63. Microscopía Ti molido con refuerzo de 0.9 % vol. B4C Nano a 50X	107
Ilustración 64. Microscopía Ti con refuerzo de 0.9 % vol. B amorfo Nano a 20X a Tª de 900°C	108
Ilustración 65. Microscopía Ti con refuerzo de 0.9 % vol. B amorfo Nano a 20X a Tª de 950°C	108
Ilustración 66. Microscopía Ti con refuerzo de 0.9 % vol. B amorfo a 50X a Tª de 900 °C	109
Ilustración 67. Microscopía Ti con refuerzo de 0.9 % vol. B amorfo a 50X a Tª de 950 °C	109
Ilustración 68. Microscopía Ti con refuerzo de 0.9 % vol. B amorfo a 100X a Tª de 900 °C	110
Ilustración 69. Microscopía Ti con refuerzo de 0.9 % vol. B amorfo a 100X a Tª de 950°C	110
Ilustración 70. Microscopía SEM-SE Ti con refuerzo de 0.9 % vol. B ₄ C Nano a 500 magnificaciones	111

Ilustración 71. Microscopía SEM-SE Ti con refuerzo de 0.9 % vol. B₄C Nano a 1000 magnificaciones 111 Ilustración 72. Microscopía SEM-SE Ti con refuerzo de 3.6 % vol. B₄C Nano a 500 magnificaciones 111 Ilustración 73. Microscopía SEM-SE Ti con refuerzo de 3.6 % vol. B₄C Nano a 1000 magnificaciones 111 Ilustración 74. Microscopía SEM-SE Ti con refuerzo de 9 % vol. B₄C Nano a 500 magnificaciones 111 Ilustración 75. Microscopía SEM-SE Ti con refuerzo de 9 % vol. B₄C Nano a 1000 magnificaciones 111 Ilustración 76 Microscopía SEM-SE Ti con refuerzo de 0.9 % vol. B4C Nano a 2000 magnificaciones 112 Ilustración 77 Microscopía SEM-SE Ti con refuerzo de 0.9 % vol. B₄C Nano a 5000 magnificaciones 112 Ilustración 78 Microscopía SEM-BSE Ti con refuerzo de 3.6 % vol. B₄C Nano a 2000 magnificaciones 112 Ilustración 79. Microscopía SEM-BSE Ti con refuerzo de 9 % vol. B₄C Nano a 2000 magnificaciones 112 Ilustración 80. Microscopía SEM-SE Ti con refuerzo de 9 % vol. B₄C Nano a 5000 magnificaciones 112 Ilustración 81. Microscopía SEM-SE Ti con refuerzo de 0.9 % vol. B₄C Nano a 500 magnificaciones 113 Ilustración 82. Microscopía SEM-SE Ti con refuerzo de 0.9 % vol. B₄C Nano a 1000 magnificaciones 113 Ilustración 83. Microscopía SEM-SE Ti con refuerzo de 0.9 % vol. B₄C a 500 magnificaciones 113 Ilustración 84. Microscopía SEM-SE Ti con refuerzo de 0.9 % vol. B₄C a 1000 magnificaciones 113 Ilustración 85. Microscopía SEM-SE Ti molido con refuerzo de 0.9 % vol. B₄C Nano a 500 magnificaciones 113 Ilustración 86. Microscopía SEM-SE Ti molido con refuerzo de 0.9 % vol. B₄C Nano a 1000 magnificaciones 113 Ilustración 87. Microscopía SEM-BSE Ti con refuerzo de 0.9 % vol. B4C Nano a 2000 magnificaciones 114 Ilustración 88. Microscopía SEM-SE Ti con refuerzo de 0.9 % vol. B₄C Nano a 5000 magnificaciones 114 Ilustración 89. Microscopía SEM-BSE Ti con refuerzo de 0.9 % vol. B₄C a 2000 magnificaciones 114 Ilustración 90. Microscopía SEM-BSE Ti con refuerzo de 0.9 % vol. B₄C a 5000 magnificaciones 114 Ilustración 91. Microscopía SEM-BSE Ti molido con refuerzo de 0.9 % vol. B₄C Nano a 2000 magnificaciones 114 Ilustración 92. Microscopía SEM-BSE Ti molido con refuerzo de 0.9 % vol. B₄C Nano a 5000 magnificaciones 114 Ilustración 93. Microscopía SEM-SE Ti con refuerzo de 0.9 % vol. Boro amorfo a 500 magnificaciones 115 Ilustración 94. Microscopía SEM-SE Ti con refuerzo de 0.9 % vol. Boro amorfo a 1000 magnificaciones 115 Ilustración 95. Microscopía SEM-BSE Ti con refuerzo de 0.9 % vol. Boro amorfo a 2000 magnificaciones 115

Ilustración 96. Microscopía SEM-SE Ti con refuerzo de 0.9 % vol. Boro amorfo a 5000 magnificaciones 115

Gráficas

Gráfica 1. Densidad Ti (100 µm) con refuerzo de 0.18% vol. B4C Nano	54
Gráfica 2. Densidad Ti (100 μ m) con refuerzo de 0.9 % vol. B ₄ C Nano	55
Gráfica 3. Densidad Ti (30 μ m) con refuerzo de 0.9 % vol. B ₄ C Nano	56
Gráfica 4. Densidad Ti (30 μ m) con refuerzo de 0.9% vol. B ₄ C	57
Gráfica 5. Densidad Ti (100 μ m) molido con refuerzo de 0.9 % vol. B ₄ C Nano	58
Gráfica 6. Densidad Ti (30 μ m) con refuerzo de 0.9% vol. Boro amorfo	59
Gráfica 7. Densidad Ti (30 μ m) con refuerzo de 0.9 % vol. Boro amorfo	60
Gráfica 8. Densidad Ti (100 μ m) con refuerzo de 3.6 % vol. B ₄ C Nano	61
Gráfica 9. Densidad Ti (100 µm) con refuerzo de 9 % vol. B4C Nano	62
Gráfica 10. Dureza Ti (100µm) con refuerzo de 0.18% vol. B4C Nano	64
Gráfica 11. Dureza Ti (100 μ m) con refuerzo de 0.9 % vol. B ₄ C	65
Gráfica 12. Dureza Ti (30µm) con refuerzo de 0.9 % vol. B4C Nano	66
Gráfica 13. Dureza Ti (30 μ m) con refuerzo de 0.9 % vol. B ₄ C	67
Gráfica 14. Dureza Ti (100 μ m) molido con refuerzo de 0.9 % vol. B ₄ C Nano	68
Gráfica 15. Dureza Ti (30µm) con refuerzo de 0.9 % vol. Boro amorfo (900°C)	69
Gráfica 16. Dureza Ti (30µm) con refuerzo de 0.9 % vol. Boro amorfo (950°C)	70
Gráfica 17. Dureza Ti (100µm) con refuerzo de 3.6 % vol. B4C Nano	71
Gráfica 18. Dureza Ti (100µm) con refuerzo de 9 % vol. B4C Nano	72
Gráfica 19. Ensayo de Tracción. Curva tensión-deformación Ti (100µm) con refuerzo de 0.18 % v Nano	ol. B ₄ C 75
Gráfica 20. Ensayo de Tracción. Curva tensión-deformación Ti (100µm) con refuerzo de 0.9% vol. B4	C Nano 76
Gráfica 21. Ensayo de Tracción. Curva tensión-deformación Ti (30µm) con refuerzo de 0.9% vol. B4	C Nano 77
Gráfica 22. Ensayo de Tracción. Curva tensión-deformación Ti (30 μ m) con refuerzo de 0.9% vol. B ₄ C	78
Gráfica 23. Ensayo de Tracción. Curva tensión-deformación Ti (100µm) molido con refuerzo de 0.9 B4C Nano	9% vol. 79
Gráfica 24. Ensayo de Tracción. Curva tensión-deformación Ti (30µm) con refuerzo de 0.9% vo amorfo (900°C)	l. Boro 80
Gráfica 25. Ensayo de Tracción. Curva tensión-deformación Ti (30µm) con refuerzo de 0.9% vo amorfo (950°C)	l. Boro 81
Gráfica 26. Ensayo de Tracción. Curva tensión-deformación Ti (100µm) con refuerzo de 3.6 % vol. B4	C Nano 82
Gráfica 27. Ensayo de Tracción. Curva tensión-deformación Ti (100µm) con refuerzo de 9% vol. B4	C Nano 83
Gráfica 28. Alargamiento sufrido por las muestras durante el ensayo de tracción	85
Gráfica 29. Porcentaje de refuerzo con respecto a Tenacidad	87
Gráfica 30. Porcentaje de refuerzo frente al Módulo de Young	89

Gráfica 31. Ensayo de Flexión. Curva tensión-deformación Ti (100µm) con refuerzo de 0.9% vol. B4	C Nano 90
Gráfica 32. Ensayo de Flexión. Curva tensión-deformación Ti (30µm) con refuerzo de 0.9% vol. B4	C Nano 91
Gráfica 33. Ensayo de Flexión. Curva tensión-deformación Ti (30 μ m) con refuerzo de 0.9% vol. B ₄ C	92
Gráfica 34. Ensayo de Flexión. Curva tensión-deformación Ti (100µm) molido con refuerzo de 0.9% v Nano	ol. B ₄ C 93
Gráfica 35. Ensayo de Flexión. Curva tensión-deformación Ti (30µm) con refuerzo de 0.9% vol. Boro A (900°C)	Amorfo 94
Gráfica 36. Ensayo de Flexión. Curva tensión-deformación Ti (30µm) con refuerzo de 0.9% vol. Boro (950°C)	amorfo 95
Gráfica 37. Ensayo de Flexión. Curva tensión-deformación Ti (100µm) con refuerzo de 3.6 % vol. B4	C Nano 96
Gráfica 38. Ensayo de Flexión. Curva tensión-deformación Ti (100µm) con refuerzo de 9% vol. B4	C Nano 97
Gráfica 39. Comparación densificación para distintos materiales con el mismo porcentaje de refuerzo	118
Gráfica 40 Comparativa densificación para el mismo material con distintos porcentajes de refuerzo	119
Gráfica 41. Comparación densificación refuerzo con Boro amorfo a 900°C y a 950°C	120
Gráfica 42. Comparativa de HV10 para distintos tipos de refuerzos con el mismo porcentaje volu	métrico 121
Gráfica 43. Comparación valores de HV10 para el mismo material con distinto porcentaje de refuerzo	122
Gráfica 44. Resultados del ensayo de Dureza HV10 para Titanio reforzado con Boro amorfo a 900°C y	/ 950°C 123
Gráfica 45. Comparativa porcentaje gráficas tensión-deformación	124
Gráfica 46. Gráficas ensayos de tracción	125
Gráfica 47. Comparativa límite elástico según material de refuerzo y tamaño de los mismos	126
Gráfica 48. Comparativas módulo elástico según porcentaje del mismo refuerzo	127
Gráfica 49. Comparativa porcentaje de Refuerzo- Resistencia a la flexión	128
En dicha Gráfica 50 se visualiza como en este caso los materiales reforzados con micropartículas, res mejor a los esfuerzos de flexión que aquellas que lo están con partículas de tamaños nanon (Comportamiento contrario al que se observa en el ensayo de tracción)	ponden nétricos 128
Gráfica 51. Compartiva Resistencia a la flexión según porcentaje de refuerzo y molienda del Titanio.	129
Gráfica 52. Comparativa Dureza Vickers- Densificación	130
Gráfica 53. Comparativa Límite Elástico- Dureza Vickers	132
Gráfica 54. Comparación Resistencia máxima a la tracción frente a Resistencia máxima a la flexión	134
Gráfica 55. Comparativa Límite Elástico- Tamaño de Grano	135
Gráfica 56. Comparativa porcentaje de Refuerzo- Tamaño de Grano	136
Gráfica 57. Comparativa porcentaje de Refuerzo- Tamaño de límite de grano	137

Tablas

Tabla 1. Pricipales Aleaciones del Titanio	22
Tabla 2. Usos de aleaciones de Titanio en compañías aeronaúticas	24
Tabla 3. Industria actual del Titanio	25
Tabla 4. Ventajas y desventajas de la técnica PM en comparación con las convencionales	30
Tabla 5. Porcentaje de impurezas en el Titanio Grado 1	33
Tabla 6. Propiedades del Titanio Puro Grado 1	33
Tabla 7. Propiedades del Boro	34
Tabla 8. Propiedades del Carburo de Boro	37
Tabla 9. Medida Densidad Ti (100 μ m) con refuerzo de 0.18% vol. B ₄ C Nano	54
Tabla 10. Medida Densidad Ti (100 μ m) con refuerzo de 0.9% vol. B ₄ C Nano	55
Tabla 11. Medida Densidad Ti (30 μ m) con refuerzo de 0.9% vol. B ₄ C Nano	56
Tabla 12. Medida Densidad Ti (30 μ m) con refuerzo de 0.9% vol. B ₄ C	57
Tabla 13. Medida Densidad Ti (100 μ m) molido con refuerzo de 0.9% vol. B ₄ C Nano	58
Tabla 14. Medida Densidad Ti (30 μ m) con refuerzo de 0.9% vol. B amorfo	59
Tabla 15. Medida Densidad Ti (30 μ m) con refuerzo de 0.9% vol. B amorfo	60
Tabla 16. Medida Densidad Ti (100 μ m) con refuerzo de 3.6 % vol. B ₄ C Nano	61
Tabla 17. Medida Densidad Ti (100 μ m) con refuerzo de 9% vol. B ₄ C Nano	62
Tabla 18. Dureza Ti (100 μ m) con refuerzo de 0.18% vol. B ₄ C	64
Tabla 19. Dureza Ti (100 μ m) con refuerzo de 0.9 % vol. B ₄ C	65
Tabla 20. Dureza Ti (30µm) con refuerzo de 0.9 % vol. B4C Nano	66
Tabla 21. Dureza Ti (30 μ m) con refuerzo de 0.9 % vol. B ₄ C	67
Tabla 22. Dureza Ti (100µm) molido con refuerzo de 0.9 % vol. B ₄ C Nano	68
Tabla 23. Dureza Ti (30µm) con refuerzo de 0.9 % vol. Boro amorfo (900°C)	69
Tabla 24. Dureza Ti (30µm) con refuerzo de 0.9 % vol. Boro amorfo (950°C)	70
Tabla 25. Dureza Ti (100µm) con refuerzo de 3.6 % vol. B4C Nano	71
Tabla 26. Dureza Ti (100µm) con refuerzo de 9 % vol. B4C Nano	72
Tabla 27. Resultados ensayo de Tracción	73
Tabla 28. Medidas de alargamiento	84
Tabla 29. Propiedades obtenidas del ensayo de Tracción	86
Tabla 30. Cálculo Módulo de Young o Módulo de Elasticidad	88
Tabla 31. Resistencia a Flexión Máxima Soportada	98
Tabla 32. Tamaño de granos de las muestras	116
Tabla 33. Tamaño de los límites de granos de las muestras	116
Tabla 34. Valores de Dureza Vickers y Densificación	131
Tabla 35. Comparativa Límite Elástico- Dureza Vickers	133