

**FABRICACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE POLVOS OBTENIDOS POR
MOLIENDA MECÁNICA A PARTIR DE VIRUTAS DE CORTE DE Ti6Al4V**

DIANA PATRICIA PEÑALOZA DIAZ

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICO – QUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE MATERIALES
BUCARAMANGA
2008**

**FABRICACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE POLVOS OBTENIDOS POR
MOLIENDA MECÁNICA A PARTIR DE VIRUTAS DE CORTE DE Ti6Al4V**

DIANA PATRICIA PEÑALOZA DIAZ

**Trabajo de Grado para optar al título de
Ingeniero Metalúrgico**

**Director: Ing. M.Sc. IVÁN URIBE PÉREZ
Codirector: Ing. M.Sc. HUGO ARMANDO ESTUPIÑAN DURAN**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICO – QUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE MATERIALES
BUCARAMANGA
2008**

AGRADECIMIENTOS

El desarrollo de esta investigación no hubiese sido posible sin la colaboración de muchas personas que aportaron sus experiencias y sus conocimientos de forma desinteresada, con el fin de lograr el éxito de este proyecto. La autora expresa sus agradecimientos a:

Ing. M.Sc. Iván Uribe Pérez, director del proyecto, quién con su asesoramiento a nivel de investigación, sus concejos y su constante ayuda hicieron posible la culminación de este proyecto.

Ing. M.Sc. Hugo Armando Estupiñán, codirector del proyecto, quien aportó ideas y gracias a sus sugerencias de carácter científico y a sus constantes concejos hicieron posible la realización del proyecto.

Igualmente expresar mi agradecimiento al Ph.D M.Sc. Ing Darío Yesid Peña Ballesteros, al M.Sc. Custodio Vásquez y al grupo de Investigación en Corrosión GIC por brindarme su apoyo y facilitar los elementos de laboratorio en la sede UIS de Guatiguará.

Especial gratitud a la empresa Quirúrgicos Especializados S.A., que contribuyó con la donación de la materia prima, virutas de Ti6Al4V, y gracias a su interés en el proceso se logró la evolución del proyecto y su feliz culminación

Ph.D M.Sc. Ing. José Aníbal Serna Gil. Instituto Colombiano del Petróleo ICP-ECOPETROL S.A., por su contribución en el proyecto con el aporte del Hexano para la realización de la molienda en húmedo.

Asimismo a los técnicos de la escuela: Ambrosio, Daniel, Mario y Javier, por su imprescindible ayuda, prestada durante algunas etapas en la experimentación de este trabajo.

Quiero también expresar mi gratitud a los profesores de la Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales por sus orientaciones e importantísimo aporte en mi formación profesional y humana.

DEDICATORIA

A mis queridos padres Alberto y Dora, quienes con su amor y su comprensión y su incondicional apoyo cuando mas los necesite; también a mi hermano Mario Alberto y principalmente le dedico a mi hermanito Dieguito que ya se encuentra cuidando de nosotros en el cielo, por regalarme su compañía y fomentar mi deseo de superación.

A mi novio John Jairo Peñaloza por su amor, dedicación y especialmente por dedicarme su tiempo en la culminación de mi proyecto.

TABLA DE CONTENIDO

	pág.
INTRODUCCIÓN.....	20
1. OBJETIVOS.....	21
1.1 Objetivo General.....	21
1.2 Objetivos Específicos.....	21
2. MARCO TEÓRICO.....	22
2.1 Metalurgia de Polvos.....	22
2.1.1 Producción de Polvos.....	22
2.1.2 Elaboración de Piezas a partir de Polvos.....	23
2.2 Producción de Polvos Metálicos.....	23
2.2.1 Técnicas de Fabricación Mecánica.....	24
2.2.1.1 Molienda.....	25

2.2.1.2. Molienda mecánica de alta energía.....	28
2.2.1.3 Estudios de modelamiento de la molienda mecánica	31
2.3 Caracterización de los polvos metálicos.....	32
2.3.1 Forma.....	32
2.3.2 Muestreo y distribución granulométrica.....	33
2.3.3 Tamaño de partícula.....	34
2.3.4 Fluidez.....	35
2.3.5 Compresibilidad.....	36
2.3.6 Fricción entre partículas.....	36
2.3.7 Densidad aparente.....	36
2.3.8 Densidad real.....	36
2.3.9 Composición e impurezas.....	36
2.4 Titanio.....	37
2.4.1 Aleación Ti6Al4V.....	37
2.4.2 Polvos de Ti6Al4V.....	39

3. TÉCNICAS EXPERIMENTALES.....	40
3.1. Equipos Empleados.....	40
3.1.1. Ultrasonido de Limpieza.....	40
3.1.2. Balanza Electrónica.....	41
3.1.3. Planchas de Calentamiento.....	41
3.1.4. Serie de Tamices.....	41
3.1.5. Molino Attritor.....	42
3.2. Microscopio Hirox 7700.....	47
3.3 Técnicas utilizadas para la caracterización de polvos.....	48
3.3.1. Difractometría de Rayos x.....	48
3.3.2 Microscopia Electrónica de Barrido SEM-EDS.....	49
3.3.3. Picnómetro.....	50
3.4. Materia Prima.....	52
3.4.1. Viruta de Ti6Al4V.....	52
3.4.2. Cuerpos Moledores.....	52

3.4.3. Medio de Molienda.....	52
4. METODOLOGÍA	53
4.1. Revisión Bibliográfica.....	54
4.2. Adquisición y Caracterización de la Materia Prima.....	54
4.3. Selección de Equipos.....	56
4.4. Ensayos Preliminares en el Molino Attritor.....	56
4.5. Definición y Selección de las Variables Principales del Proceso de Molienda	57
4.5.1. Diseño Experimental	57
4.6. Fabricación de Polvos de la aleación Titanio-aluminio-vanadio por molienda húmeda de alta energía.....	59
4.7. Secado y Recuperación del Polvo de la aleación de Ti-Al-V.....	61
4.8. Caracterización de los Polvos Obtenidos.....	63
5. RESULTADOS Y DISCUSION.....	64
5.1. Molienda de las Virutas de Ti6Al4V.....	64
5.2. Morfología.....	66

5.3. Tamaño de Partícula.....	70
5.4. Distribución Granulométrica.....	74
5.5. Densidad Aparente y Real.....	76
5.6. Análisis Elemental.....	77
5.6.1. Fluorescencia de rayos X.....	77
5.6.2. EDS.....	78
5.7. Determinación de Cristanilidad o Amorficidad.....	81
6. CONCLUSIONES.....	86
7. RECOMENDACIONES.....	88
BIBLIOGRAFÍA.....	89

LISTA DE TABLAS

	pág
Tabla 1. Características del molino.....	46
Tabla 2. Descripción la prueba DRX.....	49
Tabla 3. Fases presentes en la viruta de Ti6Al4V.....	56
Tabla 4. Variables en la molienda.....	57
Tabla 5. Variables más relevantes.....	58
Tabla 6. Matriz de diseño.....	58
Tabla 7. Datos experimentales.....	64
Tabla 8. Diámetros de partículas del blanco.....	71
Tabla 9. Diámetros registrados.....	72
Tabla 10. Diámetros registrados de finos de la muestra D1.....	73
Tabla 11. Análisis Granulométrico Muestra D5.....	74
Tabla 12. Análisis Granulométrico Muestra D6.....	75

Tabla 13. Determinación de densidad aparente.....	76
Tabla 14. Composición de la muestra D1.....	78
Tabla 15. Composición de la muestra D5.....	78
Tabla 16. Resultados de composición muestra D.....	79
Tabla 17. Resultados de composición de muestra D2.....	80
Tabla 18. Resultados de composición de muestra D3.....	81

LISTA DE FIGURAS

	pág
Figura 1. Esquema del molino de Bolas.....	26
Figura 2. Efecto de la molienda sobre el tamaño de partícula.....	27
Figura 3. Molino ATTRITOR.....	30
Figura 4. . Formas de los polvos metálicos.....	33
Figura 5. Plancha de calentamiento.....	41
Figura 6. Molino Attritor del GIC.....	43
Figura 7. Acción de las fuerzas de cizallamiento e impacto.....	43
Figura 8. Controlador de velocidad. (SIEMENS).....	44
Figura 9. Vista Tridimensional del Attritor.....	45
Figura 10. Procedimiento de la precarga.....	46
Figura 11. Microscopio Hirox 7700.....	47
Figura 12. Equipo DRX.....	49

Figura 13. Metodología del ensayo.....	51
Figura 14. Viruta de Ti6Al4V.....	52
Figura 15. Metodología realizada	53
Figura 16. Metodología para la obtención de polvos.....	60
Figura 17. Separación polvos-viruta.....	61
Figura 18. Secado de los polvos de la aleación de titanio.....	62
Figura 19. Polvos secos de la aleación de titanio.....	62
Figura 20. Relación entre eficiencia- tiempo de molienda-carga-frecuencia.....	65
Figura 21. Micrografía de la muestra D3 luego de 4 horas de molienda, (a)100 aumentos y (b) 1000 aumentos.....	67
Figura 22. Micrografía de la muestra D2 luego de 4 horas de molienda, (a) 100 aumentos, (b)1000 aumentos y (c)500 aumentos.....	68
Figura 23. Micrografía de la muestra D1 luego de 3 horas de molienda, (a)100 aumentos, (b)1000 aumentos y (c)2000 aumentos.....	68
Figura 24. Micrografía de la falla de la viruta de Ti6Al4V a 420 aumentos.....	70
Figura 25. Análisis de tamaño de partícula del blanco a 2000 aumentos.....	71
Figura 26. Diámetro promedio de la muestra D5 a 3500 aumentos	72

Figura 27. Diámetro promedio de partículas finas de la muestra D1 a
7000 aumentos.....73

LISTA DE GRÁFICAS

	pág
Gráfica 1. Difractograma de la materia prima.....	55
Gráfica 2a. Curva de distribución granulométrica muestra D5.....	75
Gráfica 2b. Curva de distribución granulométrica muestra D6.....	76
Gráfica 3. Muestra D.....	79
Gráfica 4. Muestra D2.....	80
Gráfica 5. Muestra D3.....	81
Gráfica 6. DRX muestra D a 4 horas de molienda.....	83
Gráfica 7. DRX muestra D1 a 3 horas de molienda.....	83
Gráfica 8. DRX muestra D2 a 4 horas de molienda.....	84
Gráfica 9. Superposición de difracción de las muestras.....	84

RESUMEN

TITULO: FABRICACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE POLVOS OBTENIDOS POR MOLIENDA MECÁNICA A PARTIR DE VIRUTAS DE CORTE DE Ti6Al4V *.

AUTOR: Diana Patricia Peñaloza Diaz **.

PALABRAS CLAVES: Metalurgia de polvos, molienda de alta energía, morfología.

DESCRIPCIÓN: Actualmente se ha observado un gran interés en la fabricación de polvos metálicos, orientado en la elaboración de piezas por medio de la técnica pulvimetalúrgica, debido a que poseen una excelente combinación de propiedades físicas y mecánicas. El desarrollo de esta investigación está encaminado en la obtención de polvos metálicos por medio de la técnica de molienda húmeda de alta energía. Esta técnica usa como materia prima desechos de virutas de Ti6Al4V provenientes del maquinado de piezas para implantes quirúrgicos, tiene como objeto evaluar y caracterizar el polvo metálico de titanio, debido a que son utilizados como materiales para el conformado de piezas por vía pulvimetalúrgica, y a su vez destaca la importancia de la utilización de la pulvimetalurgia debido a que se obtiene a bajo costo piezas con formas complejas y excelentes propiedades, permitiendo reutilizar los desechos de diversos procesos. Actualmente la aleación de Ti6Al4V ha despertado un gran interés en la fabricación de celdas almacenadores de hidrogeno y espumas metálicas usadas como implantes. La metodología seguida para obtener los polvos metálicos de Ti6Al4V, inicio con la sintetización de las virutas por medio de la molienda mecánica en húmedo de alta energía, los cuales fueron caracterizados por las técnicas SEM-EDS, y fluorescencia de rayos X para determinar la composición. Las fases cristalinas presentes se evaluaron por la técnica de DRX, y finalmente la distribución granulométrica y su densidad aparente.

*Trabajo de Grado en Modalidad de Trabajo de Investigación.

** Facultad de Ingenierías Físico-químicas. Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales. M.Sc. Ing. Iván Uribe Pérez (Director). M.Sc. Ing. Hugo Armando Estupiñán Durán (Codirector).

ABSTRACT

TITLE: FABRICATION AND CHARACTERIZATION OF POWDERS OBTENTIONS FOR MECHANICAL MILLING FROM Ti6Al4V SHAVING *.

AUTHOR: Diana Patricia Peñaloza Diaz **.

KEYWORDS: powder metallurgy, high energy milling , morphology.

DESCRIPTION: Nowadays it has been observed a strong interest in the production of metallic powders, oriented manufacturing pieces on powder metallurgy technology, because they have an excellent combination of physical and mechanical properties. The development of this research its directed to in obtain metallic powders through the techniques of wet high-energy milling. This technique uses material waste chips wastes Ti6Al4V, they come from the machining of parts for surgical implants, the goal is to evaluate and characterize the metal titanium powder, because they are used as materials for forming pieces by powder metallurgy, and at same time, it stresses the importance of using the powder metallurgy because given it gets low- cost parts with complex shapes and excellent properties, allowing to reuse waste from various processes. Nowadays the alloy Ti6Al4V has aroused great interest in the manufacturing of storage cells of hydrogen and metal foams used as implants. The methodology followed to obtain the metallic powders Ti6Al4V, began with the synthesis of chips by means of wet mechanical high-energy milling, which were characterized by SEM-EDS Techniques and X-rays Fluorescence to determinate the composition. The present crystalline phases were evaluated by the DRX Technique and finally the analyzing particle size and its apparent density.

*Degree Work. Investigation Modality.

**Faculty of Physico-Chemical Engineerings. School of Metallurgical Engineering and Science of Materials. M.Sc. Ing. Iván Uribe Pérez (Director). M.Sc. Ing. Hugo Armando Estupiñán Durán (Codirector).

INTRODUCCIÓN

La producción de polvos metálicos aplicados a la manufactura o fabricación de piezas complejas por vía pulvimetalúrgica, ocupa un rol importante en la industria, con el fin de promover la investigación para optimizar y mejorar los procesos de producción. Los polvos de titanio son muy utilizados en la industria aeroespacial, como reactivos en la industria química, en la fabricación de filtros y en la elaboración de implantes quirúrgicos, convirtiéndose en un material de gran aplicación por sus propiedades mecánicas y metalúrgicas. Debido al elevado costo del polvo de una aleación de titanio en la industria, se propone una alternativa de fabricación de polvo, haciendo posible obtenerlo a partir de virutas de corte de Ti6Al4V, provenientes de mecanizado.

Las virutas de corte, pueden sintetizarse mediante el proceso de molienda mecánica considerado como uno de los métodos más convencionales. Al seleccionar como método de fabricación de polvos metálicos la molienda mecánica de alta energía, en medio húmedo, pueden obtenerse grandes ventajas del proceso como por ejemplo el uso de una atmósfera protectora que facilitan la dispersión del polvo y le confiere protección contra la oxidación al material particulado, como también obtener la reducción del tamaño y la amorfización debido a la deformación que sufre en la molienda provocado por la atrición entre los cuerpos moledores y virutas. Los polvos metálicos producidos por molienda adquieren dureza, son irregulares y tienen baja fluidez y densidad de llenado. La técnica de molienda mecánica tiene la gran ventaja que puede utilizar la chatarra para su aprovechamiento en diversos procesos, según el material a utilizar, y a su vez, en la fabricación de materiales porosos. Estos polvos obtenidos por este proceso son más rentables desde el punto de vista económico, y provee una alternativa en la fabricación de materiales porosos con buenas propiedades o en celdas para almacenar hidrógeno.

1. OBJETIVOS DEL TRABAJO DE GRADO

1.1 OBJETIVO GENERAL

- ✿ Elaborar mediante la técnica de molienda húmeda de alta energía polvos sintetizados a partir de virutas de corte de Ti6Al4V.

1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- ✿ Procesar la viruta de Ti6Al4V para la obtención de polvos, por medio de la técnica de molienda húmeda de alta energía.
- ✿ Evaluar la morfología y composición de los polvos obtenidos a partir de virutas de Ti6Al4V, por medio de SEM-EDS y DRX.
- ✿ Caracterizar el tamaño de partícula, distribución granulométrica y densidad aparente de los polvos obtenidos.

2. MARCO TEÓRICO

2.1 METALURGIA DE POLVOS

La Metalurgia de polvos (MP) es uno de los diversos procesos de conformado metálico comerciales para la fabricación de partes, componentes o productos semiterminados¹. Los metales en un estado finamente dividido exhiben propiedades y características únicas. Los sistemas empleados actualmente para el procesamiento de polvos garantizan un material flexible en composición y una mínima segregación de elementos de aleación, motivando el desarrollo de microestructuras a miniescala. Los polvos metálicos son definidos como aquellas pequeñas partículas metálicas o de aleación que se encuentren en un rango de tamaño de 0.1 a 1000 μm . Para el proceso de fabricación de minicomponentes se comprende una serie de etapas de producción por el método pulvimetalúrgico con el fin de proporcionarle a la pieza las propiedades requeridas para su aplicación². La técnica pulvimetalúrgica en general se puede especificar en dos procesos importantes³.

2.1.1 Producción de polvos: en donde todos los metales, principalmente el titanio por ser un material duro y frágil, puede producirse en forma de polvos por diversos métodos.

¹ K. I. Moon, K. S. Lee. Development of nanocrystalline Al–Ti alloy powders by reactive ball milling. Department of metallurgical engineering , Hanyang University, Seoul, 1996.

² D.L. Zhang. Processing of advanced materials using high-energy mechanical milling. 2004.

³ SUAREZ, Sandra y PRADILLLA, Jan Ender. Desarrollo de un proceso pulvimetalúrgico para la elaboración de una pieza de bronce autolubricada. 2003.

2.1.2 Elaboración de piezas a partir de polvos: las principales etapas en este proceso se distinguen en las siguientes categorías:

✿ *Mezclado:* Se realiza con el fin de lograr una mezcla homogénea de los polvos metálicos y del aditivo o lubricante. El lubricante, tiene la función de reducir la fricción que existe entre los polvos metálicos y las superficies de las herramientas.

✿ *Compactación:* Se utiliza para la fabricación de piezas complejas cuando se le aplica una carga.

✿ *Sinterización:* Es el tratamiento térmico de un compactado metálico a una temperatura inferior a la temperatura de fusión de la base de la mezcla, logrando incrementar su resistencia mecánica.

✿ *Procesos secundarios:* como impregnación en aceite, rectificado, tratamiento térmico y maquinado.

2.2 PRODUCCIÓN DE POLVOS METÁLICOS⁴

La producción de polvos metálicos se puede obtener de cuatro formas diferentes, tales como: por medio de reacciones químicas como la reducción de óxidos del metal, deposición electrolítica, la conminución mecánica y finalmente por procesos de atomización del metal líquido. La diversidad de tamaños, formas y la morfología superficial de los polvos se reflejan en las condiciones que controlan la formación del metal o la aleación finamente dividido.

⁴ RANDAL, M. German. Powder metallurgy science. Library og congress cataloging in publication data. Second edition, 1994.

La selección del método depende del costo y de las características requeridas. La gran mayoría de materiales metálicos pueden ser convertidos en polvos, pero la elección del método para su fabricación depende de las propiedades inherentes del material.

La formación de polvos requiere de una energía conveniente del material para crear una nueva área superficial. Las características principales que se tienen en cuenta para la selección del método de fabricación de polvos metálicos son:

- ✿ La eficiencia del proceso.
- ✿ La energía consumida y producida.
- ✿ Las posibles fuentes contaminantes

El resultado obtenido de la caracterización de los polvos metálicos define sus propiedades y su posterior aplicación. El método seleccionado en esta investigación para la obtención de polvos de titanio se basó en la técnica de fabricación mecánica por su fácil aplicación, economía y eficiencia.

2.2.1 TÉCNICAS DE FABRICACIÓN MECÁNICA

Existen cuatro procesos principales utilizados industrialmente en la conminución mecánica: impacto, fricción, compresión y cizallado. El impacto, se basa principalmente en un golpe rápido, casi instantáneo, que se le aplica al material, causando una rotura y finalmente produciendo la reducción en el tamaño de partícula.

El cizallamiento, es la formación de una hendidura la cual se convierte posteriormente en una fractura de corte del material porque actúa como una entalla que produce una concentración de esfuerzos en el material, dando origen

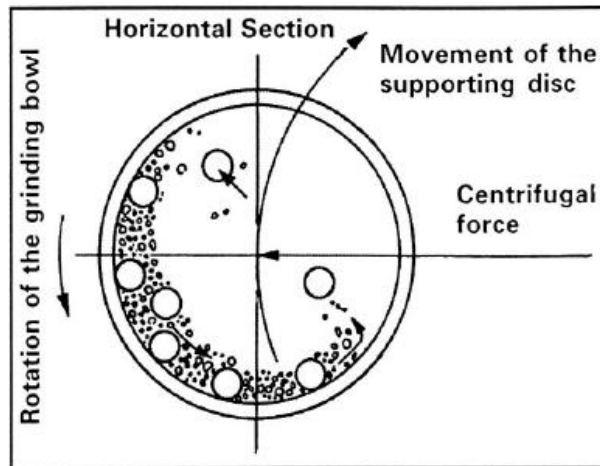
al inicio de la grieta y su posterior propagación. Los polvos fabricados por este método son gruesos. Las fuerzas de compresión rompen el material en un polvo grueso y quebradizo debido a la deformación plástica inducida. Las fuerzas de fricción también son aplicadas sobre el material como mecanismo para reducir el tamaño de partícula.

Las siguientes subdivisiones muestran las técnicas de conminución básicas más utilizadas en la fabricación de polvos metálicos:

2.2.1.1 Molienda: Este método consiste principalmente en la conminución de un material con el fin de reducir el tamaño de partícula. La molienda se realiza por medio de cuerpos moledores duros, fabricados de acero al carbono o acero inoxidable, que impactan con el material que se quiere particular. La carga del molino, como se muestra en la figura 1, consta de los cuerpos moledores o bolas y el material que va ser sintetizado, bien sea de tipo mineral o metálico. El contenedor o recipiente cilíndrico se pone en un eje rotatorio, donde las esferas continuamente colisionan entre sí, junto con el material. El molino es empleado para realizar mezcla o reducir el tamaño de partícula de un material de forma homogénea.

Durante la molienda ocurre repetidamente la fractura y nuevamente la soldadura de las partículas, y para que esto se lleve a cabo el material debe ser frágil. En la figura 1, se muestra la sección horizontal de un molino rotatorio de bolas, en el cual se observa el movimiento y la rotación de los cuerpos moledores y el material dentro del contenedor, junto con la fuerza centrífuga que se genera por el movimiento rotatorio.

Figura 1: Esquema del molino de Bolas



Fuente: C. Suryanarayana

El esfuerzo que produce el impacto entre cuerpos moledores y viruta, es el requerido para romper un material frágil en la molienda está relacionado con los defectos de la estructura y la tenacidad. La expresión del esfuerzo esta dado por la siguiente ecuación (1):

$$\sigma = \frac{\sqrt{2Er}}{\sqrt{D}} \quad (1)$$

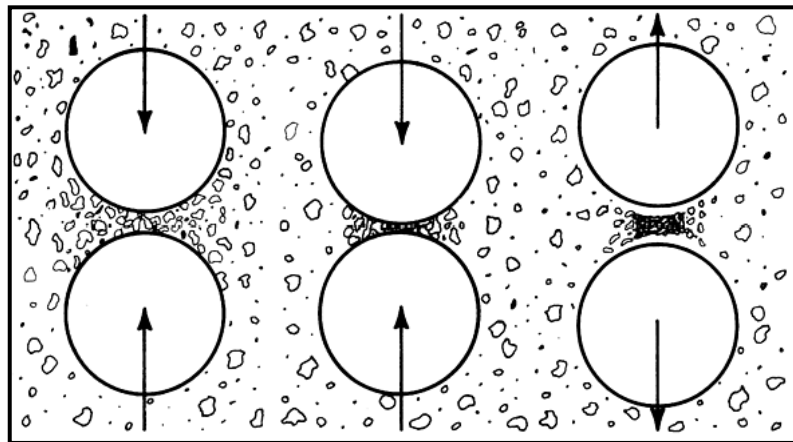
Donde **E** es el modulo elástico, **r** es el radio de la grieta, y **D** es el tamaño de partícula. Como el tamaño de partícula decrece durante la molienda, el esfuerzo requerido para seguir reduciendo el tamaño incrementa, contribuyendo a tiempos de molienda prolongados y bajando la productividad y la eficiencia del proceso. Existe una relación para estimar la energía requerida en la molienda, con el tamaño de partícula, y está dada por la siguiente ecuación (2):

$$W = g (D_f^{-a} - D_i^{-a}) \quad (2)$$

Donde W es la energía requerida, g es una constante que depende del material, D_f y D_i diámetro final y diámetro inicial respectivamente, y el exponente a que se encuentra en un rango entre 1 a 2.

El tiempo de molienda depende de la cantidad de polvos obtenidos, la variación en el tamaño de partícula, el tamaño de los medios moledores, y la velocidad de rotación. La molienda no es ventajosa para muchos metales dúctiles puesto que no son fáciles de fragilizar. En materiales frágiles si es apropiado el proceso de molienda, en algunos casos se inyecta hidrogeno y formar hidruros, que actúan como elementos fragilizantes. En la figura 2 se muestra el efecto de atrición en la molienda sobre el tamaño de partícula.

Figura 2: Efecto de la molienda sobre el tamaño de partícula



Fuente: M. Sherif. Mechanical Alloying for fabrication of advanced engineering materials

Para obtener una molienda óptima y eficiente, el diámetro de los cuerpos moledores deberá ser aproximadamente treinta veces el diámetro del material cargado. El volumen de los cuerpos moledores debe ser la mitad del volumen del contenedor o recipiente del molino y se carga con material alrededor de un 25% en volumen de la capacidad del molino. El material de carga se ubica en los

intersticios que se forman entre los cuerpos moledores, produciendo un buen balance entre la masa de los cuerpos moledores y el número de estos cuerpos moledores en contacto. El uso de fluidos o de atmósferas protectoras promueve la reducción de oxidación y favorece la molienda.

La energía que se pierde en la molienda se puede dar en forma de calor y en ruido. Los polvos metálicos obtenidos por la molienda son endurecidos por efectos de la deformación que sufre el material, y generalmente adquieren formas irregulares, exhibiendo poca fluidez y características de empaquetamiento. Uno de los problemas de este proceso es la aparición de contaminantes que proviene del desgaste del recipiente del molino y de los cuerpos moledores. La molienda mecánica se puede llevar a cabo a baja energía o alta energía, y se diferencian por la eficiencia que ofrece cada proceso. La molienda mecánica de alta energía por ser un proceso más eficiente y ofrece tamaños de partículas finas, fue el seleccionado para el desarrollo de esta investigación.

2.2.1.2. Molienda mecánica de alta energía: La molienda mecánica es un proceso que se utiliza tradicionalmente para mezclar polvos o para la reducción de tamaño de partícula, generando una deformación plástica excesiva de las partículas⁵. Durante la molienda las capas del óxido formadas en la superficie de las partículas de polvo se fracturan y se incorporan profundamente en las de polvo sólido a través de la soldadura en frío. Para obtener tamaños de partículas de polvos de 1 mm, los molinos de martillos son eficientes. Sin embargo para materiales que se encuentran en un rango de 1 a 100 micras, los equipos más adecuados son los molinos de bolas, attritores o molinos planetarios.

⁵ J.B. Zhou, K.P. Rao. Structure and morphology evolution during mechanical alloying of Ti-Al-Si powders systems. Department of manufacturing engineering and engineering management, City University of Hong Kong, China. 2004.

Una exitosa producción de polvos, tiene en cuenta parámetros importantes como: eficiencia, tiempo de molienda, materia prima, contaminación y la energía necesaria para deformar plásticamente el material y reducir su tamaño. La eficiencia del proceso disminuye proporcionalmente con el tamaño de partícula.

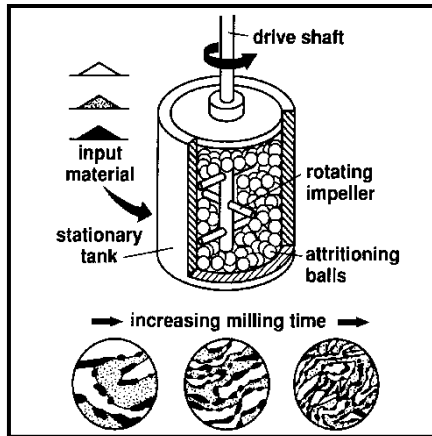
El proceso comienza con la preparación de una mezcla homogénea entre cuerpos moledores y la materia prima. Debido a que no se puede obtener un equilibrio entre la fractura y la soldadura en frío que ocurre constantemente, Gilman y Benjamin, propusieron dos técnicas que reducen ese efecto. La primera técnica, es en modificar la superficie de la partícula deformada por efecto de la adición de un agente conveniente que controla el proceso (PCA, Proces Control Agent), como la adición de un líquido que disminuye el efecto de la soldadura en frío⁶.

La segunda técnica es modificar la deformación que sufren las partículas de modo que se fracturen antes de que se produzcan tensiones y compresiones grandes que aplanan y sueldan en frío, esta técnica propuesta requiere de temperatura.

En la figura 3, se muestra el esquema del molino ATTRITOR de alta energía. Inicialmente las partículas sufren un laminado para formar un compuesto homogéneo con una dispersión uniforme de segundas fases como las inclusiones.

⁶. Sherif EL-Eskandarany. Mechanical alloying for fabrication of advanced engineering materials. Al Azhar University Cairo, Egypt. 2001.

Figura 3: Molino ATTRITOR



Fuente: Randall German. Powder metallurgy science. 1994

A diferencia de las otras técnicas de molienda, la continua fusión o soldadura en frío asociada con el movimiento de atrición dan origen al tamaño promedio de partícula. El tiempo de molienda t , para obtener un material homogéneo depende de la velocidad de rotación N . ecuación (3):

$$t = \frac{C d^2}{\sqrt{N}} \quad (3)$$

Donde d es el diámetro medio del molino, y C es una constante empírica que depende del proceso y el nivel de homogeneidad. La selección de un fluido orgánico, como el heptano o el alcohol, para la molienda son importantes porque logra el balance entra la molienda y la soldadura en frío de la partícula necesaria para el aleado mecánico.

2.2.1.3 Estudios de modelamiento de la molienda mecánica ⁷: Se debe tener en cuenta para el estudio de la molienda mecánica los siguientes parámetros.

- ✿ Tipo de molino.
- ✿ Velocidad de la molienda.
- ✿ Medios moledores.
- ✿ Intensidad de la molienda.
- ✿ Atmósfera protectora.
- ✿ Agente controlador de proceso.

También se debe tener en cuenta durante la molienda:

- ✿ Naturaleza del impacto entre los cuerpos moledores.
- ✿ Frecuencia de impacto.
- ✿ Cantidad de polvo producido durante una colisión.
- ✿ Modelamiento del proceso.

Abdelladui y Gaffet, demostraron que la inyección de potencia es uno de los parámetros físicos gobernantes durante la molienda mecánica de alta energía. Esto muestra que la energía disipada por colisión durante la molienda incrementa con el incremento de la velocidad de rotación y con el tamaño de los cuerpos moledores.

⁷ CAMARGO, Jorge. Elaboración de las aleaciones bronce-alumina, cobre-zinc y su caracterización física mediante la técnica de aleado mecánico. 2004.

2.3 CARACTERIZACIÓN DE LOS POLVOS METALICOS

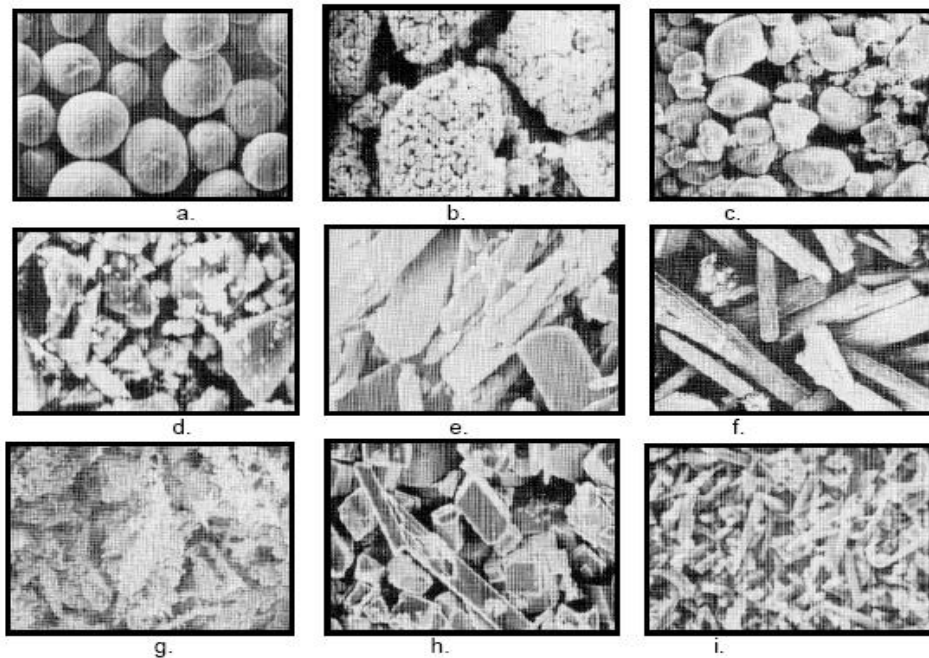
El procesamiento de los polvos abarca el entendimiento de su naturaleza y del proceso de fabricación. Generalmente, las características principales que se espera en los polvos a obtener son: forma, finura, distribución de los tamaños de partículas, fluidez, composición, fricción entre partículas, compresibilidad, densidad aparente, densidad real y facilidad de sinterizado.

Esta caracterización se puede realizar por métodos directos como el SEM (Scanning Electrón Microscope), el cual es considerado como uno de los mejores métodos para observar las características de los polvos metálicos.

La viruta, puede refinarse mediante la técnica de molienda de alta energía. Este método suele utilizarse para el aprovechamiento de chatarra de otros procesos, según el material a utilizar. Los polvos obtenidos se deben cuantificar teniendo en cuenta los siguientes parámetros:

2.3.1 Forma: Los polvos fabricados por técnicas mecánicas, adquieren formas irregulares como se muestra en la figura 4d. La forma es la propiedad más difícil de medir, pero el tamaño se puede determinar fácilmente. También se le atribuye el empaquetamiento, la fluidez y la compresibilidad, que proporcionan el modo de selección de fabricación de los polvos y ayuda a explicar muchas características del proceso. La forma varía con el tamaño y el proceso de manufactura.

Figura 4: Formas de los polvos metálicos.



Fuente: www.tecnun.es/asignaturas/pulvimetal/docs%5Ctema2.pdf

En la figura 4 se resumen las formas de las partículas que se pueden obtener por diferentes procesos de fabricación, estas formas son: a) esferoidal, g) granular, c) nodular, d) irregular, e) laminar, f) fibrosa, g) dendrítica, h) angular y i) acicular.

2.3.2 Muestreo y distribución granulométrica: La distribución granulométrica es una forma de caracterización de material particulado que permite determinar el tamaño promedio de partícula. El paso previo para realizar el análisis de distribución granulométrica es asegurar el muestreo del polvo metálico. Actualmente con instrumentos analíticos modernos se requieren tamaños de muestras de un gramo o menos; Asumiendo que generalmente la forma de los polvos que se producen son esféricos, la población de un gramo de partículas dependen del tamaño y de la densidad teórica del material. Los polvos deben ser previamente mezclados antes del muestreo de manera que se garantiza la homogeneidad de la muestra, porque en general si no se realiza la mezcla,

encontraremos errores debido a la heterogeneidad del material en su distribución granulométrica.

La muestra debe ser tomada de varios puntos. Muchas de las partículas metálicas son cohesivas porque son de tamaños pequeños, y no son fácilmente dispersables. Además la acción de las fuerzas pequeñas de Van Der Waals, y la absorción de humedad causa aglomeración de las partículas, lo cual no permite una fácil dispersión. La caracterización de los polvos por su tamaño requiere de una buena dispersión, por lo tanto se ve entorpecido principalmente a tamaños de partículas muy finas. La solución de la aglomeración es remover la absorción de humedad en la muestra.

Los polvos pequeños, especialmente de un tamaño de 100 μm , exhiben una excelente capilaridad a aglomerarse espontáneamente con cantidades de agua aproximadamente del 1% en volumen.

Para determinar la distribución granulométrica el método más utilizado es el tamizado (SCREENS) o con ciclones para eliminar selectivamente determinados tamaños de partículas. Aunque el tamizado es uno de los métodos más antiguos, brinda una medición exacta y reproducible de la distribución granulométrica de las muestras. Se emplea cribas de diferente tamaño de abertura en la malla, y el polvo metálico se carga por la parte superior de la pila de mallas que están organizadas de la más gruesa en la parte superior, a la más fina en la parte inferior. El polvo de mayor tamaño que la malla queda retenido.

2.3.3 Tamaño de partícula: Se determinan las dimensiones de la partícula dependiendo de parámetros específicos entre forma y medidas. El tamaño de partícula es uno de los parámetros más importantes en la metalurgia de polvos, la cual depende del diámetro y ancho de la partícula.

Cuando los polvos son de forma esférica, su tamaño está definido por el diámetro de la partícula, aunque muy raras veces las partículas tienen una forma esférica perfecta, por lo tanto es más bien irregular, debido al proceso de molienda, entonces, el diámetro esférico equivalente puede ser determinado del volumen, del área superficial o del área proyectada, por ejemplo si el volumen medido es V_r , luego el diámetro esférico equivalente D_v está dado como se muestra en la ecuación 4:

$$D_v = \sqrt[3]{\frac{6V}{\pi}} \quad (4)$$

El diámetro superficial esférico equivalente D_s depende de la medida del área superficial S , como se muestra en la ecuación 5:

$$D_s = \sqrt{\frac{S}{\pi}} \quad (5)$$

En algunos casos las partículas de polvo no son esféricas, entonces se usa el diámetro proyectado esférico equivalente D_A y se calcula aproximando el área proyectada al área equivalente de un círculo. En la ecuación 6 se muestra como se calcula el diámetro esférico equivalente proyectado.

$$D_A = \sqrt{\frac{4^a}{\pi}} \quad (6)$$

Es importante mencionar que cuando un material es sometido a una reducción de tamaño, pueden ocurrir cambios representativos en las propiedades fisicoquímicas e incluso cambios de polimorfismo, por lo tanto cambios en su cristalinidad.

2.3.4 Fluidez: Es el tiempo requerido para que una cierta cantidad de polvo fluya bajo condiciones atmosféricas a través de un orificio de dimensiones específicas.

Esta propiedad se encuentra en función de la forma, tamaño de partícula, fricción entre partículas y tipo de material.

2.3.5 Compresibilidad: El comportamiento a la compactación es una característica importante. La compresibilidad mide la habilidad de los polvos metálicos al ser sometidos a una carga para su densificación. La densidad es medida después de la compactación, y que se denomina densidad en verde, y se basa para explicar la compresibilidad.

2.3.6 Fricción entre partículas: La fricción entre partículas se presenta durante la colisión entre las virutas y cuerpos moledores.

2.3.7 Densidad aparente: Es una propiedad en función del grado de porosidad de un material, su forma y distribución granulométrica. También recibe el nombre de densidad teórica. La densidad aparente me determina el grado de compactación del material cuando se somete a una presión.

2.3.8 Densidad real: La densidad real se designa a la densidad de la fase solida y es considerada también la densidad media de las partículas.

2.3.9 Composición e impurezas: La composición del material define la pureza del mismo. Debido al proceso de molienda mecánica de alta energía pueden ocurrir cambios en la composición durante la molienda, produciéndose impurezas debido al desgaste que sufren los medios moledores y el cuerpo del molino.

2.4 TITANIO ⁸

El titanio y sus aleaciones, son ampliamente aplicados en la industria aeroespacial en la fabricación de componentes estructurales debido a su alta resistencia específica, resistencia a la fatiga y la fluencia. Otras aplicaciones se han venido explorando recientemente como en la fabricación de materiales porosos. Entre estas aplicaciones se encuentran:

- ✱ Aplicaciones de alta resistencia a la corrosión, tales como el procesado químico, industria del papel, aplicaciones marinas, entre otras.
- ✱ Aplicaciones biomédicas.
- ✱ Industria automotriz.
- ✱ Aplicaciones de consumo.

El titanio es clasificado como un metal ligero, a pesar que su densidad es la mitad del hierro y es doble a la del aluminio, debido a su excelente relación resistencia/densidad. Posee un alto punto de fusión, baja conductividad térmica y bajo coeficiente de conductividad eléctrica. El titanio sufre una transformación alotrópica, a temperatura ambiente presenta una estructura hexagonal compacta (fase α), y mientras que por encima de 882°C esta estructura se convierte en cúbica centrada en el cuerpo (fase β).

2.4.1 ALEACION Ti6Al4V ⁹: Es la aleación de titanio más común; su formulación varía según el fabricante. Está aleación presenta una buena combinación de resistencia, tenacidad, ductilidad y resistencia a la fatiga debido a su microestructura.

⁸ WELSH G., BOYER R. and COLLINGS E. Material properties handbook: titanium alloys. ASM, Ohio, USA. 1994.

⁹Seminario de fiabilidad de materiales aleaciones de titanio: propiedades y aplicaciones

Los elementos primarios de la aleación son el aluminio y el vanadio que están limitados a 5,5-6,5 % en peso y 3,5-4,5 % en peso, respectivamente, de modo que la aleación es frecuentemente llamada Ti-6Al-4V.

El Ti6Al4V, pertenece a las aleaciones α/β contiene uno o más α -estabilizadores, y uno o más β -estabilizadores, hasta una proporción de 4-6%. Esta aleación fue desarrollada para la industria aeroespacial como un material con una relación de tenacidad y peso elevada. La aleación es usada en implantes ortopédicos en su forma intersticial extra baja, en la cual la concentración de oxígeno es mantenida muy baja para evitar su fragilización y maximizar su resistencia y ductilidad.

Tiene un límite elástico de 760-895 MPa, este valor depende del tratamiento térmico que haya sido empleado y de su composición química. Al enfriar lentamente desde temperaturas donde se encuentre la fase β , se genera una estructura de placas alfa de Widmanstätten, con una mayor tenacidad a la fractura y mayor resistencia a la corrosión inducida por tensión y a la fluencia. Se disminuye considerablemente la velocidad de propagación de una grieta. Un recocido le mejora la ductilidad y la fatiga.

El módulo elástico de la aleación es aproximadamente de mitad de los aceros inoxidables y de las aleaciones de cobalto, haciendo de esta aleación un candidato ideal para reducir la rigidez estructural de un dispositivo sin cambiar su forma.

La mitad de la producción mundial está dedicada a la fabricación de esta aleación, debido a sus excelentes balances en sus propiedades mecánicas y también a su capacidad de ser trabajada mecánicamente y modificar sus propiedades mediante tratamientos térmicos. El Ti6Al4V debido a su gran aplicación, lastimosamente es uno de los materiales más costosos.

2.4.2 POLVOS DE Ti6Al4V ¹⁰

La pulvimetalurgia de aleaciones de titanio, se puede realizar mediante la mezcla de polvos elementales o mediante aleaciones prealeadas, en la cual se obtienen compactos de mayor densidad. En la actualidad se ha prestado mayor atención a las aleaciones prealeadas de titanio que se pueden obtener por procesos químicos de hidruración y deshidruración o mediante atomización bien sea por gas o por el proceso de electrodo de plasma rotacional (PREP, Plasma Rotating Electrodo Process).

¹⁰ Jiménez, C. Y Malachevsky, M. T. Fabricación y Caracterización de Espumas Metálicas a Partir de Mezclas Al-TiH₂ .

3. TÉCNICAS EXPERIMENTALES

En este capítulo se describen todas las técnicas experimentales empleadas, iniciando por la obtención de los polvos metálicos a partir de viruta de composición Ti6Al4V, en donde se detallan los equipos utilizados durante el desarrollo del proyecto, y principalmente el equipo de alta energía ATTRITOR, en el cual se llevó a cabo la molienda mecánica en húmedo. También se evaluó la eficiencia de la molienda. Igualmente se especifica el tipo de materia prima o carga empleada. Finalmente se describirán las técnicas aplicadas para la caracterización de los polvos de titanio. La caracterización abarca el tamaño de partícula y distribución granulométrica por medio del tamizado, composición e impurezas con DRX y Fluorescencia de rayos x, densidad aparente utilizando el método del picnómetro y su morfología con SEM , también llamado MEB.

3.1. EQUIPOS EMPLEADOS

3.1.1. ULTRASONIDO DE LIMPIEZA ¹¹: El ultrasonido es un equipo que posee unas enormes ventajas de limpieza, descubierto por Branson. Este equipo posee un reloj temporizador mecánico y un calentador, fabricado de una sujeción y cesta metálica de acero inoxidable. El proceso de lavado por ultrasonido es un método que resulta imprescindible en cualquier operación de limpieza donde se necesite rapidez, profundidad de lavado, no rayar la superficie de las piezas a tratar, actuar en todo tipo de cavidades aún sin salida, economizar productos de limpieza y eliminación de trabajo manual.

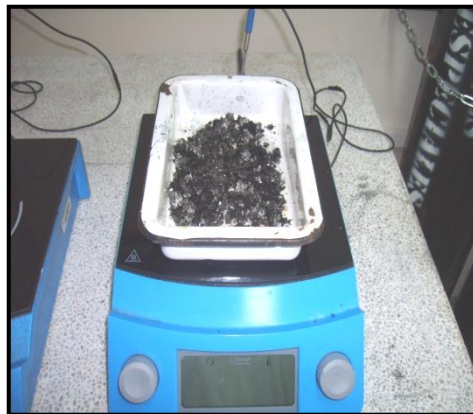
¹¹ <http://www.pce-iberica.es/limpieza-por-ultrasonidos/aparatos-limpieza-ultrasonido.htm>

Es importante destacar que la eficiencia de la limpieza depende de factores tales como: el tipo de limpieza a realizar, producto químico utilizado, las características de la suciedad, el volumen de líquido necesario, su concentración y su temperatura, el tiempo requerido, etc.

3.1.2. BALANZA ELECTRÓNICA: La balanza utilizada es marca METTLER modelo PB 3002, con una exactitud de $\pm 0,01\text{mg}$. La determinación de los pesos para calcular la densidad aparente de los polvos de titanio obtenidos se realizó en la balanza analítica marca METTLER H54, que se encuentra en la Sede UIS de Guatiguará.

3.1.3. PLANCHAS DE CALENTAMIENTO: Las planchas utilizadas para el secado de las muestras se muestran en la figura 5. Sede UIS Guatiguará.

Figura 5. Plancha de calentamiento.



Fuente: Autor

3.1.4. SERIE DE TAMICES: Los tamices usados son marca TYLER. Esta es una serie de tamices estandarizados usados para la medición del tamaño de partícula y distribución granulométrica de las mismas en la aleación del titanio, en un rango muy amplio de tamaños. La torre de tamices estaba constituida con mallas de abertura de 4mm, 1mm, 500 μm , 200 μm y 100 μm .

3.1.5. MOLINO ATTRITOR¹²: El equipo en el cual se llevó a cabo la molienda mecánica de alta energía se utiliza para obtener mezclas homogéneas en tiempos mayores de 30 minutos y también puede realizar el aleado mecánico de polvos metálicos. El molino ATTRITOR es uno de los equipos más eficientes hoy en día. El principio de la molienda se basa en que la alta transferencia de energías que se producen por una cierta cantidad de colisiones entre los medios moledores y la materia prima, provocan la deformación plástica del material con la finalidad de fragilizarlo. La energía y la frecuencia entre cada colisión se determina principalmente por la velocidad impartida de los medios y la trayectoria que sigan tanto individual como en conjunto. En este molino una gran cantidad de polvos pueden ser aleados a la vez.

El ATTRITOR requiere de una energía específica de entrada más baja que los otros molinos, y convierte el tamaño de partícula a un submicron, utilizando tiempos más cortos. En la figura 6, se muestra el molino Attritor que se empleo para realizar la molienda.

¹² A. Szegvari and M. Yang. Attritor grinding and dispersing equipment. Kent state university, Department of Rheology, Ohio. 1999.

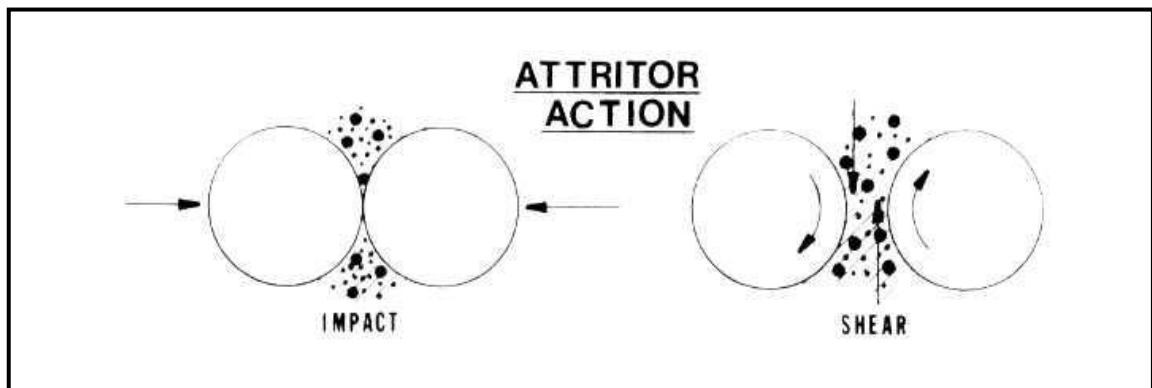
Figura 6: Molino Attritor del GIC.



Fuente: Autor

Para obtener partículas muy finas en el molino, deben estar presentes dos fuerzas importantes para que ocurra, las cuales son: la de impacto y la de cizallamiento. El cizallamiento ocurre cuando se encuentran dos cuerpos moledores girando en diferente dirección, y entre ellos se encuentra el material, como se muestra en la figura 7. Combinando estas dos fuerzas resulta una reducción considerable en el tamaño de partícula así como una buena dispersión. Este mismo principio sirve para romper las partículas aglomeradas.

Figura 7. Acción de las fuerzas de cizallamiento e impacto.



Fuente: A. Szegvari, M. Yang. 1999

Los cuerpos molidores están comprendidos entre diámetros de 1/8" hasta 3/8", y son fabricados en materiales como vidrios, cerámicos, acero al carbono, aceros al cromo, aceros inoxidable, carburos de tungsteno, etc. El tamaño de los medios molidores son un factor importante, por lo tanto para diámetros pequeños es más rápida la molienda debido a que hay mayor volumen y superficie de contacto. La siguiente ecuación relaciona el tiempo de molienda **T**, el diámetro de los medios molidores **D** y la velocidad del agitador **N**.

$$\mathbf{T} = \frac{\mathbf{kD}^3}{\sqrt{\mathbf{N}}} \quad (7)$$

El Attritor está equipado con un diseño especial de alto torque de arranque y motor eléctrico de dos velocidades. También posee un controlador de velocidad electrónica MICROMASTER 420 marca Siemens, como el que se muestra en la figura 8.

Figura 8: Controlador de velocidad. (SIEMENS)



Fuente: Autor

En la figura 9, se muestra el diseño del molino en 3D con el que cuenta la escuela de Ingeniería metalúrgica ubicado en la sede UIS de Guatiguará, adquirido por el grupo GIC.

Figura 9: Vista Tridimensional del Attritor.



Fuente: C. Jorge. 2004

Algunas de las ventajas del uso del molino de alta energía ATTRITOR son:

- Diez veces más rápido que el molino de bolas.
- Simple de operar.
- Eficiente energéticamente.
- No requiere premezcla.
- Mínimo requerimiento.
- Construcción robusta.

El molino fabricado en la escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales, está dotado de accesorios para realizar la molienda en húmedo o en seco, permite utilizar atmósferas inertes, y posee un sistema de camisa de refrigeración en caso de controlar la temperatura. La camisa está fabricada de acero inoxidable y se encuentra alrededor del vaso del molino por el cual se hace circular agua. También posee un controlador de velocidad electrónico MICROMASTER 420 de marca Siemens, como el que se muestra en la figura 9.

Las características relevantes durante la operación del molino se exhiben en la siguiente tabla 1:

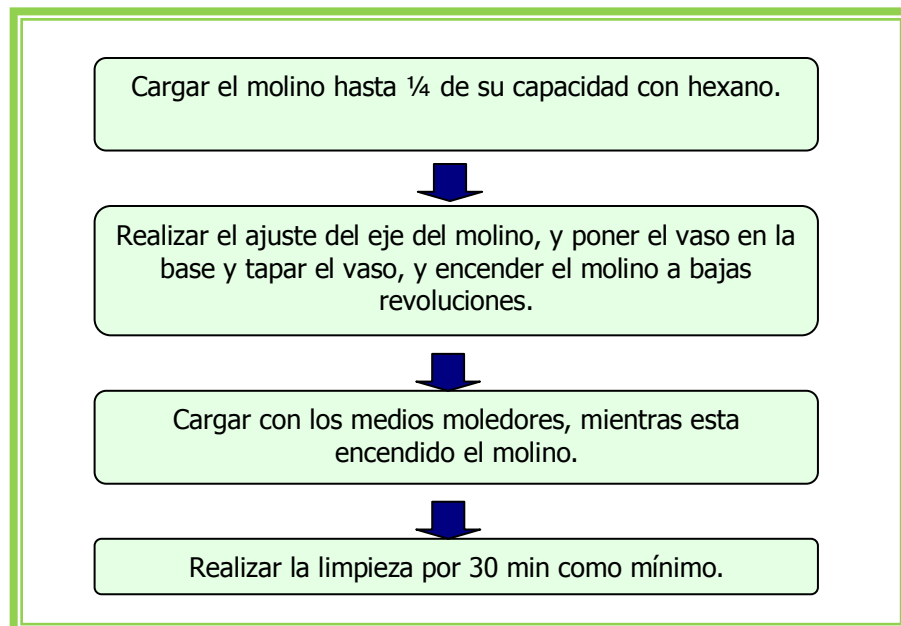
Tabla 1. Características del molino.

Diámetro	10 cm
Capacidad	1500 cm ³
Motor	1HP-60Hz
Voltaje	220-440 V
Frecuencia	1660 rpm

Fuente: C. Jorge. 2004

La recomendación inicial con el fin de evitar impurezas en la molienda, es la de realizar una precarga de limpieza tanto de las bolas como del vaso de molienda, y se debe utilizar líquido de molienda, que en este caso es hexano. El procedimiento a seguir se muestra en la figura 10.

Figura 10. Procedimiento de la precarga.



Fuente: Autor

3.2. MICROSCOPIO HIROX 7700 ¹³: Es un videomicroscopio, el cual cuenta con sistema óptico electrónico y una edición digital de imágenes con alta resolución. Permite la micro y macro visión de los objetos de cualquier forma y tamaño, desde cualquier ángulo, así como la aplicación de toma de medidas y el análisis de imágenes en tercera dimensión (3D). Almacena hasta 128 planos focales y su reconstrucción en 3D con una resolución de 0,05 micras, hace posible medir la altura de la muestra en polvo con una buena aproximación. Este microscopio óptico se encuentra en el grupo de Biomateriales de la escuela de Ingeniería Metalúrgica, figura 11.

Figura 11. Microscopio Hirox 7700.



Fuente: Grupo de Biomateriales. UIS

El microscopio HIROX posee también un sistema de escaneo óptico de superficies que permite el análisis cuantitativo de rugosidad y perfiles de profundidad.

¹³ <http://www.hirox-usa.com>

3.3. TÉCNICAS UTILIZADAS PARA LA CARACTERIZACIÓN DE POLVOS

3.3.1. Difracción de Rayos X (DRX O XRD)

Los rayos X, son una forma de radiación electromagnética de elevada energía y pequeña longitud de onda, y se utilizan principalmente para identificar las fases cristalinas mediante comparación de los difractogramas con la base de datos PDF Powder Diffraction File, y la composición de una muestra recurriendo a técnicas elementales de adsorción atómica y fluorescencia de rayos X, y a su vez se puede conocer el tipo de moléculas y átomos que conforma la muestra de análisis.

También se utiliza para determinar los parámetros de red con base en el ordenamiento atómico de la materia, y es posible determinar parámetros microscópicos, como la distancia entre los planos cristalinos y los parámetros de red.

Las muestras que se van a analizar deben ser un polvo fino policristalino, y materiales policristalinos compactados como las láminas delgadas o material policristalino con forma irregular.

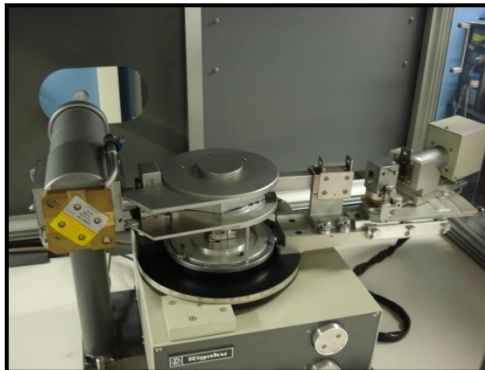
Este análisis se realizó en el laboratorio de Difracción de rayos X de la escuela de Química de la UIS. Las pruebas se realizaron en un difractómetro de polvo marca RIGAKU, modelo D/MAX IIIB bajo las siguientes condiciones que se muestran en la tabla 2. El equipo de difracción se muestra en la figura 12.

Tabla 2. Descripción de la prueba DRX.

Voltaje	40 Kv
Corriente	20 mA
Rendijas (Slits) DS	1.0°
RS	0.3 mm
SS	1.0°
Muestreo	0.02° 2 theta
Rango de medición	2-70° 2 theta
Radiación	CuK α 1
Monocromador	Grafito

Fuente: Autor

Figura 12. Equipo DRX.



Fuente: Grupo de Difracción de rayos X. UIS

3.3.2. Microscopía electrónica de barrido (MEB o SEM): Técnica que utiliza el microscopio electrónico de barrido, en el que se usa un haz de electrones en lugar de luz visible, desplazándolo por toda la superficie de la muestra. El número de electrones emergentes de la muestra es proporcional a la forma, densidad y otras propiedades de la misma. Estos electrones tienen la característica que son recogidos, acelerados y dirigidos. Los fotones así creados se transforman en una señal eléctrica que modula un haz de electrones en un tubo de rayos catódicos,

haz que a su vez modula el haz de barrido de la superficie de la muestra. La imagen es menos precisa que la conseguida con un microscopio electrónico convencional, pero se obtiene en tres dimensiones.

El microscopio electrónico proporciona información directa de las estructuras que oscilan entre 0,2 y 200 nm. Debido al gran desarrollo de esta técnica, a continuación se detallan algunas aplicaciones en la ciencia de materiales del microscopio electrónico de barrido.

- ✿ Caracterización morfológica y analítica de materiales.
- ✿ Estudio de superficies.
- ✿ Procesos de difusión.
- ✿ Segregación.
- ✿ Análisis de falla.
- ✿ Control de calidad.
- ✿ Irregularidades de piezas fabricadas en cadena.
- ✿ Observación de composición de materiales.
- ✿ Fenómenos de difusión.
- ✿ Composición de las aleaciones.
- ✿ Crecimiento de granos.
- ✿ Estudios de corrosión de metales y aleaciones.

Las pruebas de SEM y EDS se realizaron en la Universidad Nacional de la ciudad de Medellín.

3.3.3. PICNÓMETRO: El método del picnómetro puede determinar el peso específico y la densidad aparente con exactitud. Consiste en una pequeña botella de vidrio con tapón del mismo material esmerilado, a través del cual pasa un capilar. La metodología a seguir se muestra en el siguiente diagrama de flujo, figura 13:

Figura 13. Metodología del ensayo.

- 1 Pesar primero la botella vacía y con tapón (P).
- 2 Agregar dentro del picnómetro el material particulado fino.
- 3 Pesar nuevamente el picnómetro con material y tapón (M).
- 4 Llenar la botella parcialmente de agua destilada y calentar por unos pocos minutos para eliminar las burbujas de aire.
- 5 Enfriar el picnómetro, llenar completamente con agua y pesar (S).
- 6 Vaciar el contenido de la botella, llenarla con agua y pesar nuevamente (W).

Fuente: Autor

Al terminar el procedimiento anterior se puede calcular el peso específico o la densidad aparente con la siguiente ecuación (7):

$$G = \frac{M - P}{W + M - P - S} \quad (7)$$

Para la ecuación se tiene que:

G: es el peso específico.

M: peso del material, picnómetro y tapa.

P: peso picnómetro vacío con tapa

S: peso de picnómetro, material, agua destilada y tapa.

3.4. MATERIA PRIMA

3.4.1. Viruta de Ti6Al4V: La empresa Quirúrgicos S.A. colaboró con la materia prima. La viruta de Ti6Al4V (Figura 14) se obtuvo del producto de piezas quirúrgicas mecanizadas para ser usadas como implantes. La viruta de titanio se encontró inicialmente contaminada con solución refrigerante, que se usa con el fin de evitar el calentamiento superficial de las piezas.

Figura 14. Viruta de Ti6Al4V.



Fuente: Autor

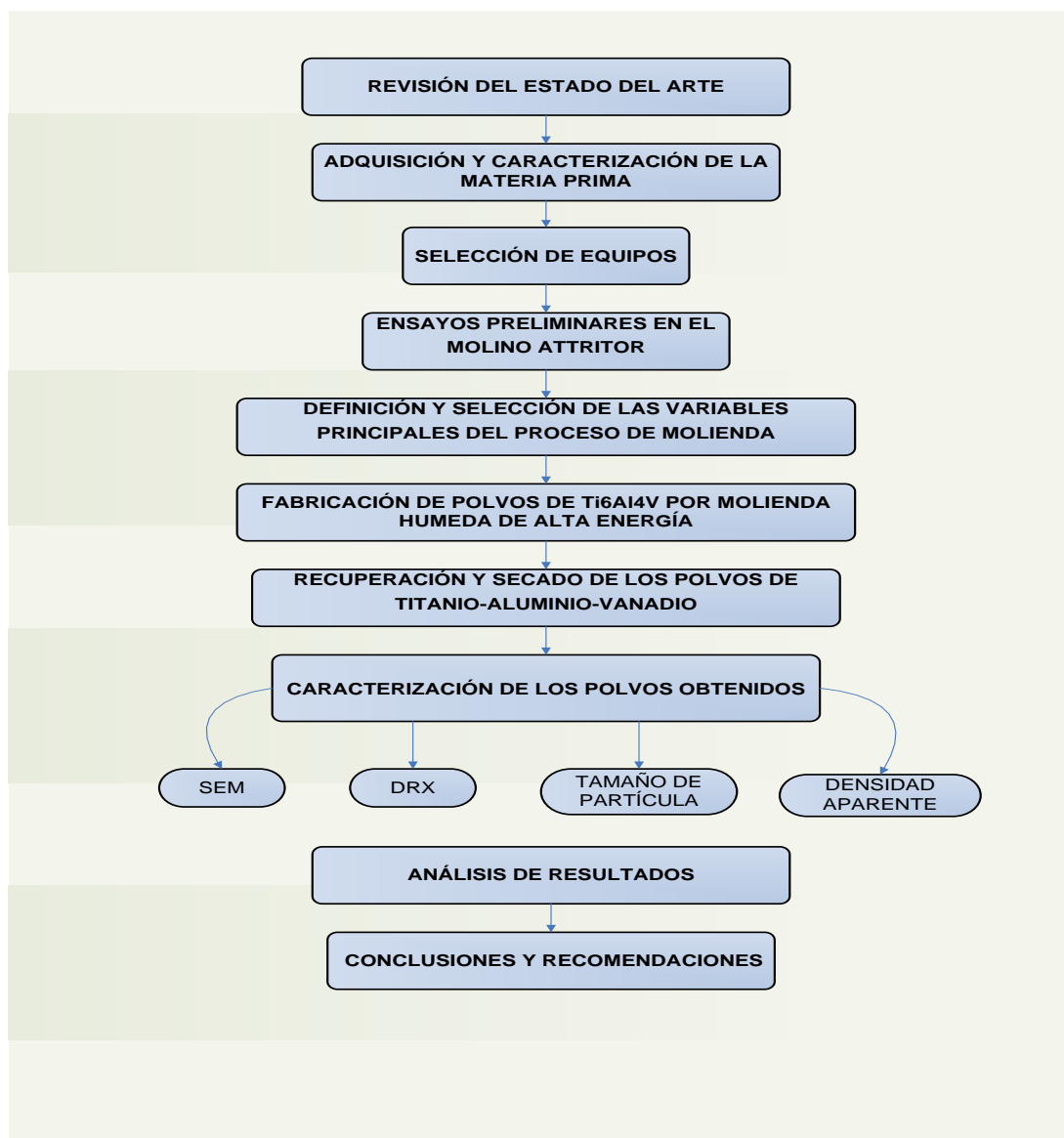
3.4.2. Cuerpos molidores: Los cuerpos molidores son de acero al carbono, y se utilizaron de dos tamaños diferentes, manteniendo una relación 1:50 en peso de la viruta y las bolas. Se estableció esta relación con los experimentos preliminares iniciales, los cuales brindaron un mejor comportamiento en la eficiencia de la molienda, donde se tuvo en cuenta la forma y el tamaño de la viruta de Ti6Al4V.

3.4.3. Medio de molienda: La atmósfera protectora que se empleó para llevar a cabo la molienda en húmedo fue el n-Hexano, con el fin de controlar la formación de capas de óxido, debido a la transformación que ocurre por la energía producida en el proceso de atrición entre polvos y los cuerpos molidores. El n-Hexano es producto de tipo orgánico derivado del petróleo. (ANEXO LA FICHA TÉCNICA)

4. METODOLOGIA

En la figura 15, se muestra las diferentes etapas, en donde se dividen en una serie de actividades específicas que se realizaron para la obtención de los polvos de titanio. Las etapas con sus correspondientes actividades son las siguientes:

Figura 15. Metodología realizada.



4.1. REVISIÓN BIBLIOGRAFICA

La revisión bibliográfica consiste principalmente en la búsqueda, selección y adquisición de toda la información necesaria, con el fin de identificar el material bibliográfico más conveniente para el desarrollo del trabajo de grado, que consiste en la fabricación y caracterización de polvos de titanio a partir de virutas de corte Ti6Al4V provenientes de piezas mecanizadas. Los temas de mayor interés fueron:

- ✿ Molienda humedad de alta energía.
- ✿ Caracterización de los polvos obtenidos de Ti6Al4V.
- ✿ Sintetización de aleaciones de Ti-Al por medio de la molienda.
- ✿ Amorficidad de los polvos de titanio.
- ✿ Determinación de la porosidad, Densidad aparente y real, distribución granulométrica, morfología y cristalinidad de materiales molidos.

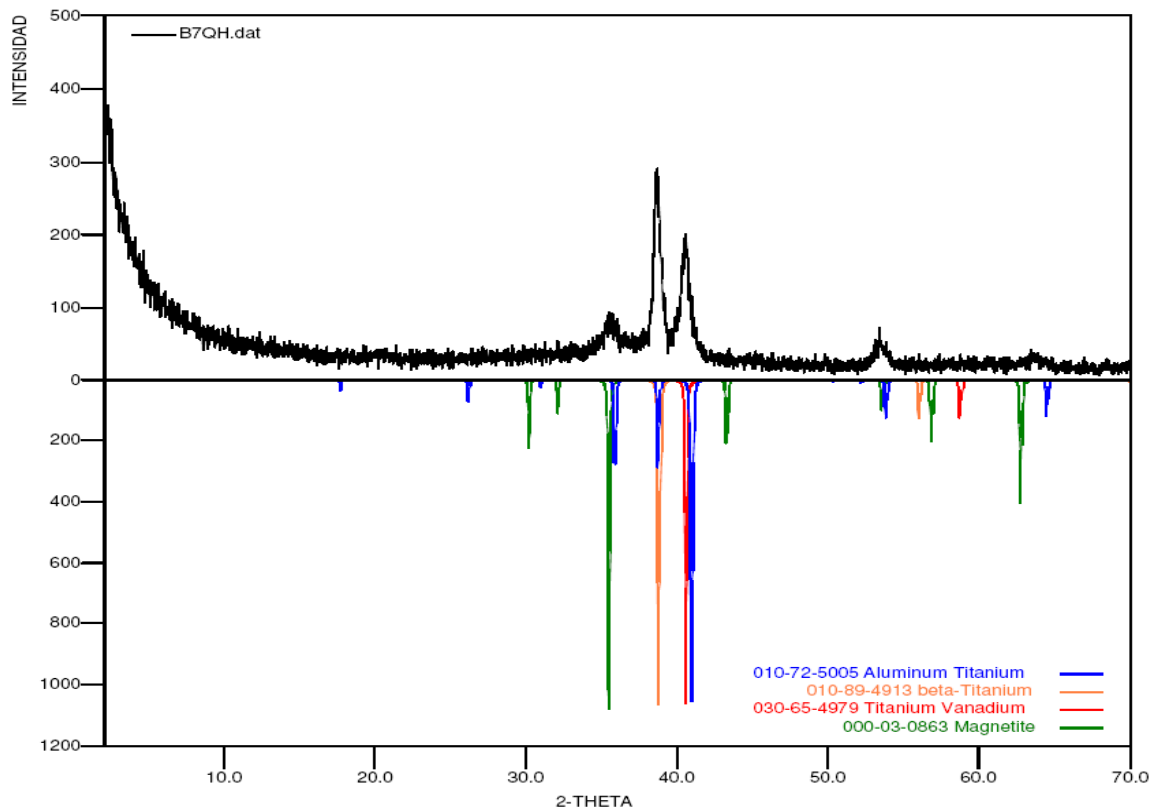
La fundamentación teórica se llevó a cabo en todas las actividades para el buen desarrollo del trabajo de grado propuesto.

4.2. ADQUISICIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE LA MATERIA PRIMA

La viruta fue previamente procesada y limpiada en el ultrasonido, con el fin de eliminar la grasa y la taladrina remanente, que se emplea como refrigerante durante el mecanizado. Primero se realizó la limpieza con un desengrasante industrial, abundante agua destilada y se secaron en las planchas de calentamiento a una temperatura de aproximadamente 70°C, teniendo cuidado de evitar la oxidación a altas temperaturas. Luego se pusieron las virutas en un vaso de vidrio con etanol de 99,98% de pureza, y se llevó al ultrasonido por 15 minutos.

La caracterización de la viruta se realizó por el método de difracción de rayos X (DRX), para evaluar las fases cristalinas de la viruta. En la gráfica 1, se observa el difractograma analizado para la viruta de Ti6Al4V, y se realizó la comparación cualitativa con ayuda del PDF-2.

Grafica 1: Difractograma de la materia prima.



Fuente: Autores

El análisis cualitativo de las fases cristalinas presentes arrojado por el DRX se encuentra en la tabla 3.

Tabla 3: Fases presentes en la viruta de Ti6Al4V.

Fases cristalinas	N° tarjeta PDF-2	Nombre
TiV	030-65-4979	Titanio-vanadio
Ti	010-89-4913	Beta-titanio
AlTi ₃	010-72-5005	Aluminio-titanio

Fuente: Autor

En la tabla 3 se presentan los resultados cualitativos de las fases cristalinas presentes de la materia prima, evidenciando la presencia de de picos de titanio-vanadio, beta-titanio y aluminio-titanio, que justifican la composición de la viruta de Ti6Al4V.

4.3. SELECCIÓN DE EQUIPOS

Los equipos utilizados se seleccionaron de acuerdo a los objetivos trazados en el trabajo de grado, teniendo en cuenta la veracidad y la confiabilidad de estos, para poder llevar a cabo la metodología propuesta de la mejor manera. Los equipos de gran relevancia fueron el tipo de molino para llevar a cabo la fabricación de los polvos y los equipos empleados para la caracterización. Al mismo tiempo se verificó la calibración de los equipos que lo requirieron.

4.4. ENSAYOS PRELIMINARES EN EL MOLINO ATTRITOR

Los ensayos preliminares se realizaron principalmente para identificar las variables determinantes del proceso de molienda en húmedo, y definir las características críticas para la obtención de los polvos de la aleación de titanio. Las variables que se identificaron como relevantes son: la relación en peso de los cuerpos molidores-viruta, el tiempo de molienda, la velocidad de la molienda, el tamaño de

las virutas, el diámetro de los cuerpos molidores y el volumen del líquido de molienda.

La cantidad de ensayos preliminares requeridos para identificar los parámetros críticos fueron de 5 moliendas.

En la tabla 4, se presentan todas las variables que se tuvieron en cuenta en las pruebas preliminares.

Tabla 4. Variables en la molienda.

VARIABLES INDEPENDIENTES	VARIABLES DEPENDIENTES	VARIABLES CONSTANTES
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Tiempo de molienda. ▪ Frecuencia de molienda. ▪ Relación peso carga bolas/viruta. ▪ Velocidad de la molienda. ▪ Tamaño inicial de la viruta. 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Tamaño de partícula. ▪ Densidad aparente. ▪ Distribución granulométrica. ▪ Eficiencia de la molienda. ▪ Cristalinidad o amorficidad. 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Tamaño de los cuerpos molidores. ▪ Volumen del medio molidor. (n-Hexano) ▪ Medio de molienda.

Fuente: Autor

4.5. DEFINICIÓN Y SELECCIÓN DE LAS VARIABLES PRINCIPALES DEL PROCESO DE MOLIENDA

Partiendo de las pruebas preliminares, se definieron y seleccionaron las variables significativas que presentaron un buen efecto en la fabricación de los polvos para poder llevar a cabo el proceso de molienda de una forma más eficiente. Posteriormente se precisó el diseño experimental por el método factorial.

4.5.1. Diseño experimental: La molienda mecánica de alta energía realizada en el molino ATTRITOR, se caracteriza porque intervienen una gran cantidad de

variables significativas en cada etapa de la conminución de la viruta, con el fin de reducir su tamaño y obtener polvos para posteriores aplicaciones pulvimetalúrgicas. El diseño experimental escogido para el desarrollo del proyecto es de tipo factorial 2^3 . Teniendo en cuenta todas las variables, se identificaron como las más relevantes en la tabla 5.

Tabla 5. Variables más relevantes.

Variable	Nomenclatura	Rango de Trabajo
Relación peso carga bola/viruta	R	1:30 – 1:50
Velocidad de molienda	V	10 – 20 Hz
Tiempo de molienda	T	3 – 8 horas

Fuente: Autor

Es importante mencionar que el criterio de selección de los parámetros operativos relevantes que se tuvieron en cuenta, están basados en trabajos de grado ya realizados anteriormente en el molino. La matriz de diseño quedó definida como se muestra en la siguiente tabla 6:

Tabla 6. Matriz de diseño.

PRUEBA	R	V (Hz)	t (h)	X ₁	X ₂	X ₃
1	1:30	15	4	-	-	-
2	1:50	15	4	+	-	-
3	1:30	18	4	-	+	-
4	1:50	18	4	+	+	-
5	1:30	15	5	-	-	+
6	1:50	15	5	+	-	+
7	1:30	18	5	-	+	+
8	1:50	18	5	+	+	+

Fuente: Autor

4.6. FABRICACIÓN DE POLVOS DE LA ALEACIÓN TITANIO-ALUMINIO-VANADIO POR MOLIENDA HUMEDA DE ALTA ENERGÍA

La molienda mecánica de alta energía es una de las técnicas propuestas para la fabricación de polvos metálicos. En esta etapa, se describe paso a paso la metodología desarrollada. Se debe tener en cuenta en la molienda, el acondicionamiento previo del molino con el fin de evitar al máximo impurezas que se pueden adquirir en la fabricación de los polvos.

Inicialmente se comenzó con la limpieza de los cuerpos moledores, que consta de los siguientes pasos, siguiendo las recomendaciones de los anteriores trabajos de grado. Aquí se describe de forma detallada la primera etapa:

- 1) Montar el molino en la base y fijarlo bien, para evitar el movimiento de este durante su trabajo, con el fin de prevenir daños del equipo. Conectar el agua de refrigeración.
- 2) Fijar una velocidad inicial de 5 Hz con el controlador electrónico MICROMASTER, para ir cargando los cuerpos moledores y el líquido de molienda. Para una carga de 6000 g de cuerpos moledores se requiere 300 ml de n-Hexano.
- 3) Cerrar el vaso del molino y aumentar la velocidad hasta 10 Hz, por un tiempo de 20 min como mínimo.
- 4) Desmontar el molino, y descargar los cuerpos moledores y el líquido, secar las bolas, preferiblemente con aire frío. Lavar el molino con agua destilada y secar bien.

Posteriormente a la limpieza, se da inicio a la molienda de la viruta previamente limpia. La metodología a seguir se realizó de la siguiente forma, como se muestra en la figura 16:

Figura 16. Metodología para la obtención de polvos.

- 1 Pesar los cuerpos moledores y la viruta teniendo en cuenta la relación definida en el diseño experimental.
- 2 Montar el molino, conectar el agua para la refrigeración. Evitar al máximo que el molino se mueva demasiado durante la molienda.
- 3 Realizar un premezcla manual entre bolas y viruta. Cargar el molino con esta premezcla, fijar la frecuencia a 5 Hz.
- 4 Cargar con 100ml de n-Hexano, cerrar el molino, y revisar que esté completamente sellado.
- 5 Aumentar y fijar la velocidad de molienda con el controlador, y establecer el tiempo de molienda de acuerdo al diseño experimental.

Fuente: Autor

Durante estas 5 etapas mencionadas en la figura anterior, se debe estar inspeccionando el equipo y la molienda constantemente, debido a que en ocasiones los cuerpos moledores quedan atrapados debajo de las aspas y detiene el proceso de molienda. Finalmente se descarga el molino, se seca el material de manera controlada, debido a que el hexano es inflamable. El material que queda como producto está combinado con viruta y polvos, por lo tanto se pasa por una serie de tamices con el fin de separarlos. Este procedimiento se siguió para las 8 pruebas que se determinaron en el diseño experimental.

4.7. SECADO Y RECUPERACIÓN DEL POLVO DE LA ALEACIÓN Ti-Al-V:

La molienda como fue realizada en húmedo utilizando n-hexano, el material particulado de la aleación de titanio-aluminio-vanadio quedó en solución con el hexano. Se descargó el molino separando la viruta que no se sintetizó junto con los cuerpos moledores, en un tamiz convencional, como se muestra en la figura 17.

Figura 17. Separación polvos-viruta.



Fuente: Autor

En la figura 17 se observan los polvos sólidos en solución y la viruta que no se transformó. La solución resultante se llevó a secar en las planchas de calentamiento a una temperatura menor de 100°C como se muestra en la figura

18, controlando la temperatura con el fin de evitar la oxidación de los polvos por efectos de la temperatura. El secado de las muestras requirió de tiempos superiores a 1 hora.

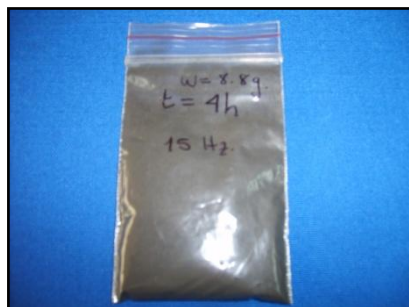
Figura 18. Secado de los polvos de la aleación de titanio.



Fuente: Autor

Al final se obtuvieron polvos de la aleación de Ti-Al-V secos, como se muestra en la figura 19. Para cada uno de los ensayos se repitió el procedimiento anteriormente mencionado. Luego se tamizaron las 8 muestras, y se seleccionaron las muestras retenidas en un el tamiz de 100 μm para su posterior caracterización.

Figura 19. Polvos secos de la aleación de titanio.



Fuente: Autor

4.8. CARACTERIZACIÓN DE LOS POLVOS OBTENIDOS

Los polvos de la aleación de Ti-Al-V previamente tamizados como se muestra en la figura 19, fabricados a partir de virutas, por efecto de la deformación plástica que induce la atrición durante el proceso de la molienda mecánica de alta energía (ATTRITOR), se caracterizaron con el fin de evaluar sus propiedades físicas, químicas y metalúrgicas para su aplicación en la elaboración de piezas por vía pulvimetalúrgica y principalmente estas muestras fueron utilizadas para elaborar celdas combustibles almacenadores de hidrógeno, realizado por el proyecto de grado titulado “EVALUACIÓN DE LA CAPACIDAD DE ALMACENAMIENTO ELECTROQUIMICO DE HIDROGENO EN UNA ALEACIÓN FABRICADA A PARTIR DE Ti6Al4V MODIFICADA CON PARTÍCULAS DE CARBONO”¹⁴. Se evaluó la morfología de algunas de las muestras por medio de la técnica de análisis de microscopía electrónica de barrido, bien conocida como SEM, para comparar y evaluar la forma de las partículas debido al proceso de fabricación.

La cristalinidad o amorficidad se evaluó con la técnica de difracción de rayos X y a su vez las fases presentes de algunas de las muestras. La distribución granulométrica se determinó siguiendo el procedimiento recomendado por norma ASTM B214. La densidad aparente por el método del picnómetro y su composición por la técnica de fluorescencia de rayos X y EDS. También con ayuda del microscopio Hiroux, se logró calcular el área promedio de partícula de algunas de las muestras.

¹⁴ MORALES, Yeinmy y TORRES, Juan Pablo. Evaluación de la capacidad de almacenamiento electroquímico de hidrogeno en una aleación fabricada a partir de Ti6Al4V modificada con partículas de carbono. 2008.

5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

5.1. MOLIENDA DE LAS VIRUTAS DE Ti6Al4V: A continuación, en la tabla 7, se presentan los datos experimentales contemplados en el diseño experimental. A su vez, se calculó la eficiencia de la molienda con el fin de identificar los parámetros más representativos en la producción de polvos de la aleación base titanio.

Tabla 7. Datos experimentales.

Prueba	Peso Viruta (g)	Tiempo (horas)	Frecuencia (Hz)	Peso del Polvo (g)	Eficiencia Peso (%)	Identificación de muestras (+ 100µm)
1	100	4	18	18,32	18,32	D
2	100	3	15	9,90	9,90	D1
3	125	4	18	33,71	26,97	D2
4	108	4	18	44,35	41,06	D3
5	71,01	4	15	37,18	52,36	D4
6	98,73	4	18	12,48	12,64	D5
7	74,56	3	15	17,29	23,19	D6
8	80,08	3	15	15,62	19,51	D7
Total	757,38	-----	-----	188,85	25,49*	-----

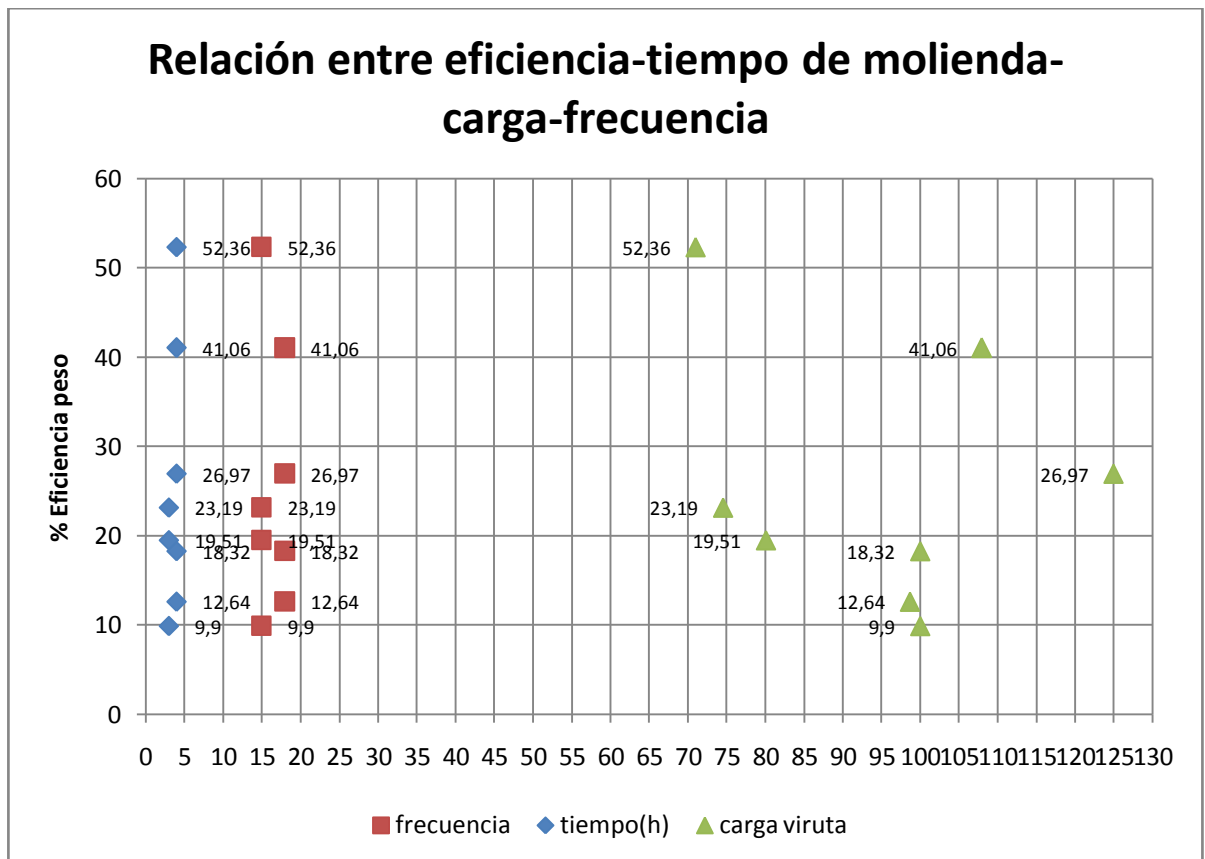
Fuente: Autor

*Eficiencia promedio.

Para tiempos mayores a 5 horas y con frecuencias superiores a 15 Hz, el polvo era tan fino, que formó una especie de barniz, lo que generó operaciones adicionales, como el de sedimentación y filtrado, para su recuperación. En la prueba 5, se obtuvo la mayor eficiencia de molienda (52,36% peso), a tiempos elevados y con cargas bajas de viruta. En la prueba 2 se obtuvo la menor

eficiencia que corresponde a 9,90%, al utilizar tiempos menores y con una elevada carga de virutas. En donde se obtuvo la mayor cantidad en masa de los polvos de titanio fue en la prueba 4, la cual corresponde a 44,35 g. Es importante mencionar que la relación de peso virutas-cuerpos molidores de 1:50 se mantuvo constante para todas las pruebas.

Figura 20: Relación entre eficiencia- tiempo de molienda-carga-frecuencia



Fuente: Autor

En la figura 20 se presenta la relación de la eficiencia calculada para sintetizar la viruta de Ti6Al4V en polvo con el tiempo de molienda, y se observa que a tiempos de 4 horas y frecuencias de 18 Hz se obtienen mejores eficiencias. Gráficamente también se observa el efecto que produce bajas relaciones de carga de la materia

prima para obtener eficacia, este comportamiento también puede ser afectado por la relación en peso carga-bolas, y su relación de tamaños.

En la industria Europea y Norte Americana, producen polvos de titanio a partir de virutas por la técnica de atomización que consiste en fundir el metal impactándolo con chorros de gases o produciendo su fragmentación con el uso de una fuerza centrífuga, por medio de esta técnica se logra una buena cantidad de polvos de titanio pero a altos costos, debido al elevado punto de fusión del titanio y su afinidad con el oxígeno, por lo que requiere de atmósferas controlantes. Los polvos de titanio producidos por atomización tienen un valor comercial de 100g a \$150 dólares que equivalen a 58.770 pesos. En Colombia existen empresas dedicadas al mecanizado de piezas para la fabricación de implantes, obteniendo una cantidad de viruta de la aleación, en donde actualmente esta chatarra no tiene una posterior aplicación para su reutilización, viendo la necesidad de investigar y buscar un proceso de reutilización con el fin de cuantificar la viruta, para aplicaciones diferentes.

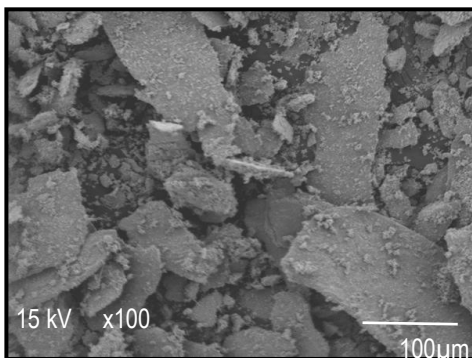
La molienda mecánica de alta energía puede obtener 100 g de polvos de la aleación Ti-Al-V y una cierta cantidad de impurezas en aproximadamente 9 horas, logrando reutilizar desechos que actualmente no tienen un valor comercial.

5.2. MORFOLOGÍA: Con el fin de evaluar la morfología de los polvos de la aleación Ti-Al-V obtenido por la molienda se utilizó la técnica de microscopia electrónica de barrido y el analizador de imágenes HIROX. Las muestras analizadas por este método fueron la D1, D2 y D3, las cuales se tamizaron previamente. En las figuras 21 a y b, se presenta la morfología de la muestra D3 a diferentes aumentos, donde se observa que la forma de los polvos son de tipo laminar con diferentes tamaños de partículas, mientras las partículas más finas se encuentran como pequeños aglomerados con una morfología irregular.

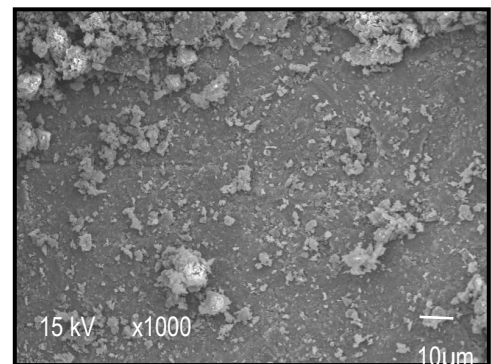
La aglomeración que se presenta en casi todas las muestras estudiadas por esta técnica, se debe al medio de molienda y el efecto que tienen las partículas menores a 100 μm para absorber humedad.

En las figuras 22 a y b, se presenta una morfología irregular de la muestra D2, y una variedad en los tamaños de partícula. Para la figura 22 c se observa una gran cantidad de partículas finas, aglomeradas debido a la humedad y que cubren una mayor cantidad de área superficial de las partículas laminares. Este mismo resultado se obtiene para la muestra D1 que se presenta en las figuras 23 a y b.

Figura 21: Micrografía de la muestra D3 luego de 4 horas de molienda, (a) 100 aumentos y (b) 1000 aumentos.



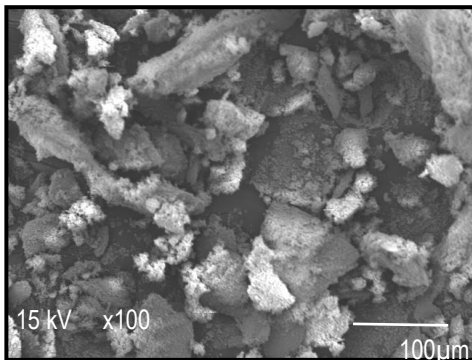
(a)



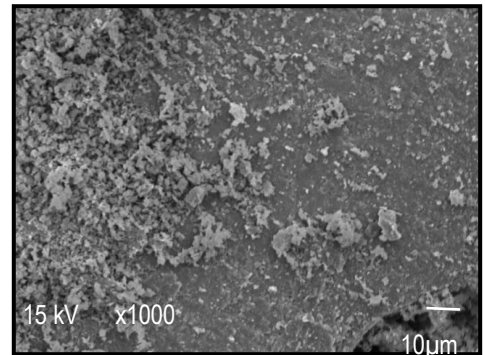
(b)

Fuente: Autor

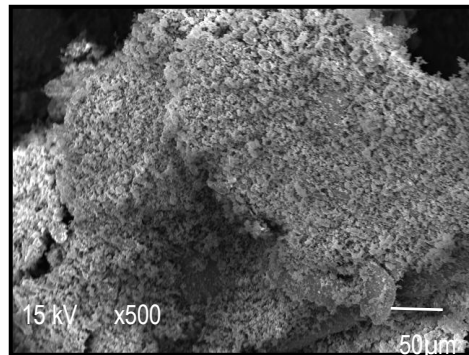
Figura 22: Micrografía de la muestra D2 luego de 4 horas de molienda, (a) 100 aumentos, (b)1000 aumentos y (c)500 aumentos.



(a)



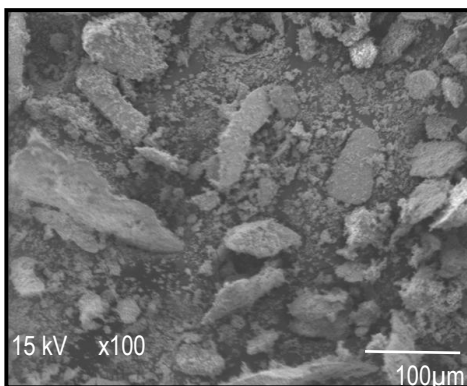
(b)



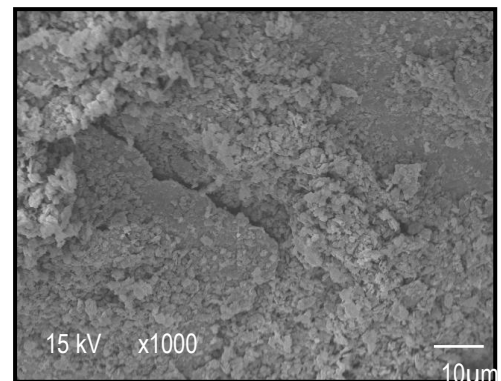
(c)

Fuente: Autor

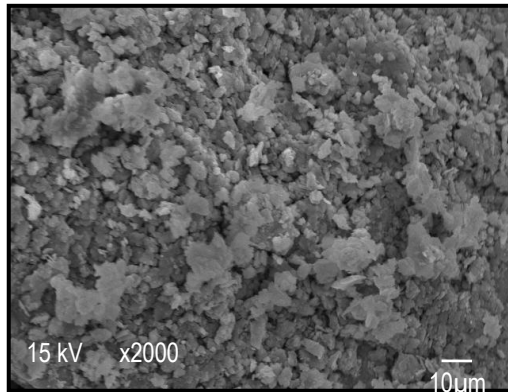
Figura 23: Micrografía de la muestra D1 luego de 3 horas de molienda, (a)100 aumentos, (b)1000 aumentos y (c)2000 aumentos.



(a)



(b)



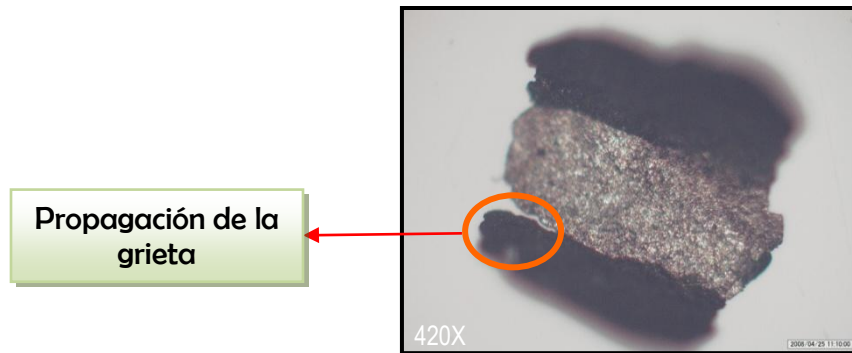
(c)

Fuente: Autor

Al comparar todas las muestras analizadas por esta técnica de SEM, se observó una morfología laminar para las partículas de mayor tamaño e irregular para las de menor. Es importante destacar que las partículas finas debido a la deformación que sufren en la molienda, adquieren formas irregulares y aglomerados, y se les puede atribuir el grado de amorficidad que se presenta en las muestras. La aglomeración dificulta el empaquetamiento, la fluidez, la mezcla, la compactación y la sinterización de los polvos aplicados en la metalurgia de polvos. La morfología irregular de las partículas en la P/M, eleva la fricción entre partículas y baja densidad de empaquetamiento.

Microscopio óptico Hirox 7700: A continuación se presentan las micrografías obtenidas por el microscopio óptico Hirox, con el fin de observar el mecanismo de falla que sufren las virutas de la aleación Ti6Al4V durante la molienda mecánica de alta energía en húmedo. La siguiente micrografía, figura 24, se tomó con el equipo HIROX 7700, en donde se puede observar la forma laminar de la viruta de Ti6Al4V a un tamaño de partícula de aproximadamente 500 μm, debido a la deformación plástica que sufrieron las virutas producidas por la aplicación de las fuerzas de compresión y cizallamiento generadas por los cuerpos molidores, quedando atrapada la viruta entre ellos.

Figura 24. Micrografía de la falla de la viruta de Ti6Al4V a 420 aumentos.



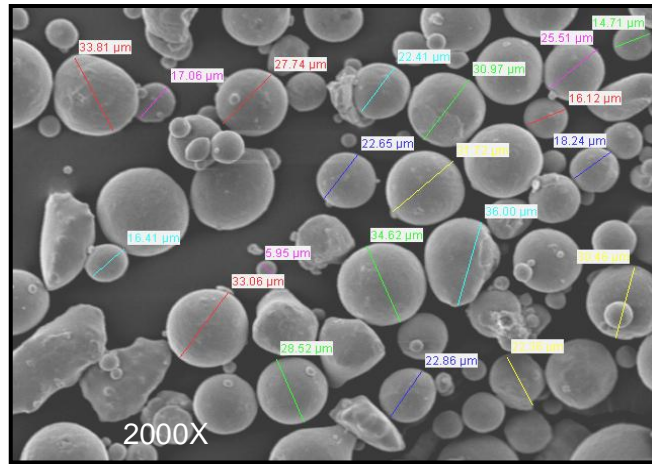
Fuente: Autor

El modo de falla de las virutas por el proceso de molienda se presenta por el inicio y la propagación de grietas sobre su superficie, con el fin de disminuir el tamaño de partícula y obtener polvos metálicos, como se muestra en la figura 24.

La viruta de Ti6Al4V por ser una lámina delgada, y al ser sometida a una serie de deformaciones plásticas repetitivas entre los cuerpos molidores, el agitador y la materia prima (viruta), presenta en su superficie un desgarramiento del material, hasta lograr que se propague la grieta en una dirección, con el fin de disminuir el tamaño de la partícula.

5.3. TAMAÑO DE PARTÍCULA: Para determinar el tamaño de partícula promedio se utilizó la técnica de análisis de microscopía electrónica de barrido SEM y el analizador de imágenes HIROX 7700. En primer lugar se tomó una muestra patrón o blanco (polvos de Ti6Al4V fabricados por atomización), se determinó el tamaño promedio a 2000x aumentos como se muestra en la figura 25. Esta muestra patrón fue fabricada por la técnica de atomización con gas.

Figura 25. Análisis de tamaño de partícula del blanco a 2000 aumentos.



Fuente: Autor

Tabla 8. Diámetros de partículas del blanco.

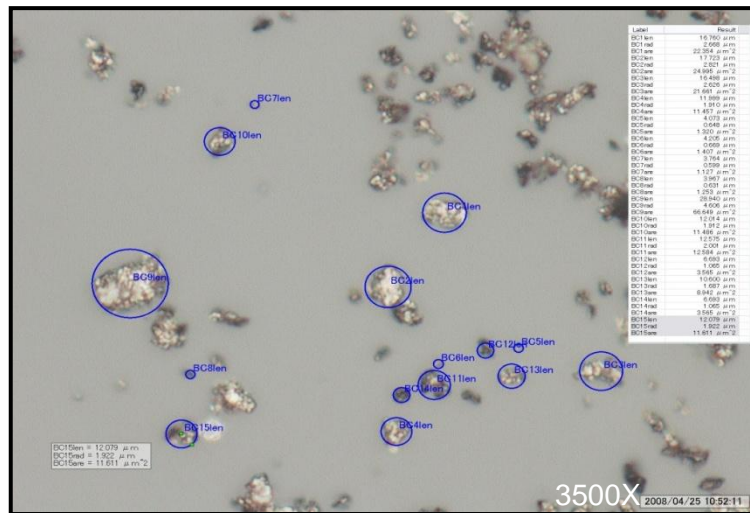
PARTÍCULA	DIÁMETRO (µm)	PARTÍCULA	DIÁMETRO (µm)
1	33,81	11	30,97
2	17,06	12	31,72
3	27,74	13	22,86
4	16,41	14	36,00
5	33,06	15	22,36
6	5,95	16	30,46
7	28,52	17	18,24
8	34,62	18	16,12
9	22,65	19	25,51
10	22,41	20	14,71

Fuente: Autor

Para determinar el tamaño promedio del blanco se tomaron valores aproximados del diámetro para 20 partículas representativas como se muestra en la figura 25, los valores obtenidos se presentan en la tabla 8. Como resultado, el diámetro promedio de las partículas del blanco es de 24,557 µm aproximadamente.

En la figura 26, se observa la muestra D5 molida durante 4 horas a 3500x, previamente tamizada y seleccionada del retenido para un tamaño de abertura de tamiz de 100 μm , en donde se muestra una diversidad de tamaños de partículas de polvo de la aleación de titanio fabricadas por molienda mecánica de viruta de corte, en el tamaño de los polvos.

Figura 26. Diámetro promedio de la muestra D5 a 3500 aumentos.



Fuente: Autor

Tabla 9. Diámetros registrados.

PARTÍCULA	DIÁMETRO (μm)	PARTÍCULA	DIÁMETRO (μm)
1	5,336	9	9,212
2	5,642	10	3,824
3	5,252	11	4,002
4	3,82	12	2,13
5	1,296	13	3,374
6	1,338	14	2,13
7	1,198	15	3,844
8	1,262	Promedio	3,577

Fuente: Autor

La figura 27 presenta la micrografía de la muestra D1 molida durante 3 horas a 7000x aumentos, y se determinó los diámetros de las partículas para granos más finos presentados en la tabla 10. El tamaño promedio de las partículas finas de la muestra D1 es de 1,004 μm . En comparación con el blanco, las muestras D5 y D1 tienen un diámetro promedio de partícula menor, obteniendo una disminución de tamaño considerable por el proceso de molienda de alta energía en húmedo, considerando que el n-hexano está compuesto por hidrógeno, por lo cual se puede deducir que esta reducción de tamaño se debe a la disolución del hidrógeno en pocas horas de molienda para formar hidruros de titanio, que actúan como elementos fragilizantes. La formación de hidruros se puede confirmar con la técnica de difracción de rayos X.

5.4. DISTRIBUCIÓN GRANULOMÉTRICA: La distribución granulométrica se realizó para las muestras D5 y D6, para determinar el tamaño medio de partícula del material molido. En las tablas 11 y 12 se presentan los datos experimentales siguiendo las recomendaciones de la norma ASTM B214¹⁵.

Tabla 11. Análisis Granulométrico Muestra D5.

Tamiz ASTM	Abertura Tamiz (mm)	Peso Retenido (g)	% Retenido	% Retenido Acumulado	% que Pasa
N°5	4,000	0	0	0	100
N°18	1,000	1,894	13,299	13,299	86,701
N°35	0,500	5,172	36,315	49,614	50,386
N°70	0,210	3,176	22,300	71,914	28,086
N°100	0,149	1,886	13,243	85,157	14,843
N°140	0,105	2,114	14,843	100	0

Fuente: Autor

¹⁵ AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard test method for sieve analysis of granular metal powders, ASTM B214.

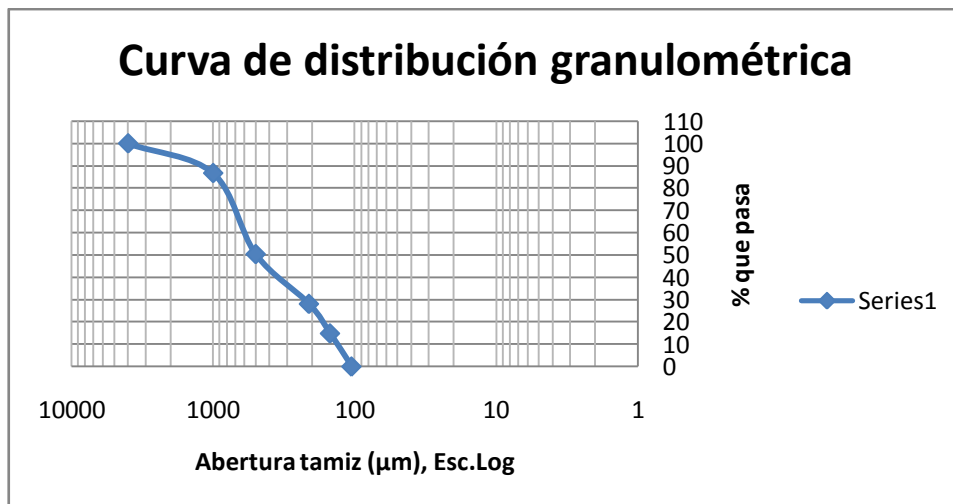
Tabla 12: Análisis Granulométrico Muestra D6.

Tamiz ASTM	Abertura Tamiz (mm)	Peso Retenido (g)	% Retenido	% Retenido Acumulado	% que Pasa
N°5	4,000	0	0	0	100
N°18	1,000	37,465	40,54	40,54	59,46
N°35	0,500	38,558	41,686	82,226	17,774
N°70	0,210	9,080	9,816	92,042	7,958
N°100	0,149	2,832	3,062	95,104	4,896
N°140	0,105	4,562	4,932	100	0

Fuente: Autor

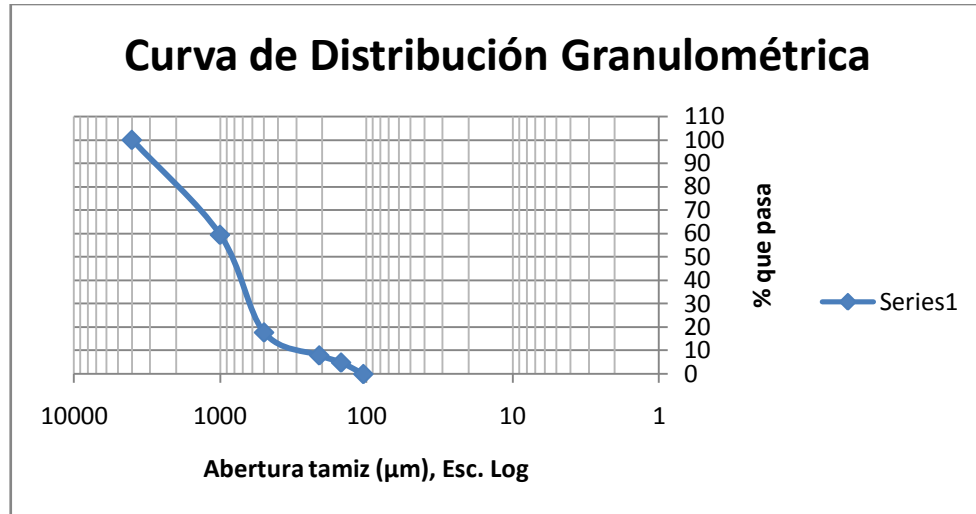
Las gráficas 2 a y b son las correspondientes a la distribución granulométrica para las muestras D5 y D6, en las cuales se grafica, en el eje de las abscisas, la abertura del tamiz a escala logarítmica, y en las ordenadas el porcentaje en peso del material pasante.

Gráfica 2a. Curva de distribución granulométrica muestra D5.



Fuente: Autor

Gráfica 2b. Curva de distribución granulométrica muestra D6.



Fuente: Autor

De las gráficas 2a y 2b se observa que el 50% en peso del pasante se encuentra en la malla de 500 μm y 800 μm , que corresponde al tamaño medio de las partículas de las muestras.

5.5. DENSIDAD APARENTE: La determinación de la densidad aparente se realizó por el método del picnómetro, por la cual se calcularon las densidades para las muestras en polvo D, D2, D3, D4 Y D5 respectivamente.

Tabla 13. Determinación de densidad aparente.

Muestra	Densidad (g/cc)
D	1,47066
D2	0,82846
D3	1,35706
D4	0,56879
D5	0,62328

Fuente: Autor

Debido a que la determinación de la densidad aparente es una propiedad física representativa para evaluar el grado de compactación en verde de un material finamente particulado, las muestras exhiben excelentes características para la compactación debido a su baja densidad aparente. La densidad aparente depende directamente del tamaño de grano, la forma, su distribución granulométrica y la porosidad de las partículas, y afecta directamente la dureza final del compacto adquirido en el sinterizado.

5.6. ANALISIS ELEMENTAL:

5.6.1. Fluorescencia de rayos X: La composición de las muestras de polvos de titanio D1 y D5 fueron analizadas por la técnica de fluorescencia de rayos X y EDS. En las tablas 14 y 15 se presenta el análisis elemental para cada una de las muestras mencionadas anteriormente, arrojado por la técnica de fluorescencia, realizado por el Centro de Desarrollo Productivo de Joyería. Tanto para la muestra D1 como para la D5 se observa en los datos arrojados de composición, una cantidad considerable de hierro de casi del 3% en peso y de otros elementos, que no corresponde con la composición de la aleación de titanio-aluminio-vanadio. Estas impurezas se le atribuyen al desgaste de los cuerpos molidores y del contenedor del molino.

La técnica de fluorescencia de rayos x, mostró los siguientes resultados de composición para la muestra D1, como se observa en la tabla 14.

Tabla 14. Composición de la muestra D1.

Análisis	Resultado	Desv. Estándar
Ti	90,177%	0,122
V	3,396%	0,042
Fe	3,337%	0,026
Al	1,605%	0,034
S	0,247%	0,007
Si	0,436%	0,013
Ni	0,191%	0,006
Pb	0,383%	0,008
Mn	0,077%	0,008
Cu	0,057%	0,004
Zn	0,094%	0,004

Fuente: Autor

Lo mismo se presenta para la muestra D5, como se observa en la tabla 12.

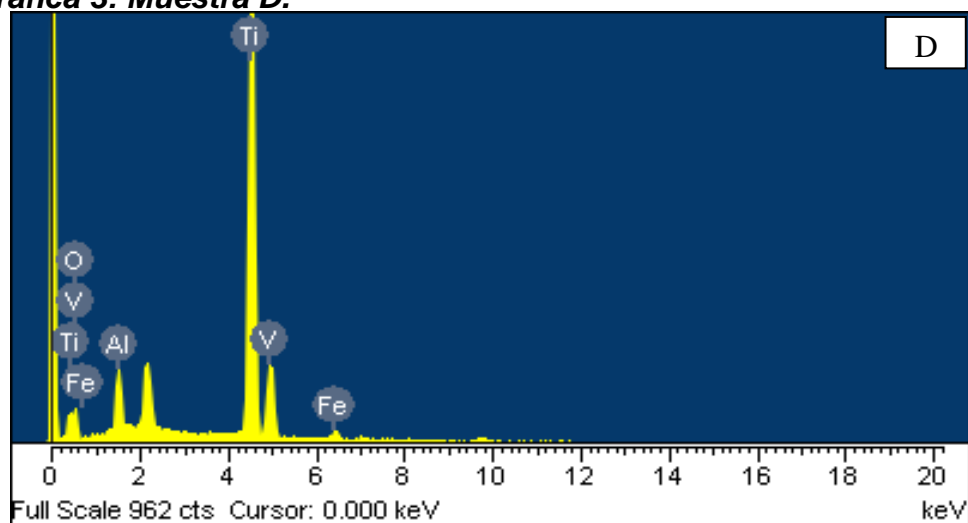
Tabla 15. Composición de la muestra D5.

Análisis	Resultado	Desv. Estándar
Ti	91,172%	0,124
V	3,339%	0,042
Fe	3,051%	0,026
Al	1,572%	0,035
S	0,331%	0,007
Si	0,281%	0,012
Ni	0,130%	0,006
Pb	0,082%	0,005
Mn	0,044%	0,009
Cu	0,035%	0,004
Zn	0,022%	0,003

Fuente: Autor

5.6.2. EDS: Se analizaron las muestras D, D2 y D3 por medio de esta técnica de análisis elemental. En la gráfica 3, 4 y 5 se presentan los difractogramas obtenidos por este análisis elemental.

Gráfica 3: Muestra D.



Fuente: Autor

La muestra D contiene un alto contenido de titanio, vanadio, aluminio, y algo de hierro y oxígeno, que corresponden a impurezas adquiridas por el proceso. El contenido de hierro se debe al desgaste que sufren los cuerpos molidores durante la molienda, y el oxígeno a la oxidación que sufren los polvos.

Este resultado se vio reflejado tanto en el análisis con la técnica de fluorescencia de rayos x como la de EDS para todas las muestras evaluadas.

En la tabla 16 se presentan los datos del porcentaje en peso y atómico de la muestra D.

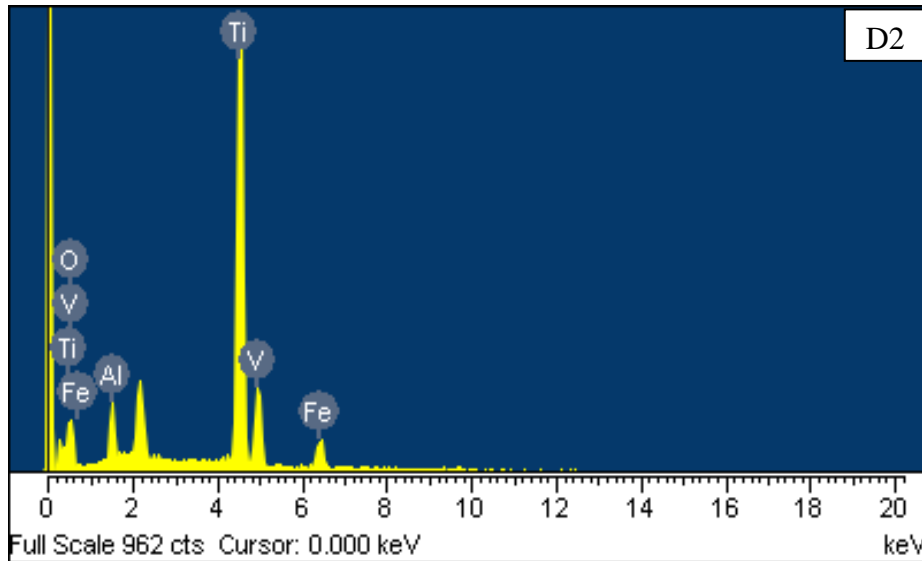
Tabla 16. Resultados de composición muestra D.

Element	Weight%	Atomic%
O K	18.52	40.49
Al K	2.37	3.08
Ti K	64.27	46.93
V K	3.44	2.36
Fe K	11.40	7.14

Fuente: Autor

A continuación se presentan los resultados para el resto de las muestras que se analizaron. En la gráfica 4 y tabla 17 se presentan los datos para la muestra D2, y para la gráfica 5 y tabla 18 los datos arrojados para la muestra D3. Debido al elevado costo de la técnica SEM se tomaron solo estas tres muestras para su respectivo análisis, debido a que ofrecen información importante en relación a las variables que se tuvieron en cuenta en el análisis experimental.

Gráfica 4. Muestra D2.



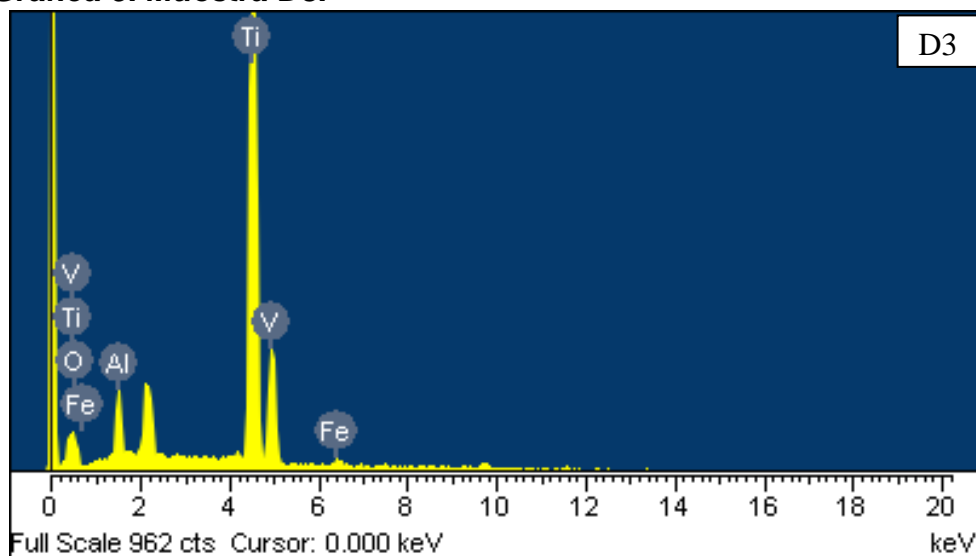
Fuente: Autor

Tabla 17. Resultados de composición de muestra D2.

Element	Weight%	Atomic%
O K	21.25	43.77
Al K	4.46	5.45
Ti K	68.94	47.44
V K	3.36	2.18
Fe K	1.99	1.17

Fuente: Autor

Gráfica 5. Muestra D3.



Fuente: Autor

Tabla 18. Resultados de composición de muestra D3.

Element	Weight%	Atomic%
O K	19.48	41.50
Al K	3.52	4.45
Ti K	67.29	47.88
V K	4.29	2.87
Fe K	5.42	3.30

Fuente: Autor

En las tablas 16, 17 y 18 se observa una variación en composición del hierro, en donde la muestra D adquirió una mayor cantidad. La muestra D2 sufrió una oxidación superior en comparación con las otras muestras. El vanadio en todas las muestras no sufrió disolución durante las 4 horas de molienda porque mantiene el 4% en peso en comparación con la materia prima, viruta Ti6Al4V. En general se puede observar que aunque la molienda se realizó bajo agente controlante se obtuvieron impurezas representativas en el proceso.

5.7. DETERMINACIÓN DE CRISTANILIDAD O AMORFICIDAD: Para identificar las fases presentes por medio del análisis cualitativo de las muestras D, D1 y D2,

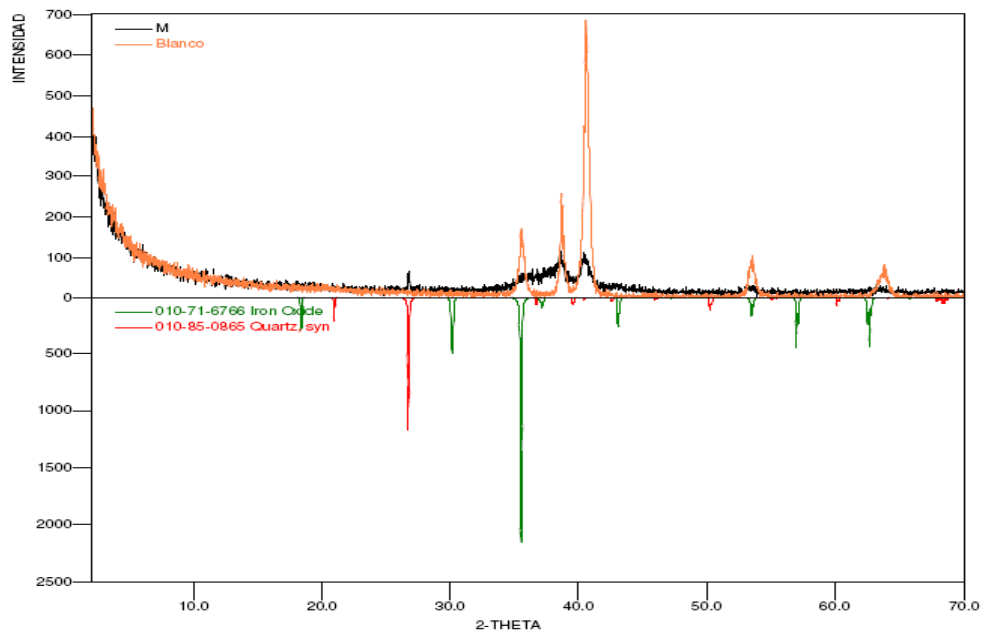
se realizó mediante comparación del perfil de difracción reportados en la base de datos del PDF-2 del International Centre for Diffraction Data (ICDD), e igualmente se realizó la comparación con la muestra blanco de Ti4Al4V producida por atomización de gas.

En las gráficas 6, 7 y 8 se observa la superposición de los difractogramas con el blanco de comparación para todas las muestras. El blanco presenta un comportamiento cristalino, mientras que las muestras D y D2 a tiempos de molienda de 4 horas presentan un grado de amorficidad.

Las muestras D, D1 Y D2 en comparación con el blanco se observaron que la intensidad de los picos son más bajos y el ancho de las bandas aumenta considerablemente. Este comportamiento se atribuye a que la muestra está perdiendo su ordenamiento atómico, lo cual indica el grado de amorficidad en el material, debido al proceso de fabricación de los polvos. La amorficidad está en función del tiempo de molienda y del tamaño de partícula en donde juegan variables que influyen directamente en el comportamiento en relación al tiempo de molienda.

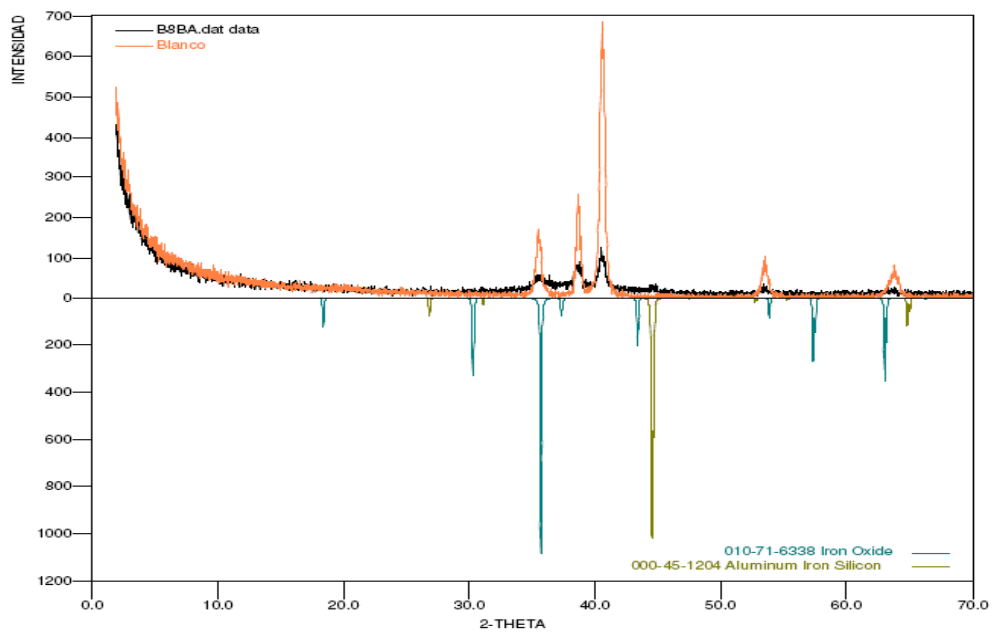
La fase cristalina presente en todas las muestras es la magnetita (Fe_2O_4), indicando un grado de oxidación del material durante el proceso. Esta magnetita se encuentra en ligeras proporciones como se observa en la gráfica.

Gráfica 6. DRX muestra D a 4 horas de molienda.



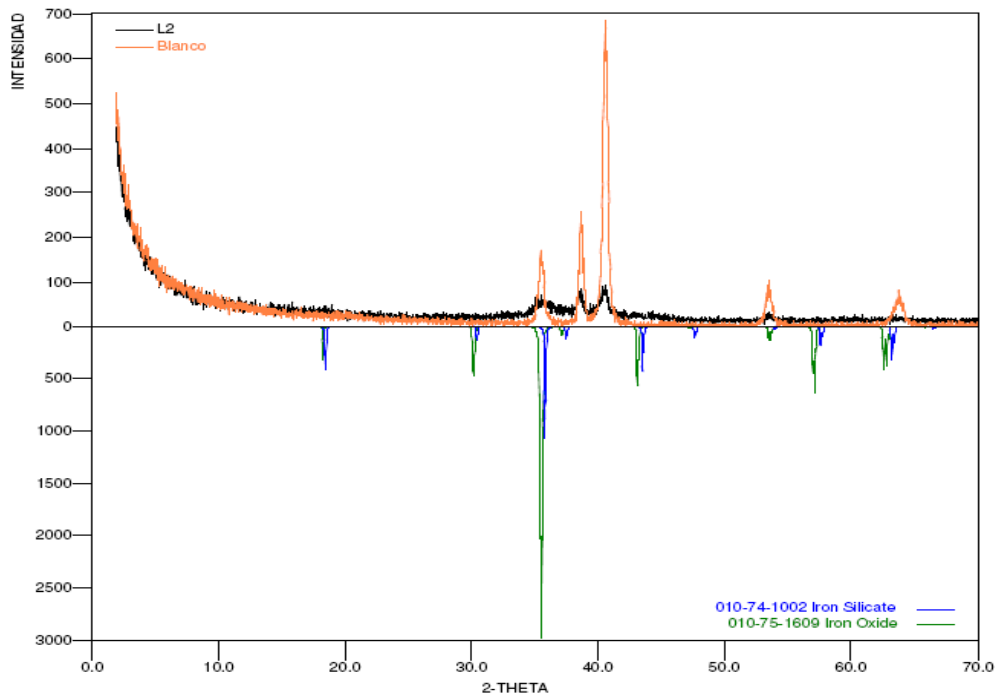
Fuente: Autor

Gráfica 7. DRX muestra D1 a 3 horas de molienda.



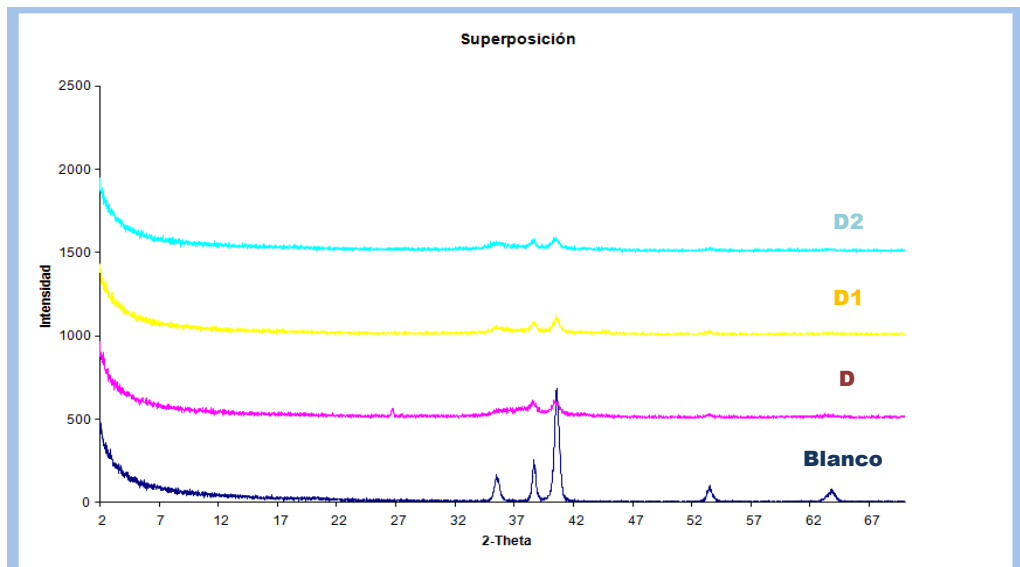
Fuente: Autor

Gráfica 8: DRX muestra D2 a 4 horas de molienda.



Fuente: Autor

Gráfica 9. Superposición de difracción de las muestras.



Fuente: Autor

En la gráfica 9, se muestra la superposición de los espectros de difracción para todas las muestras analizadas y el blanco, con el fin de identificar y comparar la presencia de amorficidad en las muestras. En comparación para las muestras D, D1 y D2 con el blanco, se puede observar que el blanco presenta un difractograma característico de un material cristalino, debido a que los picos de las fases se encuentran a elevadas frecuencias y en bandas delgadas, en el eje de la coordenada 2θ . En cambio para las otras muestras se identifica el grado de amorficidad por la deformación plástica que sufre el material y la reducción considerable del tamaño de partícula.

La amorficidad del material en el proceso de molienda está directamente relacionada con el tiempo de molienda. A mayores tiempos de molienda el material pierde su cristalinidad o su arreglo atómico debido a la deformación que sufre¹⁶. Estos polvos de la aleación de titanio-aluminio-vanadio fueron utilizados para la fabricación de celdas combustibles con el objetivo de evaluar la capacidad de almacenamiento de hidrogeno por el método electroquímico. Los polvos fueron mezclados con carbono, en donde concluyeron que a bajos porcentajes de carbono obtenían el mejor comportamiento de capacidad de almacenamiento. La amorficidad es una característica importante para el almacenamiento de hidrogeno, por la formación de defectos sobre el material como vacancias e intersticios.

¹⁶ MORALES, J et al. síntesis de hidruros de titanio y de titanio-aluminio utilizando el método de molienda de bolas reactiva indirecta. 2003.

6. CONCLUSIONES

La variabilidad en la eficiencia reportada para los 8 ensayos experimentales se le atribuye a la relación del diámetro de los cuerpos moledores y la carga. En la bibliografía recomiendan que los cuerpos moledores deben tener 30 veces el diámetro de la materia prima (viruta). Debido a que el tamaño inicial de la viruta era aproximadamente igual al tamaño de los cuerpos moledores, se obtuvo una eficiencia promedio de 25,49%, indicando una baja eficiencia en la molienda. En conclusión la mayor eficiencia de la molienda se presenta a tiempos iguales o superiores a 4 horas y bajas cantidades de carga de viruta para compensar el efecto del diámetro en el proceso.

La morfología de los polvos identificados como D, D2 y D3, en general tienen forma laminar para las partículas de un tamaño superior a 3 μm , para partículas de tamaño inferior su morfología corresponde a una partícula irregular por efectos de la aglomeración. La aglomeración de las partículas finas se debe al proceso de fabricación en húmedo de los polvos, este comportamiento de aglomeración no es aconsejable para aplicaciones pulvimetalúrgicas, afectando el comportamiento a la compactación en verde del material.

A tiempos mayores de 4 horas, y manteniendo una relación de bolas-carga viruta ideal se obtienen una disminución considerable en las partículas.

La disminución del tamaño de partícula se le atribuye a la formación de hidruros de titanio que actúan como elementos fragilizantes, permitiendo que a bajos tiempos de molienda obtengamos un cierto grado de amorficidad de las muestras D, D1 y D2 analizadas por DRX.

La molienda no se llevo a cabo bajo buenas condiciones de trabajo, debido a la cantidad de impurezas identificadas en el análisis elemental de composición de los polvos metálicos de titanio-aluminio-vanadio. La impureza más representativa es el óxido de hierro (magnetita), que se observó para la mayoría de las muestras.

7. RECOMENDACIONES

Emplear condiciones atmosféricas aptas en el proceso de molienda para evitar las impurezas que se adquieren durante la molienda e igualmente evitar los cambios de composición. Se recomienda el uso de cuerpos moledores de acero inoxidable.

Utilizar agentes que controlen la atmósfera de molienda para evitar reacciones exotérmicas que provoquen riesgos de incendio. Lo que se recomienda es inyectar gases inertes como hidrógeno o argón. Para llevar a cabo esta recomendación se deberían realizar cambios en el diseño del molino ATTRITOR.

Antes de empezar a realizar la molienda es necesario realizar la limpieza de los cuerpos moledores y el molino, para tener más control de los elementos contaminantes que afecten la composición de los polvos de TITANIO.

Reducir el tamaño inicial de la viruta, para mantener la relación de diámetros mencionada en la bibliografía consultada para el desarrollo del proyecto, con el fin de optimizar la molienda en húmedo y obtener mayores eficiencias.

Aplicar la técnica de conformado por vía pulvimetalúrgica de los polvos de la aleación de titanio-aluminio-vanadio para determinar la densidad real, la compresibilidad en verde, el grado de compactación y su porosidad, como también evaluar las propiedades mecánicas de las piezas fabricadas, tales como: el módulo de Young, tracción y compresión.

BIBLIOGRAFÍA

- [1]. Szegvari and M.Yang. Attritor grinding and dispersing equipment. Kent state university, Department of rheology, Ohio. 1999.
- [2]. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard test method for sieve analysis of granular metal powders, ASTM B214.
- [3]. Antonio, A. M. Da Silva, A. Meyer, J. F. Dos Santos, C. E. F. Kwietniewski, T.R.Strohaecker. Mechanical and metallurgical properties of friction welded TiC particulate reinforced Ti-6Al-4V.2004.
- [4]. Antonio A. M Da Silva, J. F. y Dos Santos, T. R. Microestructure and mechanical characterization of a Ti6Al4V/TiC/10p composite processed by the BE-CHIP method. Composites Science and Technology 65 (2005) 1749-1755.
- [5]. Calderón, H. A. Gariba Y Febles, V. Umemoto, M. Yamaguchi. Mechanical properties of nanocrystalline Ti-Al-X alloys. Materials Science and Engineering A329-331 (2002) 196-205.
- [6]. Cardoso, K.R., Rodrigues, C.A. y Botta, W.J. Processing of aluminium alloys containing titanium addition by mechanical alloying. Materials Science and Engineering A 375-377 (2004) 1201-1205.
- [7]. D.L. Zhang. Processing of advanced materials using high-energy mechanical milling. Progress in Materials Science 49 (2004) 537-560.

- [8]. Escuder, A. Vicente, A. Borrás, V., R. Sanchis, F. Baustista, A. Torralba, J.M. Evaluación de la microdureza en aleaciones ti-6al-4v obtenidas por sinterización de polvos. Influencia del tratamiento térmico. VIII Congreso Nacional de Propiedades Mecánicas de Sólidos, Gandia 2002.
- [9]. J.B. Zhou, K.P. Rao. Preparation of metastable precursors with different compositions of Ti-Al-Si by mechanical alloying. City University of Hong Kong, China. 2003.
- [10]. J.B. Zhou, K.P. Rao. Structure and morphology evolution during mechanical alloying of Ti-Al-Si powders systems. Department of manufacturing engineering and engineering management, City University of Hong Kong, China. 2004.
- [11]. Jiménez, C. Y Malachevsky, M. T. Fabricación y Caracterización de Espumas Metálicas a Partir de Mezclas Al-TiH₂. Instituto Prof. Jorge Sabato y Centro Atómico Constituyentes, UNSAM y CNEA, Av. General Paz 1499, San Martín, Pcia. Bs. As., Argentina. Pag. 1-6.
- [12]. K. I. Moon, K. S. Lee. Development of nanocrystalline Al-Ti alloy powders by reactive ball milling. Department of metallurgical engineering , Hanyang University, Seoul,1996. Journal of Alloys and Compounds 264 (1996) 258–266.
- [13]. MORAES, Yeinmy y TORRES, Juan Pablo. Evaluación de la capacidad de almacenamiento electroquímico de hidrogeno en una aleación fabricada a partir de Ti6Al4V modificada con partículas de carbono. Universidad Industrial de Santander. Bucaramanga 2008.

- [14]. MORALES, J et al. Structure and thermal stability of ball milled Ti-Al-H powders. Universidad Autónoma de Querétaro, México. 2004.
- [15]. MORALES, J et al. síntesis de hidruros de titanio y de titanio-aluminio utilizando el método de molienda de bolas reactiva indirecta. Universidad Autónoma de Querétaro, México. 2003.
- [16]. OH, I. H., Nomura, N. y Masahashi, N. Mechanical properties of porous titanium compacts prepared by powder sintering. Institute for Materials Research. Japan, 2003.
- [17]. Ozols, A.; Aleaciones ortopédicas. Parte I. Asociación Profesional de Protesistas y Ortesistas Ortopédicos Bonaerenses. Facultad de Ingeniería, Universidad de Buenos Aires. Septiembre 2003. Pag. 55-60.
- [18]. Rivera, J., Juárez, A. y Sánchez, F.; Atomización con gas: una visión actual. Depto. de Ingeniería Metalúrgica, Facultad de Química UNAM. Cd, Universitaria, México D. F. 04510.
- [19]. SUAREZ, Sandra y PRADILLLA, Jan Ender. Desarrollo de un proceso pulvimetalúrgico para la elaboración de una pieza de bronce autolubricada. Universidad Industrial de Santander. Bucaramanga 2003.
- [20]. Sun, Zhengming, Hashimoto, Hitoshi. Fabrication of TiAl alloys by MA-PDS process and the mechanical properties. Intermetallics 11 (2003) 825–834.
- [21]. Suryanarayana, C. Mechanical milling and alloys. Departamento de Metalurgia e Ingeniería de Materiales, Colegio de Minas de Colorado, Golden, CO 80401-1887, USA.2001.

- [22]. Wenbin, F., Lianxi, H. y Wenxiong, W. Microstructure and properties of a TiAl alloys prepared by mechanical milling and subsequent reactive sintering. *Materials Science and Engineering A* 403 (2005) 186–190.
- [23]. Zhang, D.L.; Processing of advanced materials using High-Energy Mechanical Milling; *Revista Progress in Materials Science* 49 (2004); Pag 2-5.

ANEXO 1
FICHA TECNICA DE N-HEXANO

1. Identificación de la sustancia/preparado y de la sociedad o empresa	
1.1	Identificación de la sustancia o del preparado Denominación: Hexano, mezcla de alcanos
1.2	Uso de la sustancia o preparado: Para usos de laboratorio, análisis, investigación y química fina.
1.3	Identificación de la sociedad o empresa: PANREAC QUIMICA, S.A.U. C/Garraf, 2 Polígono Pla de la Bruguera E-08211 Castellar del Vallès (Barcelona) España Tel. (+34) 937 489 400 Urgencias: Número único de teléfono para llamadas de urgencia: 112 (UE) Tel.:(+34) 937 489 499
2. Composición/Información de los componentes	
Mezcla de hidrocarburos compuesta principalmente por: 50% de n-Hexano, 45% de isómeros (2 y 3-Metilpentanos y Metilciclopentano) y cantidades variables de Dimetilbutanos y Ciclohexano.	
Denominación: Hexano, mezcla de alcanos Fórmula: C_6H_{14} M.=86,18 Número CE (EINECS): 295-570-2	
3. Identificación de los peligros	
Fácilmente inflamable. Irrita la piel. Tóxico para los organismos acuáticos, puede provocar a largo plazo efectos negativos en el medio ambiente acuático. Nocivo: si se ingiere puede causar daño pulmonar. La inhalación de vapores puede provocar somnolencia y vértigo.	
4. Primeros auxilios	
4.1	Indicaciones generales: En caso de pérdida del conocimiento nunca dar a beber ni provocar el vómito.
4.2	Inhalación: Trasladar a la persona al aire libre. En caso de asfixia proceder a la respiración artificial.
4.3	Contacto con la piel:

<p>4.4</p> <p>4.5</p>	<p>Lavar abundantemente con agua. Quitarse las ropas contaminadas.</p> <p style="text-align: center;">Ojos:</p> <p>Lavar con agua abundante manteniendo los párpados abiertos. Pedir atención médica.</p> <p style="text-align: center;">Ingestión:</p> <p>Evitar el vómito. Pedir atención médica. No administrar aceites digestivos. No beber leche. Evitar el lavado de estómago.</p>
5. Medidas de lucha contra incendio	
<p>5.1</p> <p>5.2</p> <p>5.3</p> <p>5.4</p>	<p style="text-align: center;">Medios de extinción adecuados:</p> <p>Espuma. Polvo seco.</p> <p style="text-align: center;">Medios de extinción que NO deben utilizarse:</p> <p>-----</p> <p style="text-align: center;">Riesgos especiales:</p> <p>Inflamable. Mantener alejado de fuentes de ignición. Los vapores son más pesados que el aire, por lo que pueden desplazarse a nivel del suelo. Puede formar mezclas explosivas con aire.</p> <p style="text-align: center;">Equipos de protección:</p> <p>-----</p>
6. Medidas a tomar en caso de vertido accidental	
<p>6.1</p> <p>6.2</p> <p>6.3</p>	<p style="text-align: center;">Precauciones individuales:</p> <p>No inhalar los vapores.</p> <p style="text-align: center;">Precauciones para la protección del medio ambiente:</p> <p>No permitir el paso al sistema de desagües. Evitar la contaminación del suelo, aguas y desagües.</p> <p style="text-align: center;">Métodos de recogida/limpieza:</p> <p>Recoger con materiales absorbentes (Absorbente General Panreac, Kieselguhr, etc.) o en su defecto arena o tierra secas y depositar en contenedores para residuos para su posterior eliminación de acuerdo con las normativas vigentes. Limpiar los restos con agua abundante.</p>
7. Manipulación y almacenamiento	
<p>7.1</p> <p>7.2</p>	<p style="text-align: center;">Manipulación:</p> <p>Evitar la formación de cargas electrostáticas.</p> <p style="text-align: center;">Almacenamiento:</p> <p>Recipientes bien cerrados. En local bien ventilado. Alejado de fuentes de ignición y calor. Temperatura ambiente. No almacenar en recipientes de plástico.</p>
8. Controles de exposición/protección personal	
<p>8.1</p> <p>8.2</p>	<p style="text-align: center;">Medidas técnicas de protección:</p> <p>Asegurar una buena ventilación y renovación de aire del local.</p> <p style="text-align: center;">Control límite de exposición:</p>

VLA-ED: 20 ppm ó 72 mg/m³.

8.3

Protección respiratoria:

En caso de formarse vapores/aerosoles, usar equipo respiratorio adecuado. Filtro A. Filtro P.

8.4

Protección de las manos:

Usar guantes apropiados nitrilo

8.5

Protección de los ojos:

Usar gafas apropiadas.

8.6

Medidas de higiene particulares:

Quitarse las ropas contaminadas. Usar equipo de protección completo. Lavarse manos y cara antes de las pausas y al finalizar el trabajo.

8.7

Controles de la exposición del medio ambiente:

Cumplir con la legislación local vigente sobre protección del medio ambiente.

El proveedor de los medios de protección debe especificar el tipo de protección que debe usarse para la manipulación del producto, indicando el tipo de material y, cuando proceda, el tiempo de penetración de dicho material, en relación con la cantidad y la duración de la exposición.

9. Propiedades físicas y químicas

Aspecto:

Líquido transparente e incoloro.

Olor:

Característico.

Punto de ebullición :60-70°C

Punto de fusión : -95°C

Punto de inflamación : -22°C

Temperatura de auto ignición : 240°C

Límites de explosión (inferior/superior): 0,6 / 7,7 vol. %

Presión de vapor: 17,7 KPa (20°C)

Densidad (20/4): 0,67

Solubilidad: Insoluble en agua

10. Estabilidad y reactividad

10.1

Condiciones que deben evitarse:

Temperaturas elevadas.

10.2

Materias que deben evitarse:

Agentes oxidantes fuertes.

10.3

Productos de descomposición peligrosos:

10.4

Información complementaria:

Los gases / vapores pueden formar mezclas explosivas con el aire.

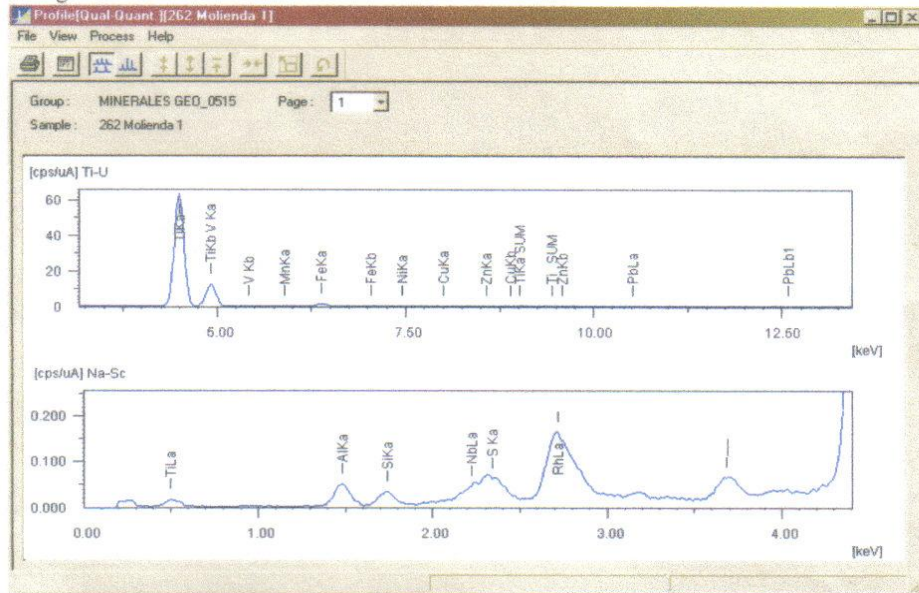
ANEXO 2

RESULTADOS DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X

CENTRO DE DESARROLLO PRODUCTIVO DE JOYERÍA



Nombre de la muestra: Molienda 1
 Código interno: 262



Analyte	Result	Std.Dev
Ti	90.177 *	(0.122)
V	3.396 *	(0.042)
Fe	3.337 *	(0.026)
Al	1.605 *	(0.034)
Si	0.436 *	(0.013)
Pb	0.383 *	(0.008)
S	0.247 *	(0.007)
Ni	0.191 *	(0.006)
Zn	0.094 *	(0.004)
Mn	0.077 *	(0.008)
Cu	0.057 *	(0.004)



Nombre de la muestra: Molienda 2

Código interno: 263



Analyte	Result	Std.Dev
Ti	91.112 %	(0.124)
V	3.339 %	(0.042)
Fe	3.051 %	(0.026)
Al	1.572 %	(0.035)
S	0.331 %	(0.007)
Si	0.281 %	(0.012)
Ni	0.130 %	(0.006)
Pb	0.082 %	(0.005)
Mn	0.044 %	(0.009)
Cu	0.035 %	(0.004)
Zn	0.022 %	(0.003)

Realizó

Olger Giovanni Mendoza Villabona
Olger Giovanni Mendoza Villabona

Químico, M. Sc. PQ 1555

Coordinador Laboratorio de Fluorescencia de Rayos X

C. D. P. de Joyería.