

**OPTIMIZACIÓN DEL PROCESO DE OBTENCIÓN DE MATERIAL
COMPUESTO DE CARBURO DE TITANIO EN ANTORCHA DE ACETILENO.**

JOSE EDUARDO VARGAS ANGARITA

SHIRLEY VANESSA NAVAS DIAZ

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER

FACULTAD DE INGENIERÍA FÍSICOQUÍMICAS

ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE MATERIALES

BUCARAMANGA

2016

**OPTIMIZACIÓN DEL PROCESO DE OBTENCIÓN DE MATERIAL
COMPUESTO DE CARBURO DE TITANIO EN ANTORCHA DE ACETILENO.**

JOSE EDUARDO VARGAS ANGARITA

SHIRLEY VANESSA NAVAS DIAZ

**Trabajo de grado presentado como requisito para optar al título de
Ingeniero Metalúrgico**

Director:

MILTON MANRIQUE GALLARDO

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER

FACULTAD DE INGENIERÍA FISCOQUÍMICAS

ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE MATERIALES

BUCARAMANGA

2016

Profundo agradecimiento a mis padres y hermanas fuente de motivación, por su apoyo y confianza incondicional durante mi última etapa académica.

A mi amigo Andrés Vargas, por acompañarme y apoyarme en todo momento durante este proceso.

Al profesor Milton Manrique por su gran labor de acompañamiento en la realización del proyecto de grado.

A mi compañero José Vargas por su esfuerzo y dedicación para lograr la culminación de este proyecto, por su confianza, apoyo y amistad ofrecida que hicieron del tiempo compartido momentos agradables.

SHIRLEY VANESSA NAVAS DIAZ.

*Un agradecimiento a mis padres y hermano por ser una fuente
de apoyo incondicional.*

*A mis amigos que me apoyaron y me dieron fuerza para nunca
rendirme.*

*Al profesor Milton Manrique por su acompañamiento y
seguimiento en el desarrollo de la investigación.*

*A mi compañera Vanessa Navas por ser una gran amiga una
incondicional, al estar siempre en los buenos y malos momentos
y hacer del tiempo de este trabajo alegre y agradable.*

JOSE EDUARDO VARGAS ANGARITA.

AGRADECIMIENTOS.

Los autores agradecen a:

A nuestro director, Milton Manrique, director de esta investigación por su apoyo, ayuda y confianza durante la realización del proyecto.

A los técnicos por su colaboración en el desarrollo de la investigación en cada una de sus áreas.

Al grupo de investigación GIMBA, por disponer sus instalaciones y equipos ubicados en el parque tecnológico Guatiguara para la realización de este proyecto.

Al centro tecnológico de investigación de Guatiguara por su ayuda en la realización de pruebas de DRX.

A la Universidad Industrial de Santander por su aporte intelectual y social durante este proceso de crecimiento académico.

CONTENIDO

INTRODUCCIÓN.....	16
1. OBJETIVOS	18
1.1 OBJETIVO GENERAL	18
1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	18
2. ESTADO DEL ARTE	19
3. MARCO TEÓRICO.....	22
3.1 ILMENITA	22
3.2 CARBURO DE TITANIO	23
3.3 PROYECCIÓN CON LLAMA	24
3.4 REDUCCIÓN CARBOTÉRMICA.	25
3.5 CINÉTICA DEL SISTEMA Ti – Fe – O – C.	26
4. DISEÑO METODOLÓGICO	29
4.1 CARACTERIZACIÓN Y CONCENTRACIÓN DEL MINERAL	29
4.2 ESTUDIO Y ANÁLISIS TERMODINÁMICO DEL SISTEMA Ti – Fe – O – C.	30
4.3 DISEÑO DE LA ANTORCHA DE ACETILENO.....	34
4.4 DISEÑO DEL SISTEMA DE ALIMENTACIÓN.....	36
4.5 VALIDACIÓN DEL DISEÑO DE LA ANTORCHA.	37
4.6 PERFIL TÉRMICO DE LA LLAMA DE ACETILENO.....	39
5. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS.....	41
5.1 ENSAYO 1.....	45
5.2 ENSAYO 2.....	46
5.3 ENSAYO 3.....	48
6. CONCLUSIONES.....	52
7. RECOMENDACIONES	54
BIBLIOGRAFÍA.....	55
ANEXOS.....	58

LISTA DE TABLAS

Tabla 1. Composición cualitativa del mineral.....	30
Tabla 2. Condiciones teóricas para el sistema.....	41
Tabla 3. Composición cualitativa, primer ensayo.....	46
Tabla 4. Composición cualitativa, segundo ensayo.	47
Tabla 5. Corrección de los flujos obtenidos por los medidores de flujo.	49
Tabla 6. Composición cualitativa tercer ensayo.....	50
Tabla 7. Valores de dureza obtenidos en la probeta.....	51

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Perfil de temperatura de llama de acetileno.....	25
Figura 2. Mecanismo de descomposición térmica de una partícula de ilmenita en un ambiente de elevadas temperaturas.	27
Figura 3. Difractograma del mineral de ilmenita.....	30
Figura 4. Diagrama de minimización de la energía libre de Gibbs del sistema Ti – Fe – O en atmosfera reductora.	32
Figura 5. Antorcha de acetileno modificada en zonas según su función.	34
Figura 6. Cuerpo de la antorcha de acetileno.	35
Figura 7. Boquilla de oxicorte.....	35
Figura 8. Alimentador donde se genera el arrastre de las partículas sólidas de manera uniforme y controlada.	36
Figura 9. Condiciones de frontera para el sistema.....	37
Figura 10. Entradas de los gases de combustión al sistema.	38
Figura 11. Entrada de partículas y gas de arrastre al sistema.	38
Figura 12. Perfil térmico de la llama de acetileno.	40
Figura 13. Corte longitudinal de la antorcha de acetileno modificada.....	42
Figura 14. Representación de la fracción volumétrica de los gases de combustión.....	43
Figura 15. Representación de la fracción volumétrica de las partículas de ilmenita.	43
Figura 16. Representación del diámetro interno máximo de la boquilla de oxicorte.	44
Figura 17. Montaje general del sistema practico.....	44
Figura 18. Vista frontal de la antorcha de acetileno modificada encendida	45
Figura 19. Difractograma primer ensayo.....	45
Figura 20. Vista frontal de la antorcha encendida ensayo 2. Condición con atmósfera altamente reductora, pero temperatura menor a 2500 C.	47
Figura 21. Difractograma Segundo ensayo.	47
Figura 22. Vista frontal de la antorcha encendida ensayo 3. Utilizando como gas de arrastre nitrógeno y regulando los flujos de los gases de combustión. .	49

Figura 23. Difractograma tercer ensayo.....	50
Figura 24. Microestructura de la probeta sinterizada. (a). Tomada mediante microscopía óptica a 500x. (b) Vista detallada a 1000x.....	51

LISTA DE ANEXOS

Anexo A. Especificaciones y valor de cada uno de los componentes de la antorcha modificada.....	58
Anexo B. Difracción de ilmenita y ensayo número 1	60
Anexo C. Difracción ensayo número 2.....	64
Anexo D. Difracción ensayo número 3.....	68

RESUMEN

TITULO: OPTIMIZACIÓN DEL PROCESO DE OBTENCIÓN DE MATERIAL COMPUESTO DE CARBURO DE TITANIO EN ANTORCHA DE ACETILENO.

AUTORES: NAVAS DÍAZ, Shirley Vanessa; VARGAS ANGARITA, José Eduardo.

PALABRAS CLAVE: Carburo de titanio, Ilmenita, Oxiacetilénica, Transformación térmica.

DESCRIPCION: En esta investigación se estudia la transformación y reducción térmica de mineral de ilmenita pulverizado $\sim(75\mu\text{m})$. Al pasar a través de una antorcha modificada de acetileno bajo condiciones reductoras, la cual proporciona los medios de obtención de dichas partículas. Se analizó el proceso desde el punto de vista termodinámico por medio de diagramas de minimización de energía libre, obtenidos mediante el software CSIRO Versión 5 y se describen las diferentes etapas del proceso hasta alcanzar la transformación de las partículas, en función de los parámetros del sistema usando el software Jets at Poudres. Por medio de una serie de simulaciones en diferentes herramientas, se determinan distribuciones de temperatura, análisis de funcionamiento del sistema y comportamiento de las partículas. Posteriormente se realizaron ensayos experimentales de una muestra de ilmenita pulverizada, para corroborar las condiciones de experimentación planteadas. Donde la ilmenita se descompone y se produce partículas de carburo de titanio sólidas, las cuales sirven como núcleos para la condensación posterior del hierro. El producto obtenido fue caracterizado por medio de difracción de rayos X (DRX), estos resultados indican una transformación del mineral al detectar picos de baja intensidad correspondientes a la formación de $\text{TiC}_{(s)}$ y $\text{Fe}_{(s)}$.

* Proyecto de grado

** Facultad de Ingenierías Físico-Químicas. Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de materiales. Director: MILTON MANRIQUE GALLARDO.

ABSTRACT

TITLE: OPTIMIZATION OF PROCESS OF OBTAINING COMPOSITE TITANIUM CARBIDE ACETYLENE TORCH.

AUTHORS: DÍAZ NAVAS, Shirley Vanessa; ANGARITA VARGAS, José Eduardo.

KEYWORDS: Titanium carbide, Ilmenite, Oxyacetylene, thermal transformation.

DESCRIPTION: In this reserach the thermal reduction of finely divided ilmenite (75 m μ) is studied. An oxy-acetylene torch under reducing conditions is used as a thermal system. The free energy minimization diagram of the Ti-Fe-O-H-C system obtained by using the thermo package CSIRO Version 5 was used to study the different stages of the ilmenite reduction process. The temperature profiles and the ilmenite particles path as a function of the parameters of the system was simulated by using the software Jets at Poudres. A series of experiments were done to corroborate the validity of the system using the theoretical conditions given by the thermodynamic analysis. At 3200 C the products of the thermal reduction of ilmenite are: TiC (s) and Fe (g) plus other gaseous species. By fast cooling at this temperature, the Fe (g) is condensing on the surface of the TiC (s) particles. The finely powder obtained was characterized by X ray diffraction (XRD) method where an amorphous powder is observed may be due to the nanometric size of the particles. However the TiC (s) and Fe (s) main lines are observed which indicate the presence of these species.

* Graduation project

** Faculty of Physical and Chemical engineering. School of Metallurgical Engineering and Materials Science. Director: MILTON MANRIQUE GALLARDO

INTRODUCCIÓN.

Producir y sintetizar nuevos materiales para adaptar sus características y propiedades a aplicaciones específicas, ha provocado un aumento en el estudio de los materiales compuestos y una constante búsqueda de tecnologías para su producción, donde estas tecnologías nacen de la manipulación de condiciones de síntesis en diferentes medios.

Actualmente la producción de aleaciones y recubrimientos de matrices ferrosas duras, a partir de procesos de fundición no son muy viables, debido a la diferencia de puntos de fusión entre los diferentes materiales, contaminación por agentes indeseados, consumo de energía, entre otros. Lo anterior conlleva al uso de técnicas no tradicionales, competitivas industrialmente en la fabricación de estas aleaciones y recubrimientos, aplicando la pulvimetalurgia o metalurgia de polvos.

La investigación de este proyecto consiste en el estudio de las condiciones de reducción térmica de la ilmenita y la producción de partículas de carburo de titanio y hierro metálico TiC-Fe, para la obtención de un material compuesto innovador por un proceso de producción sencillo y que promueve futuras aplicaciones. El sistema experimental consiste en una antorcha de acetileno C_2H_2 modificada, que promueve las condiciones de síntesis y reducción de dichas partículas, tomando como materia prima el mineral de ilmenita $FeTiO_3$ en forma de polvo fino cuya composición química teórica de 47,3 % de óxido de hierro FeO y 52,7% de óxido titanio TiO_2 .

En el proceso, se incrementa la velocidad de reacción al aumentar el área superficial de las partículas que entran en contacto con los agentes reductores, como el monóxido de carbono CO proveniente de la combustión incompleta del acetileno C_2H_2 . La ilmenita de tamaño micrométrico se inyecta directamente a la antorcha de acetileno. La ilmenita $FeTiO_3$ en este nivel de temperatura sufre una descomposición en estado sólido transformándose en una mezcla de cristales de $TiO_{2(s)}$ y $Fe_3C_{(s)}$. Posteriormente al incrementarse la temperatura, el óxido de

titanio $\text{TiO}_{2(s)}$ se reduce a carburo de titanio $\text{TiC}_{(s)}$ y simultáneamente $\text{Fe}_3\text{C}_{(s)}$ se transforma a $\text{Fe}_{(s)}$ por efecto del agente reductor CO , al continuar el calentamiento el $\text{Fe}_{(s)}$ pasa a $\text{Fe}_{(l)}$ segregándose y localizándose sobre las partículas de carburo de titanio $\text{TiC}_{(s)}$. Con un incremento de temperatura adicional se alcanza la temperatura de evaporación del $\text{Fe}_{(l)}$ pasando a $\text{Fe}_{(g)}$ mientras las partículas de carburo de titanio continúan en estado sólido. De este nivel de temperatura hacia arriba al hacer un temple o enfriamiento rápido de la mezcla se garantiza que el $\text{Fe}_{(g)}$ se condense sobre las partículas de carburo de titanio $\text{TiC}_{(s)}$.

La síntesis de las partículas de carburo de titanio compuestas, se justifica gracias a sus múltiples aplicaciones en el mejoramiento de piezas o estructuras, al ser el TiC un material cerámico que posee una alta dureza, tener una excelente resistencia a altas temperaturas y al encontrarse envuelto en una capa de Fe le brinda una matriz estable que permite su sinterización. Puede ser aplicado de manera directa como recubrimiento duro, o utilizado como base para aleaciones conformadas por procesos de pulvimetalurgia gracias al bajo punto de sinterización del Fe .

1. OBJETIVOS

1.1 OBJETIVO GENERAL

Obtener un material compuesto mediante el uso de una antorcha de acetileno a partir de un mineral concentrado de ilmenita.

1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Diseñar y construir una antorcha de acetileno modificada para la producción del material compuesto a partir de la ilmenita.
- Establecer las composiciones y flujos necesarios de reactivos, tomando como base relaciones molares teóricas.
- Evaluar las propiedades físicas y químicas de las partículas obtenidas, mediante técnicas de caracterización.

2. ESTADO DEL ARTE

Existen diversos estudios sobre la síntesis de materiales compuestos de TiC, por diferentes técnicas, pero su producción en antorchas de reacción, es un campo que se percibe como nuevo, innovador y en constante crecimiento.⁷

Entre las investigaciones se destaca la producción de materiales compuestos de TiC por medios mecánicos como reactores de plasma, siendo estos últimos de difícil estudio debido a la dificultad en la medición de las propiedades del plasma. Entre algunos de los estudios se destacan los siguientes trabajos de investigación.

K. Das⁷ estudió sobre las diversas rutas de síntesis de compuestos de TiC reforzados, basados en metales ferrosos. El trabajo desarrollado proporciona una descripción de la dificultad en el control de tal reacción de síntesis. Las piezas de desgaste, se realizan mediante el uso exclusivamente polvos, donde el titanio reacciona con el carbono de forma exotérmica para formar carburo de titanio dentro de una matriz basada en una aleación ferrosa. Este tipo de síntesis permite obtener carburo de titanio micrométrico globular disperso homogéneamente dentro de una matriz de una aleación ferrosa.

El método de fabricación de una aleación metálica de carburo de titanio, propuesto por P. Davies, y colaboradores⁹, comprende partículas de carbono, titanio y material de matriz, en condiciones tales que el titanio y el carbono reaccionan exotérmicamente para formar una dispersión de partículas finas que comprenden carburo de titanio (preferiblemente menos de 10 micras) en una matriz predominantemente de metal.

⁷ DAS, K. Una revisión sobre las diferentes rutas de síntesis de TiC, compuestos reforzados, basados en metales ferrosos. Publicación en línea, 2002, 11 páginas, pp. 3881-3892, Journal of materials science 37 (2002) 3881-3892.

⁹ DAVIES, P. and others. Process for producing an alloy having hard particles comprising Ti carbide. EP0550725B1, April 9, 1997.

El titanio y la matriz se añaden preferiblemente como una aleación de titanio tal como ferro-titanio, por ejemplo, ferro-titanio eutéctico. Las condiciones de reacción se seleccionan preferiblemente de modo que durante la reacción de una zona fundida. Las partículas duras resultantes son de forma globular y su tamaño promedio es uniforme en toda la dispersión resultante.

J. Cruz ¹⁰ desarrolló una investigación en la obtención de material en polvo con contenido de carburo de titanio, utilizando la técnica de aleado mecánico a partir de polvos de dióxido de titanio y grafito en un molino de bolas tipo atritor por técnica de mecano síntesis; realizando diferentes moliendas, con distintos parámetros de velocidad, tiempo y relaciones de masa.

C. Poncin ¹⁹ describe una tecnología, más económica que la metalurgia de polvos. Se refiere a una pieza de desgaste hecha de estructuras de fundición reforzado por lo menos con un tipo de carburo de metal o compuestos intermetálicos, realizado mediante la colocación en el molde destinado a recibir el metal fundido, que consiste en una mezcla de polvos que reaccionan entre sí debido al calor proporcionado por el metal durante la alta temperatura de fundición (> 1400 ° C). Los polvos de la inserción reactiva, después de la reacción en estado sólido, generarán un racimo poroso (conglomerado) de partículas cerámicas duras formadas in situ, que se infiltra inmediatamente por el metal fundido. Generando una reacción exotérmica entre los polvos, lo que permite una síntesis de carburo en el molde a una alta temperatura.

En la investigación desarrollada por P. Lintune, y colaboradores ¹⁴ las piezas están hechas a partir de polvos comprimidos en un molde. La masa caliente obtenida después de la reacción en estado sólido, sigue siendo plástica y se comprime en su forma definitiva.

¹⁰ DE LA CRUZ, Jhon. Mecanosíntesis de carburos de titanio. Proyecto de investigación profesional, Universidad Autónoma de Occidente, Santiago de Cali. 2008.

¹⁹ PONCIN, C. Cast part with enhanced wear resistance. EP1450973A1, September 1, 2004.

¹⁴ LINTUNEN, P. and others. Method for the manufacture of a metal matrix composite, and a metal matrix composite. WO2002053316A1, July 11, 2002.

El inicio de la reacción sin embargo no se consigue por el calor de cualquier metal fundido como tampoco hay presencia de un fenómeno de infiltración de un metal fundido.

P. Davies, y colaboradores ⁸, estudiaron el método de fabricación de una aleación de matriz de metal de boruro de titanio, por la mezcla de polvos que comprenden ferro-titanio eutéctico, se calienta con un quemador a fin de formar las reacciones exotérmicas de boro y titanio, las condiciones de reacción se seleccionan de modo que durante la reacción el tamaño medio de las partículas duras obtenidas sea uniforme con la dispersión resultante.

La investigación desarrollada por M. Koizumi, y colaboradores ¹³, da a conocer una pieza de material compuesto reforzado, que comprende un esqueleto de cerámico, con carburos que están unidos por una matriz de metal, como un aglutinante que contiene una capa, capaz de reaccionar de acuerdo con una reacción en estado sólido, para producir el calor de fusión necesario en la aglomeración de gránulos de cerámica.

Todas estas técnicas tienen varios inconvenientes, que no permiten obtener un material compuesto reforzado con carburo de titanio sin ninguna limitación en el espesor y resistencia.

⁸ DAVIES, P. and others. Metal matrix alloys. US6099664A, August 8, 2000.

¹³ KOIZUMI, M. and others. Composite and method for producing the same. US6451249B1, September 17, 2002.

3. MARCO TEÓRICO.

En esta sección se describe, el modelo cinético propuesto para las diferentes etapas del proceso de descomposición térmica de la ilmenita, durante el calentamiento en la antorcha de acetileno, y además se describe el fenómeno de nucleación de los compuestos de interés, carburo de titanio TiC y hierro Fe, a partir de la fase gas, considerando tanto los aspectos termodinámicos del sistema Ti – Fe – O – C, como los aspectos cinéticos de los ambientes de la llama de la antorcha de acetileno.

3.1 ILMENITA

La ilmenita FeTiO_3 considerada como la combinación molar de los componentes de óxido de hierro FeO y óxido de titanio TiO_2 en proporciones de 47,3 % y 52,7% en peso respectivamente. El 90% de titanio producido al año a nivel mundial tiene como materia prima natural el mineral de ilmenita encontrado en pequeñas proporciones en algunas rocas ígneas tales como gabro, diorita y anortosita ⁵.

La ilmenita es la fuente de mayor concentración del titanio u óxido de titanio TiO_2 , siendo este un material estratégico por sus características físicas de alta resistencia mecánica y a la corrosión.

La ilmenita es comúnmente utilizada en la manufactura de pigmento blanco de dióxido de titanio. Conforme aumenta la demanda de Ti metálico disminuyen las fuentes de rutilo incrementándose el interés de explotación de menas titaníferas de baja ley tales como la ilmenita FeTiO_3 . Este mineral tiene una alta concentración de hierro, el cual debe ser separado para incrementar el contenido de Ti, para lo cual han sido propuestos diferentes métodos. ²⁰

⁵ CARVAJAL, R. y ESTEVEZ, M. Extracción del titanio sulfato del mineral ilmenita (FeTiO_3) y evaluación en la esterificación del ácido oleico. Tesis de grado. Universidad industrial de Santander. Colombia. 2008.

²⁰ VARÓN, D. A, HENAO, J. A y otros. Estudio de las Transformaciones del Mineral Ilmenita (FeTiO_3) de Puerto Colombia (Atlántico) Producidas Durante la Molienda de Alta Energía. En: Revista Colombiana de Física, Abril 2008 vol. 40, No. 1.

3.2 CARBURO DE TITANIO

El carburo de titanio TiC es un compuesto cerámico de átomos de carbono incrustados en la red de titanio metálico. Compuesto industrialmente importante debido a sus excelentes propiedades físicas y químicas de alta conductividad eléctrica y térmica, su alta dureza lo hace resistente al desgaste por abrasión, alta temperatura de fusión de 3140°C resistencia a la oxidación entre otras. Es de gran importancia e interés económico conocer dichas propiedades debido al incremento de aplicaciones, entre las más destacadas esta la metalurgia, aeronáutica, medicina, óptica y microelectrónica ⁵.

En la síntesis del carburo de titanio en recubrimientos se genera, a través de la deposición física de vapor partiendo de titanio y metano, si se emplea la deposición química de vapor se utiliza como material de partida cloruro de titanio y metano obteniendo carburo de titanio y ácido clorhídrico y por reducción carbotérmica de dióxido de titanio ²⁰.

Se puede obtener por síntesis a partir de los elementos o por un proceso de crecimiento similar a la del nitruro de titanio. En la primera reacción en función de las condiciones de reacción en el aire y cristales mixtos en la forma de nitruro de titanio carbono o Titancarboxinitruro.

Si se espera una composición especialmente pura, estequiometría, se debe emplear una mezcla de cloruro de titanio, tetracloruro de carbono e hidrógeno calentado a más de 1250 ° C con barras de grafito ²⁰.

⁵ CARVAJAL, R. y ESTEVEZ, M. Extracción del titanio sulfato del mineral ilmenita (FeTiO₃) y evaluación en la esterificación del ácido oleico. Tesis de grado. Universidad industrial de Santander. Colombia. 2008.

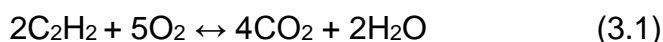
²⁰ VARÓN, D. A, HENAO, J. A y otros. Estudio de las Transformaciones del Mineral Ilmenita (FeTiO₃) de Puerto Colombia (Atlántico) Producidas Durante la Molienda de Alta Energía. En: Revista Colombiana de Física, Abril 2008 vol. 40, No. 1.

3.3 PROYECCIÓN CON LLAMA

La temperatura máxima alcanzada por la llama depende de la combustión y de la relación de los gases combustible/oxígeno, así como del flujo de los gases, para definir la mezcla de los gases de combustión se tiene en cuenta diferentes parámetros. Donde la relación óptima entre los gases corresponde a la estequiometría, donde todo el combustible y el oxígeno se encuentran balanceados durante la combustión. C. Cano, define esta mezcla con “El término relación equivalente (ϕ) que refiere a la relación combustible/aire normalizada a la mezcla estequiométrica, de forma que un valor de ϕ mayor que 1 representa un exceso de fuel en la mezcla.”⁴

En la literatura normalmente se definen tres tipos de llama, dependiendo de la relación de oxígeno y acetileno¹⁷. La llama neutra se genera cuando no hay exceso de ninguno de los dos gases de combustión y se logra cuando la relación en volumen entre los gases es 5:2, la llama carburante o reductora se alcanza cuando la proporción del gas combustible es mayor que la requerida para la llama neutra ($\phi > 1$), y la llama oxidante, es la resultante de una mezcla que contiene una mayor cantidad de oxígeno respecto al requerido en la llama neutra ($\phi < 1$)⁴.

En la combustión completa entre el acetileno y el oxígeno se generan como productos de reacción, dióxido de carbono y vapor de agua.

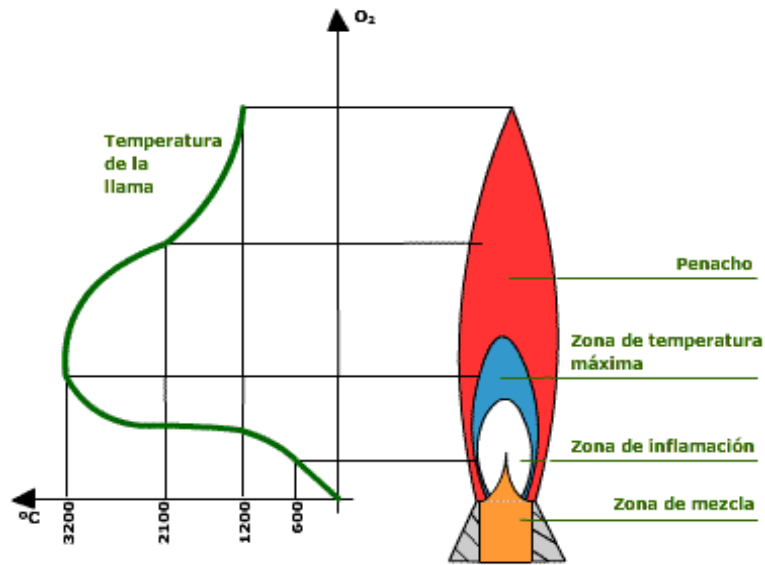


Los perfiles de temperatura de una llama oxiacetilénica con $\phi=1$ se muestra en la *figura 1*, se puede observar la zona de máxima temperatura la cual alcanza aproximadamente 3200 °C.

⁴ CANO, C. Recubrimientos cerámicos con aplicación en barreras térmicas y ambientales. Instituto de cerámica y vidrio. Madrid 22-24. 2008

¹⁷ OZTURK, A. CETEGEN, B.M. Modeling of precipitate formation in precursor droplets injected axially into an oxygen/acetylene combustion flame. Materials Science Engineering A422 (2006) 163.

Figura 1. Perfil de temperatura de llama de acetileno.



Fuente: <http://e-educativa.catedu.es/>

“Cuando mayor sea la presión y la temperatura del gas, el acetileno se descompone más fácilmente.”¹

3.4 REDUCCIÓN CARBOTÉRMICA.

La reducción carbotérmica es un proceso por el cual se pretende eliminar el oxígeno asociado normalmente a un metal, utilizando como agente reductor el carbón.

Este proceso ocurre a altas temperaturas debido a que los óxidos metálicos, suelen ser menos estables a medida que se incrementa la temperatura, la estabilidad de un óxido se encuentra establecida por parámetros termodinámicos y se puede observar su comportamiento en diagramas de energía libre-temperatura o también llamados diagramas de Richardson.¹⁶

¹ ABELLÓ, L. S.A. Manipulación del Acetileno.pdf. Recuperado de: <http://www.abellolinde.es>.

¹⁶ MEDINA, R. Oxidación cíclica en aire y degradación en atmosferas reductoras de una superaleación sinterizada NiAlCr. Tesis de grado. Universidad Simón Bolívar. Sartenejas. 2007.

Los diagramas de Ellingham muestran las condiciones en las que se llevará a cabo una reacción de oxidación o de reducción partiendo de variables termodinámicas conocidas, tales como temperatura, energía libre y presión parcial del ambiente, además de poder comparar directamente la estabilidad entre óxidos, para estos casos entre menor sea la energía libre de Gibbs se considera que es más estable la formación del óxido. ^{15,16}

La estabilidad relativa de óxidos en un sistema termodinámico se puede determinar directamente a partir de la posición que ocupan en el diagrama. Para el caso de estudio se observa la estabilidad de C - Ti - Fe - O.

3.5 CINÉTICA DEL SISTEMA Ti - Fe - O - C.

El sistema de estudio consiste en partículas de ilmenita de 75 μm , la cual se inyecta dentro de la antorcha de acetileno para lograr su transformación. Con el objetivo de simplificar el modelo cinético, se hace las siguientes hipótesis:

1. Las partículas son esféricas y de tamaño uniforme.
2. La composición de los gases de combustión permanece constante.
3. La presión total del sistema es de una atmósfera.
4. El gradiente de temperatura dentro de la partícula es despreciable.
5. No hay cambio de volumen por efecto de expansión térmica.
6. La densidad de las fases presentes es independiente de la temperatura.
7. Las fases condensadas presentes en el sistema están en el estado puro.
8. Se asume segregación total entre las dos fases presentes después de la transformación, donde el hierro líquido Fe _(l) se localiza como envolvente de la partícula de carburo de titanio sólida TiC _(s).

¹⁵ MARTÍNEZ, G. Oxidación a alta temperatura de aceros con silicio y cobre. Tesis de grado. Universidad Autónoma de Nuevo León. San Nicolás de los Garza. Monterrey. 2011

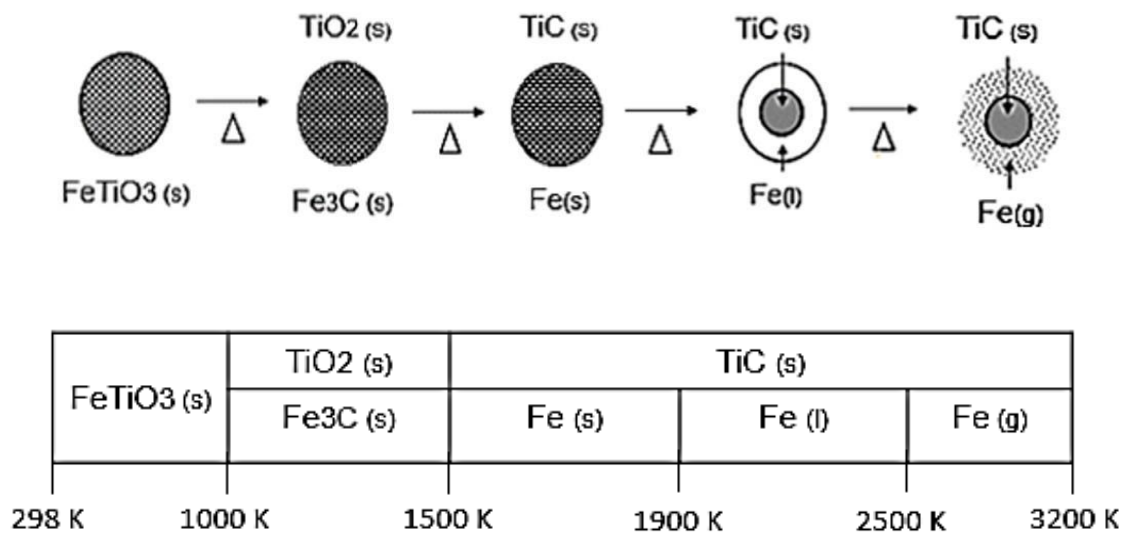
¹⁶ MEDINA, R. Oxidación cíclica en aire y degradación en atmosferas reductoras de una superaleación sinterizada NiAlCr. Tesis de grado. Universidad Simón Bolívar. Sartenejas. 2007

El proceso de transformación térmica de la ilmenita comprende las siguientes etapas:

1. Calentamiento de la partícula de ilmenita FeTiO_3 (s) desde la temperatura ambiente hasta la temperatura de la transformación a TiO_2 (s) y Fe_3C (s).
2. Reducción del Fe_3C (s) a Fe (s) simultáneamente el TiO_2 (s) pasa a TiC (s) bajo la presencia del CO (g).
3. Calentamiento de la partícula hasta el punto de fusión de la Fe (s).
4. La zona de vaporización del Fe (l) a Fe (g) corresponde a las temperaturas que alcanzan las especies superiores a 2500 K.

En la *figura 2* se muestra un diagrama esquemático del modelo conceptual, se puede observar las temperaturas a las que ocurre cada fenómeno y los rangos de temperatura donde son estables cada una de las fases involucradas.

Figura 2. Mecanismo de descomposición térmica de una partícula de ilmenita en un ambiente de elevadas temperaturas.



El balance de energía para las etapas de calentamiento, indican que la energía acumulada en la partícula es el resultado de los procesos de transferencia de calor a través de la superficie de la partícula, por medio del mecanismo de convección y radiación. La ecuación general correspondiente es de la forma siguiente:

$$\frac{\partial}{\partial t} \left(\frac{4\pi r_0^3 * \rho C_p(T)}{3M} T \right) = 4\pi r_0^2 \left(h(T) (T_g - T) + \varepsilon \sigma (T_g^4 - T^4) \right) \quad (3.2)$$

En forma similar en las etapas de transformación de la ilmenita y fusión de los óxidos, la energía requerida para efectuar estos procesos se logra por medio de los mecanismos de transferencia de calor por convección y radiación. La ecuación general para estos procesos es de la forma siguiente:

$$\frac{\partial}{\partial t} \left(\frac{4\pi r_i^3 * \rho(-\Delta H_m)}{3M} \right) = 4\pi r_0^2 \left(h(T) (T_g - T_m) + \varepsilon \sigma (T_g^4 - T_m^4) \right) \quad (3.3)$$

4. DISEÑO METODOLÓGICO

En esta sección se describen los fundamentos termodinámicos del sistema Ti – Fe – O – C. Mediante la generación de las curvas de minimización de la energía libre de Gibbs, las cuales permiten predecir las áreas de estabilidad de las diferentes especies del sistema en función de la temperatura.

En la segunda parte de este capítulo, se describe detalladamente el equipo utilizado para la realización de los experimentos de transformación térmica de la ilmenita y caracterización del mineral. Se explican las etapas del diseño de la antorcha de acetileno y se indican las herramientas utilizadas para las distribuciones de temperatura, análisis estructural y funcionamiento del sistema.

4.1 CARACTERIZACIÓN Y CONCENTRACIÓN DEL MINERAL

En la caracterización y concentración del mineral se partió de una muestra de arenas negras con una composición aproximada del 60% de ilmenita, esta fue sometida a procesos de separación magnética y su posterior reducción de tamaño, en un molino de alta energía (molino de discos EDEMET). Equipo del grupo de investigación GIMBA ubicado en el parque tecnológico Guatiguara.

El mineral fue sometido a un proceso de tamizado donde se utilizaron una serie de tamices para obtener la granulometría deseada, para nuestro caso práctico trabajamos con partículas de 75 μm . Equivalente a pasante de tamiz # 200.

El producto obtenido después del tamizado fue caracterizado por DRX (Difracción de Rayos X), servicio proporcionado por el laboratorio de rayos X en el Parque Tecnológico Guatiguara donde se obtuvo la composición cualitativa del mineral.

Figura 3. Difractograma del mineral de ilmenita.

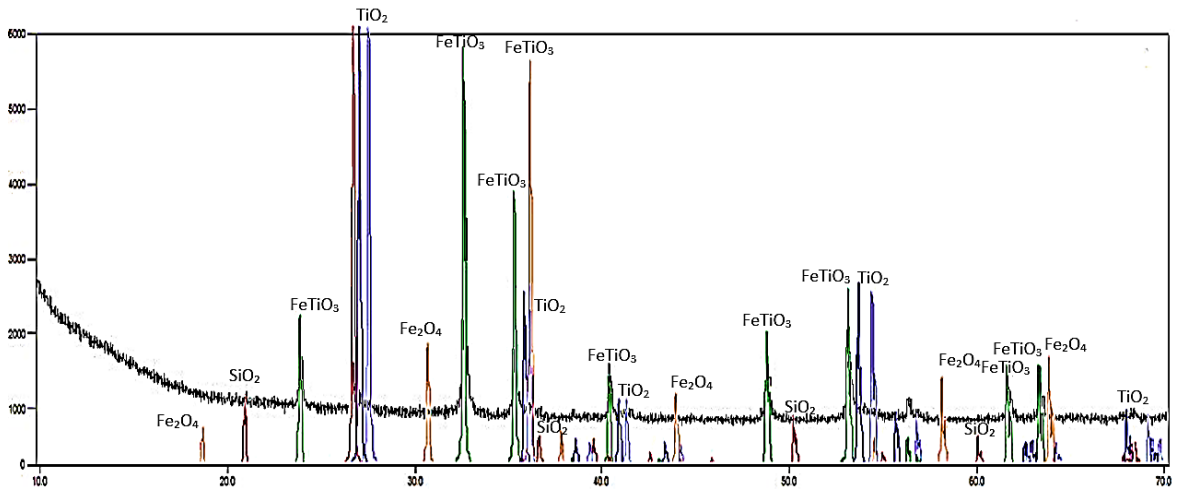


Tabla 1. Composición cualitativa del mineral.

	FASE	NOMBRE
CRISTALINOS	Fe Ti O ₃	Óxido de Hierro Titanio
	Si ₂ O ₂	Cuarzo
	Fe ₂ O ₄	Óxido de Hierro
	Ti O ₂	Óxido de Titanio
	Ti O ₂	Óxido de Titanio

En la *tabla 1* se muestran las especies que se encuentran presentes en la muestra del mineral que corresponden a los picos identificados en el difractograma de la *figura 3*.

4.2 ESTUDIO Y ANÁLISIS TERMODINÁMICO DEL SISTEMA Ti – Fe – O – C.

El estudio termodinámico se desarrolló en base a las curvas de composición de las especies estables en función de la temperatura, las cuales se obtienen mediante minimización de la energía libre de Gibbs del sistema Ti – Fe – O – C.

Estos diagramas termodinámicos se generan utilizando los datos adquiridos a través del software CSIRO CHEMIX 5,1 de aplicación para la solución de problemas termodinámicos.

En la *figura 3* se muestran las curvas de minimización de energía para un sistema $C_2H_2-O_2-FeTiO_3$. Con una relación molar respectiva de 7-5-1, variando temperatura de 1000 a 5000°C.

Según investigaciones realizadas por K. Becerra, y E. Peña, observan que la etapa dominante varía en distintos rangos de temperatura; para temperaturas entre 900 y 1200 °C, donde se encuentran diferentes reacciones: “ En una primera etapa la reducción del hierro férrico a ferroso, y una segunda etapa más lenta en la que el hierro ferroso se redujo a hierro metálico, donde la difusión del gas fue la etapa que predomina a esta temperatura”.³ En donde también se afirma que se encontró de manera experimental “ a temperaturas por debajo de 1100 °C que la reacción química es el paso controlante de la velocidad, a temperaturas entre 1100 a 1250 °C el control es mixto y por encima de 1250 °C la difusión a través de la capa de productos”.³

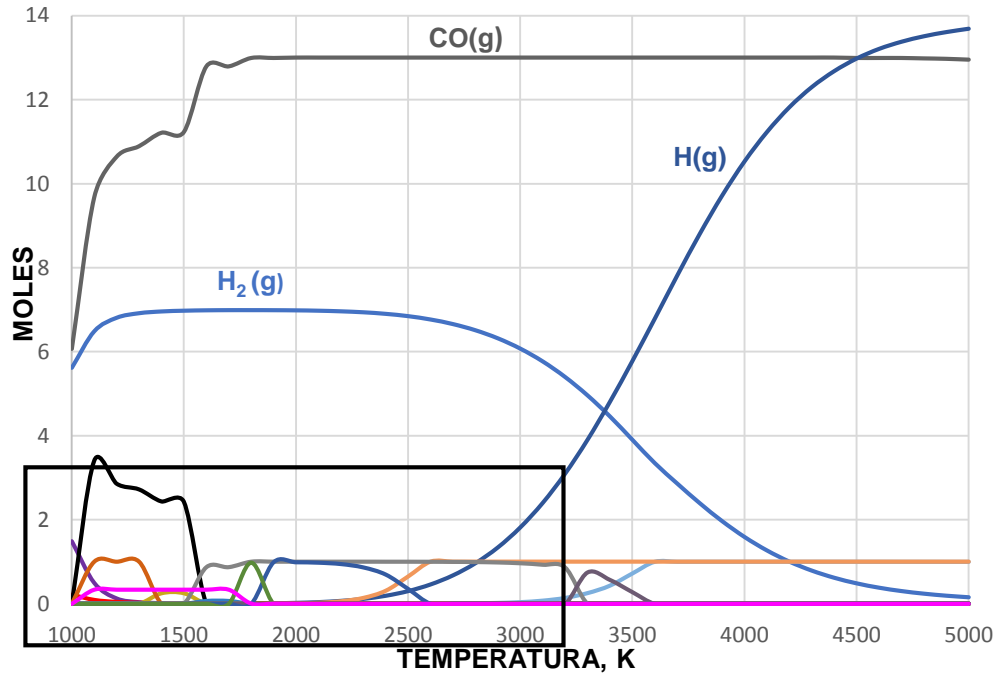
Para esta investigación se pretende utilizar como mecanismo de reacción de los reactivos el paso de estos a través de una llama o antorcha de acetileno, que trabaja a temperaturas hasta 3200 °C, se tomará como etapa inicial o control de la difusión de capas de productos.

Para analizar el comportamiento del mineral al contacto con la llama y dar validez al plan de trabajo realizado, se desarrollaron una serie de simulaciones teniendo en cuenta variables de entrada como cantidad molar, ΔG , temperatura (T) y presión (P) para obtener las condiciones teóricas de trabajo.

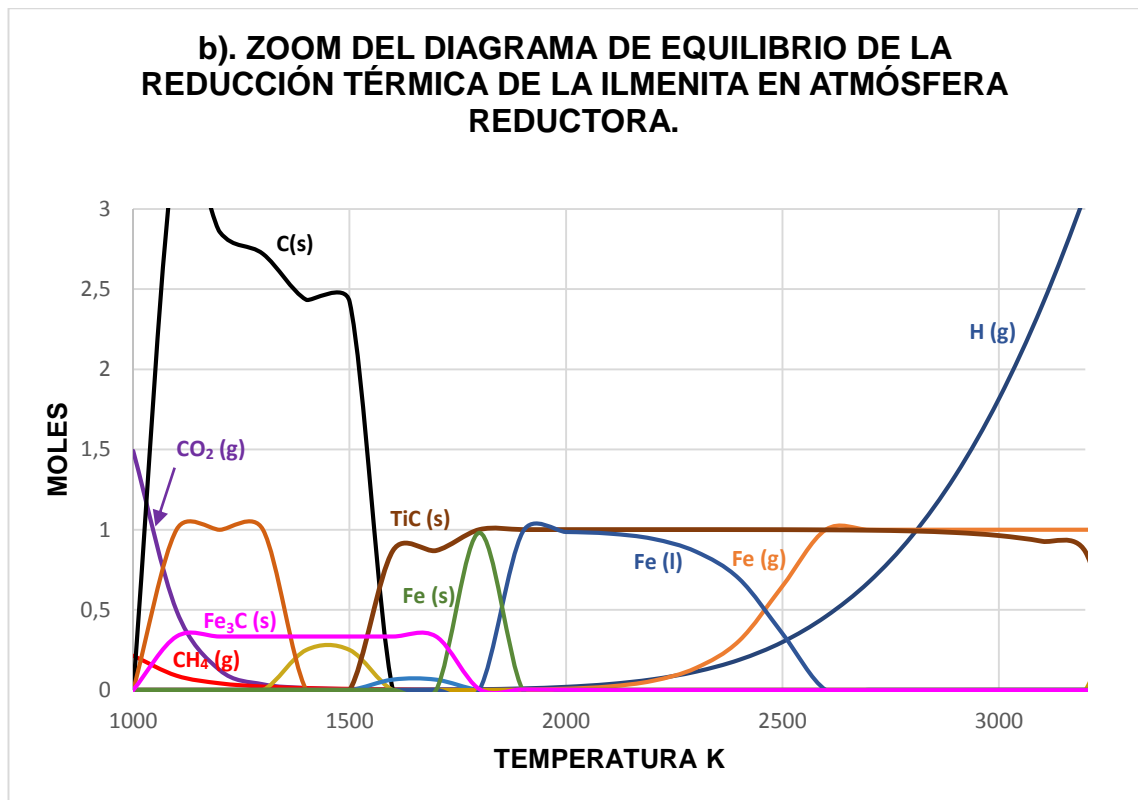
³ BECERRA, K. Y PEÑA, E. Obtención de material cerámico a partir de ilmenita por molienda mecánica de alta energía y reducción carbotérmica (tesis de grado). Universidad industrial de Santander. Colombia. 2008.

Figura 4. Diagrama de minimización de la energía libre de Gibbs del sistema Ti – Fe – O en atmosfera reductora.

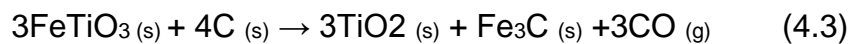
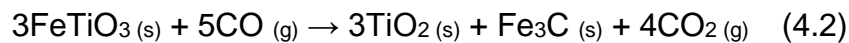
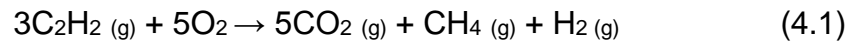
a). DIAGRAMA DE EQUILIBRIO DE LA REDUCCIÓN TÉRMICA DE LA ILMENITA EN ATMOSFERA REDUCTORA.



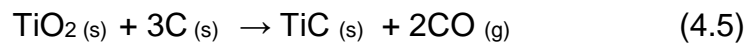
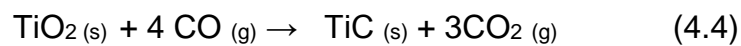
b). ZOOM DEL DIAGRAMA DE EQUILIBRIO DE LA REDUCCIÓN TÉRMICA DE LA ILMENITA EN ATMÓSFERA REDUCTORA.



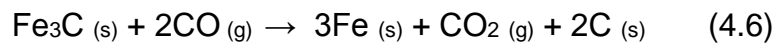
En la *figura 4, (a)* se observa el diagrama de minimización de energía libre, y en la *figura 4, (b)* se hace un acercamiento a la zona de interés para realizar el análisis del proceso de reducción térmica de la ilmenita, desde temperatura ambiente hasta la temperatura de transformación donde se tiene lugar las siguientes reacciones:



Para el rango de temperaturas de 1500 a 3200 K, el $\text{TiO}_2 (\text{s})$ se recombina para formar otras especies según las siguientes reacciones:



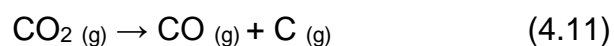
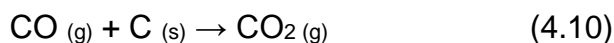
En el rango de 1500 a 1900 K, el Fe_3C sufre transformación según las siguientes reacciones:



A temperaturas superiores a 1900 K, el hierro en fase sólida pasa a líquido y luego a gas, garantizando la condensación del hierro sobre la partícula de carburo de titanio en estado sólido.



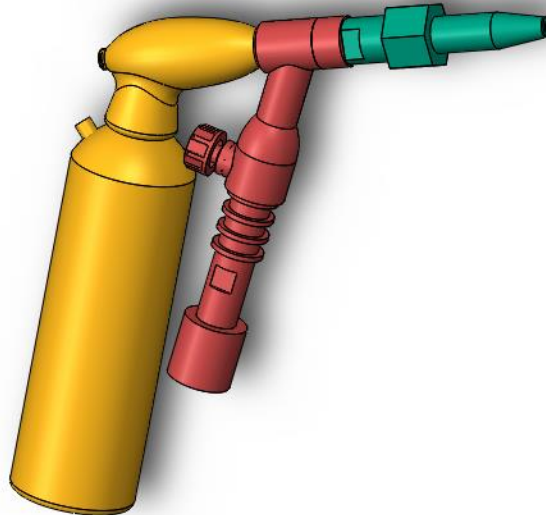
En las reacciones 4.4 y 4.6 donde hay presencia de dos reactivos sólidos, es debida a una correlación con la ecuación de boudoir.



4.3 DISEÑO DE LA ANTORCHA DE ACETILENO

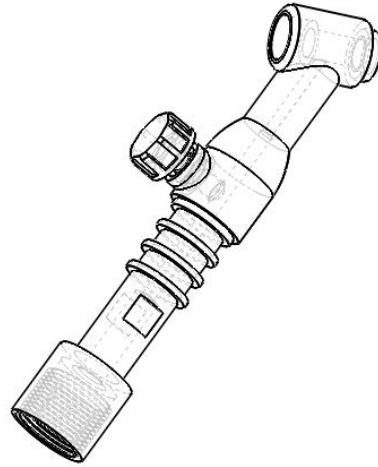
Partiendo de un diseño en 3D realizado en el software SOLIWORKS 2007 proporcionado por la “Universidad Industrial de Santander (UIS)”, se realizaron una serie de simulaciones para garantizar el funcionamiento de la antorcha. En la *figura 5* se puede observar el prototipo de la antorcha dividida en 3 zonas según su función, la zona denotada en amarillo para el sistema de alimentación, la roja indica el cuerpo de la antorcha y finalmente la zona verde para la boquilla de oxicorte.

Figura 5. Antorcha de acetileno modificada en zonas según su función.



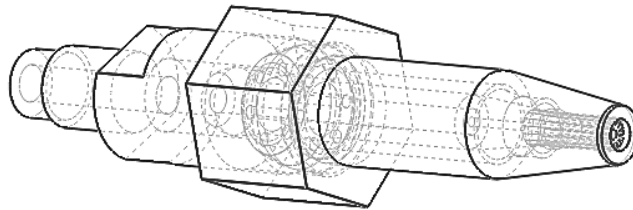
La primera etapa del diseño se centro en el cuerpo, vease la *figura 6* de la antorcha, que posee la función de soportar los gases de combustión y facilitar un medio de conexión, para el sistema de alimentación del mineral y salida de los diferentes fluidos y partículas.

Figura 6. Cuerpo de la antorcha de acetileno.



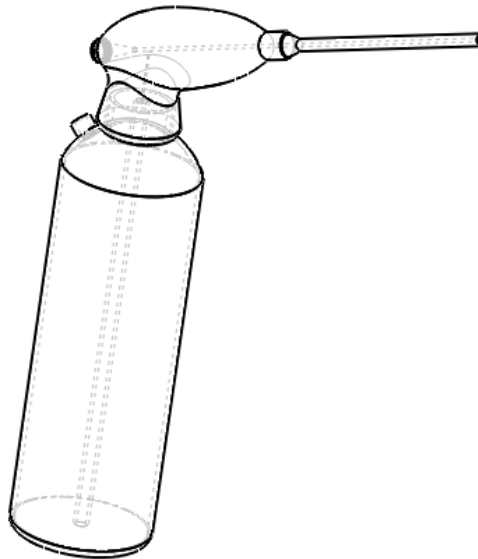
La segunda etapa del diseño se basó en el sistema de salida de los fluidos o boquilla ver *figura 7* la cual permite el paso de los gases de combustión además del mineral pulverizado y su conexión al cuerpo de la antorcha.

Figura 7. Boquilla de oxicorte.



La tercera y última parte del diseño estuvo guiada al sistema de alimentación del mineral, para esta parte del diseño se utilizaron los principios de funcionamiento de los equipos de sand blaster. En el cual utiliza un gas de arrastre, para esta investigación se utilizó aire y nitrógeno, que transportan un material particulado, generando un flujo de partículas uniforme.

Figura 8. Alimentador donde se genera el arrastre de las partículas sólidas de manera uniforme y controlada.



El diseño del sistema de alimentación de la *figura 8* permite conectar directamente la pistola y un recipiente donde se almacenan partículas de polvo con granulometría específica, permitiendo aumentar la productividad, el sistema de alimentación consta de un conducto tubular de diámetro reducido que comunica directamente a la boquilla de la pistola.

4.4 DISEÑO DEL SISTEMA DE ALIMENTACIÓN.

En el sistema de inyección del polvo, su mecanismo de expulsión es mediante un gas aplicado, donde el polvo de mineral de ilmenita, será arrastrado por dicho gas que provoca una presión de propagación a cierta velocidad, el polvo es suministrado directamente a la llama de combustión mediante corriente de aire comprimido.

El mineral introducido se mantiene mediante un flujo de aire y los gases de acetileno y oxígeno agrupados, llegan hasta la antorcha en cuyo interior se produce la mezcla, al entrar en contacto con la chispa, produce la combustión necesaria para el proceso.

Generando mediante esta combinación, una llama de alta temperatura con gran concentración de calor, por tal motivo se acondicionó un sistema de refrigeración que transporta el agua y envuelve la boquilla de la pistola.

4.5 VALIDACIÓN DEL DISEÑO DE LA ANTORCHA.

Una vez obtenida información del análisis estructural se procedió a la validación del diseño de la antorcha, a través del software de simulación ingenieril ANSYS herramienta proporcionada por la “Universidad Autónoma de Bucaramanga (UNAB)”, con el que se obtuvo información del funcionamiento del sistema y el comportamiento de las partículas, bajo un entorno controlado a través de una serie de simulaciones, con el fin de evitar experimentación innecesaria permitiendo una optimización de materiales y costos.

En la *figura 9* se puede observar la distribución de la malla utilizada en la simulación además de las condiciones de frontera para el sistema, en las *figuras 10 y 11* se especifican las entradas de los gases de combustión y la entrada de las partículas por el gas de arrastre respectivamente.

Figura 9. Condiciones de frontera para el sistema.

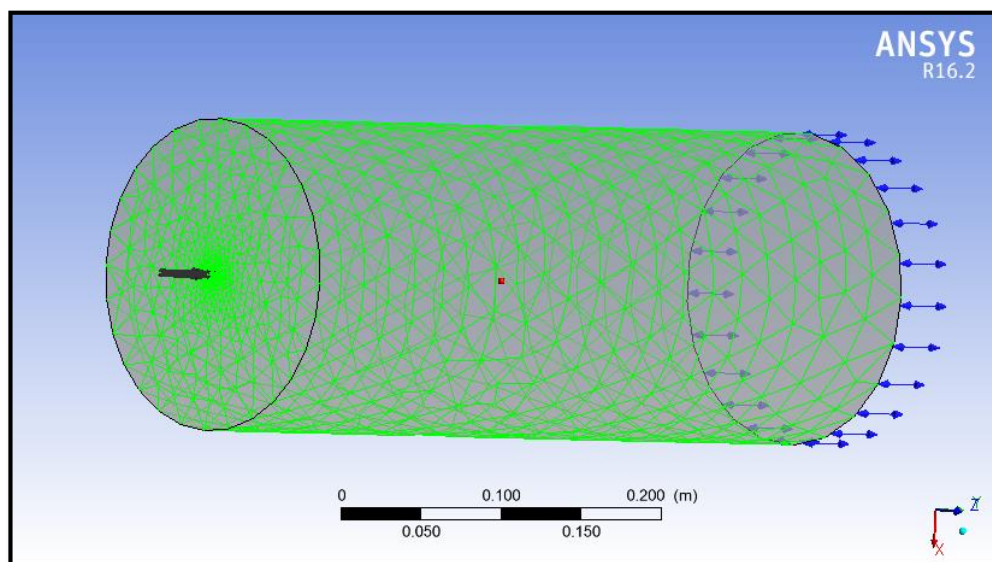


Figura 10. Entradas de los gases de combustión al sistema.

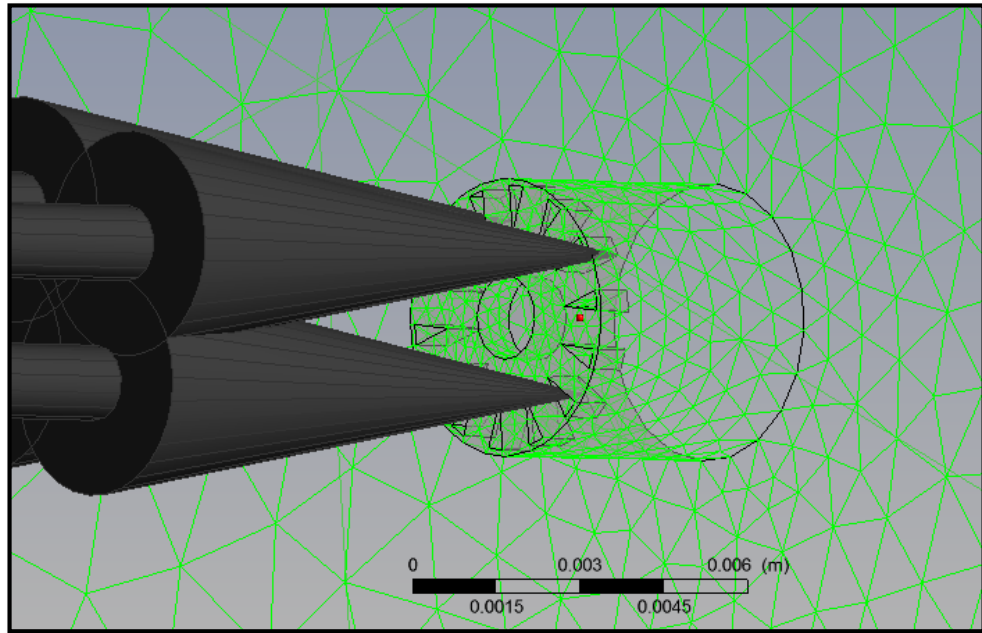
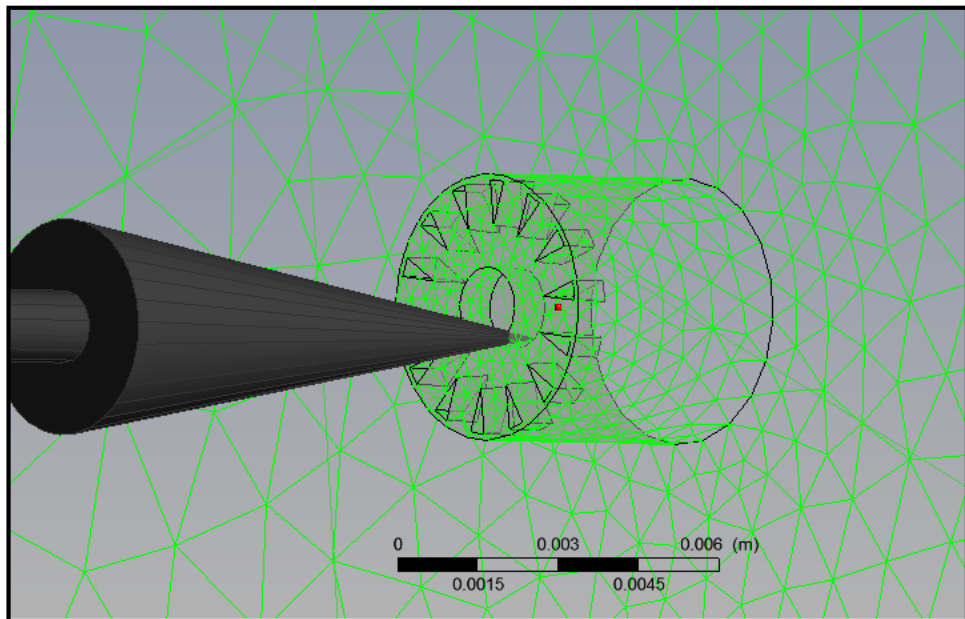


Figura 11. Entrada de partículas y gas de arrastre al sistema.



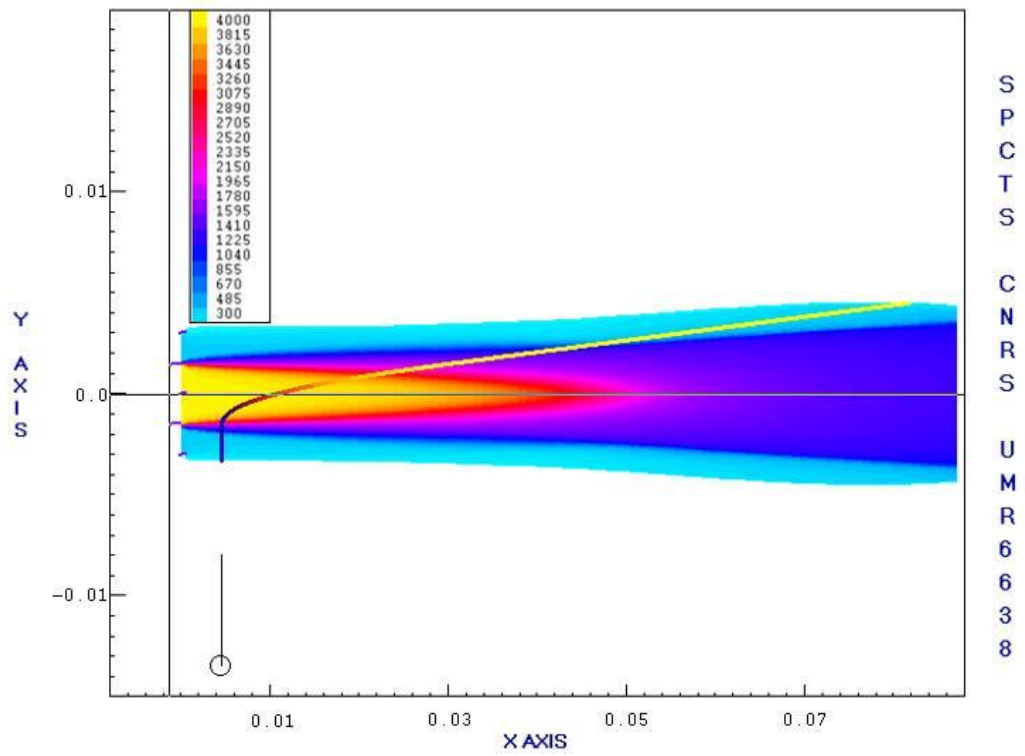
La simulación se realizó bajo las siguientes condiciones:

- Boundary: Inlet
- Boundary Details\static pressure: 5 psi
- Fluid values\ Boundary conditions\ C₂H₂: value 1
- Boundary: Inlet2
- Boundary Details\static pressure: 5 psi
- Fluid values\ Boundary conditions\ air: value 0.5
- Fluid values\ Boundary conditions\ Ilmenita: value 0.5

4.6 PERFIL TÉRMICO DE LA LLAMA DE ACETILENO.

Mediante el software libre “Jets and Poudres” de la Universidad de Limoges Francia, como herramienta para la simulación de las distribuciones de temperatura, se obtuvieron resultados del calor acumulado. En la *figura 12* los valores de temperatura están comprendidos entre 300 y 4000 K, la temperatura máxima de la partícula se encuentra alrededor de los 3600-3800 K, temperatura suficiente para lograr una transformación, lo que significa que las franjas de chorro de partículas estarán por debajo de su temperatura de fusión para el caso del titanio, permitiendo que el hierro se condense sobre este a cierta temperatura, la velocidad del flujo a la salida de la boquilla no alcanza la máxima temperatura, ajustándose a las condiciones exactas para la formación de partículas core-shell deseadas.

Figura 12. Perfil térmico de la llama de acetileno.



5. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

Para realizar un análisis de resultados adecuado se explicará de manera detallada la evolución del desarrollo experimental, mostrando los resultados obtenidos en cada etapa, y como estos influyeron en nuevas tomas de decisiones para una posterior conclusión.

La primera etapa en el desarrollo del proyecto fue exclusivamente teórica donde se plantea la hipótesis, de la obtención de un material compuesto a partir de mineral ilmenita pulverizada, al paso a través de una antorcha de reacción. Para verificar esta hipótesis se somete una muestra simbólica de mineral ilmenita, a una serie de simulaciones a través del software CSIRO versión 5, donde se calculan curvas de minimización de energía y la relación teórica molar obtenida al realizar el balance ver *tabla 2*, una vez obtenido el equilibrio de las fases y compuestos requeridos ($\text{TiC}_{(s)} + \text{Fe}_{(g)}$).

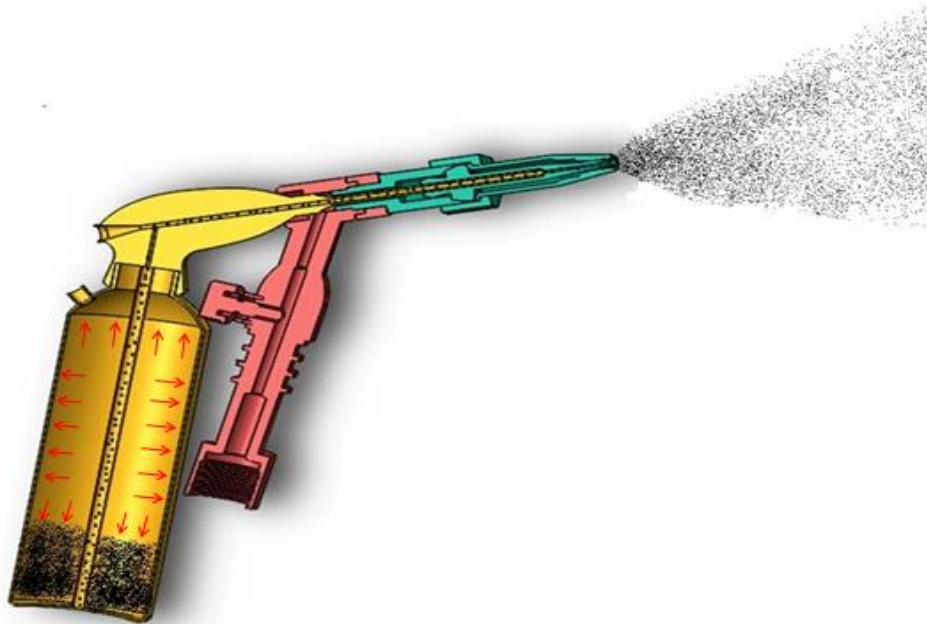
Tabla 2. Condiciones teóricas para el sistema.

Moles de C_2H_2	7
Moles de O_2	5
Moles de FeTiO_3	1
TEMPERATURA DE SISTEMA	2600 K

Con las condiciones de experimentación establecidas se dió paso al diseño y construcción de una antorcha de reacción en base de acetileno, que facilitará la manipulación del mineral y proporcionará las mejores condiciones para una transformación.

Bajo esta premisa, después de un extenso trabajo de diseño y simulación se obtuvo un prototipo funcional de esta.

Figura 13. Corte longitudinal de la antorcha de acetileno modificada.



En la *figura 13* se muestra el prototipo de la antorcha de reacción validada, que cumple con las funciones de mantener una llama constante y permitir el paso del mineral a través de esta. La zona denotada con flechas representa la presión interna del recipiente, producida por el aire encargado del arrastre del mineral en polvo. Se puede evidenciar la trayectoria y las colisiones de partículas entre sí y con la pared del conducto tubular, que inducen la dispersión del chorro de partículas a la salida de la boquilla.

La validación del sistema fue hecha por el software ingenieril ANSYS con el que se realiza un esquemático de las diferentes entradas, y se establece un volumen de control con condiciones de frontera a valores temperatura y presión estándares de (25° C, 1 ATM).

Con los valores de molaridad obtenidos en la primera etapa del proyecto, se establece la relación de flujos de acetileno y oxígeno, para observar el comportamiento de los gases y las partículas bajo estas condiciones.

$$\frac{C_2H_2}{O_2} = 1.4 \quad (5.1)$$

Figura 14. Representación de la fracción volumétrica de los gases de combustión.

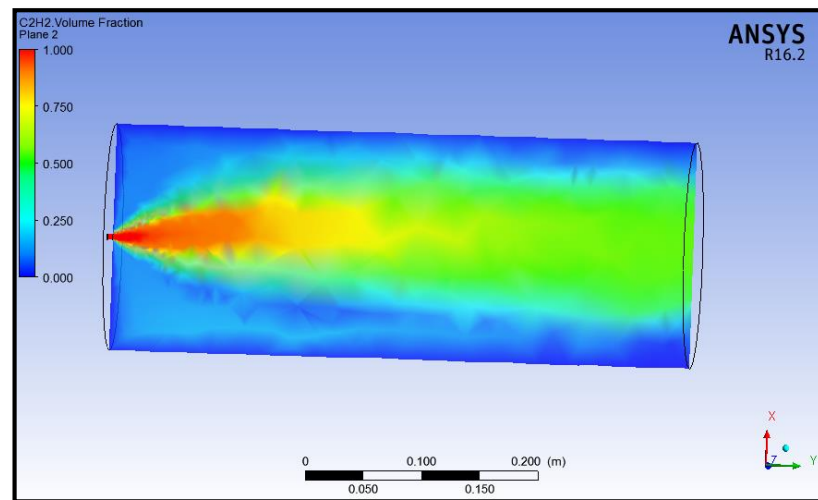
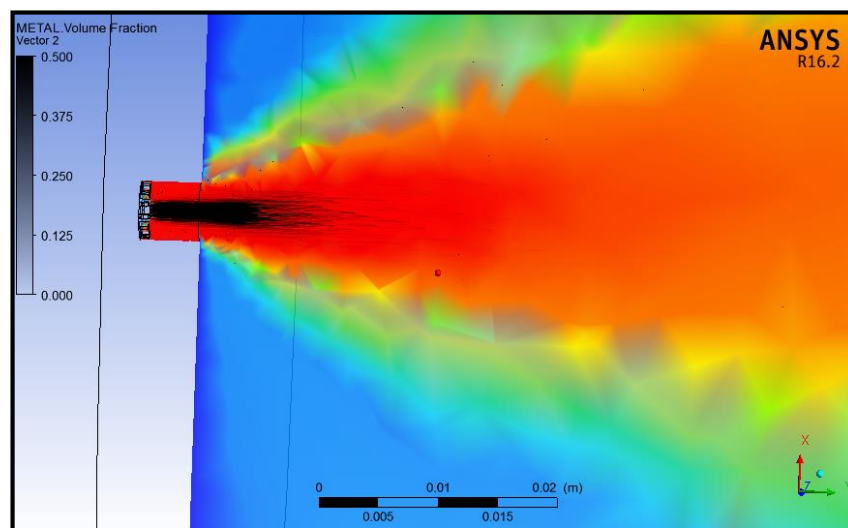


Figura 15. Representación de la fracción volumétrica de las partículas de ilmenita.

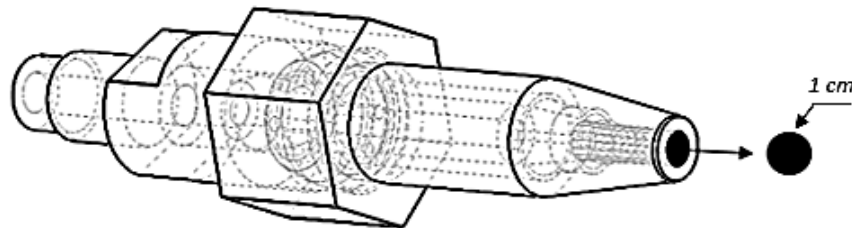


En la *figura 14* se observa el comportamiento en fracción volumétrica del acetileno C₂H₂ y del oxígeno O₂, de igual manera en la *figura 15* se observa el comportamiento de las partículas de ilmenita a 75 μm, donde la zona negra representa el movimiento vectorial de las partículas a través del flujo de gases.

Como última etapa teórica se realizó un modelamiento de la temperatura de la llama y la partícula, bajo la relación C₂H₂/O₂=1.4 en el software Jet and Poudres

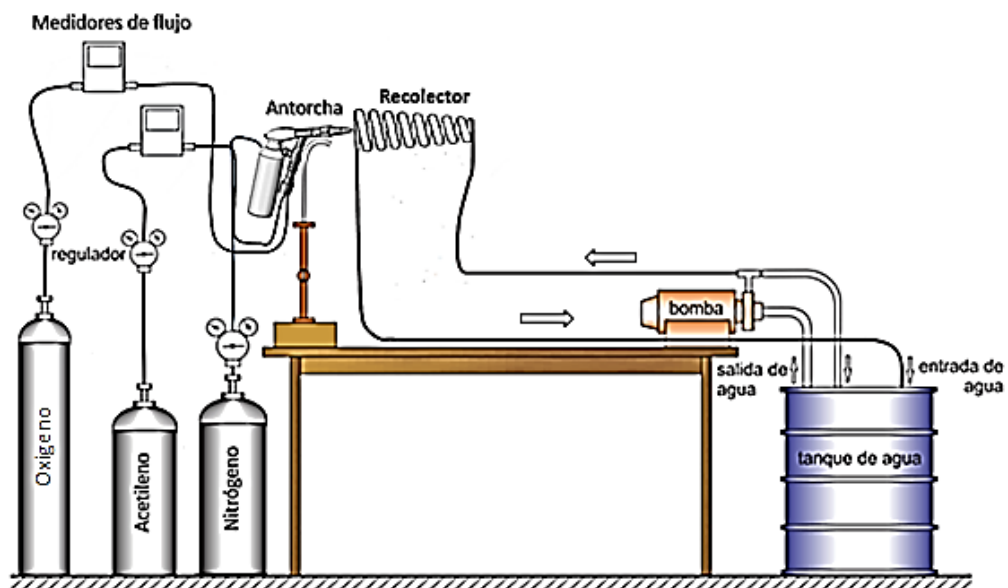
ver *figura 12*, para esta simulación se utilizó el diámetro interior mayor de la boquilla de la antorcha, debido a las limitaciones del software ver *figura 16*.

Figura 16. Representación del diámetro interno máximo de la boquilla de oxicorte.



Una vez concluida la etapa teórica se comenzó con la experimentación práctica, donde se realizó el montaje del sistema ver *figura 17*. Los cilindros de acetileno y oxígeno son utilizados como gas de combustión, regulados mediante medidores de flujo, estos están directamente conectados al centro de la antorcha, el cilindro de nitrógeno conectado al recipiente del sistema de alimentación es utilizado como gas de arrastre de las partículas de ilmenita y el recolector (espiral de cobre) tiene como función recolectar las muestras obtenidas de cada ensayo, y realizar el enfriamiento de estas, gracias al sistema de refrigeración con recirculación de agua en el espiral, posteriormente se realizaron una serie de pruebas que serán descritas a continuación.

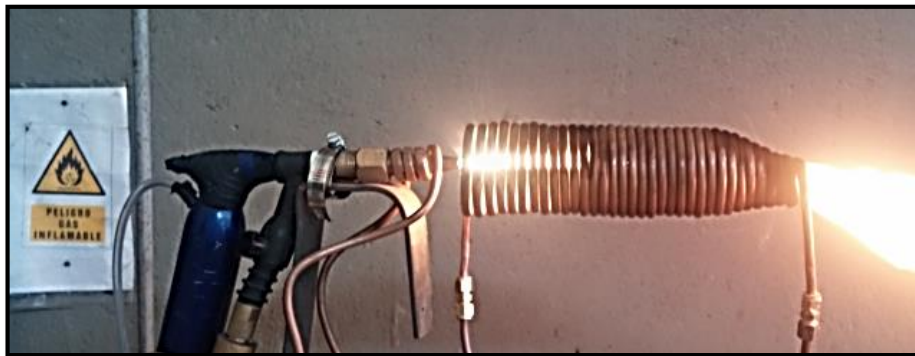
Figura 17. Montaje general del sistema practico.



5.1 ENSAYO 1.

En la primera experimentación se reguló de manera visual una llama reductora, utilizando como gas de arrastre de las partículas, aire. Con un tamaño de partícula de mineral $\leq 75\mu\text{m}$, en la *figura 18* se observa la antorcha trabajando con una llama reductora.

**Figura 18. Vista frontal de la antorcha de acetileno modificada encendida
Ensayo 1.**



Una vez concluida la prueba, se recupera el mineral recolectado por el dedo frío (espiral de cobre) y se caracteriza por DRX. Resultados que se exponen en la *figura 19* y en la *tabla 3*.

Figura 19. Difractograma primer ensayo.

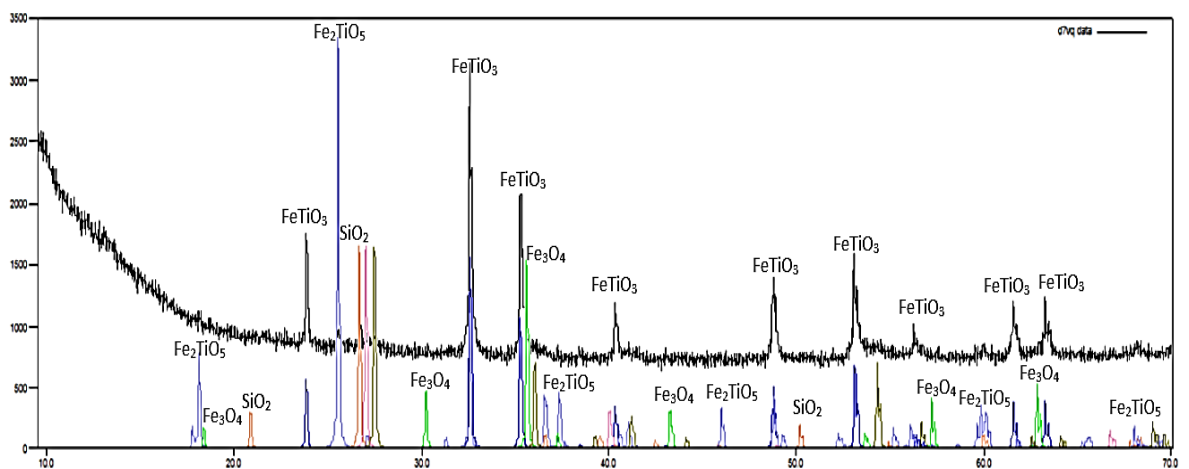


Tabla 3. Composición cualitativa, primer ensayo.

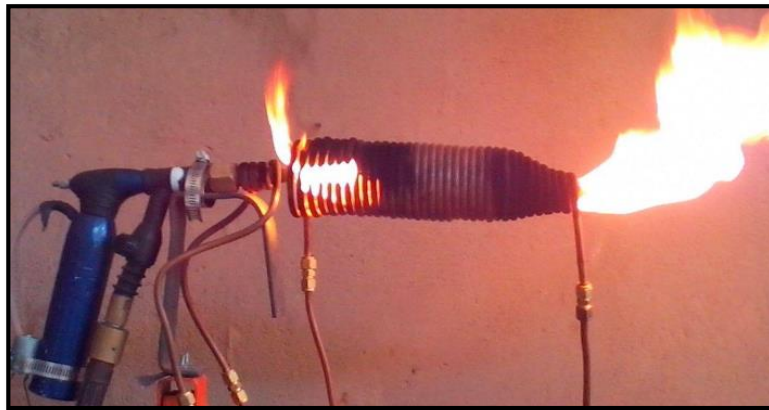
	FASE	NOMBRE
CRISTALINOS	Fe Ti O_3	Óxido de Hierro Titanio
	$\text{Fe}_2 \text{ Ti O}_5$	Óxido de Hierro Titanio
	$\text{Fe}_3 \text{ O}_4$	Óxido de Hierro
	Ti O_2	Óxido de Titanio
	$\text{Al}_2 \text{ O}_3 \cdot 2\text{Si O}_2 \cdot 3\text{H}_2 \text{ O}$	Aluminio Silicato Hidratado
	$\text{Si}_2 \text{ O}_2$	Cuarzo

Por los picos de difracción observados en el difractograma de la *figura 19*, se puede decir que hubo una pre reducción del mineral, pero esta no fue suficiente para la obtención del TiC, debido a que el flujo de material por minuto era demasiado alto, lo cual no permitió que las partículas alcanzaran la temperatura de reducción, además no se observa C (grafito) en la fase cristalina, producto de la reacción incompleta del C_2H_2 . Dentro de los resultados tabulados del difractograma de la *figura 19* en la *tabla 3*, sugieren que las condiciones reductoras no fueron apropiadas.

5.2 ENSAYO 2.

Para el segundo experimento se realizó una mejora en el sistema de alimentación, acondicionando un sistema de vibración mecánica, ya que en la primera experimentación este no fue completamente constante y se redujo la presión del flujo de las partículas. Se mantuvo una llama reductora regulada de manera visual, como se observa en la *figura 20* la llama es altamente carburante o reductora.

Figura 20. Vista frontal de la antorcha encendida ensayo 2. Condición con atmósfera altamente reductora, pero temperatura menor a 2500 C.



Una vez concluido el ensayo 2 los resultados fueron enviados a DRX para su caracterización.

Figura 21. Difractograma Segundo ensayo.

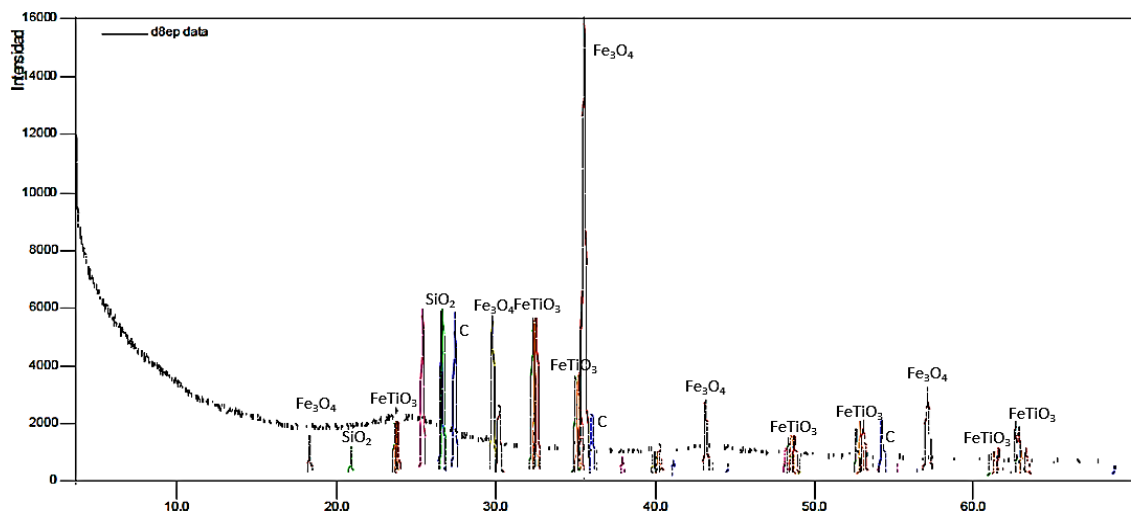


Tabla 4. Composición cualitativa, segundo ensayo.

FASE		NOMBRE
CRISTALINOS	FeTiO ₃	Ilmenita
	C	Grafito
	SiO ₂	Cuarzo
	Ti O ₂	Anatasa
	Fe ₃ O ₄	Magnetita
	Ti O ₂	Rutilo

Al realizar un análisis de los resultados expuestos en la *figura 21* y *tabla 4*, se observa la presencia de C (grafito) y óxido de hierro magnetita Fe_3O_4 .

Lo cual señala que la atmósfera fue reductora y hubo una pre-reducción de óxido de hierro Fe_2O_4 a magnetita Fe_3O_4 , al encontrarse corregido el sistema de alimentación.

La ausencia del TiC se debe a que si bien la atmósfera fue reductora no alcanzó los valores o las relaciones molares adecuadas, cabe resaltar que no se trabajó bajo una cámara de atmósfera inerte, lo cual podría dar lugar a una oxidación posterior al proceso de sintetización.

5.3 ENSAYO 3.

En la tercera experimentación, se reguló los flujos de los gases de combustión a través de medidores de flujo, obteniendo una llama reductora con una relación de $\text{C}_2\text{H}_2/\text{O}_2$ de 1.5 para condiciones reales del sistema ver *figura 22*. Se optimizó el sistema de alimentación y se cambió el gas de arrastre por nitrógeno para evitar oxidaciones del mineral por el contacto del oxígeno presente en el gas.

Figura 22. Vista frontal de la antorcha encendida ensayo 3. Utilizando como gas de arrastre nitrógeno y regulando los flujos de los gases de combustión.

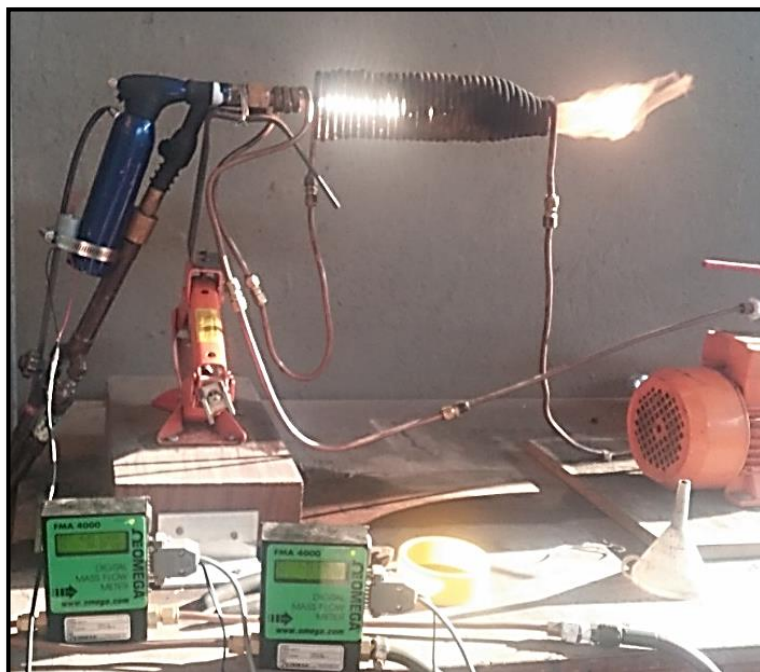


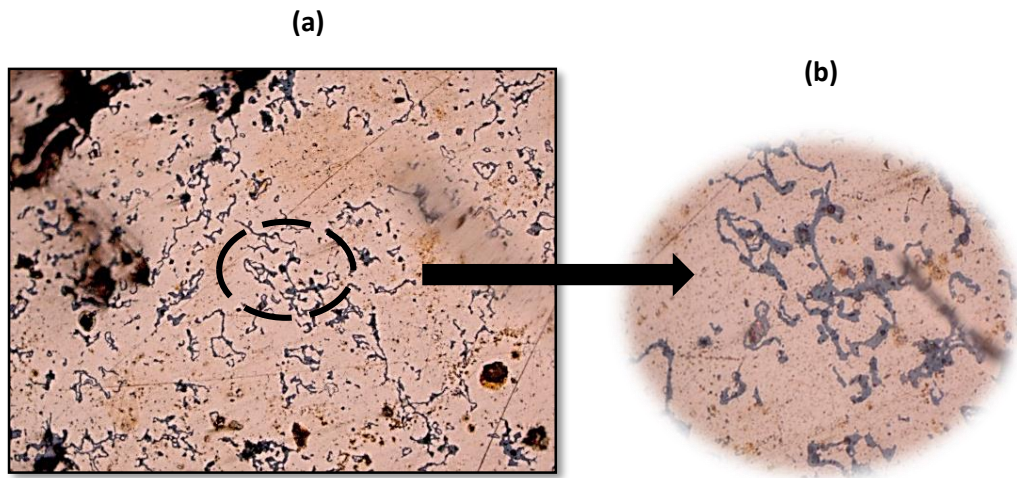
Tabla 5. Corrección de los flujos obtenidos por los medidores de flujo.

	FACTOR	MEDICION	FLUJO REAL
OXÍGENO	0.9926	1.51	1.498826
ACETILENO	0.5829	3.99	2.325771

Los flujos utilizados para el oxígeno y el acetileno respectivamente fueron 1,5 L/min y 2,33 L/min después de realizar la conversión respectiva.

Una vez concluida la prueba los resultados fueron enviados a DRX para su caracterización.

Figura 24. Microestructura de la probeta sinterizada. (a). Tomada mediante microscopía óptica a 500x. (b) Vista detallada a 1000x.



La *figura 24*, se observa la presencia de una segunda fase, posiblemente carburo de titanio con hierro, donde su distribución depende del proceso de mezcla, en una matriz de cobre que fue utilizada para aglomerar, la compresión utilizada fue de 10 psi en una probeta de 1 pul, la granulometría de los polvos fue $< 75 \mu\text{m}$, se sinterizó a 1000 grados durante 1 hora.

Se realizaron medidas de dureza a la probeta, de acuerdo a la norma ASTM E10 y E18 ver *tabla 7*, la muestra fue colocada en el durómetro (Wilson Rockwell-M.I.C. I-modelo 4TT) aplicando una carga de 150 kg, utilizando un indentador de cono de diamante, para la escala C.

Tabla 7. Valores de dureza obtenidos en la probeta.

Sección	Punto	Durezas HRC	Promedio HRC
Transversal	1	57	51.3
	2	41	
	3	56	

Los resultados obtenidos presentan variación, debido a la presencia de porosidad en la probeta conformada, pero evidencian que efectivamente se encuentra una fase dura (carburo de titanio), que genera un aumento considerable en la dureza del cobre con respecto a valores teóricos de este en estado puro.

6. CONCLUSIONES

1. El proceso de obtención de carburo de titanio-hierro metálico a partir de la ilmenita, utilizando una antorcha de oxiacetilénica modificada, se comprobó satisfactoriamente a nivel experimental, obteniendo una mezcla de estos materiales cuyo tamaño de partícula podría estar a nivel nanométrico. Tamaño de partícula óptimo para la fabricación de un material compuesto de alta dureza.
2. En el diagrama de minimización de energía libre del sistema Fe -Ti - O - C - H, se observa que las especies presentes a la máxima temperatura alcanzada por la antorcha de oxiacetileno son: carburo de titanio $\text{TiC}_{(s)}$ y hierro $\text{Fe}_{(g)}$, lo cual indica que durante el enfriamiento rápido el $\text{Fe}_{(g)}$ se condensa sobre las partículas de carburo de titanio sólido $\text{TiC}_{(s)}$. Este comportamiento se corroboró experimentalmente por medio del análisis de Difracción de Rayos X.
3. La velocidad de alimentación óptima para realizar el proceso de reducción del mineral de ilmenita, fue de 1 g/min, la cual permite a las partículas alcanzar la temperatura máxima durante su tiempo de residencia en la llama de la antorcha de acetileno.
4. La diferencia entre la relación molar del sistema experimental y las predicciones del diagrama de energía libre es de un 10%. Esto se debe posiblemente a que el diagrama de minimización de energía asume que todas las especies están en estado puro, lo cual no se puede afirmar a nivel experimental teniendo en cuenta que la ilmenita es un mineral que contiene cierto grado de impurezas.
5. Los resultados obtenidos en el ensayo número 3, muestran un material con un alto grado de amorficidad, que se atribuye a que el tamaño de

partícula obtenido puede ser nano-métrico, lo cual dificulta la identificación de los picos en un diagrama de DRX.

6. El diseño de la antorcha cumplió de manera efectiva su objetivo, de generar la llama reductora, controlar la velocidad de alimentación e inyectar la ilmenita en polvo por el centro de la llama de acetileno para su transformación.
7. La serie de simulaciones realizadas utilizando las diferentes herramientas ya descritas, logró establecer de manera acertada las condiciones de síntesis y de funcionamiento del sistema sin recurrir a una excesiva experimentación.
8. La antorcha de oxiacetileno modificada fue diseñada y construida durante el desarrollo de este proyecto, utilizando diferentes materiales de bajo costo y fácil obtención en el mercado local.

7. RECOMENDACIONES

1. Se recomienda realizar las pruebas en una cámara de atmósfera controlada, para evitar posibles oxidaciones del material al entrar en contacto con el oxígeno en el aire.
2. Se recomienda guardar las muestras obtenidas después de las pruebas en un desecador, para evitar la hidratación de las especies por contacto con la humedad del aire.

BIBLIOGRAFÍA

- [1] ABELLÓ, L. S.A. Manipulación del Acetileno.pdf. Recuperado de: <http://www.abellolinde.es>.
- [2] ATSDR. Resumen de salud pública tetracloruro de titanio.pdf. [1997]. Recuperado de: <http://www.atsdr.cdc.gov>.
- [3] BECERRA, K. Y PEÑA, E. Obtención de material cerámico a partir de ilmenita por molienda mecánica de alta energía y reducción carbotérmica (tesis de grado). Universidad industrial de Santander. Colombia. 2008.
- [4] CANO, C. Recubrimientos cerámicos con aplicación en barreras térmicas y ambientales. Instituto de cerámica y vidrio. Madrid 22-24. 2008
- [5] CARVAJAL, R. y ESTEVEZ, M. Extracción del titanio sulfato del mineral ilmenita (FeTiO_3) y evaluación en la esterificación del ácido oleico. Tesis de grado. Universidad industrial de Santander. Colombia. 2008.
- [6] CHANG, DAVIES, P. and others. Preparation of zirconia-mullite flakes via a plasma rapid solidification process using starting materials derived from a sol-gel technique. *Journal of Non-Crystalline Solids*, Volume: 290 Issue:2-3 (2001) 231.
- [7] DAS, K. Una revisión sobre las diferentes rutas de síntesis de TiC , compuestos reforzados, basados en metales ferrosos. Publicación en línea, 2002, 11 páginas, pp. 3881-3892, *Journal of materials science* 37 (2002) 3881-3892.
- [8] DAVIES, P. and others. Metal matrix alloys. US6099664A, August 8, 2000.
- [9] DAVIES, P. and others. Process for producing an alloy having hard particles

comprising Ti carbide. EP0550725B1, April 9, 1997.

[10] DE LA CRUZ, Jhon. Mecanosíntesis de carburos de titanio. Proyecto de investigación profesional, Universidad Autónoma de Occidente, Santiago de Cali. 2008.

[11] FOUGA, J, GAVIRIA, J. Caracterización microestructural de los productos de cloración de ilmenita. Universidad Nacional de Cuyo. Congreso conamet/sam. 2004.

[12] GOMEZ, Judith Cecilia. Estudio de la descomposición térmica del circón en un reactor de plasma de arco no transferido. Tesis de maestría. Universidad Simón Bolívar. 1995.

[13] KOIZUMI, M. and others. Composite and method for producing the same. US6451249B1, September 17, 2002.

[14] LINTUNEN, P. and others. Method for the manufacture of a metal matrix composite, and a metal matrix composite. WO2002053316A1, July 11, 2002.

[15] MARTÍNEZ, G. Oxidación a alta temperatura de aceros con silicio y cobre. Tesis de grado. Universidad Autónoma de Nuevo León. San Nicolás de los Garza. Monterrey. 2011.

[16] MEDINA, R. Oxidación cíclica en aire y degradación en atmosferas reductoras de una superaleación sinterizada NiAlCr. Tesis de grado. Universidad Simón Bolívar. Sartenejas. 2007.

[17] OZTURK, A. CETEGEN, B.M. Modeling of precipitate formation in precursor droplets injected axially into an oxygen/acetylene combustion flame. Materials Science Engineering A422 (2006) 163.

[18] PABLOS, A. IRANZO, P. OSENDI, M.I. Thermal conductivity of different materials used in buildings.

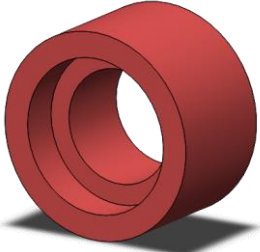

[19] PONCIN, C. Cast part with enhanced wear resistance. EP1450973A1, September 1, 2004.

[20] VARÓN, D. A, HENAO, J. A y otros. Estudio de las Transformaciones del Mineral Ilmenita (FeTiO_3) de Puerto Colombia (Atlántico) Producidas Durante la Molienda de Alta Energía. En: Revista Colombiana de Física, Abril 2008 vol. 40, No. 1.

ANEXOS

Anexo A. Especificaciones y valor de cada uno de los componentes de la antorcha modificada.

IMAGEN	ESPECIFICACIONES	VALOR
	<p>Adaptador entre el cuerpo y la boquilla.</p>	<p>\$35000</p>
	<p>Boquilla de oxicorte</p>	<p>\$24000</p>
	<p>Rosca que conecta y sujeta la boquilla.</p>	<p>\$15000</p>
	<p>Cuerpo de la antorcha de acetileno</p>	<p>\$180000</p>

	<p>Arandela de unión de la boquilla con el adaptador del cuerpo.</p>	<p>\$15000</p>
	<p>Recipiente donde se almacenan las partículas de polvo de mineral ilmenita.</p>	<p>\$20000</p>
	<p>Alimentador donde se genera el arrastre de las partículas sólidas.</p>	<p>\$50000</p>

Anexo B. Difracción de ilmenita y ensayo número 1

		LABORATORIO DE RAYOS X UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER	Código: F-T-D-04
		INFORME DE RESULTADOS DIFRACCIÓN DE	Versión: 01
			Página 1 de 3

FECHA	DIA	MES	AÑO	INFORME	INF-116-16-DRX
	04	04	2016		

DATOS DEL CLIENTE			
Empresa	Universidad Industrial de Santander		
Nombre	Milton Manrique		
Dirección	Parque Tecnológico Guatiguará	Nit o C.C	890.201.213-4
Ciudad	Piedecuesta Santander	Orden de Compra	NO APLICA
e-mail	mmanriqster@gmail.com	Teléfono	3143443170

METODOLOGIA DE TRABAJO																									
Preparación de las muestras	<ul style="list-style-type: none"> Las muestras fueron montadas directamente en un portamuestra de polimetilmetacrilato (PMMA) mediante la técnica de llenado frontal. 																								
Condiciones de medición	<ul style="list-style-type: none"> Se realizó en un difractómetro de polvo marca BRUKER modelo D8 ADVANCE con Geometría DaVinci bajo las siguientes condiciones: <table style="margin-left: 20px;"> <tr><td>Voltaje</td><td>40 (kV)</td></tr> <tr><td>Corriente</td><td>30 (mA)</td></tr> <tr><td>Rendija de Divergencia</td><td>0,6 mm</td></tr> <tr><td>Rendijas Soller Primario</td><td>2,5°</td></tr> <tr><td>Muestreo</td><td>0,01526° 2theta</td></tr> <tr><td>Rango de Medición</td><td>3,5°-70° 2Theta</td></tr> <tr><td>Radiación</td><td>CuKα1</td></tr> <tr><td>Filtro</td><td>Níquel</td></tr> <tr><td>Uso de Anti-dispersor de Aire</td><td>Si</td></tr> <tr><td>Detector</td><td>Lineal LynxEye</td></tr> <tr><td>Tipo de barrido</td><td>A pasos</td></tr> <tr><td>Tiempo de muestreo</td><td>0,4 segundos</td></tr> </table> 	Voltaje	40 (kV)	Corriente	30 (mA)	Rendija de Divergencia	0,6 mm	Rendijas Soller Primario	2,5°	Muestreo	0,01526° 2theta	Rango de Medición	3,5°-70° 2Theta	Radiación	CuK α 1	Filtro	Níquel	Uso de Anti-dispersor de Aire	Si	Detector	Lineal LynxEye	Tipo de barrido	A pasos	Tiempo de muestreo	0,4 segundos
Voltaje	40 (kV)																								
Corriente	30 (mA)																								
Rendija de Divergencia	0,6 mm																								
Rendijas Soller Primario	2,5°																								
Muestreo	0,01526° 2theta																								
Rango de Medición	3,5°-70° 2Theta																								
Radiación	CuK α 1																								
Filtro	Níquel																								
Uso de Anti-dispersor de Aire	Si																								
Detector	Lineal LynxEye																								
Tipo de barrido	A pasos																								
Tiempo de muestreo	0,4 segundos																								
Ensayo	<ul style="list-style-type: none"> Análisis Cualitativo El análisis cualitativo de las fases presentes en la muestra se realizó mediante comparación del perfil observado con los perfiles de difracción reportados en la base de datos PDF-2 del <i>International Centre for Diffraction Data</i> (ICDD). 																								
Tratamiento de las muestras	Químico <input type="checkbox"/> Térmico <input type="checkbox"/> Ninguno <input checked="" type="checkbox"/>																								

	LABORATORIO DE RAYOS X UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER	Código: F-T-D-04
		Informe de Resultados Difracción de Versión: 01 Página 2 de 4

RESULTADOS OBTENIDOS

Los resultados obtenidos durante los análisis cualitativos, se relacionan a continuación en 2 tablas que describen las fórmulas y nombres de las fases identificadas para cada una de las muestras.

A continuación se relaciona el código de las muestras suministradas por el cliente. En paréntesis el código interno asignado.

1. Ilmenita original (d7vo)

	FASE	No. TARJETA PDF-2	NOMBRE
Cristalinos	Fe Ti O_3	010-75-1209	Óxido de Hierro Titanio
	$\text{Si}_2 \text{O}_2$	010-85-0795	Cuarzo
	$\text{Fe}_2 \text{O}_4$	010-72-6170	Óxido de Hierro
	Ti O_2	010-80-1501	Oxido de Titanio
	Ti O_2	030-65-1118	Oxido de Titanio

2. Muestra sobre el espiral (d7vq)

	FASE	No. TARJETA PDF-2	NOMBRE
Cristalinos	Fe Ti O_3	010-71-1140	Oxido de Hierro Titanio
	$\text{Fe}_2 \text{Ti O}_5$	010-70-2728	Oxido de Hierro Titanio
	$\text{Fe}_3 \text{O}_4$	010-71-6337	Oxido de Hierro
	Ti O_2	010-75-6234	Oxido de Titanio
	$\text{Al}_2 \text{O}_3 \cdot 2\text{Si O}_2 \cdot 3\text{H}_2 \text{O}$	000-38-0449	Aluminio Silicato Hidratado
	$\text{Si}_2 \text{O}_2$	010-85-0794	Cuarzo

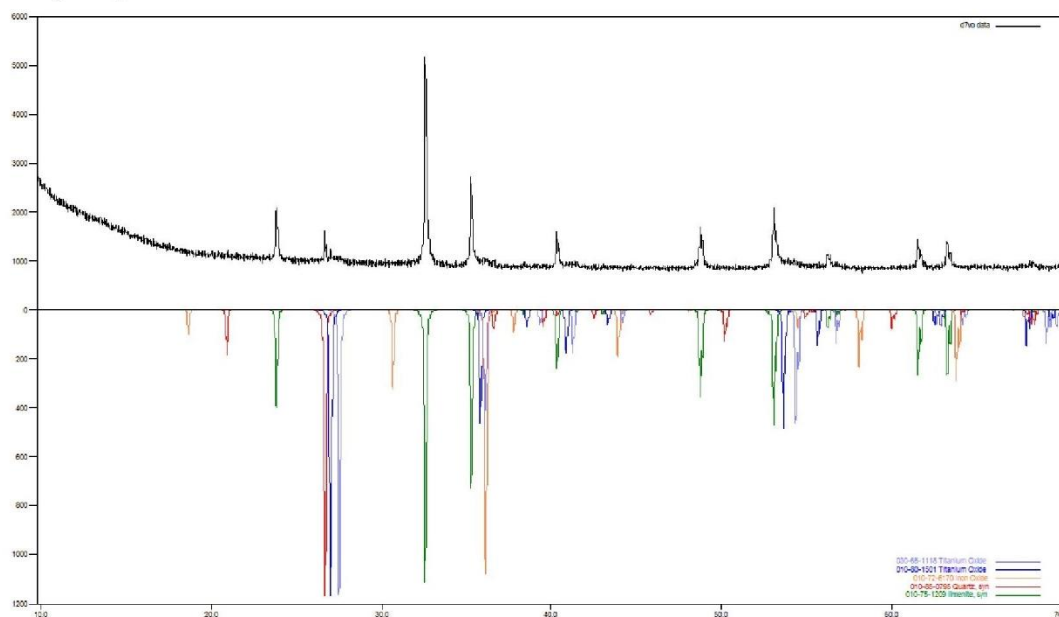
Universidad industrial de Santander, Km. 2 Vía al Refugio Sede UIS-Guatiguará, Edificio de Investigaciones,
Laboratorio de Rayos-X, Laboratorio 104, Piedecuesta, Santander, PBX 6344000 Ext. 3512

Apartado Aereo N°678, Email: calidadrx@uis.edu.co NIT 890.201.213-4

	LABORATORIO DE RAYOS X UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER	Código: F-T-D-04
		Versión: 01
INFORME DE RESULTADOS DIFRACCIÓN DE		Página 3 de 4

A continuación se presentan las imágenes de los resultados del análisis cualitativo para cada una de las muestras.

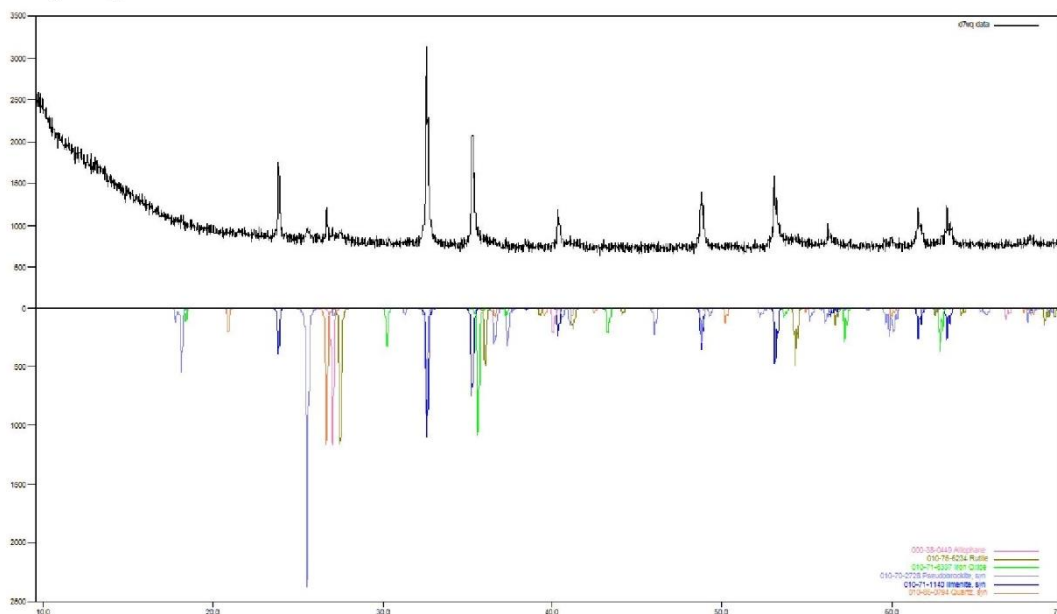
I. (d7vo)



Universidad industrial de Santander, Km. 2 Vía al Refugio Sede UIS-Guatiguará, Edificio de Investigaciones,
 Laboratorio de Rayos-X, Laboratorio 104, Piedecuesta, Santander, PBX 6344000 Ext. 3512
 Apartado Aereo N°678, Email: calidadrx@uis.edu.co NIT 890.201.213-4

	LABORATORIO DE RAYOS X UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER	Código: F-T-D-04
		Versión: 01
INFORME DE RESULTADOS DIFRACCIÓN DE		Página 4 de 4

2. (d7vq)



Observaciones:

- Los resultados se relacionan únicamente a las muestras analizadas.
- Si desea expresar su percepción con respecto al presente servicio o ensayo, hágalo por medio del correo electrónico direccionrx@uis.edu.co o al PBX: 6344000 Ext. 3512.
- No se debe reproducir el informe de ensayo excepto en su totalidad, sin la aprobación escrita del laboratorio.

Elaboró:	Revisó:	Aprobó:
Qco. John Deiver Bonilla Jaimes Profesional Analista PQ. 4175	Qco. Jose Hernando Quintana Mendoza Coordinador de calidad PQ. 3408	Dr. José Antonio Henao M. Director Laboratorio Rayos-X PQ. 0321

Universidad industrial de Santander, Km. 2 Vía al Refugio Sede UIS-Guatigará, Edificio de Investigaciones, Laboratorio de Rayos-X, Laboratorio 104, Piedecuesta, Santander, PBX 6344000 Ext. 3512
 Apartado Aereo N°678, Email: calidadrx@uis.edu.co NIT 890.201.213-4

Anexo C. Difracción ensayo número 2

 	LABORATORIO DE RAYOS X UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER	Código: F-T-D-04
		Versión: 01
	INFORME DE RESULTADOS DIFRACCIÓN DE RAYOS-X	Página 2 de 4

TOMA Y ANÁLISIS DE DATOS			
Fecha de recepción de las muestras	01/02/2016	Fecha de medición	01/02/2016
Tipo de muestras	Minerales	Fecha análisis de resultados	02/02/2016

RESULTADOS OBTENIDOS

I. A (D8EP):

	FASE	PDF	NOMBRE
Cristalino	Fe Ti O ₃	000-75-1206	Ilmenita
	Fe Ti O ₃	000-75-1203	Ilmenita
	Fe Ti O ₃	000-75-1204	Ilmenita
	C	000-89-8487	Grafito
	Si O ₂	000-85-0504	Cuarzo
	Ti O ₂	000-73-1764	Anatasa
	Fe ₃ O ₄	000-75-1609	Magnetita
	Ti O ₂	000-76-1939	Rutilo
	(Mg _{·129} Ca _{·871}) (C O ₃)	000-86-2336	Calcita magnesiana

Universidad industrial de Santander, Km. 2 Vía al Refugio Sede UIS-Guatigará, Edificio de Investigaciones, Laboratorio de Rayos-X, Laboratorio 104, Piedecuesta, Santander, PBX 6344000 Ext. 3512
 Apartado Aereo N°678, Email: calidadrx@uis.edu.co NIT 890.201.213-4

 	LABORATORIO DE RAYOS X UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER	Código: F-T-D-04
	INFORME DE RESULTADOS DIFRACCIÓN DE RAYOS-X	Versión: 01
		Página 1 de 4

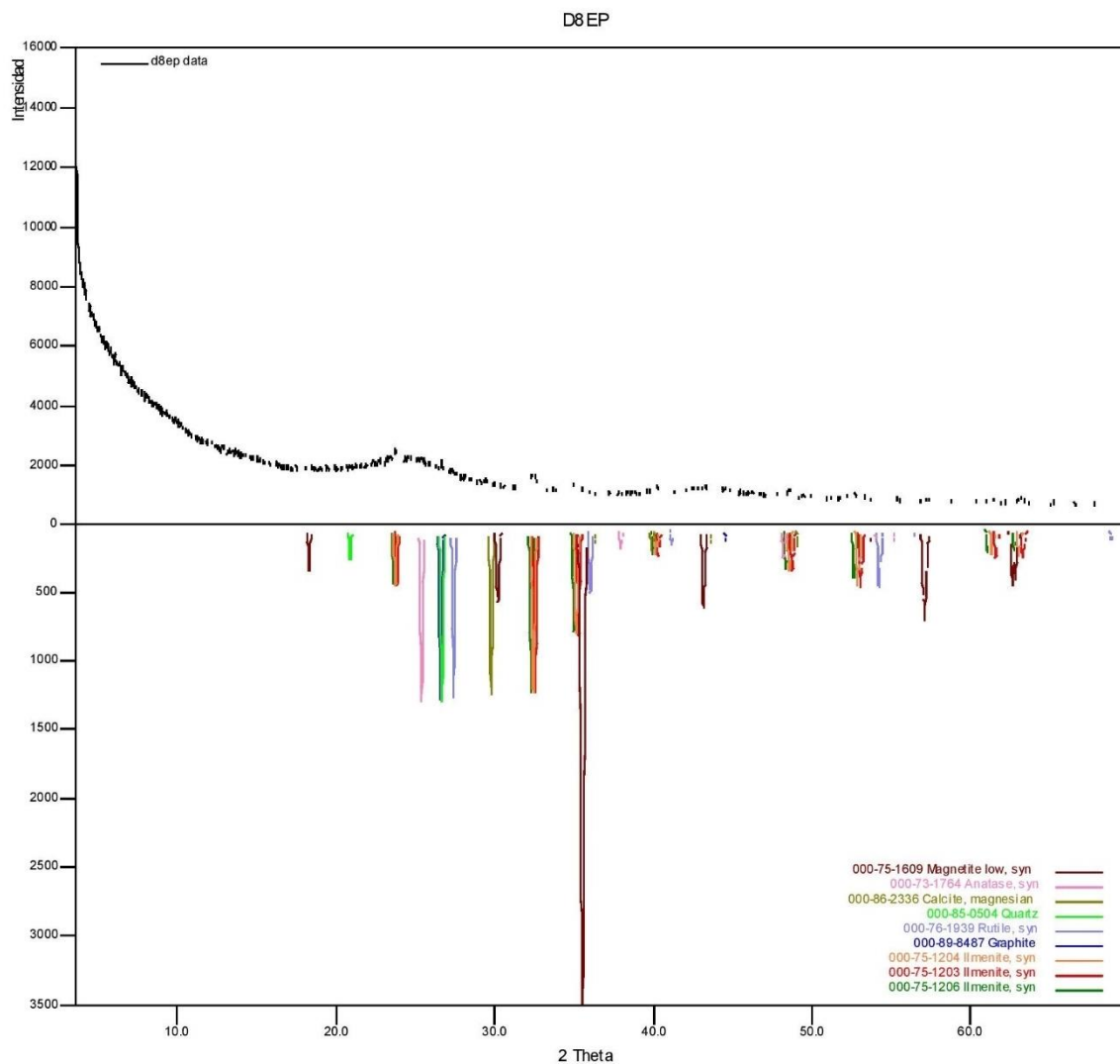
FECHA	DIA	MES	AÑO	INFORME	INF-022-16-DRX
	15	02	2016		

DATOS DEL CLIENTE			
Empresa	Universidad Industrial de Santander		
Nombre	Milton Manrique		
Dirección	Parque Tecnológico Guatiguará	Nit o C.C	890.201.213-4
Ciudad	Piedecuesta Santander	Orden de Compra	NO APLICA
e-mail	mmanriquester@gmail.com	Teléfono	3143443170

METODOLOGIA DE TRABAJO																									
Preparación de las muestras	<ul style="list-style-type: none"> Las muestras fueron molidas y homogenizadas en un mortero de ágata. Posteriormente, el espécimen seleccionado de las muestras fue montado en un portamuestra de polimetilmetacrilato (PMMA) mediante la técnica de llenado frontal. 																								
Condiciones de medición	<ul style="list-style-type: none"> Se realizó en un difractómetro de polvo marca BRUKER modelo D8 ADVANCE con Geometría DaVinci bajo las siguientes condiciones: <table style="width: 100%; border: none;"> <tr><td>Voltaje</td><td>40 (kV)</td></tr> <tr><td>Corriente</td><td>30 (mA)</td></tr> <tr><td>Rendija de Divergencia</td><td>0,6 mm</td></tr> <tr><td>Rendijas Soller Primario</td><td>2,5°</td></tr> <tr><td>Muestreo</td><td>0,01526° 2theta</td></tr> <tr><td>Rango de Medición</td><td>3,5°-70,0° 2Theta</td></tr> <tr><td>Radiación</td><td>CuKα I</td></tr> <tr><td>Filtro</td><td>Níquel</td></tr> <tr><td>Uso de Anti-dispersor de Aire</td><td>No</td></tr> <tr><td>Detector</td><td>Lineal LynxEye</td></tr> <tr><td>Tipo de barrido</td><td>A pasos</td></tr> <tr><td>Tiempo de muestreo</td><td>0,4 segundos</td></tr> </table> 	Voltaje	40 (kV)	Corriente	30 (mA)	Rendija de Divergencia	0,6 mm	Rendijas Soller Primario	2,5°	Muestreo	0,01526° 2theta	Rango de Medición	3,5°-70,0° 2Theta	Radiación	CuK α I	Filtro	Níquel	Uso de Anti-dispersor de Aire	No	Detector	Lineal LynxEye	Tipo de barrido	A pasos	Tiempo de muestreo	0,4 segundos
Voltaje	40 (kV)																								
Corriente	30 (mA)																								
Rendija de Divergencia	0,6 mm																								
Rendijas Soller Primario	2,5°																								
Muestreo	0,01526° 2theta																								
Rango de Medición	3,5°-70,0° 2Theta																								
Radiación	CuK α I																								
Filtro	Níquel																								
Uso de Anti-dispersor de Aire	No																								
Detector	Lineal LynxEye																								
Tipo de barrido	A pasos																								
Tiempo de muestreo	0,4 segundos																								
Ensayo	<ul style="list-style-type: none"> Análisis Cualitativo El análisis cualitativo de las fases presentes en las muestras se realizó mediante comparación del perfil observado con los perfiles de difracción reportados en la base de datos PDF-2 del <i>International Centre for Diffraction Data</i> (ICDD). 																								
Tratamiento de las muestras	Químico <input type="checkbox"/> Térmico <input type="checkbox"/> Ninguno <input checked="" type="checkbox"/>																								

Universidad industrial de Santander, Km. 2 Vía al Refugio Sede UIS-Guatiguará, Edificio de Investigaciones,
 Laboratorio de Rayos-X, Laboratorio 104, Piedecuesta, Santander, PBX 6344000 Ext. 3512
 Apartado Aereo N°678, Email: calidadrx@uis.edu.co NIT 890.201.213-4
 Página 1 de 4

	LABORATORIO DE RAYOS X UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER	Código: F-T-D-04
		Versión: 01
		Página 3 de 4
INFORME DE RESULTADOS DIFRACCIÓN DE RAYOS-X		



Universidad industrial de Santander, Km. 2 Vía al Refugio Sede UIS-Guatiguará, Edificio de Investigaciones,
 Laboratorio de Rayos-X, Laboratorio 104, Piedecuesta, Santander, PBX 6344000 Ext. 3512

Apartado Aereo N°678, Email: calidadrx@uis.edu.co NIT 890.201.213-4

Página 3 de 4

 	LABORATORIO DE RAYOS X UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER	Código: F-T-D-04
	INFORME DE RESULTADOS DIFRACCIÓN DE RAYOS-X	Versión: 01 Página 4 de 4

Observaciones:

- Los resultados se relacionan únicamente a las muestras analizadas.
- **Se recomienda realizar un análisis elemental para corroborar la presencia de las fases encontradas en las muestras.**
- Si desea expresar su percepción con respecto al presente servicio o ensayo, hágalo por medio del correo electrónico calidadrx@uis.edu.co o al PBX: 6344000 Ext. 3512.
- No se debe reproducir el informe de ensayo excepto en su totalidad, sin la aprobación escrita del laboratorio.

Elaboró:	Revisó:	Aprobó:
Qco. John Deiver Bonilla Jaimes Profesional Analista PQ. 4175	Qco. Jose Hernando Quintana Mendoza Coordinador de calidad PQ. 3408	Dr. José Antonio Henao Martínez. Director Laboratorio Rayos-X PQ. 0321

Universidad industrial de Santander, Km. 2 Vía al Refugio Sede UIS-Guatiguará, Edificio de Investigaciones,
 Laboratorio de Rayos-X, Laboratorio 104, Piedecuesta, Santander, PBX 6344000 Ext. 3512
 Apartado Aereo N°678, Email: calidadrx@uis.edu.co NIT 890.201.213-4

Página 4 de 4

Anexo D. Difracción ensayo número 3

	LABORATORIO DE RAYOS X UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER	Código: F-T-D-04
	INFORME DE RESULTADOS DIFRACCIÓN DE	Versión: 01 Página 1 de 4

FECHA	DIA	MES	AÑO	INFORME	INF-004-16-DRX
	21	01	2016		

DATOS DEL CLIENTE																											
Empresa	Universidad Industrial de Santander																										
Nombre	Milton Manrique																										
Dirección	Parque Tecnológico Guatiguará	Nit o C.C	890.201.213-4																								
Ciudad	Piedecuesta Santander	Orden de Compra	NO APLICA																								
e-mail	mmanriquester@gmail.com	Teléfono	3143443170																								
METODOLOGIA DE TRABAJO																											
Preparación de las muestras	<ul style="list-style-type: none"> Las muestras fueron montadas directamente en un portamuestra de polimetilmetacrilato (PMMA) mediante la técnica de llenado frontal. 																										
Condiciones de medición	<ul style="list-style-type: none"> Se realizó en un difractor de polvo marca BRUKER modelo D8 ADVANCE con Geometría DaVinci bajo las siguientes condiciones: <table style="width: 100%; border: none;"> <tr> <td style="width: 60%;">Voltaje</td> <td>40 (kV)</td> </tr> <tr> <td>Corriente</td> <td>30 (mA)</td> </tr> <tr> <td>Rendija de Divergencia</td> <td>0,6 mm</td> </tr> <tr> <td>Rendijas Soller Primario</td> <td>2,5°</td> </tr> <tr> <td>Muestreo</td> <td>0,01526° 2theta</td> </tr> <tr> <td>Rango de Medición</td> <td>3,5°-70° 2Theta</td> </tr> <tr> <td>Radiación</td> <td>CuKαI</td> </tr> <tr> <td>Filtro</td> <td>Níquel</td> </tr> <tr> <td>Uso de Anti-dispersor de Aire</td> <td>No</td> </tr> <tr> <td>Detector</td> <td>Lineal LynxEye</td> </tr> <tr> <td>Tipo de barrido</td> <td>A pasos</td> </tr> <tr> <td>Tiempo de muestreo</td> <td>0,4 segundos</td> </tr> </table>			Voltaje	40 (kV)	Corriente	30 (mA)	Rendija de Divergencia	0,6 mm	Rendijas Soller Primario	2,5°	Muestreo	0,01526° 2theta	Rango de Medición	3,5°-70° 2Theta	Radiación	CuK α I	Filtro	Níquel	Uso de Anti-dispersor de Aire	No	Detector	Lineal LynxEye	Tipo de barrido	A pasos	Tiempo de muestreo	0,4 segundos
Voltaje	40 (kV)																										
Corriente	30 (mA)																										
Rendija de Divergencia	0,6 mm																										
Rendijas Soller Primario	2,5°																										
Muestreo	0,01526° 2theta																										
Rango de Medición	3,5°-70° 2Theta																										
Radiación	CuK α I																										
Filtro	Níquel																										
Uso de Anti-dispersor de Aire	No																										
Detector	Lineal LynxEye																										
Tipo de barrido	A pasos																										
Tiempo de muestreo	0,4 segundos																										
Ensayo	<ul style="list-style-type: none"> Medición de tres muestras inorgánicas. 																										
Tratamiento de las muestras	Químico <input type="checkbox"/> Térmico <input type="checkbox"/> Ninguno <input checked="" type="checkbox"/>																										

TOMA Y ANÁLISIS DE DATOS			
Fecha de recepción de las muestras	15/01/2016	Fecha de medición	16/01/2016 18/01/2016
Tipo de muestras	Inorgánicas	Fecha análisis de resultados	18/01/2016

Universidad industrial de Santander, Km. 2 Vía al Refugio Sede UIS-Guatiguará, Edificio de Investigaciones,
 Laboratorio de Rayos-X, Laboratorio 104, Piedecuesta, Santander, PBX 6344000 Ext. 3512
 Apartado Aereo N°678, Email: calidadrx@uis.edu.co NIT 890.201.213-4

		LABORATORIO DE RAYOS X UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER	Código: F-T-D-04
		INFORME DE RESULTADOS DIFRACCIÓN DE	Versión: 01 Página 2 de 3

TOMA Y ANÁLISIS DE DATOS			
Fecha de recepción de las muestras	07/04/2016	Fecha de medición	07/04/2016
Tipo de muestras	Inorgánicas	Fecha análisis de resultados	07/04/2016

RESULTADOS OBTENIDOS

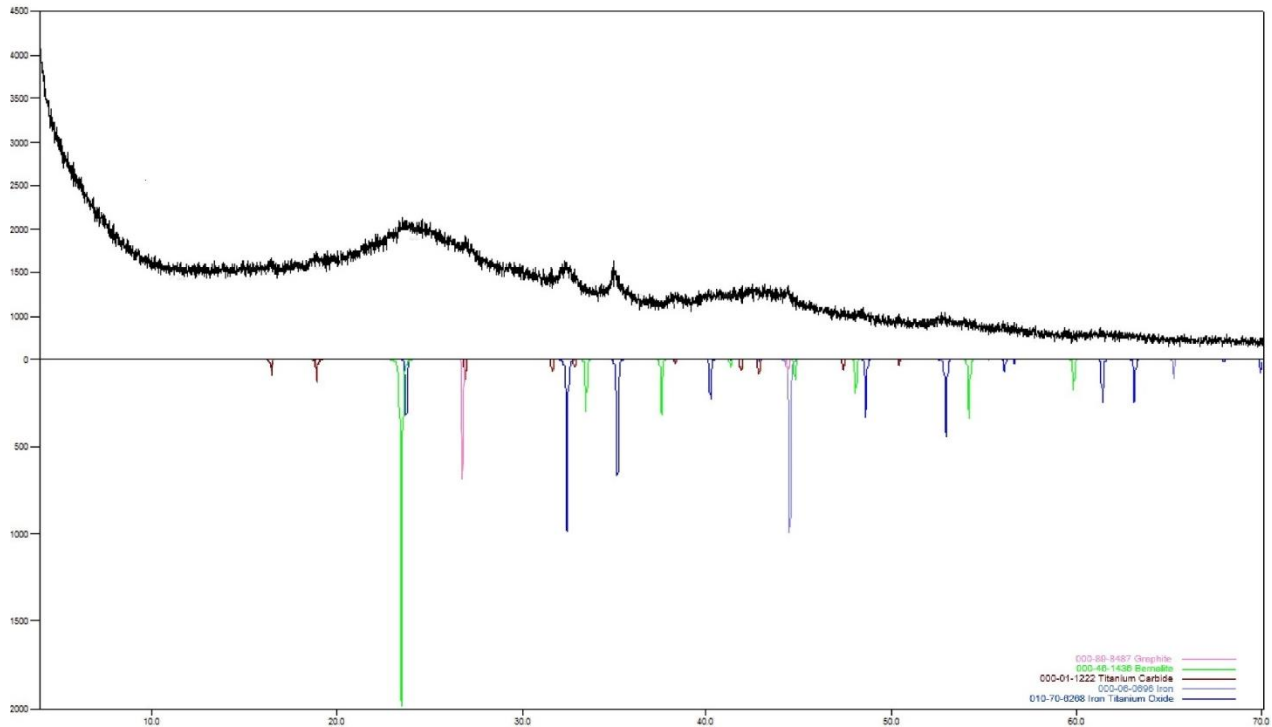
Los resultados obtenidos durante el análisis cualitativo, se relacionan a continuación en una tabla que describe las fórmulas y nombres de las fases identificadas.

I. MPFI (d9ig)

	FASE	No. TARJETA PDF-2	NOMBRE
Cristalinos	C	000-89-8487	Grafito
	Fe(OH) ₃	000-46-1436	Bernalita
	TiC	000-01-1222	Carburo de Titanio
	Fe	000-06-0696	Hierro

	LABORATORIO DE RAYOS X UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER	Código: F-T-D-04
	INFORME DE RESULTADOS DIFRACCIÓN DE	Versión: 01 Página 3 de 3

I. (d9ig)



Observaciones: La muestra identificada como d9ig podría llegar a tener más componentes pero debido a la amorficidad del material solo es posible identificar los componentes mayoritarios.

- Los resultados se relacionan únicamente a las muestras analizadas.
- Si desea expresar su percepción con respecto al presente servicio o ensayo, hágalo por medio del correo electrónico calidadrx@uis.edu.co o al PBX: 6344000 Ext. 3512.
- No se debe reproducir el informe de ensayo excepto en su totalidad, sin la aprobación escrita del laboratorio.

Elaboró:	Revisó:	Aprobó:
Qco. Jose Hernando Quintana Mendoza Director técnico PQ. 3408	Qco. Jose Hernando Quintana Mendoza Director técnico PQ. 3408	Dr. José Antonio Henao M. Director Laboratorio Rayos-X PQ. 0321