

**DESARROLLO DE UN PROCESO PULVIMETALURGICO
PARA LA FABRICACIÓN DE METALES POROSOS
BASE TITANIO, PLATA, ALUMINIO Y NIQUEL
Y EVALUACIÓN DE SUS PROPIEDADES MECANICAS**

**ANA ZULEYKA DIAZ MENDOZA
RICARDO VLADIMIR ULLOA FIGUEROA**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE CIENCIAS FISICOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE MATERIALES
BUCARAMANGA
2005**

**DESARROLLO DE UN PROCESO PULVIMETALURGICO
PARA LA FABRICACIÓN DE METALES POROSOS
BASE TITANIO, PLATA NIQUEL Y ALUMINIO
Y EVALUACIÓN DE SUS PROPIEDADES MECANICAS**

**ANA ZULEYKA DIAZ MENDOZA
RICARDO VLADIMIR ULLOA FIGUEROA**

Tesis para optar al título de Ingeniero Metalúrgico

**Director
IVÁN URIBE PÉREZ
M. Sc. A. Ing. Metalúrgico**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE CIENCIAS FISICOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE MATERIALES
BUCARAMANGA**

2005

A quien permitió la culminación de esta etapa de mi vida siendo guía de todos mis proyectos y me acompañó aún en los momentos difíciles: Dios.

A quien debo el ejemplo de trabajo y responsabilidad, y a quien tengo gran admiración: mi padre.

A una mujer que tiene mucho de ángel: por su amistad, apoyo y sus incansables cuidados para conmigo: mi madre.

A una persona de la cual me siento muy orgullosa y quien sé, va a ser cosas grandes en la vida: mi hermano

A quienes compartieron conmigo esta etapa de mi vida dejando muchas enseñanzas: mis amigos.

Y a todos aquellos que con su aporte hicieron posible la obtención de este logro...

... Anita.

*“Los grandes y nobles pensamientos con los que se vive,
son los que se convierten en hechos”*

Primeramente a Dios fuente de sabiduría inagotable, mi refugio y mi fortaleza en los momentos difíciles.

A mis padres, Mario Raúl y Graciela, por la vida, los cuales tomo como modelo a seguir por su apoyo incondicional en todos los momentos.

A mis hermanos Jenny y Mario por los momentos agradables y su apoyo constante en todos los proyectos de mi vida.

A Jennifer por su inmenso amor y apoyo en todos los momentos importantes de mi vida

A mis amigos, por todas las experiencias y por todas las metas alcanzadas.

A todas las personas que de una u otra manera hicieron posible el desarrollo de esta investigación y motivaron aun más mi crecimiento personal.

Ricardo

AGRADECIMIENTOS

Los autores queremos expresar nuestros sinceros agradecimientos a las siguientes personas y entidades que colaboraron en la realización de esta investigación:

Al Ingeniero Iván Uribe Pérez, por su dirección y dedicación a este trabajo de investigación, así como por su colaboración y conocimientos aportados.

Al Ingeniero Hugo Armando Estupiñán por sus consejos y colaboración, así como su amistad y colaboración infatigables mostradas durante el desarrollo del proyecto

A todos los integrantes del Grupo de Investigación en Corrosión GIC de la Universidad Industrial de Santander y a su director Custodio Vásquez por el apoyo brindado, en la realización de los ensayos y disposición para resolver todas las dudas.

Al Doctor Paul Sundaram por su contribución en el suministro de los polvos de titanio, ya que su aporte fue indispensable y un buen comienzo en la realización de esta investigación.

A Electromanufacturas S.A, en especial a la ingeniera Martha Rueda, ya que sin su amable donación de material, no hubiera sido posible parte de esta investigación.

Al ingeniero Jan Ender Pradilla, por colaboración y aportes en el campo de la pulvimetalurgia.

A los técnicos Ambrosio Carrillo, Javier Gaitán y Daniel Garavito de la Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales por su colaboración desinteresada a lo largo de la investigación.

A Miguel Agudelo de la Escuela de Ingeniería Civil por su asesoría en una de las fases de la investigación.

RESUMEN

TITULO: DESARROLLO DE UN PROCESO PULVIMETALURGICO PARA LA FABRICACIÓN DE MATERIALES POROSOS BASE TITANIO, PLATA NIQUEL Y ALUMINIO Y EVALUACIÓN DE SUS PROPIEDADES MECANICAS

AUTORES: D. M, Ana Z**.
U.F, Ricardo V.

PALABRAS CLAVES: Materiales porosos, pulvimetalurgia, titanio, plata, aluminio, níquel.

DESCRIPCION

Se obtuvieron materiales porosos de titanio, plata, aluminio y níquel mediante un proceso pulvimetalurgico basado en la ocupación temporal de un aditivo, este proceso involucro principalmente cuatro etapas: preparación de la mezcla, homogenización, compactación axial y sinterización.

El material seleccionado como aditivo formador de poro fue el carbonato de amonio, el cual se caracterizó por su remoción fácil y completa a bajas temperaturas con tamaños entre 800 y 850 μ m con el fin de conseguir que los polvos metálicos se aglomerasen a su alrededor y garantizaran una correcta distribución de los poros. Estas partículas fueron 7 a 13 veces más grandes que los polvos metálicos empleados, para asegurar una buena densidad de empaquetamiento y permitir la formación de una estructura porosa después de la eliminación del carbonato.

Los resultados mostraron que un aumento de la temperatura de sinterización originó una disminución de la porosidad, debido a que las elevadas temperaturas causaron una mayor fusión incipiente de las partículas metálicas que favoreció la formación de cuellos de unión y difusión entre los granos. Además se demostró que la temperatura en si sola no es un factor determinante en la porosidad por que a mayores tiempos de sinterización las áreas de contacto presentaron un crecimiento y la resistencia aumento.

Además, la porosidad produjo degradación de las propiedades mecánicas de los materiales debido a la reducción del área efectiva de la región transversal de los compactos.

* *Trabajo de Investigación*

^{**} Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas.
Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales.

ABSTRACT

TITLE: DEVELOPMENT OF A PULVIMETALLURGICAL PROCESS FOR THE PRODUCTION OF POROUS MATERIALS IT BASES TITANIUM, SILVER, NICKEL AND ALUMINUM AND EVALUATION OF THEIR MECHANICAL PROPERTIES

AUTHORS: D. M, Ana Z^{**}.
U.F, Ricardo V.

KEY WORDS: Porous materials, pulvimetallurgy, titanium, silver, aluminum, nickel.

SUMMARY

Porous materials of titanium were obtained, silver, aluminum and nickel by means of a pulvimetallurgical process based on the temporary occupation of a preservative, this process involves mainly four stages: preparation of the mixture, homogenization, axial consolidation and sinterization.

The material selected as pore former additive was the ammonium carbonate, which was characterized by its removal easy and complete to low temperatures with sizes between 800 and 850 m with the purpose of getting that the metallic powders crowded round to its surroundings and they guaranteed a correct distribution of the pores. These particles went 7 to 13 bigger times that the powders metallic employees, to assure a good packaging density and to allow the formation of a porous structure after the elimination of the carbonate.

The results showed that an increase of the sinterization temperature originated a decrease of the porosity, because the high temperatures caused a bigger incipient coalition of the metallic particles that favored the formation of necks of union and diffusion among the grains. It was also demonstrated that the temperature in if alone it is not a decisive factor in the porosity for that at more times of sinterization the contact areas presented a growth and the resistance increase.

Also, the porosity produced degradation of the mechanical properties of the materials due to the reduction of the effective area of the traverse region of the compact ones.

^{*} *Investigation Study*

^{**} Faculty of Engineering Physical-Chemestry
Metallurgical Engineering School

CONTENIDO

	pág.
INTRODUCCIÓN	1
1 REVISION BIBLIOGRAFICA	4
1.1 GENERALIDADES	4
1.1.1 Células Metálicas	4
1.1.2 Metales porosos	4
1.1.3 Espumas metálicas (sólidas)	4
1.1.4 Esponjas Metálicas	5
1.1.5 Diferencias entre materiales porosos	5
1.2 CARACTERISTICAS DE LOS MATERIALES POROSOS	7
1.3 APLICACIONES DE LOS METALES POROSOS	9
1.3.1 Titanio	9
1.3.2 Plata	10
1.3.3 Aluminio	12
1.3.4 Níquel	13
1.4 ADITIVO FORMADOR DE PORO	14
1.5 PROCESO PULVIMETALURGICO PARA LA FABRICACIÓN DE MATERIALES POROSOS BASADO EN LA OCUPACIÓN TEMPORAL DE UN ADITIVO	14
1.5.1 Selección de los polvos metálicos	16
1.5.2 Caracterización de la materia prima	17
1.5.2.1 Tamaño de las partículas	17
1.5.2.2 Forma de las partículas	17
1.5.2.3 Distribución granulométrica	18
1.5.3 Preparación de la mezcla	18
1.5.4 Homogenización	19

1.5.5 Compactación	20
1.5.5.1 Diseño de la matriz y punzón	21
1.5.6 Sinterización	22
1.5.6.1 Atmósfera Controlada	24
1.6 PROPIEDADES MECANICAS DE LOS MATERIALES POROSOS	25
2. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL	27
2.1 PLAN DE ACTIVIDADES	27
2.2 MATERIALES EMPLEADOS	28
2.2.1 Polvos de titanio	28
2.2.2 Polvos de plata	28
2.2.3 Polvos de aluminio	29
2.2.4 Polvos de níquel	29
2.2.5 Carbonato de amonio	29
2.2.6 Atmósferas de sinterización	30
2.3 EQUIPOS	30
2.3.1 Equipo para la caracterización de la materia prima	30
2.3.2 Equipo empleado en la preparación de la mezcla	31
2.3.3 Equipo para la etapa de homogenización	31
2.3.4 Diseño de la matriz y punzón	32
2.3.5 Equipo para la etapa de compactación	33
2.3.6 Equipo para la etapa de sinterización	34
2.3.7 Equipo para la determinación de la porosidad	34
2.3.8 Equipo para ensayo de resistencia a la ruptura transversal	35
2.3.9 Equipo para microanálisis de los compactos sinterizados	35
2.4 VARIABLES Y CONSTANTES DEL PROCESO	36
2.5 DISEÑO EXPERIMENTAL	39
2.6 ENSAYOS EXPERIMENTALES	40
2.6.1 Caracterización de la materia prima	40
2.6.1.1 Inspección visual	41
2.6.1.2 Distribución granulométrica	44

2.6.2	Preparación de la mezcla	45
2.6.3	Homogenización	47
2.6.4	Compactación	49
2.6.5	Sinterización	51
2.6.6	Cambios dimensionales de los compactos sinterizados	54
2.6.7	Determinación de la porosidad	54
2.6.8	Ensayo de resistencia a la ruptura transversal	55
2.6.9	Microanálisis de los compactos sinterizados	56
3.	RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS	57
3.1	CAMBIO DIMENSIONAL DE LOS COMPACTOS SINTERIZADOS	57
3.2	POROSIDAD DE LOS COMPACTOS OBTENIDOS	59
3.3	DENSIDAD DE LOS COMPACTOS SINTERIZADOS	61
	INFLUENCIA DE LA TEMPERATURA EN EL PROCESO	63
3.4	INFLUENCIA DEL TIEMPO EN EL PROCESO DE SINTERIZACION	66
3.5	RESISTENCIA A LA RUPTURA TRANSVERSAL DE LOS MATERIALES POROSOS	67
3.5.1	Titanio	68
3.5.2	Plata	69
3.5.3	Aluminio	70
3.5.4	Níquel	71
3.6	RELACION RESISTENCIA A LA RUPTURA TRANSVERSAL (TRS) / DENSIDAD	72
3.7	ANALISIS MICROESTRUCTURAL	74
3.8	MICROANALISIS DE LOS COMPACTOS SINTERIZADOS	78
4.	CONCLUSIONES	81
5.	RECOMENDACIONES	83
	BIBLIOGRAFÍA	85
	ANEXOS	88

LISTA DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1 Principales proveedores de materiales porosos	6
Tabla 2. Propiedades físicas y mecánicas del titanio grado 2	10
Tabla 3. Propiedades físicas y mecánicas de la plata (Ag)	11
Tabla 4. Propiedades físicas y mecánicas del aluminio	12
Tabla 5. Propiedades físicas y mecánicas del níquel	13
Tabla 6. Composición de los distintos grados de pureza del titanio	28
Tabla 7. Constantes del proceso	37
Tabla 8. Variables seleccionadas para proceso	37
Tabla 9. Valores de las constantes del proceso de acuerdo al material	37
Tabla 10. Variables a analizar en el proceso de sinterización para el titanio	38
Tabla 11. Variables a analizar en el proceso de sinterización para la plata	38
Tabla 12. Variables a analizar en el proceso de sinterización para el aluminio	38
Tabla 13. Variables a analizar en el proceso de sinterización para el níquel	38
Tabla 14. Matriz de diseño para el titanio	39
Tabla 15. Matriz de diseño para la plata	39
Tabla 16. Matriz de diseño para el aluminio	40
Tabla 17. Matriz de diseño para el níquel	40
Tabla 18 Morfología y color de los polvos metálicos	42
Tabla 19. Distribución granulométrica del aditivo formador de poro	44
Tabla 20. Relación de tamaños entre las partículas metálicas y el aditivo formador de poro	45
Tabla 21. Mezclas de cada material	46
Tabla 22. Composición de las mezclas de cada material	47

Tabla 23. Condiciones de sinterización de las diferentes muestras	53
Tabla24. Cambios dimensionales de los compactos sinterizados	58
Tabla 25. Porosidad de los compactos obtenidos	59
Tabla 26. Volumen de los compactos sólidos	61
Tabla 27. Volumen y densidad de los compactos porosos	62
Tabla 28. Comparación de las densidades de los materiales porosos	
Con la densidad en estado sólido	62
Tabla 29. Resistencia a la ruptura transversal y relación TRS / densidad	73
Tabla 30. Anexo F. Resultados del Microanálisis de una muestra de plata	95
Tabla 31. Anexo F. Resultados del Microanálisis de una muestra de aluminio	95
Tabla 32. Anexo F. Resultados del microanálisis de una muestra de níquel	96

LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1. Ejemplos de materiales porosos	6
Figura 2. Diferentes formas de polvos metálicos	17
Figura 3. Pasos en la compactación uniaxial	21
Figura 4. Diagrama esquemático del cambio de la estructura de poros durante la sinterización	23
Figura 5. Metodología utilizada para el desarrollo del proyecto	27
Figura 6. Micro y macrografía del carbonato de amonio	30
Figura 7. Molino de Bolas adaptado para el proceso	31
Figura 8. Características dimensionales de la matriz y punzón	32
Figura 9. Fotografía de la maquina universal de ensayos marca Trebel	33
Figura 10. Fotografía del horno tubular de zonas marca Lindberg	34
Figura 11. Fotografía del porosímetro Ruska	35
Figura 12. Fotografía del equipo universal de ensayos mecánicos	36
Figura 13. Macrografías de los polvos de: a. titanio, b. plata, c. Aluminio, d. Níquel	41
Figura 14. Micrografías de los polvos metálicos a 50x de aumentos. a. titanio, b. plata, c. aluminio y d. Níquel.	42
Figura 15. Densidad de empaquetamiento	45
Figura 16. Compactos homogéneos y con irregularidades	48
Figura 17. Compactos en verde a. Titanio (294 MPa), b. Plata (170 MPa), c. Aluminio (219 MPa), d. Níquel (340 MPa)	50
Figura 18. Grieta longitudinal presente en algunos compactos en verde	51
Figura 19. Micrografía estereoscópica de un compacto poroso de titanio	53
Figura 20. Nomenclatura de las dimensiones de los compactos sinterizados	54
Figura 21. Esquema y fotografía del ensayo de	

resistencia a la ruptura transversal	56
Figura 22. Compactos Sinterizados	
a. Ti (1200°C, 4h) b. Ag (520°C, 3h)	
c. Al (600°C, 3h) d. Ni (1050°C, 4h)	57
Figura 23. SEM de Níquel. Muestra 1 a 100x.	60
Figura 24. Influencia de la temperatura en la porosidad de los compactos de a. Titanio, b. Plata c. Aluminio, d. Níquel.	63
Figura 25. SEM de Plata. Muestra 4 a 1000x	64
Figura 26. SEM de Aluminio. Muestra 1 a 200x	65
Figura 27. SEM de Titanio. Muestra 2 a 1500x	65
Figura 28. Influencia del tiempo en la porosidad de: a. Titanio, b. Plata c. Aluminio, d. Níquel	66
Figura 29. SEM de Níquel. Muestra 3 a 200x	67
Figura 30. Resultado del ensayo de ruptura transversal para el titanio	68
Figura 31. Resultado del ensayo de ruptura transversal para la plata	70
Figura 32. Resultado del ensayo de ruptura transversal para el aluminio	71
Figura 33. Resultado del ensayo de ruptura transversal para el níquel	72
Figura 34. SEM de Plata . Muestra 1 a 250x	75
Figura 35. SEM de Aluminio. Muestra 2 a 350x	75
Figura 36. SEM de Titanio. Muestra 4 a 1000x.	76
Figura 37. SEM de Aluminio. Muestra 3 a 250x	77
Figura 38. SEM de Níquel. Muestra 3 a 1000X	77
Figura 39. Espectro de fluorescencia de rayos X de una muestra de plata	78
Figura 40. Espectro de fluorescencia de rayos X de una muestra de aluminio	79
Figura 41. Espectro de fluorescencia de rayos X de una muestra de níquel	79
Figura 42. Anexo A. Partes porosímetro Ruska	90
Figura 43. Anexo B. Resultados del ensayo de ruptura transversal titanio	91
Figura 44. Anexo C. Resultados del ensayo de ruptura transversal titanio	92
Figura 45. Anexo D. Resultados del ensayo de ruptura transversal aluminio	93
Figura 46. Anexo E. Resultados del ensayo de ruptura transversal níquel	94

LISTA DE ANEXOS

	pág.
ANEXO A. Determinación de la porosidad	89
ANEXO B. Resultados del ensayo de ruptura transversal titanio	91
ANEXO C. Resultados del ensayo de ruptura transversal plata	92
ANEXO D. Resultados del ensayo de ruptura transversal aluminio	93
ANEXO E. Resultados del ensayo de ruptura transversal níquel	94
ANEXO F. Microanálisis de los compactos de Ag, Al y Ni	95

INTRODUCCIÓN

Es un hecho comúnmente aceptado el papel que los materiales han jugado en la historia de la humanidad. De hecho el devenir de la misma se ha descrito en función de estos (edad de piedra, bronce, hierro, etc.) los cuales han sido utilizados a lo largo del tiempo. El descubrimiento, desarrollo y uso de los nuevos materiales han hecho que la vida humana sea más fácil y ha contribuido en cada época histórica a su bienestar.

Aunque el desarrollo de los nuevos materiales no tuvo gran trascendencia durante la primera mitad del siglo XX, tras la Segunda Guerra Mundial surgió con fuerza, con la creación de métodos de síntesis y fabricación, técnicas de caracterización y análisis, y métodos de simulación y descripción teórica provenientes de campos tradicionales muy diversos.

La necesidad permanente de mejora en la industria aeroespacial, naval, transporte terrestre, en los equipos de producción y almacenamiento energéticos, en la obtención eficiente de derivados del petróleo y de otro tipo de productos químicos, en el campo de la biomedicina, etc., ha sido un continuo aliciente para la búsqueda de nuevos materiales con mayores prestaciones y menores costos de producción. Este hecho ha impulsado la evolución desde la modificación de materiales preexistentes en la naturaleza hasta la aproximación radical que permite fabricar materiales, preconcebidos por la inteligencia humana para aplicaciones bien definidas, sólo posibles de sintetizarse en laboratorios y fábricas.

La incidencia de nuevos materiales, como los materiales porosos, constituyen un factor clave en el mercado mundial, resultando de vital importancia conocerlos y

saber trabajarlos para elaborar productos nuevos que sin duda alguna acabarán sustituyendo a los antiguos de mayor peso y de exigencias más limitadas. Nuestro país no ha entrado aún en esta línea de investigación y no ha despertado el interés por desarrollar procedimientos de fabricación para esta clase de materiales.

El uso de los metales en polvos se remonta a varios centenares de años atrás. Pero fue apenas en el siglo pasado que, debido a los avances tecnológicos de la segunda guerra mundial, la industria de la pulvimetalurgia se creó como tal. Desde entonces y gracias a sus continuos avances y a la calidad y utilidad de sus productos, ha crecido más rápidamente que cualquier otro proceso de manufactura de piezas metálicas. Los materiales porosos son un gran ejemplo de aplicación de la pulvimetalurgia. La mayoría de los metales son porosos hasta cierto grado, esta propiedad se da en un mayor grado en las piezas hecha por la pulvimetalurgia. La porosidad puede ser regulada y calculada según el uso que tenga la pieza.

El panorama que se abre ante nosotros es impresionante: materiales compuestos, híbridos, nanoparticulados, porosos, etc. Donde estos últimos abarcan un amplio campo de aplicaciones en la industria que desde hace cuarenta años realiza ensayos para la producción de espumas metálicas o estructuras porosas, y hoy en día estos son materiales útiles, debido a su interesante combinación de propiedades físicas y químicas tales como alta rigidez en conjunto con un bajo peso específico o alta permeabilidad combinada con una alta resistencia. Por esta razón hace diez años se ha aumentado el interés por estos materiales, y este tema de investigación pretende contribuir en la búsqueda de alternativas para la producción de estos en nuestro país, y mostrar las ventajas técnicas y económicas que presenta la pulvimetalurgia frente a otros métodos que permiten desarrollar materiales porosos.

En este trabajo inicialmente se presentan generalidades sobre los materiales porosos, seguidas de un breve estudio teórico sobre el proceso y una revisión de las investigaciones desarrolladas por varios autores sobre los métodos de fabricación y evaluación de las propiedades mecánicas.

Además, se expone la metodología experimental llevada a cabo, que incluye desde la selección del material hasta su sinterización y evaluación de sus propiedades mecánica (ensayo a la ruptura transversal). Para así, finalmente reportar los resultados obtenidos, análisis y conclusiones de los mismos.

1. REVISION BIBLIOGRAFICA

1.1. GENERALIDADES

Los metales porosos, las células, espumas y esponjas metálicas se han convertido en términos muy comunes usados para designar una clase de material que contiene poros. Para distinguirlos, pueden ser útiles varias expresiones:

1.1.1 Células Metálicas. Son materiales con espacios divididos en distintas celdas. Los bordes de estas celdas son formados con metal sólido y el interior de estas son vacíos [1].

El término más general, se refiere a cuerpos metálicos con una parte vacíos gaseosos (poros) dispersos en él [2].

1.1.2 Metales porosos. Son aquellos materiales que tienen poros esféricos aislados y un nivel de porosidad usualmente más bajo del 70%. Mecánicamente los poros no interactúan si la porosidad es más baja del 20% [3].

Es un término generalmente restringido a tipos especiales de vacíos: poros usualmente redondos y aislados unos de otros [2].

1.1.3 Espumas metálicas (sólidas). Son una clase especial de metales porosos. Una espuma sólida se origina de una espuma líquida en la cual burbujas de gas se encuentran finamente dispersas dentro del líquido [1].

Usualmente tienen poros en forma de poliedros, pero sus formas pueden variar, por ejemplo, en el caso de aquellos que tienen su origen de una espuma líquida debido que la solidificación direccional origina diferentes morfologías.

La expresión espuma metálica es válida para la fase líquida y hasta ahora esta parte ha sido definida como espuma metálica líquida. Sin embargo, también frecuentemente es usada para describir los productos sólidos.

Las espumas metálicas sólidas originadas a partir de espumas líquidas contienen poros cerrados.

Algunos autores, prefieren llamar las estructuras metálicas de poros abiertos como esponjas metálicas, no espumas metálicas [3].

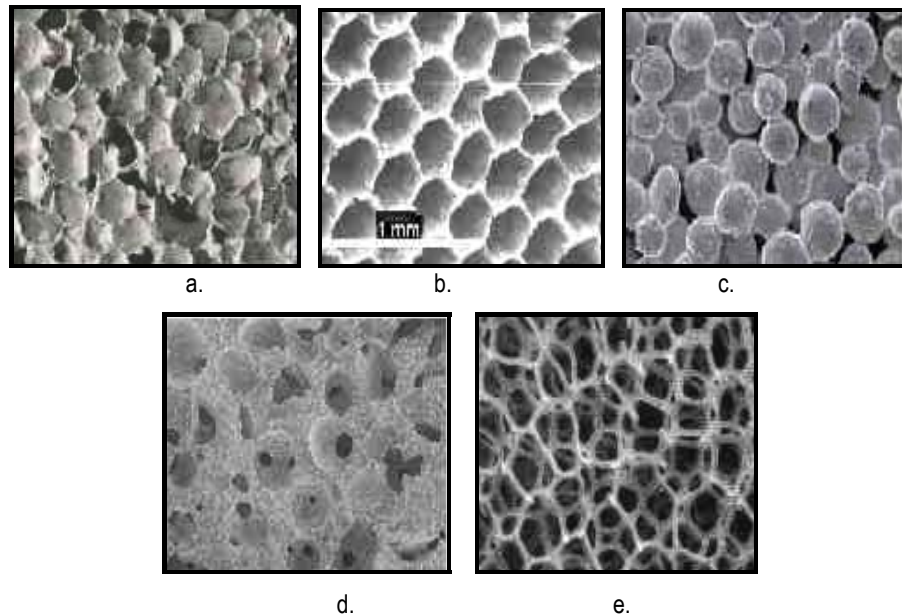
1.1.4 Esponjas Metálicas. Se refiere a una morfología especial de un metal celular con poros usualmente interconectados [4]. Son piezas de metal que forman una red continua y que coexisten con una red de vacíos o poros, los cuales también están interconectados. [1].

1.1.5 Diferencias entre materiales porosos. Las definiciones dadas anteriormente no están altamente ligadas entre sí. Una espuma es una estructura porosa y celular, pero una esponja no necesariamente debe contener poros, puede estar formada por una red metálica de vacíos interconectados.

Como no es fácil distinguir entre estos materiales, es necesario considerar la figura 1, donde se observan ejemplos de los materiales nombrados anteriormente:

- a. Espuma de aluminio (IFAM),
- b. Material celular base hierro con poros extendidos en una dimensión (MER Corp.).
- c. Muestra de polvos de bronce sinterizada, la cual forma una esponja metálica, sin embargo tales estructuras son mejor llamadas metales sinterizados o metales porosos.
- d. Esponja de aluminio, la cual también podría ser llamada metal celular si tienen como condición que los poros sean cerrados o aislados.
- e. Esponja de níquel (Inco) [1].

Figura 1. Ejemplos de materiales porosos



Tomadas de BANHART, Jhon. *METAL FOAMS. What are cellular metals and metal foams?*

Los principales proveedores de las distintas clases de materiales porosos a nivel mundial son mostrados en la tabla 1.

Tabla 1 Principales proveedores de materiales porosos

PROVEEDOR	NOMBRE COMERCIAL
THE FRAUNHOFER INSTITUTE, Bremen, Alemania	"IFAM" (aluminio)
ALULIGHT INTERNATIONAL, Austria	"Alulight" (aluminio)
INCO Special Products, Canadá	"INCO" (níquel)
CYMAT CORPORATION, Canadá	"Cymat" (aluminio)
SHINKO WIRECO, Japón	"Alporas" (aluminio)
ERG, Oakland, CA, USA	"Duocel" (aluminio)
DMI, Ucrania	"Gasar" (cobre)

Tomada de: www.grantadesign.com/solutions/metalfoms.htm

1.2 CARACTERISTICAS DE LOS MATERIALES POROSOS

Actualmente se producen avances en el desarrollo de elementos estructurales con base en materiales porosos, debido a que estos se han convertido en un atractivo campo de investigación desde del punto de vista científico y la perspectiva sus aplicaciones [5].

La aplicación o utilidad de un metal poroso o una espuma metálica depende de muchas condiciones, o parámetros, entre los que se destacan:

- *Metalurgia:* Metal, aleación o estado microestructural requerido.
- *Proceso:* Posibilidades para llevar a cabo operaciones secundarias en el material, como corte, trabajado, recubrimiento, etc.
- *Economía:* Costos adecuados para grandes volúmenes de producción
- *Morfología:* Tipo y cantidad de porosidad (abierta o cerrada).
escala o tamaño de porosidad, área total superficial interna [6].

La porosidad: Son sistemas de vacíos presentes en la estructura interna del material. Es la que condiciona tanto las propiedades físicas como la permeabilidad o capacidad de flujo a través de él.

La porosidad se encuentra bajo dos formas:

- Porosidad cerrada, en el caso en que los poros no se comuniquen entre ellos ni con el exterior.
- Porosidad abierta, en el caso en que los poros se comuniquen entre si y con el medio exterior al material.

También se clasifica en: absoluta, efectiva y no efectiva.

- La porosidad absoluta considera como volumen poroso, el total de poros que estén o no interconectados.
- La porosidad efectiva se refiere al porcentaje de poros interconectados. Se considera como el volumen poroso solamente conectados entre si.
- La porosidad no efectiva representa la diferencia entre las porosidades anteriores, es decir, la porosidad absoluta y la efectiva.

Los poros conectados con la superficie o porosidad externa disminuyen la densidad pero también incrementan la superficie efectiva y la actividad. Cualquier volumen de polvos sueltos contiene poros entre las partículas. Estos se llaman poros abiertos, que son espacios dentro de los cuales puede penetrar un fluido como agua, aceite o un metal fundido [7].

La porosidad es una característica microestructural de las piezas sinterizadas obtenidas por la técnica de la metalurgia de polvos o pulvimetalurgia. La magnitud de la porosidad varía dependiendo del tipo de pieza a fabricar y puede alcanzar valores elevados del orden de 50% en el caso de algunos filtros metálicos, mientras que deberá ser mínima, casi nula, en el caso de piezas que en servicio estarán sometidas a elevados esfuerzos mecánicos y exigencias adicionales, como por ejemplo las bielas de un motor de combustión, los alabes de una turbina, herramientas de corte resistentes a elevadas temperaturas, materiales resistentes al desgaste y entre otros; en estos casos se emplean métodos especiales que comprende la consolidación en caliente o sinterización con aplicación de presión.

En el caso de los filtros, como también ocurre en cojinetes autolubricantes u otras piezas equivalentes a estas, la porosidad esta asociada a poros interconectados entre sí, mientras que para piezas de gran exigencia mecánica lo ideal es que la porosidad esté preferiblemente definida por poros aislados (cerrados), que aparecen al final del tratamiento térmico de sinterizado como consecuencia de fenómenos microestructurales que en el se desarrollan. [8]

Los materiales con alta porosidad tienen una alta rigidez combinada con un bajo peso específico, por esta razón estos materiales son frecuentemente producidos por la naturaleza, ejemplo de estos son: la madera y los huesos. [3]

1.3 APLICACIONES DE LOS METALES POROSOS

El control de las variables del proceso de fabricación, permite ampliar el rango de aplicación de los materiales que tradicionalmente se han venido usando, entre estos, los metales, especialmente aquellos con altas propiedades combinadas de resistencia mecánica y resistencia a la corrosión, que son los más apropiados para la fabricación de piezas porosas.

Los metales porosos se utilizan en diversos campos de la industria, por ejemplo, se usan como catalizadores, en la separación de mezclas, en la purificación de fluidos, y en la fabricación de membranas.

Otras interesantes aplicaciones son la producción de filtros en especial para el tratamiento de aguas y catalizadores en la industria química y estructuras de peso ligero en ingeniería aeroespacial. Además, tienen uso como aislantes, dispersadores de humedad, y son también muy usados en la industria automovilística como parachoques y defensas de los automóviles [9, 10].

1.3.1 Titanio. El titanio exhibe características mecánicas excelentes, y aún cuando posee una alta temperatura de fusión tiene densidad relativamente baja (tabla 2) y posee alta resistencia química, los materiales porosos base titanio pueden tener potenciales aplicaciones ingenieriles en la industria aeroespacial, naval, transporte terrestre y como implantes en el campo de la biomedicina.

En el caso de los implantes biomédicos, un material poroso de titanio fabricado por metalurgia de polvos es un material que iguala las condiciones estructurales y morfológicas del hueso humano, es decir, una de las aplicaciones de estos

materiales, es desde el punto de vista de fijación biológica, debido a que la porosidad es deseable en el implante, para que el tejido crezca dentro de la estructura porosa [11].

Tabla 2. Propiedades físicas y mecánicas del titanio grado 2

PROPIEDAD	VALOR
Densidad [g/cm ³]	4.51
Temperatura de fusión [°C]	1677
Calor específico [J/g/°C]	0.54
Resistividad eléctrica [μohm.cm]	56
Conductividad térmica [W/mK]	22
Resistencia a la tensión [MPa]	483
Modulo de elasticidad [Gpa]	103
Dureza en Vhn (Vickers)	190

Tomada de Enric Pedemonte. Prótesis de Alta Biocompatibilidad.

El titanio y sus aleaciones son ampliamente usadas en la elaboración de implantes quirúrgicos por su biocompatibilidad, en la industria aeroespacial por su óptima combinación de alta resistencia mecánica y bajo peso específico y en la industria química por su alta resistencia a la corrosión.

Debido a las dificultades asociadas con el forjado y maquinado de piezas elaboradas con estos materiales, lo que ocasiona un alto costo de las mismas; se han desarrollado métodos alternativos de fabricación. Haciendo de la pulvimetalurgia una alternativa muy prometedora [12].

El polvo de titanio metálico en suspensión aérea es explosivo y un riesgo durante su producción es la exposición al monóxido de carbono en algunos hornos [13].

1.3.2 Plata. Los materiales porosos de plata tienen un campo muy promisorio en las estructuras metálicas, debido a que poseen propiedades únicas que los hacen aplicables a diversas áreas, especialmente en la catálisis heterogénea.

Estudios recientes han demostrado que los materiales porosos empleados en catálisis tienen grandes aplicaciones en los procesos de oxidación total y parcial de sustancias orgánicas, donde cada ánodo de estas celdas se caracteriza por tener cuatro puentes de unión sobre la red celular con porosidad abierta. Estas estructuras porosas poseen un alto grado de rigidez.

La oxidación selectiva de los alcoholes aldehídos sobre los materiales porosos de plata es una de las aplicaciones en procesos industriales a gran escala, en la síntesis de productos orgánicos, debido a que reducen los costos de producción [14]. En general, los materiales porosos de plata debido a su alta permeabilidad al paso del gas, resistencia mecánica y baja densidad (tabla 3) se emplean en catálisis [3].

Tabla 3. Propiedades físicas y mecánicas de la plata (Ag)

PROPIEDAD	VALOR
Densidad [g/cm ³]	10.49
Temperatura de fusión [°C]	961.9
Calor específico [kJ/kg · K] 25°C	0.235
Conductividad térmica [W/mK] 20°C	428
Resistencia a la tensión [MPa]	125
Modulo de elasticidad [Gpa]	71
Dureza en Vhn (Vickers)	25

Tomada de Metal Hand Book. Vol. 7.

Además, los materiales porosos de plata presentan otras aplicaciones, por ejemplo, como filtros antibacteriales, especialmente en plantas de tratamiento de agua, gracias a la resistencia a la corrosión que exhiben. Debido a que estos materiales poseen una gran área superficial, que proporciona un contacto máximo entre el material y el agua contaminada prolongando el contacto del material con el flujo de agua [15].

El polvo de plata es irritante y puede producir ulceraciones de la piel y el tabique nasal [13].

1.3.3 Aluminio. Los materiales porosos de aluminio poseen interesantes combinaciones de propiedades mecánicas y físicas, como alta tenacidad y baja densidad (tabla 4), naturalmente atractivas para las industrias automotriz, aeroespacial y naval. También son utilizables en carpintería metálica y construcciones civiles en general, ya que estos materiales poseen buena capacidad para absorber ruidos, alta rigidez específica y muy buena estabilidad térmica.

Tabla 4. Propiedades físicas y mecánicas del aluminio

PROPIEDAD	VALOR
Densidad [g/cm ³]	2.6989
Temperatura de fusión [°C]	660.4
Calor específico [kJ/kg · K] 25°C	0.900
Conductividad térmica [W/mK] 25°C	247
Resistencia a la tensión [MPa]	90
Modulo de elasticidad [Gpa]	62
Dureza en Vhn (Vickers)	21

Tomada de Metal Hand Book. Vol. 7.

El potencial de aplicación de los materiales porosos de aluminio se destaca en varios campos, a saber: materiales ligeros para construcción, absorción de la energía de impacto y aislamiento térmico [9]. Donde su uso para absorción de energía, se refiere, a el llenado de una sección hueca con material poroso [16].

La producción de materiales porosos de aluminio por pulvimetalurgia, es especialmente llamativa por su facilidad para producir piezas con formas netas a costos razonablemente bajos [17].

Este material presenta muy buena resistencia a la corrosión gracias a la película de alúmina, que se forma en su superficie de forma espontánea y lo protege de la corrosión [18].

1.3.4 Níquel. Las propiedades mecánicas de los materiales porosos de níquel en determinados rangos de densidad tienen un uso especial en almacenamiento de energía [18]. Y poseen una alta demanda en baterías en la industria automovilística, en catálisis y como filtros. Sin embargo la resistencia de las estructuras porosas de níquel es un tanto mas baja comparada con las esponjas de níquel de densidad similar [19].

Los materiales porosos de elevada porosidad y relación superficie/volumen de níquel pueden utilizarse en aplicaciones tales como: soporte de catalizadores, dispersor en quemadores, filtro de gases o líquidos corrosivos hasta muy elevadas temperaturas, etc.

El níquel puede ser usado como electrodo en reactores electroquímicos, en filtros a presión y también para procesos de electro-catálisis aprovechando su porosidad y sus diferentes propiedades (tabla 5) [4].

Tabla 5. Propiedades físicas y mecánicas del níquel

PROPIEDAD	VALOR
Densidad [g/cm ³]	8.902
Temperatura de fusión [°C]	1453
Calor específico [kJ/kg · K] 100°C	0.471
Conductividad térmica [W/mK] 100°C	82.9
Resistencia a la tensión [MPa]	317
Modulo de elasticidad [Gpa]	207
Dureza en Vhn (Vickers)	64

Tomada de Metal Hand Book. Vol. 7.

1.4 ADITIVO FORMADOR DE PORO

La principal característica que debe poseer este material es que no debe reaccionar químicamente con el material metálico a las temperaturas de trabajo.

Un análisis de los datos en manuales de química y física han mostrado que el carbonato $((\text{NH}_4)_2\text{CO}_3)$ y bicarbonato de amonio $(\text{NH}_4)\text{HCO}_3$ pueden ser considerados como aditivos candidatos formadores de poro. Otros autores encontraron algunos compuestos inorgánicos convenientes para la formación de poros [20].

Estos reactivos pueden ser empleados como aditivos formadores de poro gracias a sus bajos puntos de fusión (152°C , para el carbonato de amonio [21]), es decir, pueden ser removidos fácil y completamente a bajas temperaturas.

1.5 PROCESO PULVIMETALURGICO PARA LA FABRICACIÓN DE MATERIALES POROSOS BASADO EN LA OCUPACIÓN TEMPORAL DE UN ADITIVO

Desde hace 40 años se han realizado diferentes ensayos para la fabricación de materiales porosos, pero los métodos iniciales se caracterizaron por tener altos costos y baja producción. Sin embargo, en los últimos 10 años estos métodos han sido mejorados y hoy en día muchos de estos están siendo utilizados.

Los métodos de producción de materiales porosos por pulvimetalurgia fueron inventados hace pocos años en el instituto Fraunhofer en Bremen y han sido estudiados por diferentes autores en trabajos como “Producción de métodos para la fabricación de esponjas metálicas por Banhart y Baumeister” [22].

Recientes estudios, han analizado y optimizado cada etapa de los procesos de producción de materiales porosos, primero, la influencia de cantidades mezcladas de formadores de poro sobre el comportamiento de la densificación, luego la

capacidad de diferentes operaciones de maquinado, y también la temperatura para remover el formador de poro [20].

Algunos autores (Wheeler) han usado como aditivo formado de poro polvos de magnesio, los cuales son removidos por evaporización a 1000°C, con un siguiente sinterizado a 1400°C de metales como titanio o sus aleaciones para obtener una estructura porosa.

Otros autores (Bram) han empleado carbonato de amonio, el cual es removido a temperaturas más cercanas: 200°C, con una mínima contaminación de los polvos metálicos de titanio, y una posterior sinterización a 1400°C por 1h dando como resultado materiales con un rango de 60-77% de porosidad y propiedades mecánicas de 10 y 100MPa para 77 y 60% respectivamente.

En otros estudios, (Mabuchi, Yamada) por descomposición de carbonato de amonio y un sinterizado a 1200°C por 2h se obtuvo porosidad de 78% y resistencia a la compresión de 350Mpa.

Se destaca que en los casos anteriores, no se mostró un significativo nivel de contaminación [5].

Los materiales porosos pueden ser producidos por técnicas de metalurgia de polvos tradicionales, donde el sinterizado de polvos sueltos permite alcanzar un alto nivel de porosidad, pero la resistencia de las piezas son bajas.

Se pueden mejorar las características mecánicas, por una compactación previa del polvo, y un control de las variables en el proceso de sinterizado, teniendo en cuenta una cantidad específica de material formador de poro, el cual es removido después de la compactación para una mayor definición de los poros. Además, el sinterizado con atmósfera controlada, proporciona la resistencia mecánica que necesita la pieza metálica final [5].

La mayoría de los metales son porosos hasta cierto grado, esta propiedad se da en un mayor grado en las piezas hecha por la pulvimetalurgia. La porosidad puede ser regulada y calculada según el uso que tenga la pieza [23].

Una de las formas de fabricar materiales porosos por pulvimetalurgia, es usando un aditivo formador de poro, que consiste en un material sólido, el cual puede ser removido, usualmente a bajas temperaturas, sin excesiva contaminación de los polvos metálicos en la etapa de sinterización.

El desarrollo del proceso pulvimetalurgico para la fabricación de materiales porosos basado en la ocupación temporal de un aditivo consta de las siguientes etapas:

1.5.1 Selección de los Polvos Metálicos. La apropiada selección de la materia prima con respecto a la pureza, distribución y tamaño de partícula, elementos aleantes y otras propiedades de los polvos son esenciales en la obtención del material poroso. También lo son el costo de los polvos y la habilidad de su manufactura para proveer grandes cantidades con una mejor calidad [24].

El tamaño adecuado de las partículas de polvo es del orden de uno a cientos de micrómetros. La mayoría de los polvos metálicos se fabrican por fragmentación de un metal en estado fundido como ocurre en la atomización; en este proceso, se hacen colisionar corrientes del metal con chorros estrechos de agua o de gas.

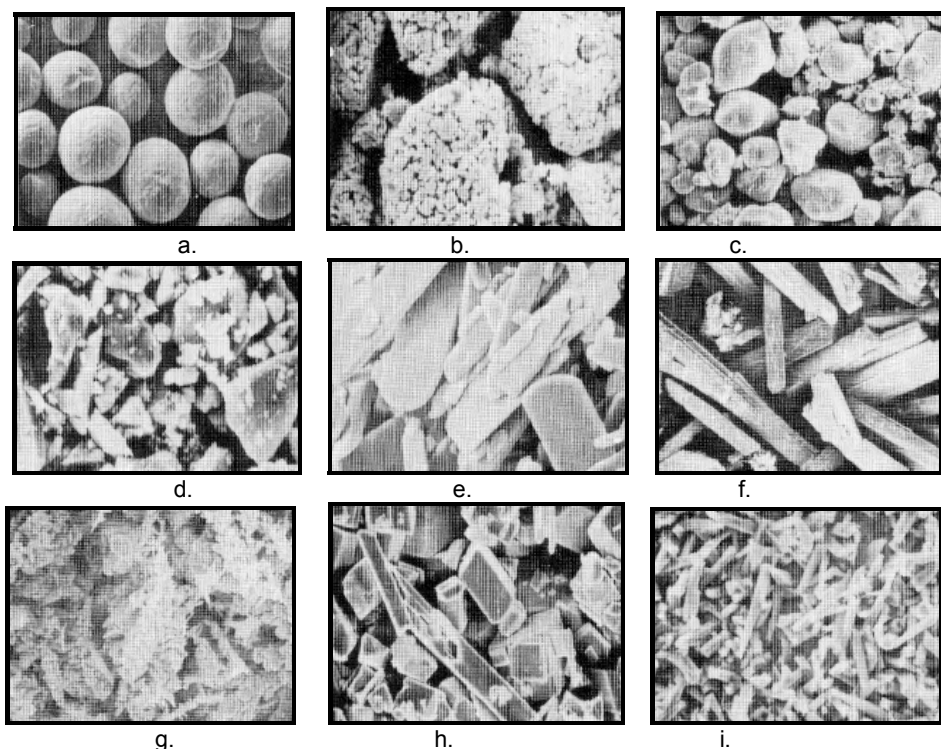
Otras veces, los polvos metálicos se obtienen moliendo o triturando de alguna forma trozos de metal. También pueden producirse, de manera química como es el caso de la reducción de óxidos a metal en polvo o mediante precipitación de partículas metálicas en una solución acuosa [25].

1.5.2 Caracterización de la materia prima. Los futuros procesos y el resultado final alcanzado después del sinterizado están altamente ligados con las características de los polvos tales como: tamaño y forma de las partículas, estructura y condición de la superficie [24].

1.5.2.1 Tamaño de las partículas. Se refiere a las dimensiones de los polvos individuales. Si la forma de la partícula es esférica, una sola dimensión es adecuada, para otras formas se necesitan dos o más dimensiones. Esto se puede realizar mediante microscopia electrónica de barrido (SEM).

1.5.2.2 Forma de las partículas. Los polvos metálicos se pueden catalogar en varios tipos como se muestra en la figura 2: esferoidal (a), granular (b), nodular (c), irregular (d), laminar (e), fibrosa (f), dendrítica (g), angular (h) y acicular (i).

Figura 2. Diferentes formas de polvos metálicos



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

La forma y distribución de tamaño influyen algunas características como densidad, porosidad del compacto, resistencia, fluidez y cambio dimensional en el proceso de sinterización.

1.5.2.3 Distribución Granulométrica. Esta etapa se realiza principalmente a las partículas de aditivo formador de poro y es uno de los métodos más comunes para obtener información sobre el tamaño de grano.

Consiste en la utilización de tamices (“screens”) o ciclones (“air classifiers”) para eliminar selectivamente determinados tamaños. Se emplean cribas de diferente tamaño de malla, donde el número de malla se refiere al número de aberturas por pulgada lineal de la criba, por lo tanto, un número alto de malla indica menor tamaño de partícula [24].

Se debe tener en cuenta la porosidad deseada y la relación entre los tamaños de aditivo formador de poro y los polvos metálicos a trabajar durante el proceso.

Las variaciones que ocurren en la selección de tamaños de partículas mediante tamizado se deben a las diferencias en la forma de las partículas, al rango de tamaño sucesivo de malla y a las variaciones de tamaño de las aberturas dentro de un número dado de malla [26].

1.5.3 Preparación de la mezcla. En esta etapa del proceso el aditivo formador de poro es premezclado directamente con el metal en polvo.

Se seleccionan los porcentajes en volumen y se pesan las cantidades de los materiales que van a integrar la mezcla (polveros metálicos, aditivo formador de poro y lubricante), estos valores se determinan mediante una serie de cálculos.

El lubricante es uno de los participantes de la mezcla, y su principal función es reducir la fricción entre el polvo metálico y las superficies de las herramientas utilizadas en el proceso.

El ácido esteárico, estearato de zinc, estearato de litio y lubricantes sintéticos tales como el acrawax se consideran como los lubricantes mas usados en materiales convencionales premezclados no ferrosos. La selección esta en primera medida basada en la habilidad que tiene el lubricante en adherirse a la superficie de las partículas metálicas. La resistencia en verde es incrementada con cantidades pequeñas de lubricante.

La cantidad de lubricante adherido depende de muchos factores, incluyendo la composición del polvo metálico, tipo de herramienta a usar, la densidad del compacto y la complejidad de la pieza. Esta cantidad generalmente varía de 0.5 a 1.5% en peso. Sin embargo, el estearato de litio y estearato de zinc adicionados en un rango de 0.5 a 0.75% en peso son usados con mayor frecuencia en piezas fabricadas de plata y níquel [27].

El lubricante debe deslizarse durante la compactación, y así ayudar a conseguir una densidad uniforme en todo el compacto. De igual importancia resulta el hecho de que la reducción de fricción también ayuda a la eyección del compactado minimizando la posibilidad de formación de grietas. Se debe tener gran cuidado en la selección del lubricante, debido a que una mala escogencia puede resultar en efectos adversos en las durezas de los compactos antes y después de sinterizar. Otra precaución que se debe tener en esta etapa del proceso es la de no sobremezclar, debido a que esto aumenta la densidad aparente de la mezcla y reduce la dureza de la pieza antes del sinterizado [23].

1.5.4 Homogenización. El proceso de homogenización o mezclado produce una distribución homogénea de los elementos aleantes y el aditivo formador de poro, para asegurar una alta calidad del material poroso con una distribución y tamaño de poro uniforme. Alternativamente la mezcla de los polvos puede realizarse por mezclado aerodinámico [24].

En el proceso pulvimetalurgico desarrollado es importante una correcta homogenización del lubricante tanto con los polvos metálicos como con aditivo formador de poro.

Las variables del proceso de homogenización son: forma y tamaño de la partícula, gravedad específica de los componentes, características y condición de la superficie de la partícula, estructura de la partícula y plasticidad y finalmente, tipo de mezclador empleado.

1.5.5 Compactación. La mezcla debe ser presionada lo suficiente para que el compacto resultante soporte la fuerza de la eyección del molde y pueda ser manipulado antes del sinterizado.

El compactado es una etapa muy importante por que la forma y las propiedades mecánicas finales de la pieza están fuertemente relacionadas con la densidad en verde. Los polvos metálicos bajo presión no se comportan como líquidos, la presión no es transmitida uniformemente por el molde y hay virtualmente cero flujo lateral, por esto, la obtención de buenas densidades en la pieza depende en un alto grado de el diseño de la herramienta que aplica la presión.

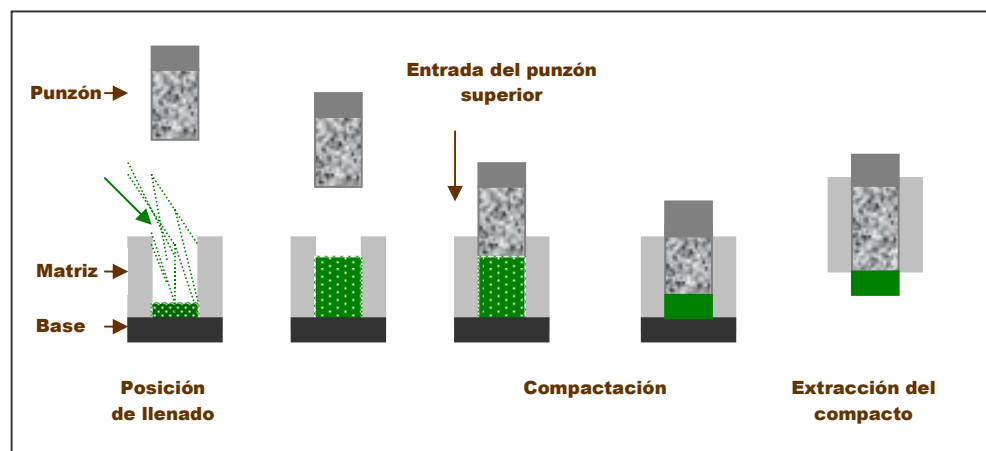
Los pasos que se siguen en la compactación uniaxial de una mezcla (fig. 3): son

- 1- Llenado de la matriz
- 2- Posicionamiento de los punzones
- 3- Entrada del punzón superior
- 4- Compactación
- 5- Cese de la aplicación de presión
- 6- Extracción del compacto en verde [28].

El compactado de la mezcla a temperaturas normales y sin un ambiente controlado es muy útil, por su bajo costo para la fabricación de piezas, sin

embargo tiene grandes limitantes en la obtención de una densidad en verde adecuada de los compactos. Por esta razón se han desarrollado varios métodos que mejoran esta y otras propiedades del compactado: Compactación semi-caliente (Warm Compaction), Compactación Isostática en Caliente (Hot Isostatic Pressing), entre otras [23].

Figura 3. Pasos en la compactación uniaxial



Tomada de: www.tecnun.es/asignaturas/pulvimetal/docs%5Ctema5.pdf

Es de resaltar la influencia del material: los polvos finos son más difíciles de compactar, los polvos esponja son gruesos pero tienen porosidad interna que favorecen el proceso, al principio muestran compresibilidad elevada pero el comportamiento se dificulta a presiones elevadas cuando solo quedan los poros internos pequeños.

Los polvos pequeños, esponja o duros presentan mayor riesgo de rotura en extracción.

1.5.5.1 Diseño de la matriz y punzón. Las siguientes son consideraciones que se deben tener al diseñar una herramienta para la etapa de compactación:

- Relación entre longitud y ancho. La presión aplicada y por ende la densidad decrece a lo largo de la pieza. La compactación de doble lado (se aplica presión por los dos lados de la mezcla) mejora la distribución de la presión pero sigue dejando una región en la mitad de la pieza con menos densidad. Por esto relaciones entre largo y ancho de piezas superiores a 3:1 no son recomendadas.
- Cambios bruscos en las secciones se deben omitir, debido que aumentan la fricción, lo que puede llevar a fracturas en la pieza.
- La complejidad en la forma de la pieza y el número de operaciones que se necesitan entran en juego para la velocidad en que se puede fabricar una pieza [23].

1.5.6 Sinterización. La etapa de la sinterización es clave para el proceso de la metalurgia de polvos por que es aquí donde la pieza adquiere la resistencia y fuerza para realizar su función ingenieril para la cual se ha fabricado, y crucial en la fabricación de materiales porosos debido a que la descomposición del aditivo formador de poro y los diferentes mecanismos de difusión permiten dar origen a la estructura porosa del material.

El término sinterizado tiene la siguiente definición: es el tratamiento térmico de un polvo o compactado metálico a una temperatura inferior a la temperatura de fusión de la base de la mezcla. Tiene el propósito de incrementar la fuerza y las resistencias de la pieza creando uniones fuertes entre las partículas.

Esta etapa permite el enlace de las partículas cuando estas se activan por los procesos de difusión a alta temperatura. A escala microscópica este enlace ocurre por formación de cuellos cohesivos en la zona de contacto entre partículas, que van creciendo.

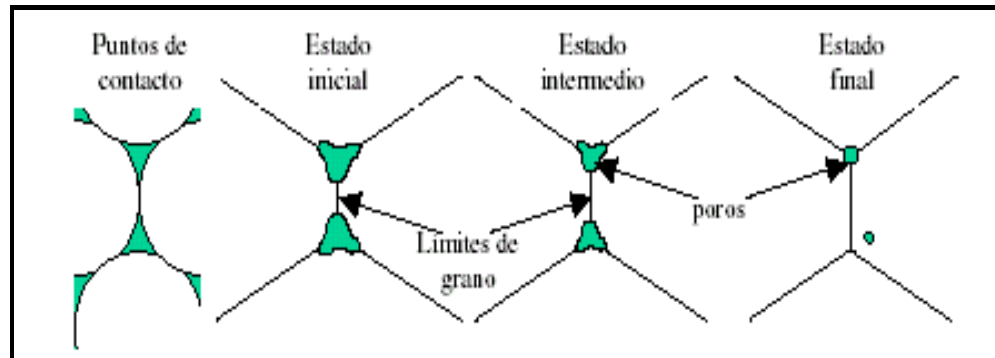
La sinterización puede dividirse en varios estados o etapas. Algunos autores, (Hirschhorn 1969), consideran cinco etapas, mientras otros, (Lenel 1980, German 1994) prefieren hablar de tres. Considerando un modelo básico de sinterización basado en partículas esféricas estos estados podrían ser:

- Estado inicial, donde se producen los contactos entre partículas y comienza el crecimiento de los cuellos (en este estado se empiezan a formar los límites de grano entre partículas y los compactos no han sufrido aún contracciones importantes).
- Estado intermedio, el cual involucra el aislamiento de los canales, y aparece porosidad cerrada y donde el material empieza a densificar de manera importante.
- Estado final, donde los poros se esferoidizan y su tamaño disminuye (actuando como un freno al movimiento de los límites de grano y ralentizándose la densificación).

Además, se debe incluir la etapa de descomposición del aditivo formador de poro, la cual genera los vacíos que permiten obtener una estructura porosa. Esta eliminación de material requiere largos tiempo de sostenimiento a bajas temperaturas (cuando se ha alcanzado su punto de evaporización) para asegurar su completa remoción. Se debe tener un control de las variables del proceso que permitan obtener porosidad aislada e interconectada.

La figura 4 muestra la evolución de las uniones entre partículas y de la porosidad, considerando el modelo de partículas esféricas. El comportamiento durante la sinterización estará determinado, principalmente, por el material, polvo de partida, densidad en marrón, temperatura, y tiempo de mantenimiento a la temperatura de sinterización.

Figura 4. Diagrama esquemático del cambio de la estructura de poros durante la sinterización



Tomada de: RANDALL, German. *Powder Metallurgy Science*

La principal fuerza motriz de la sinterización es la disminución de la energía libre superficial de los compactos debido a la transferencia de masa (Eisele 1996), provocada por el alto volumen de poros y que conduce a una disminución del volumen total de la pieza. El proceso evoluciona hacia una reducción de la energía libre de la superficie de las partículas y en los límites de grano y a una reducción de la energía interfacial que causa la contracción de los compactos.

Las partículas pequeñas favorecen algunos de los mecanismos de difusión que actúan durante la sinterización, como la difusión superficial, y la difusión por límite de grano. Además, aumentan la energía libre por unidad de volumen lo que incrementa las fuerzas motoras del proceso (Herring 1950) [29].

En un proceso de pulvimetalurgia convencional la densidad en verde de los compactos esta próxima al 70% de la densidad teórica, mientras que después de la sinterización se puede alcanzar el 90-92% de la densidad teórica.

1.5.6.1 Atmósfera Controlada. Las atmósferas controladas son una parte esencial en casi cualquier proceso de sinterización por que previenen la oxidación y otras reacciones que no convienen en el proceso. Algunas de las atmósferas

más usadas son las compuestas con hidrógeno seco o con hidrocarburos sometidos parcialmente a la combustión.

Si se requieren usos más especiales y que puedan soportar el incremento en el costo de la atmósfera se pueden utilizar las llamadas atmósferas sintéticas. Debido a que son producidas mezclando cuidadosamente nitrógeno con Hidrógeno y con gas de hidrocarburos para la sinterización de aceros. Estos tipos de atmósferas tienen las ventajas de ser mucho más limpias, tener mayor adherencia al material sinterizado y un nivel muy bajo de vapor de agua [23].

1.6 PROPIEDADES MECANICAS DE LOS MATERIALES POROSOS

Las propiedades y el comportamiento de las piezas sinterizadas dependen de la porosidad existente entre ellas, siendo considerados diferentes ensayos para la evaluación de las propiedades mecánicas: resistencia a la tracción, ductilidad, resistencia dinámica (impacto y fatiga), dureza (Hirschhorn, 1976; German, 1984) y resistencia a la ruptura transversal. Donde el ensayo de resistencia a la ruptura transversal es el más adecuado, debido al carácter frágil de los materiales porosos obtenidos por vía pulvimetalúrgica basado en la ocupación temporal de un aditivo.

En general la porosidad produce degradación de las propiedades mecánicas ya que se reduce el área efectiva de la región transversal de las piezas, produciéndose un incremento del valor medio del esfuerzo transferido a través de los puentes del material entre los poros. Para óptimas propiedades mecánicas es preferible la presencia de poros aislados que interconectados porque es menor la reducción del área efectiva (Kubicki, 1995; Danninger y col, 1997).

En el caso de piezas en las que se desea porosidad interconectada, además de la resistencia mecánica, es requisito importante la existencia de un nivel adecuado

de permeabilidad, para que un determinado fluido o sustancia pueda desplazarse adecuadamente en su interior (German, 1981; Ciesliki y col, 1996) [8].

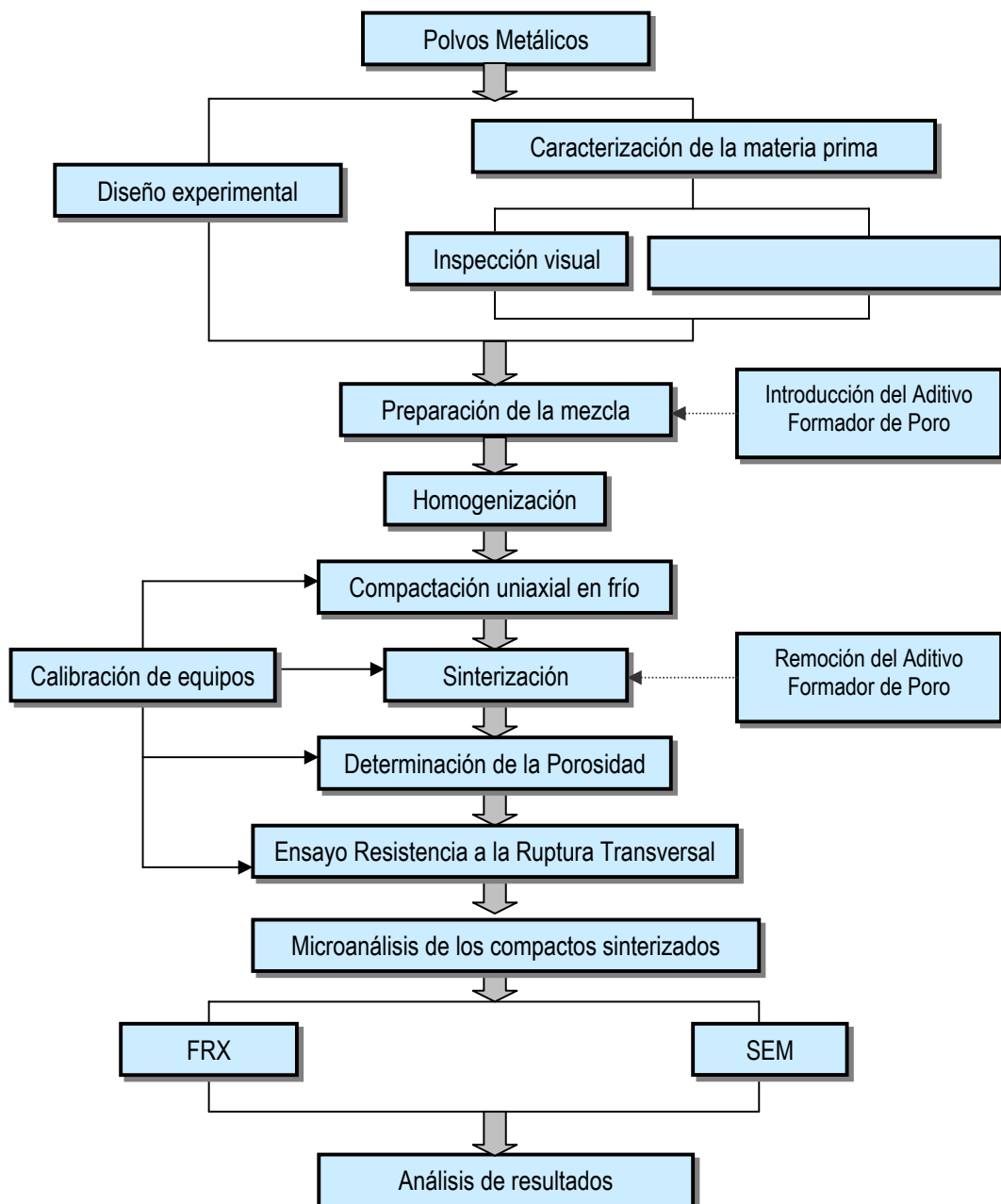
La distribución de los poros en la matriz metálica, es un factor determinante de las propiedades mecánicas de la estructura, por lo cual la sinterización debe llevarse a cabo bajo condiciones reguladas, que permitan controlar la morfología de la pieza con la finalidad de optimizar la relación porosidad-resistencia del material [11].

2. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

2.1 PLAN DE ACTIVIDADES

En la figura 5, se presenta la metodología experimental seguida en esta investigación.

Figura 5. Metodología utilizada para el desarrollo del proyecto



En este trabajo se desarrolló un proceso pulvimetalúrgico para la fabricación de metales porosos base titanio, plata, aluminio y níquel mediante compactación axial en frío y sinterización, y evaluar las propiedades mecánicas de los compactos obtenidos.

2.2 MATERIALES EMPLEADOS

2.2.1 Polvos de Titanio. Se emplearon polvos de titanio como materia prima con un 99.7% de pureza según las especificaciones del fabricante, una granulometría fija de 325 mallas equivalente a $65\mu\text{m}$ y forma irregular. Fueron suministrados por la empresa Micron-Metals e importados por la empresa Atlantic-Equipment.

Estos fueron polvos finos de esponja, de titanio comercialmente puro grado 2, la tabla No 6 muestra la composición de los distintos grados de titanio (en %) según normas ASTM.

Tabla 6. Composición de los distintos grados de pureza del titanio

	Fe	O	N	C	H	Ti
Grado 1	0.20	0.18	0.03	0.10	0.0125	99.47
Grado 2	0.30	0.25	0.03	0.10	0.0125	99.30
Grado 3	0.30	0.35	0.05	0.10	0.0125	99.18
Grado 4	0.50	0.40	0.05	0.10	0.0125	98.93
Grado 5	Aleación de titanio					

Tomada de Enric Pedemonte. Prótesis de Alta Biocompatibilidad.

2.2.2 Polvos de Plata. En esta investigación se hizo necesario adquirir plata metálica sólida en la Cooperativa de Joyeros Coosanjoyas S.A. y a partir de esta se realizó un proceso de disolución en ácido nítrico (concentración al 50%) para

conseguir nitrato de plata, se adiciono cloruro de sodio y después de una serie de lavados se agregó ácido sulfúrico (concentración al 10%) y finalmente polvos de zinc para precipitar la plata metálica en forma de polvo, la cual fue reducida de tamaño con ayuda de un mortero para su posterior distribución granulométrica.

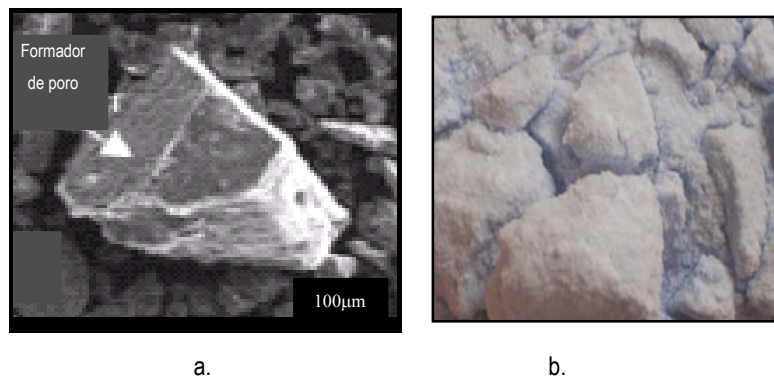
2.2.3 Polvos de Aluminio. Los polvos de aluminio empleados como materia prima en este proceso fueron suministrados por Electromanufacturas S.A., con una pureza del 99.9%, una granulometría de 100 μm y forma irregular, según las especificaciones dadas por el proveedor.

2.2.4 Polvos de Níquel. Estos polvos, al igual que los de aluminio fueron suministrados por Electromanufacturas S.A, según las especificaciones dadas por el proveedor estos polvos tenían una pureza del 99.5%, una granulometría de 110 μm y una morfología esférica.

2.2.5 Carbonato de Amonio. 500 gramos de aditivo formador de poro fueron suministrados por la Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales, en forma de polvo. La formula química de este reactivo es $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ y por lo tanto al quemarse puede producir amoníaco, monóxido de carbono, dióxido de carbono y óxidos de nitrógeno; y en contacto con agua o en contacto prolongado con aire puede liberar amoníaco [20].

Debido a que el carbonato de amonio puede ser removido fácil y completamente a bajas temperaturas fue escogido en el presente trabajo como una sustancia formadora de poro; con una granulometría de 800 y 850 μm . Sus partículas son de color blanco y de forma angular pero debido a su carácter giroscópico tiende al color azul, como se puede observar en la figura 6 (a y b).

Figura 6. a. Micro y b. macrografía del carbonato de amonio.



a. Micrografía tomada de : LAPTEV, A; BRAM, M; BUCHKREMER, H.P; STOVER, D. *Study of Production Route for Titanium Parts Combining Very High Porosity and Complex Shape.*

b. Macrografía tomada por los autores de la investigación a 15x de aumentos.

2.2.6 Atmosferas de sinterización. Se emplearon atmósferas de argón en el proceso de sinterización del titanio y nitrógeno en el caso del aluminio para prevenir la oxidación, las cuales fueron suministrados por el Grupo de Investigaciones en Corrosión (GIC) y la Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales en presentación de balas con capacidad de 20 y 40 m³ respectivamente.

La atmósfera de nitrógeno (para la sinterización del aluminio) fue escogida por factores económicos y de seguridad respecto a otras atmósferas tales como hidrógeno y argón. El flujo utilizado en los dos gases fue de 100cm³/min.

2.3 EQUIPOS

Para la realización de las pruebas se emplearon los siguientes equipos:

2.3.1 Equipo para la caracterización de la materia prima. Con el fin de verificar la forma y el tamaño de los polvos a utilizar en esta investigación se realizó inspección visual a los polvos con ayuda del analizador de imágenes LEICA modelo Q500MC, lupas manuales y el microscopio binocular marca OLYMPUS.

La distribución granulométrica consistió en la utilización de tamices o serie de mallas TYLER y un equipo de vibración Ro-tap para eliminar selectivamente determinados tamaños de aditivo formador de poro y así, escoger el valor adecuado de acuerdo a la porosidad deseada.

2.3.2 Equipo empleado en la preparación de la mezcla. Se realizaron una serie de cálculos para obtener las cantidades de aditivo formador de poro, polvos metálicos y lubricante a utilizar, para lo cual se empleó una balanza electrónica, marca METTLER, con exactitud de 0.001g.

2.3.3 Equipo para la etapa de homogenización. La mezcla se realizó en queños recipientes individuales plásticos en un molino de bolas adaptado para esta etapa del proceso pulvimetalúrgico como se muestra en la figura 7. Se evito el empleo de granallas en su interior para impedir que los polvos metálicos se contaminaran o existiera perdida de material y que el aditivo formador de poro disminuyera su tamaño de grano, debido a su fragilidad.

Figura 7. Molino de Bolas adaptado para el proceso



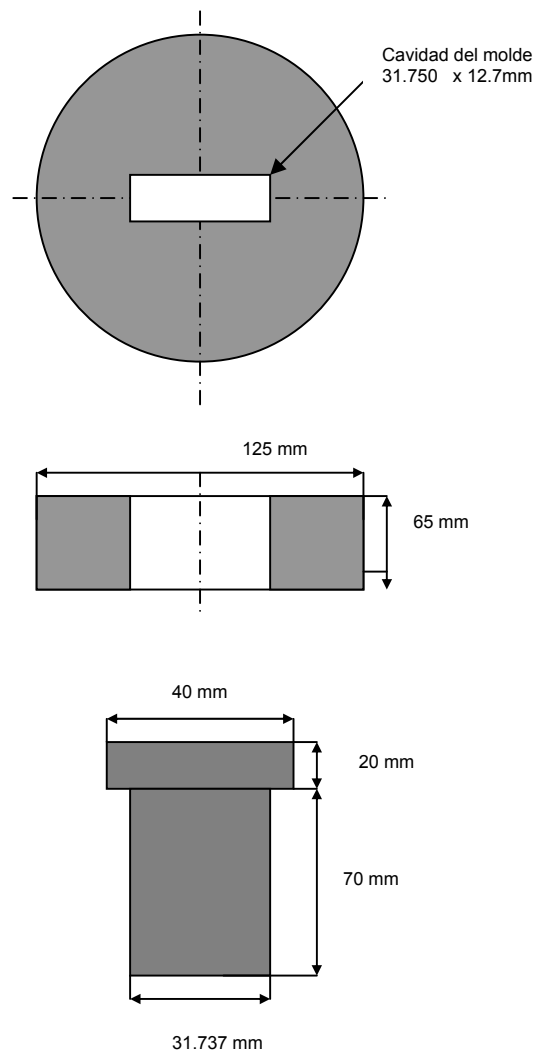
Tomada por los autores

El tiempo de homogenización de las mezclas preparadas fue de 60-95 min a 60 rpm para conseguir una mezcla adecuada y obtener una pieza con propiedades constantes en toda su extensión.

Para esta etapa se realizaron pruebas preliminares, donde se sometieron las mezclas a diferentes tiempos de mezclado para optimizar un tiempo que permitiera obtener una mezcla completamente homogénea.

2.3.4 Diseño de la Matriz y punzón. La elaboración de la matriz y punzón se realizó bajo la norma ASTM B312, cuyas dimensiones vienen representadas en la figura 8.

Figura 8. Características dimensionales de la matriz y punzón.



Plano realizado por los autores

El material empleado para la construcción de la matriz y el punzón fueron: acero para herramientas D6 para la matriz y acero A2 para el punzón los cuales fueron sometidos a un tratamiento térmico de temple y revenido para obtener una dureza superficial de aproximadamente 58 a 60 Rockwell C.

En la selección del material para la construcción de la matriz, se tuvieron en cuenta dos condiciones, la resistencia a la deformación cuando se aplican altas presiones y la resistencia a la abrasión causada por la fricción de las partículas finas en las paredes de la matriz.

2.3.5 Equipo para la etapa de compactación. El ensayo se realizó en el equipo Universal de Ensayos, marca Trebel, con capacidad hasta 40 toneladas fuerza, carrera y velocidad variable, así como presión regulable por medio de un manómetro.

Figura 9. Fotografía de la maquina universal de ensayos marca Trebel



Tomada de : www.albatros.uis.edu.co

2.3.6 Equipo para la etapa de sinterización. Para esta etapa del proceso se uso un Horno Tubular de Zonas marca Lindberg con resistencias, al cual fue adaptado un tubo de acero inoxidable 316L resistente a altas temperaturas, y una conexión que alimentaba de gas al sistema suministrando para materiales como el titanio y aluminio una atmósfera inerte en el interior del tubo, evitando así la reacción con el ambiente y por lo tanto una posterior oxidación.

Figura 10 a. Fotografía del horno tubular de zonas marca Lindberg
a. Detalle del interior del tubo.



Tomada por los autores

2.3.7 Equipo para la determinación de la porosidad. Se empleó el porosímetro Ruska para medir la porosidad interconectada de los compactos porosos sinterizados.

El equipo mide volúmenes de desplazamiento de un pistón que luego son convertidos a cm^3 usando curvas de calibración y tiene capacidad de medida para volúmenes clasificados de acuerdo al tamaño de la muestra en copa pequeña, mediana y grande, y cada copa tiene su propia posición de inicio.

Es necesaria la manipulación del mercurio con precaución para evitar su contacto con la piel.

Figura 11. Fotografía del porosímetro Ruska



Tomada por los autores

2.3.8 Equipo para ensayo de resistencia a la ruptura transversal. Los ensayos mecánicos se realizaron en el equipo marca AUTOGRAPH AG-I SHIMADZU con capacidad hasta 25 toneladas. Acondicionada con una celda de carga de 1KN para ensayos de resistencia a la ruptura transversal.

El ensayo de resistencia a la ruptura transversal a tres puntos se realizó con una separación de apoyos de 24.6mm, un punzón de 10mm de diámetro y una velocidad de avance de 5 mm/min. Se obtuvieron curvas carga vs deformación por medio del software Trapezium versión 1.03 de 1999.

La figura 12 muestra el equipo para ensayos mecánicos y un detalle de la celda empleada para el ensayo de ruptura transversal en 3 puntos.

2.3.9 Equipos para microanálisis de los compactos sinterizados. Se empleó el equipo de microscopía electrónica de barrido LEO 430, el cual permitió obtener imágenes en alto vacío sin tener que realizar pretratamiento a los compactos obtenidos.

Figura 12. a. Fotografía del equipo universal de ensayos mecánicos marca AUTOGRAPH AG-I
b. Detalle del montaje de la celda.



Tomada por los autores.

También se realizó un microanálisis a los compactos sinterizados en el equipo Oxford Instrument, basado en una microsonda electrónica con detector de rayos X de energía dispersiva.

2.4 VARIABLES Y CONSTANTES DEL PROCESO

Los valores escogidos como constantes de acuerdo a los objetivos propuestos, así como las variables independientes y dependientes del proceso se muestran en la tabla 7 y 8.

Tabla 7. Constantes del proceso

CONSTANTES De cada material	Granulometría polvo metálico
	Presión de compactación
	Atmósfera en el horno
	Porcentaje de lubricante
	Tiempo de mezclado

Tabla 8. Variables seleccionadas para proceso

VARIABLES INDEPENDIENTES	Cantidad volumétrica de aditivo
	Temperatura de sinterización
	Tiempo de sinterización
VARIABLES DEPENDIENTES	Densidad
	Porosidad
	Resistencia mecánica

En síntesis, teniendo en cuenta los resultados de los ensayos preliminares y la bibliografía consultada en la tabla 9 se muestran los valores seleccionados para las constantes anteriormente nombradas (tabla 7) según el material.

Tabla 9. Valores de las constantes del proceso de acuerdo al material

Constantes	Ti	Ag	Al	Ni
Presión de compactación	12Ton	7Ton	9 Ton	14Ton
Cantidad Volumétrica de Aditivo	20%	30%	40%	50%
Granulometría de los polvos metálicos	65 μm	80 μm	100 μm	110 μm
Atmósfera en el horno de sinterización	Argón	Sin atm	Nitrógeno	Sin atm
Granulometría del aditivo	850 μm	800 μm	800 μm	800 μm
% Lubricante	0.7	0.7	0.7	0.7
Tiempo de mezclado	1h	1h	80min	95min
Temperatura de fusión	1668°C	962°C	660°C	1453°C

Los valores de tiempo y temperatura se basaron en la bibliografía consultada y en los ensayos preliminares realizados. Donde el nivel inferior de temperatura de sinterización fue un porcentaje cercano a la mitad de la temperatura de fusión 54% y el nivel superior un 72%.

Sin embargo, después de pruebas preliminares para las muestras de aluminio, fue necesario aumentar su temperatura a 500 y 600°C y sostener por mayor un tiempo, debido a los deficientes resultados obtenidos.

Las tablas 10 a13 muestran los valores seleccionados:

Tabla 10. Variables a analizar en el proceso de sinterización para el titanio

VARIABLE	NOMENCLATURA	UNIDAD	NIVEL INFERIOR	NIVEL SUPERIOR
Temperatura	T	°C	900	1200
Tiempo	t	h	2	4

Tabla 11. Variables a analizar en el proceso de sinterización para la plata

VARIABLE	NOMENCLATURA	UNIDAD	NIVEL INFERIOR	NIVEL SUPERIOR
Temperatura	T	°C	520	700
Tiempo	t	h	1	3

Tabla 12. Variables a analizar en el proceso de sinterización para el aluminio

VARIABLE	NOMENCLATURA	UNIDAD	NIVEL INFERIOR	NIVEL SUPERIOR
Temperatura	T	°C	500	600
Tiempo	t	h	1.5	3

Tabla 13. Variables a analizar en el proceso de sinterización para el níquel

VARIABLE	NOMENCLATURA	UNIDAD	NIVEL INFERIOR	NIVEL SUPERIOR
Temperatura	T	°C	800	1050
Tiempo	t	h	2	4

2.5 DISEÑO EXPERIMENTAL

Debido a la complejidad del proceso pulvimetalúrgico para la fabricación de materiales porosos y a la cantidad de variables que intervienen en cada etapa, se hizo necesario realizar un diseño experimental para conocer el efecto de variables como temperatura y tiempo en la etapa de sinterización, la influencia del porcentaje de aditivo formador de poro sobre la porosidad de los compactos obtenidos y la resistencia mecánica de cada material.

El diseño experimental tomado como herramienta para el desarrollo de este estudio es un diseño factorial a dos niveles que nos permitió en 4 experiencias para cada material indicar tendencias y determinar la dirección a la cual se dirigió el estudio.

Las tablas 14 a 17 representan el diseño factorial 2^2 , para cada material.

Tabla 14. Matriz de diseño para el titanio

Muestra	Tiempo de sinterización (h)	Temperatura de sinterización (°C)	Aditivo formador de poro (%)	Matriz de diseño		
				X1	X2	X3
1	2	900	20	-	-	-
2	4	900	20	+	-	-
3	2	1200	20	-	+	-
4	4	1200	20	+	+	-

Tabla 15. Matriz de diseño para la plata

Muestra	Tiempo de sinterización (h)	Temperatura de sinterización (°C)	Aditivo formador de poro (%)	Matriz de diseño		
				X1	X2	X3
1	1	520	30	-	-	-
2	3	520	30	+	-	-
3	1	700	30	-	+	-
4	3	700	30	+	+	-

Tabla 16. Matriz de diseño para el aluminio

Muestra	Tiempo de sinterización (h)	Temperatura de sinterización (°C)	Aditivo formador de poro (%)	Matriz de diseño		
				X1	X2	X3
1	1.5	500	40	-	-	-
2	3	500	40	+	-	-
3	1.5	600	40	-	+	-
4	3	600	40	+	+	-

Tabla 17. Matriz de diseño para el níquel

Muestra	Tiempo de sinterización (h)	Temperatura de sinterización (°C)	Aditivo formador de poro (%)	Matriz de diseño		
				X1	X2	X3
1	2	800	50	-	-	-
2	4	800	50	+	-	-
3	2	1050	50	-	+	-
4	4	1050	50	+	+	-

Se observan los datos obtenidos con los niveles codificados de manera que el signo negativo (-) representa el nivel inferior de la variable y el signo (+) el nivel superior.

Esto, con el fin de cumplir los objetivos propuestos y resaltar los aspectos más relevantes considerados por los autores.

2.6 ENSAYOS EXPERIMENTALES

2.6.1 Caracterización de la materia prima. Las características que se consideraron como de mayor importancia durante la preparación de los materiales fueron: aspecto, forma, tamaño y distribución granulométrica de los polvos metálicos y el aditivo formador de poro.

2.6.1.1 Inspección visual de los polvos. Esta etapa se realizó con el fin de verificar el aspecto, la forma y el tamaño de los polvos metálicos.

El microscopio binocular OLYMPUS a bajos aumentos permitió verificar el brillo metálico y el color de los polvos usados para la fabricación de los compactos, esto se muestra en las macrografías de la figura 13 (a-d).

Figura 13. Macrografías de polvos de: a. titanio, b. plata, c. Aluminio, d. Níquel



Macrografías tomadas por los autores

Las partículas de acuerdo a su forma se pueden clasificar como se mostró en la sección 1.5.2.2, y con la ayuda del analizador de imágenes LEICA se catalogaron en irregulares y esféricos como se muestra en la tabla 18. Los polvos de níquel fueron completamente esféricos característicos de un proceso de atomización por gas, mientras los polvos de titanio plata y aluminio presentaron una forma irregular.

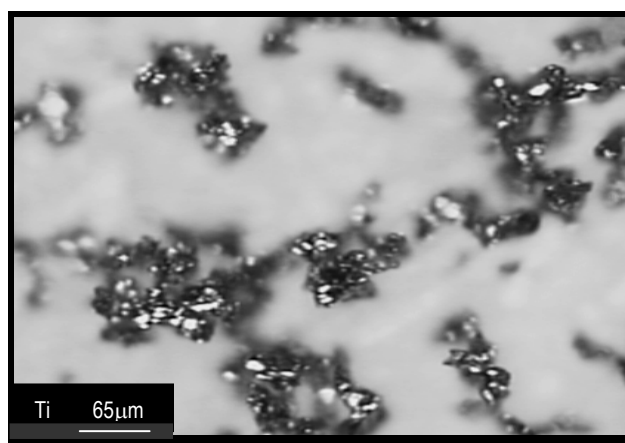
Tabla 18 Morfología y color de los polvos metálicos

MATERIAL	MORFOLOGÍA DE LA PARTÍCULA	COLOR DE LOS POLVOS
TITANIO	Irregulares	Gris oscuro
PLATA	Irregulares	Pardo claro
ALUMINIO	Irregulares	Gris claro
NÍQUEL	Esféricos	Verde oscuro

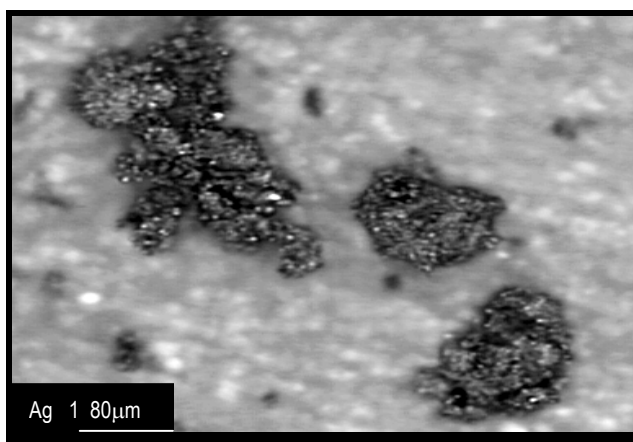
La figura 14 (a-d) permite observar con mayor detalle la morfología de los polvos metálicos de cada material, donde las partículas irregulares son poligonales con bordes redondeados (figura 14 a, b y c) y con cierta tendencia a la aglomeración.

Figura 14. Micrografías de los polvos metálicos a 50x de aumentos.

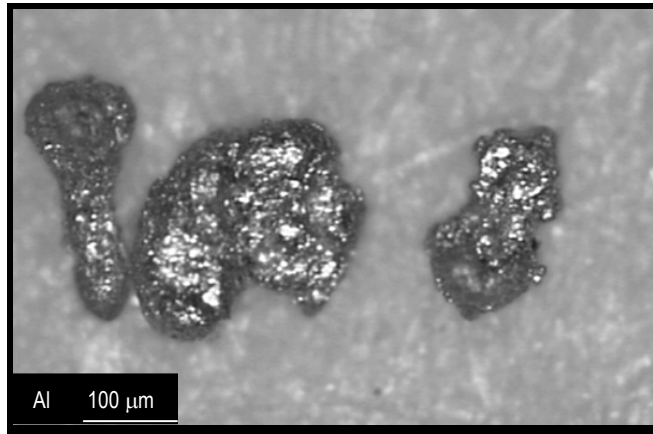
a. titanio, b. plata, c. aluminio y d. Níquel.



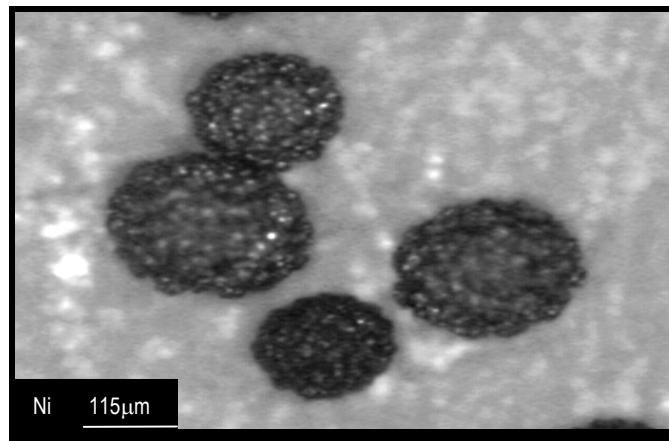
a.



b.



c.



d.

Micrografías tomadas por los autores

Los polvos irregulares mostraron que eran menos fluidos y menos densos que los polvos esféricos de níquel, además, el área superficial y los puntos de contacto disminuyeron debido a su forma comparada con los polvos esféricos, lo que permitió mayor acción de fuerzas adhesivas durante las etapas de compactación y sinterización en los polvos de níquel.

El aumento de los puntos de contacto causó un incremento de la fricción entre las partículas durante la compactación, lo cual generó un calentamiento interno, este calentamiento mejoró la plasticidad de los polvos y aumentó la resistencia en verde necesitándose mejores presiones de compactación para conseguir una determinada densidad comparada con los polvos esféricos.

En las partículas esféricas el tamaño fue determinado por su diámetro y en las partículas irregulares se trabajó utilizando el parámetro de diámetro circular equivalente.

2.6.1.2 Distribución granulométrica. Los polvos irregulares de carbonato de amonio fueron reducidos y tamizados en una serie de mallas Tyler (315-900 μ m), para seleccionar un tamaño de 800 μ m (850 μ m para la mezcla con titanio), con una distribución granulométrica hacia el polvo grueso para usar en la preparación de las mezclas. La tabla 19 muestra la distribución granulométrica realizada al carbonato de amonio.

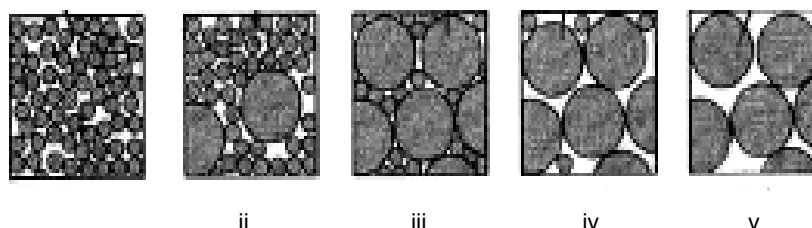
Tabla 19. Distribución granulométrica del aditivo formador de poro

Dp (μ m)	Peso (g)	% Peso	%acum. Rete(+)	%acum. Pasa(-)
900	14,83	11,00	11,00	89,00
850	25,07	18,60	29,60	70,40
800	34,38	25,50	55,10	44,90
500	27,50	20,40	75,50	24,50
315	19,55	14,50	90,00	10,00
200	13,48	10,00	100,00	0,00
Total	134,81	100,00		

En la distribución granulométrica que presentaron las partículas de aditivo formador de poro, se seleccionó un tamaño de partícula que permitiera conseguir altos valores de porosidad, seleccionando así, un mayor tamaño para las partículas de carbonato de amonio (figura 15 punto (v)) en comparación con los polvos metálicos (figura 15 punto (i)). Debido a que si la mezcla se realiza con partículas de igual tamaño (pequeño (i) o grande (v)) se obtiene una baja densidad de empaquetamiento contrario a lo que se presentó con una mezcla de tamaños (punto (iii)).

Por esta razón, los compactos en verde presentaron una buena densidad de empaquetamiento y permitieron la formación de una estructura porosa después de la remoción del aditivo formador de poro (partículas de mayor tamaño).

Figura 15. Densidad de empaquetamiento



Tomada de www.tecnun.es/asignaturas/pulvimetal/docs%5Ctema3.pdf

La granulometría seleccionada para el aditivo formador de poro fue de 850 μ m para la mezcla con titanio y 800 μ m para la plata, níquel y aluminio, con el objetivo que el tamaño de las partículas de aditivo formador de poro fueran 7 a 13 veces más grandes que las partículas de los polvos metálicos utilizados, como se muestra en la tabla 20.

Tabla 20. Relación de tamaños entre las partículas metálicas y el aditivo formador de poro.

MATERIAL	A: TAMAÑO DE LAS PARTÍCULAS DE ADITIVO FORMADOR DE PORO [μ m]	B: TAMAÑO DE LOS POLVOS METÁLICOS [μ m]	RELACIÓN: A / B
TITANIO	850	65	13
PLATA	800	70-90	10
ALUMINIO	800	100	8
NÍQUEL	800	115	7

2.6.2 Preparación de la mezcla. Los componentes de la mezcla fueron: los polvos metálicos, el aditivo formador de poro (carbonato de amonio) y el lubricante (estearato de zinc). Como se muestra en la tabla 21.

Tabla 21. Mezclas de cada material.

Mezcla 1	Polvos de Titanio	80% vol
	Carbonato de Amonio	20% vol
	Estearato de Zinc	0.75 % peso
Mezcla 2	Polvos de Plata	70% vol
	Carbonato de Amonio	30% vol
	Estearato de Zinc	0.7% peso
Mezcla 3	Polvos de Aluminio	60% vol
	Carbonato de Amonio	40% vol
	Estearato de Zinc	0.7% peso
Mezcla 4	Polvos de Niquel	50% vol
	Carbonato de Amonio	50% vol
	Estearato de Zinc	0.7% peso

Se seleccionaron cantidades volumétricas de aditivo formador de poro dentro de un rango de 20-50% dependiendo del material, estos valores se asignaron de acuerdo al porcentaje de porosidad deseado.

En esta etapa se adicionó, también, una cantidad pequeña de ligante temporal o lubricante (estearato de zinc) en porcentaje en peso respecto al polvo metálico, usado para disminuir el frotamiento de los granos entre sí durante la etapa de homogenización, lubricar las paredes de la matriz en el compactado y prevenir la segregación, este se adicionó en un rango de 0.7-0.75% según la bibliografía consultada [28].

Basados en los siguientes cálculos se determino la cantidad de los componentes de mezclado necesaria para llenar el volumen de la matriz (tabla 22) y obtener una altura adecuada de las probetas, después de la etapa de compactación.

Se empleó como base de cálculo el área de la matriz multiplicada por una altura de llenado (determinada en pruebas preliminares), que fue diferente para cada material.

$$\text{Volumen} = \text{área} \times \text{altura} = 4.03225 \text{ cm}^2 \times h$$

$$\text{Área} = 3.175 \text{ cm} \times 1.27 \text{ cm} = 4.03225 \text{ cm}^2$$

Altura (h) = diferente para cada material

Tabla 22. Composición de las mezclas de cada material.

Mezcla	H [mm]	% Aditivo	V Ti [ml]	V sal [ml]	Wti [g]	Wsal [g]	W estearato [g]
1	4	20	13.032	3.258	18.242	1.786	0.9121
2	1.7	30	4.798	2.056	7.532	1.074	0.053
3	1.7	40	4.113	2.742	5.014	1.670	0.035
4	0.95	50	1.915	1.915	8.282	0.890	0.058

Las cantidades de dosificación para cada mezcla de polvos metálicos, lubricante y formador de poro se basaron en los objetivos propuestos y en la literatura consultada.

2.6.3 Homogenización. Las mezclas preparadas en la etapa anterior fueron mezcladas en un molino de bolas adaptado para el proceso. Esta etapa se realizó en un rango de 60-95 minutos dependiendo de la mezcla y sin ayuda de bolas o granallas, evitando así, la contaminación y disminución del tamaño de la granulometría del aditivo, debido a su aspecto terroso y fácil de desintegrar.

La mayor preocupación en esta etapa del proceso fue la obtención de una mezcla homogénea, necesaria para conseguir un compacto sinterizado con porosidad uniforme.

Los primeros resultados obtenidos en pruebas preliminares para la selección del tiempo de mezclado en los diferentes materiales mostraron que al utilizar el equipo

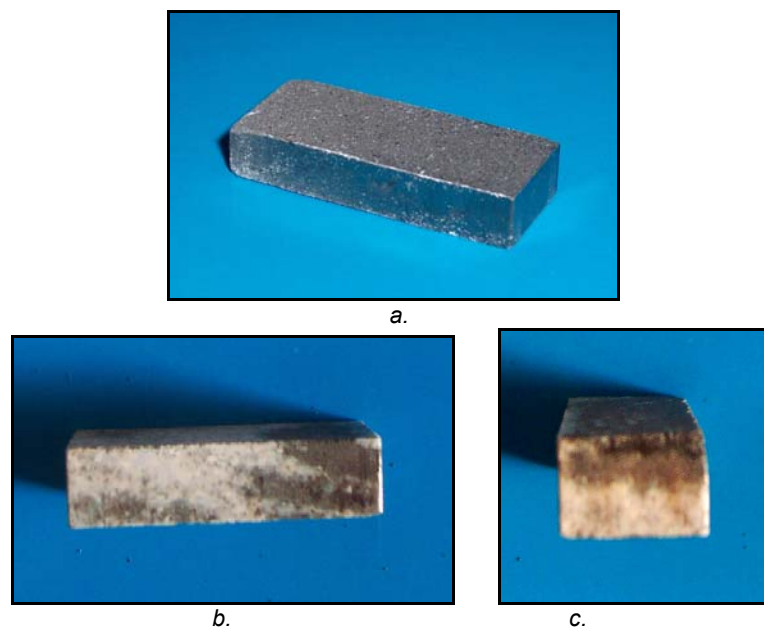
de homogenización en un tiempo de 30 minutos no se presentó aglomeración entre las partículas del aditivo formador de poro, el lubricante y los polvos metálicos, haciéndose notable la diferencia de densidades de estos materiales y por lo tanto, las partículas de menor densidad fueron segregadas en la parte superior de la mezcla.

Al analizar estas dificultades y tomando en cuenta, que las partículas irregulares requieren de tiempos largos para alcanzar la homogenización y que la diferencia de tamaños entre los materiales mezclados era grande se procedió nuevamente a realizar la mezcla con mayores tiempos, hasta conseguir una completa homogenización sin disminución de tamaño de partícula de los materiales participantes de la mezcla. Las características deseadas se lograron en tiempos superiores a 1 hora pero inferiores a 2 horas, porque superar este tiempo conducía a la desintegración del aditivo formador de poro durante el proceso.

Figura 16. Compactos :

a. Homogéneos (titanio, 294 MPa)

b y c. Con irregularidades (níquel, 340 MPa) consecuencia de la etapa de mezclado.



Fotografías tomadas por los autores.

Al cabo de una hora y debido al tamaño y morfología de las partículas de los polvos metálicos y el aditivo formador de poro, se observó que una vez terminada la etapa de homogenización las mezclas 1 (titanio) y 2 (plata) fueron homogéneas en toda su extensión, mientras que las mezclas 3 (aluminio) y 4 (níquel) presentaron algunas irregularidades (esto se muestra en la figura 16), que necesitaron ser corregidas con mayores tiempos de homogenización que incluían etapas de reposo y almacenamiento.

2.6.4 Compactación. El ensayo se realizó bajo la norma ASTM B331, donde las mezclas preparadas bajo la forma de polvo se introdujeron en frío a presiones de compactación de 170, 219, 294 y 340MPa, para la plata, aluminio, titanio y níquel, respectivamente, en una matriz con la forma apropiada y dimensiones internas de 31.75 x 12.7mm, para conformar una pieza cohesionada, lo que condujo a que las partículas metálicas al ser compactadas y dependiendo de su ductilidad se deformaran en los puntos de contacto entre ellas.

Es de resaltar que en esta etapa es donde se corre el riesgo de alcanzar la completa densidad es decir eliminar toda la porosidad, razón por la cual en nuestro caso, con la ayuda de la literatura consultada, se realizaron pruebas preliminares para escoger de forma adecuada la constante: presión de compactación.

Un aspecto importante durante esta etapa es el llenado de la matriz, donde se hace necesario un sistema alimentador de llenado apropiado y la disposición de la prensa para un adecuado suministro de los polvos a la matriz, y así realizar un acomodamiento uniforme de la mezcla a lo largo de toda la cavidad, para lograr esto se dieron suaves golpes y se contó con una varilla mezcladora para arreglar las partículas dentro de la matriz.

En esta etapa se lograron obtener piezas coherentes como se observa en la figura 17 (a-d) y con buena resistencia para su manipulación en la etapa posterior. Sin embargo, antes de continuar la etapa de sinterización los compactos en verde, se sometieron a un dimensionamiento y mostraron valores muy cercanos a las dimensiones de la matriz, es decir, estuvieron alrededor de: 31.75mm de largo por 12.7mm de ancho y una altura que varió en el rango de 3.4 a 4.9mm dependiendo del material.

Figura 17. Compactos en verde

**a. Titanio (294 MPa), b. Plata (170 MPa),
c. Aluminio (219 MPa), d. Níquel (340 MPa).**



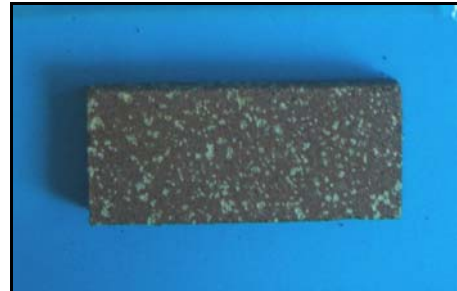
a.



b.



c.



d.

Fotografías tomadas por los autores.

Se realizaron pruebas preliminares a diferentes presiones de compactación para cada material, hasta lograr una altura promedio de aproximadamente 4.2 mm de las muestras después de la etapa de prensado. Observando que a mayores

presiones de compactación se presentaron mayores cambios dimensionales y variaciones en la densidad del compacto.

Los compactos obtenidos presentaron una resistencia en verde adecuada para su manipulación antes de la etapa de sinterización, es decir, fueron lo suficientemente fuertes para resistir la abrasión y la rotura mientras fueron transferidos de la prensa de compactación al horno de la etapa posterior.

Sin embargo, durante la compactación y como consecuencia de la etapa de eyección de los compactos del interior de la matriz, algunas probetas (contramuestras) presentaron como irregularidad una grieta longitudinal, debido al esfuerzo aplicado cuando fueron expulsadas del interior de la cavidad del molde. Debido a que la falta de una resistencia adecuada, provocó el inicio de pequeñas microgrietas que poco a poco empezaron a coalescer generando una delgada grieta que atravesó de un extremo a otro su longitud como se muestra en la figura 18.

Figura 18. Grieta longitudinal presente en algunos compactos en verde



Fotografía tomada por los autores.

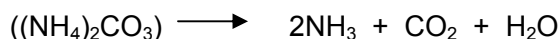
2.6.5 Sinterización. La sinterización se llevo a cabo en un horno tubular de zonas a temperaturas entre los 500 -1200°C, y el tiempo de residencia fue de 1 a 4h dependiendo del valor seleccionado para cada variable del material, a una velocidad de calentamiento de 36°C/min.

Las probetas fueron ubicadas dentro del horno a temperatura ambiente, donde, gradualmente y de forma escalonada se aumentó cada 100°C hasta llegar a la temperatura de sinterización, esto con el fin de garantizar un calentamiento homogéneo de las probetas y llevar a cabo la remoción completa del aditivo formador de poro y lubricante.

Cumplido el tiempo de sinterización el horno fue apagado manteniendo un flujo de gas estable hasta llegar a bajas temperaturas para evitar problemas de oxidación. A temperatura ambiente se retiraron las piezas, garantizando que el enfriamiento lento y gradual generara condiciones cercanas a las del equilibrio, y seguidamente los compactos fueron introducidos en el desecador para así protegerlos del ambiente.

En esta etapa del proceso pulvimetalurgico se realizó la remoción del aditivo formador de poro, siendo la temperatura el principal factor que influenció la cinética de descomposición. Este proceso ocurrió más lentamente a bajas temperaturas, y fue necesario introducir las muestras dentro del horno antes de iniciar el calentamiento para lograr una completa remoción del aditivo.

La remoción del aditivo fue cerca de los 59°C, y se descompuso en amoníaco, dióxido de carbono y agua según la siguiente reacción:



En esta etapa se logró incrementar la fuerza y la resistencia de los compactos obtenidos anteriormente, es decir, se crearon uniones fuertes entre las partículas, debido a la creación de puentes de enlace mediante el fenómeno de difusión.

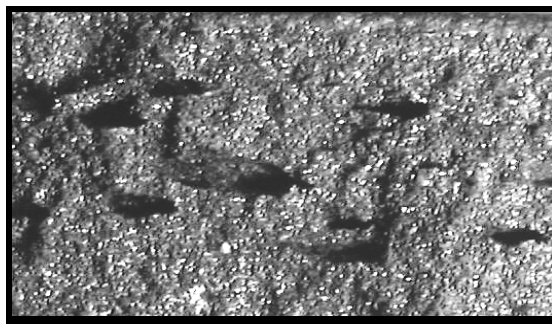
Para una mayor comprensión de los resultados obtenidos, se hace necesario el empleo de la tabla 23, la cual presenta las condiciones de sinterización de las cuatro muestras elaboradas para cada material.

Tabla 23. Condiciones de sinterización de las diferentes muestras

Material	No Muestra	% Aditivo F.	Presión [MPa]	Temperatura [°C]	Tiempo [h]
Titanio	1	20	294	900	2
	2	20	294	900	4
	3	20	294	1200	2
	4	20	294	1200	4
Plata	1	30	170	520	1
	2	30	170	520	3
	3	30	170	700	1
	4	30	170	700	3
Aluminio	1	40	219	500	1.5
	2	40	219	500	3
	3	40	219	600	1.5
	4	40	219	600	3
Níquel	1	50	340	800	2
	2	50	340	800	4
	3	50	340	1050	2
	4	50	340	1050	4

Después de la etapa de sinterización se observó en el aspecto superficial de los compactos una distribución uniforme de poros donde antes se encontraba ubicado el carbonato de amonio lo cual reveló una visible estructura porosa (figura 19).

Figura 19. Micrografía estereoscópica de un compacto poroso de titanio



2.6.6 Cambios dimensionales de los compactos sinterizados. Basados en la norma ASTM B 610 se determinaron los cambios dimensionales de las muestras porosas obtenidas por vía pulvimetalúrgica.

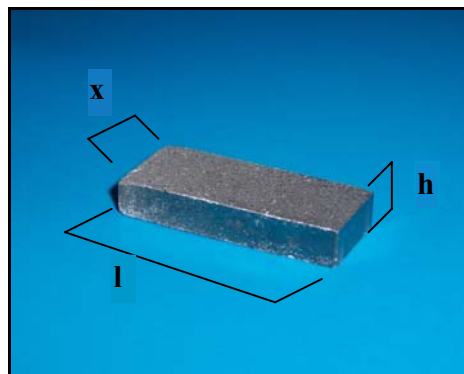
El porcentaje de cambio dimensional D_T fue dado por la siguiente ecuación:

$$\%D_T = \frac{L_T - L_D}{L_D} \times 100$$

L_T = Dimensiones de las muestras sinterizadas.

L_D = Dimensiones de la cavidad de la matriz.

Figura 20. Nomenclatura de las dimensiones de los compactos sinterizados.



Fotografía tomada por los autores.

2.6.7 Determinación de la porosidad. Para realizar la medida de porosidad de los compactos sinterizados, se empleó el método del porosímetro Ruska, (el procedimiento llevado a cabo se muestra en el anexo A).

Este ensayo está basado en la ley de Boyle y consiste en la medición de volúmenes desalojados de mercurio en cm^3 por medio de la acción de un pistón y su posterior lectura en una curva de calibración. Determinando así una diferencia

entre el volumen de la muestra y el volumen de poros que se encuentran en ella para la obtención de valores de porosidad efectiva.

Para la determinación de la porosidad fue necesario realizar la calibración del equipo, que consistió en la medida del volumen del recipiente empleado, y así graduar el nivel de lectura del mercurio.

Los volúmenes medidos, se convirtieron de medidas R_{core} y R_{Hg} a centímetros cúbicos mediante las curvas de calibración. Con estos datos y con la siguiente formula, se determinó la porosidad del material.

$$\text{Porosidad (\%)} = \frac{1 - R_{core}}{R_{Hg}} \times 100$$

2.6.8 Ensayo de resistencia a la ruptura transversal. Las propiedades mecánicas se evaluaron mediante ensayos de ruptura transversal, utilizando la norma ASTM B528 para muestras metálicas sinterizadas, y consistió en la aplicación una carga uniforme con velocidad de avance gradual y condiciones controladas.

La resistencia a la ruptura transversal se determinó con la siguiente expresión a partir de la carga requerida para romper una muestra que esta soportada entre dos puntos por medio de la aplicación de una fuerza en la línea central de los soportes (figura 21).

$$TRS = \frac{3 \times P \times L}{2 \times t^2 \times w}$$

Donde:

TRS = Resistencia a la ruptura transversal de compactos sinterizados, [Mpa].

P = carga máxima en el ensayo de ruptura transversal a tres puntos, [N].

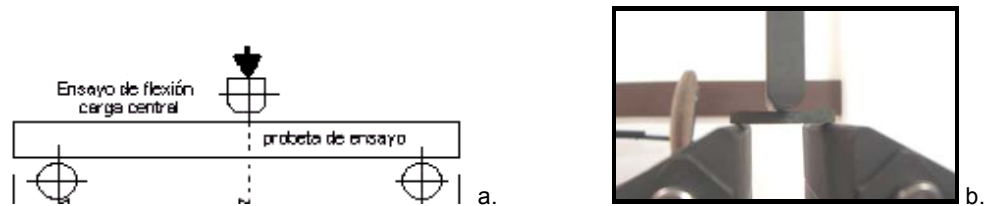
L = longitud entre puntos, [mm].

W = ancho de la probeta, [mm].

t = espesor o altura de la probeta, [mm].

En este ensayo las muestras fueron sometidas a un esfuerzo de flexión estática de 3 puntos como se muestra en la figura 21.

Figura 21. Esquema (a) y fotografía (b) del ensayo de resistencia a la ruptura transversal.



2.6.9 Microanálisis de los compactos sinterizados. Con el fin de evaluar y argumentar criterios, se obtuvieron imágenes de las muestras de titanio (1500 y 1000x), plata (250 y 1000x), aluminio (100 – 350x) y níquel (100 - 1000x) en un microscopio electrónico de barrido (SEM) marca LEO 430.

Además, se obtuvieron espectros de fluorescencia de rayos X para conocer la composición elemental exacta de una región representativa de los compactos y así determinar el contenido de impurezas en los materiales porosos después de removido el aditivo formador de poro, tomando en cuenta la composición elemental inicial.

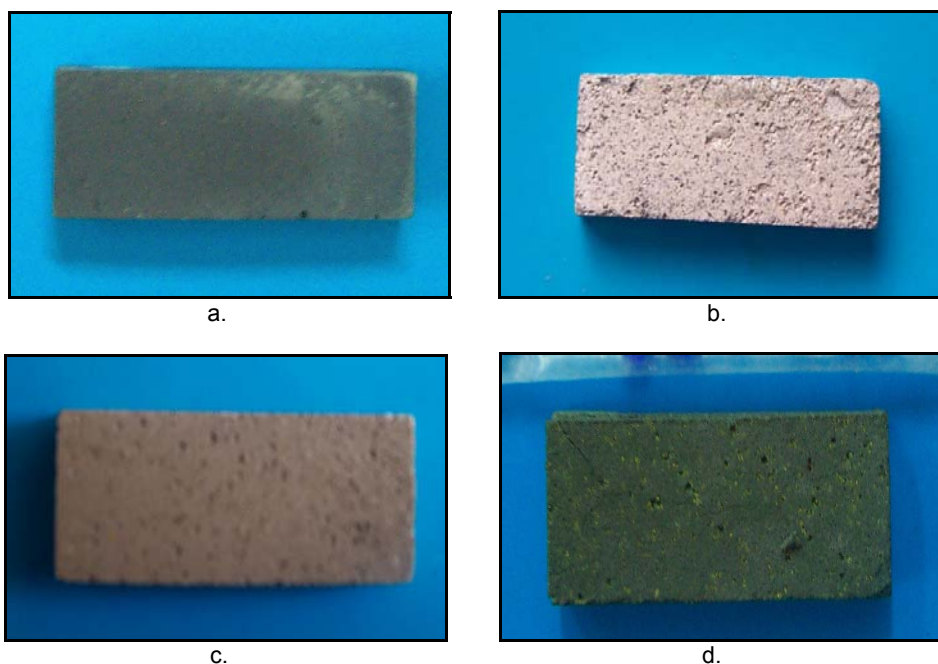
3. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS

3.1 CAMBIO DIMENSIONAL DE LOS COMPACTOS SINTERIZADOS

Los compactos en verde se obtuvieron cuando la presión sobre la mezcla en polvo comprimó las partículas, las cuales adoptaron la forma de la matriz, y más tarde, en la etapa de sinterización estos aumentaron su densidad y resistencia, permitiendo la obtención de los compactos porosos que se muestran en la figura 22.

Figura 22 . Compactos Sinterizados

a. Ti (1200°C, 4h), b. Ag (520°C, 3h) c. Al (600°C, 3h), d. Ni (1050°C, 4h).



Fotografía tomada por los autores.

La tabla 24 muestra los cambios dimensionales que ocurrieron como resultado del proceso de sinterización; los datos obtenidos fueron porcentajes a partir de las

medidas de los compactos sinterizados y la cavidad de la matriz, según la norma ASTM B610 (sección 2.6.6).

Tabla 24. Cambios dimensionales de los compactos sinterizados

Material	No Muestra	Longitud Promedio [mm]	Cambio Dimensional %	Ancho Promedio [mm]	Cambio Dimensional %
Titanio	1	32,050	0,945	12,900	1,575
	2	31,900	0,472	12,850	1,181
	3	32,700	2,992	13,100	3,147
	4	32,100	1,102	13,100	3,147
Plata	1	31,8	0,157	12,900	1,575
	2	31,75	0	12,850	1,181
	3	31,75	0	12,850	1,181
	4	31,8	0,157	12,850	1,181
Aluminio	1	32,050	0,945	12,950	1,969
	2	32,000	0,787	12,900	1,575
	3	32,250	1,575	13,000	2,362
	4	32,100	1,102	13,000	2,362
Níquel	1	32,650	2,835	13,550	6,693
	2	32,500	2,362	13,150	3,543
	3	32,200	1,417	13,100	3,150
	4	32,500	2,362	13,150	3,543

Cálculos según norma ASTM B610

Los porcentajes con signo positivo indicaron expansión de los compactos, es decir no se observó contracción (-), pero se presentaron valores que indicaron que algunas muestras obtuvieron dimensiones muy cercanas a las de la matriz empleada para la compactación.

Los cambios dimensionales más significativos se presentaron en el aluminio y los más insignificantes en la plata, pero se puede generalizar una expansión del material debido a que la presencia del carbonato de amonio después de su remoción generó vacíos que disminuyeron los puentes de enlace y las áreas de contacto de las partículas de polvo, contrario a un proceso normal de conformación de piezas sin aditivo donde las dimensiones del compacto varían ligeramente porque los centros de las partículas se aproximan y la resistencia aumenta.

3.2 POROSIDAD DE LOS COMPACTOS OBTENIDOS

La estructura porosa presentada por los materiales fue consecuencia principalmente de la eliminación del aditivo formador de poro a bajas temperaturas y los valores obtenidos se muestran en la tabla 25.

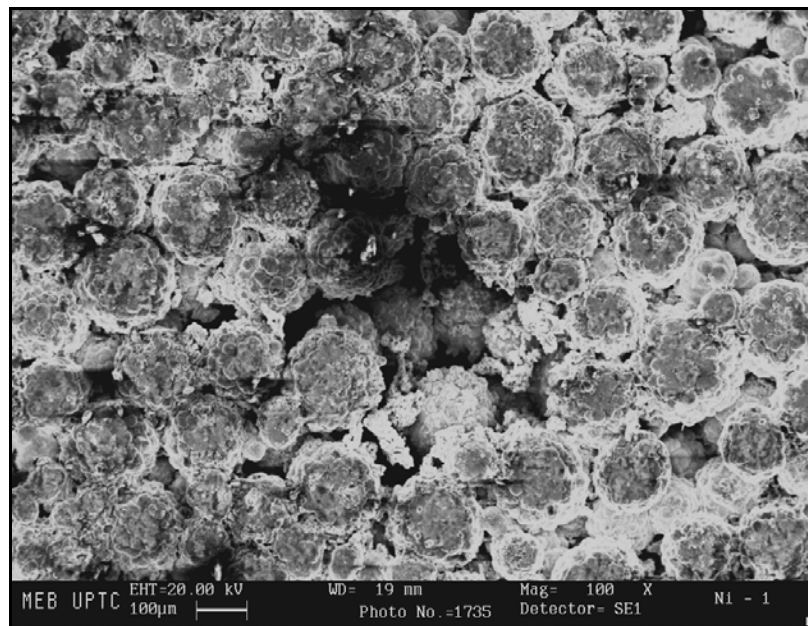
Tabla 25. Porosidad de los compactos obtenidos

Material	No Muestra	%aditivo	Rcore	RHg	% Porosidad
Titanio	1	20	1,20	2,00	40,00
	2	20	1,30	2,05	36,59
	3	20	1,50	2,25	33,33
	4	20	1,40	2,00	30,00
Plata	1	30	1,10	1,90	42,11
	2	30	1,20	1,75	31,43
	3	30	1,10	1,75	37,14
	4	30	1,20	1,75	31,43
Aluminio	1	40	1,75	2,30	23,91
	2	40	1,80	2,30	21,74
	3	40	1,75	2,25	22,22
	4	40	1,60	2,04	21,57
Níquel	1	50	1,20	1,90	36,84
	2	50	1,40	2,10	33,33
	3	50	1,40	2,16	35,19
	4	50	1,50	2,10	28,57

En las muestras de titanio y plata la porosidad obtenida estuvo por encima del porcentaje en volumen del carbonato de amonio adicionado, es decir, estas muestras se vieron favorecidas en la formación de poros interconectados entre si y con el exterior, contrario a lo sucedido en los compactos de aluminio y níquel.

La forma esférica de los polvos de níquel favoreció la acción de las fuerzas adhesivas durante la etapa de compactación y sinterización trayendo como consecuencia una disminución de la porosidad en el compacto final como se muestra en la figura 23, donde se observan mayores puntos de unión entre las partículas.

Figura 23. SEM de Níquel. Muestra 1 a 100x.



Tomada por los autores

En las muestras de aluminio la disminución de la porosidad se debió a que las temperaturas de sinterización empleadas fueron un 75 y 90% de la temperatura de fusión del material, es decir fueron valores muy cercanos y diferentes a los empleados en los otros materiales donde los porcentajes de esta variable fueron

54 y 72% la temperatura de fusión. Esto facilitó la acción de los mecanismos de difusión y la fusión incipiente de las partículas que disminuyeron la cantidad de poros.

3.3 DENSIDAD DE LOS COMPACTOS SINTERIZADOS

Tabla 26. Volumen de los compactos sólidos de titanio, plata, aluminio y níquel

Material	No muestra	Longitud Promedio l [mm]	Ancho Promedio x [mm]	Altura Promedio h [mm]	Volumen [mm ³]
Titanio	1	32,05	12,90	4,50	1860,50
	2	31,90	12,85	4,75	1947,10
	3	32,70	13,10	4,90	2099,01
	4	32,10	13,10	4,80	2018,45
Plata	1	31,80	12,90	3,50	831,23
	2	31,75	12,85	3,45	965,18
	3	31,75	12,85	3,40	871,93
	4	31,80	12,85	3,45	966,70
Aluminio	1	32,05	12,95	4,65	1929,97
	2	32,00	12,90	4,90	2022,72
	3	32,25	13,00	4,30	1802,78
	4	32,10	13,00	4,45	1856,99
Níquel	1	32,65	13,55	3,55	1570,55
	2	32,50	13,15	3,95	1688,13
	3	32,20	13,10	3,75	1581,83
	4	32,50	13,15	4,20	1794,98

Se realizó la determinación de la densidad de piezas sinterizadas, partiendo del volumen de un compacto sólido y del porcentaje en volumen de la porosidad interconectada. Es decir, para el cálculo del volumen del material poroso (tabla 27) se dimensionaron los compactos, como si fuesen macizos (tabla 26) y a este

volumen hallado se sustrajo el porcentaje de porosidad en volumen (tabla 25). Sin embargo, es necesarios recordar que este cálculo no considera la porosidad aislada.

Tabla 27. Volumen y densidad de los compactos porosos obtenidos

Material	No muestra	Peso [g] Material poroso	Volumen [m ³] Material poroso	Densidad [Kg/m ³]
Titanio	1	5,34	1116,30	4779,17
	2	5,64	1234,74	4566,13
	3	5,77	1399,342	4120,51
	4	5,56	1412,91	3937,96
Plata	1	7,23	826,01	8697,90
	2	7,17	963,66	7428,65
	3	7,21	870,55	8269,03
	4	7,19	960,62	7437,66
Aluminio	1	4,24	1468,46	2887,39
	2	4,11	1583,00	2596,34
	3	3,90	1402,16	2781,43
	4	3,94	1456,46	2705,19
íquel	1	8,45	991,92	8518,80
	2	8,82	1125,42	7837,07
	3	8,96	1025,26	8739,27
	4	8,83	1282,12	6887,03

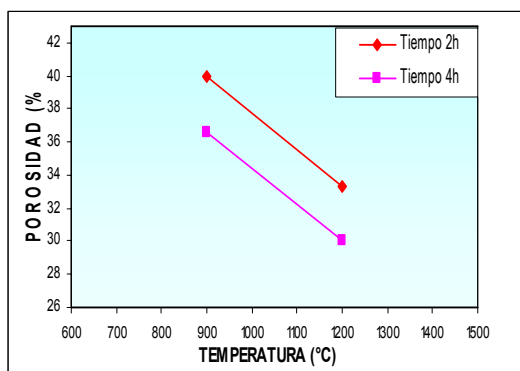
Tabla 28. Comparación de las densidades de los materiales porosos con la densidad en estado sólido

Material	Densidad Teórica Material sólido [g/cm ³]	Densidad Promedio Material poroso [g/cm ³]
Titanio	4,51	4.35
Plata	10.50	7.96
Aluminio	2.70	2.74
Níquel	8.90	7.72

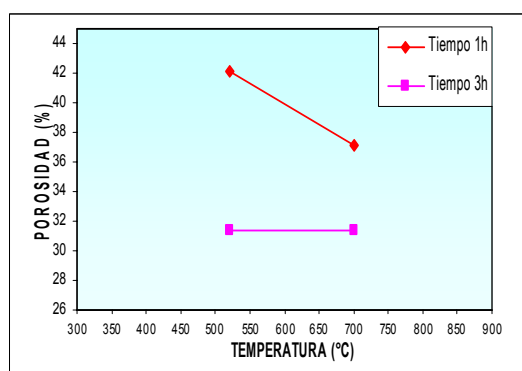
En la tabla 28 se realiza una comparación de la densidad de los compactos porosos obtenidos con la densidad teórica de estos materiales sólidos, donde se puede observar que la densidad del material poroso disminuye, exceptuando el caso de las muestras de aluminio, en donde se presentó un aumento de la densidad debido a una posible oxidación del material, y por lo tanto, una posible formación de alúmina (densidad 3.96 g/cm^3).

3.4 INFLUENCIA DE LA TEMPERATURA EN EL PROCESO DE SINTERIZACIÓN

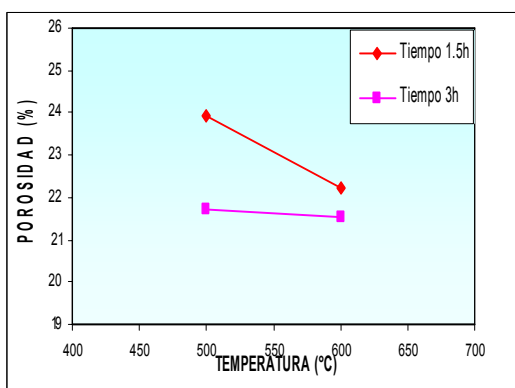
Figura 24. Influencia de la temperatura en la porosidad de los compactos de:
a. Titanio, b. Plata c. Aluminio, d. Níquel.



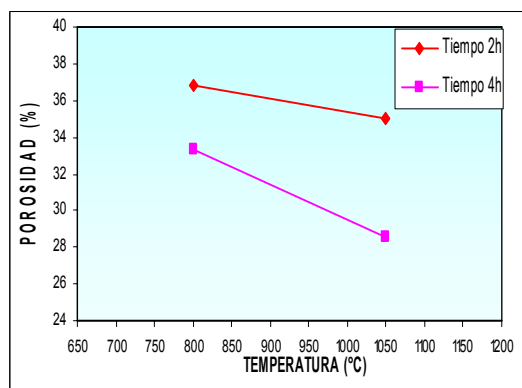
a.



b.



c.

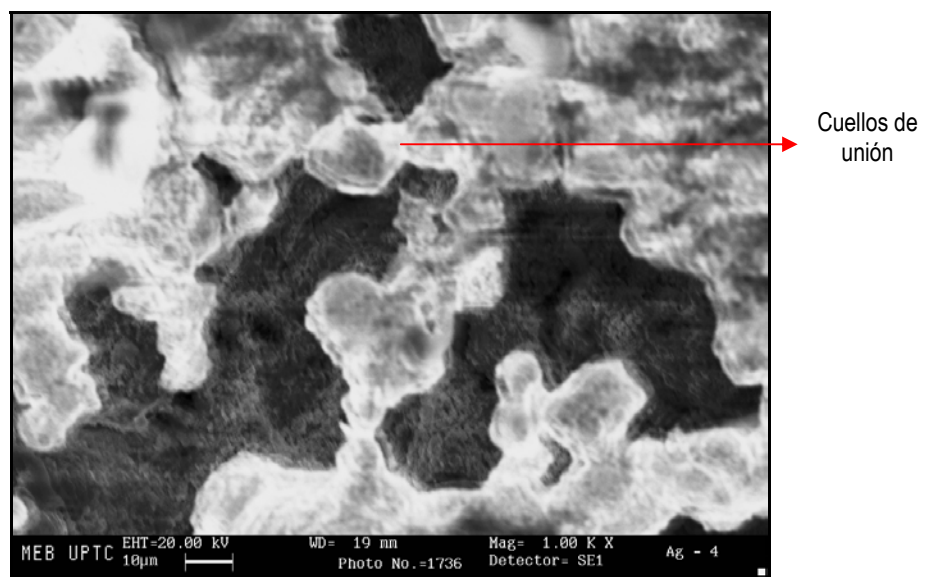


d.

Elaboradas por los autores.

En la figura 24 (a-d) se observó que a un aumento de la temperatura de sinterización, originó una disminución de la porosidad, debido a que las elevadas temperaturas causaron una mayor fusión incipiente de las partículas metálicas, que favoreció la formación de cuellos de unión entre los polvos y la difusión entre los granos. Adquiriendo así, una mayor densidad como se observa en la figura 25.

Figura 25. SEM de Plata. Muestra 4 a 1000x



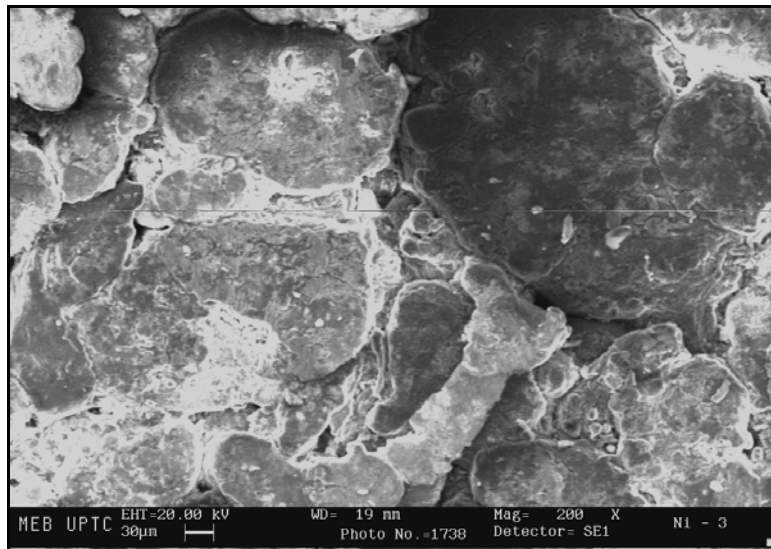
Tomada por los autores

La consecuencia de este fenómeno no es favorable en el desarrollo de este proceso pulvimetalurgico para la fabricación de materiales porosos porque conduce a una disminución en la porosidad de los compactos sinterizados.

Cabe resaltar que en las muestras de plata (3h) y aluminio (3h) la temperatura en si sola no fue un factor determinante, es decir estuvo fuertemente ligada con el tiempo. Esto se puede corroborar en las figuras 24b y 24c donde largos tiempos de exposición no presentaron cambios significativos en el porcentaje de porosidad.

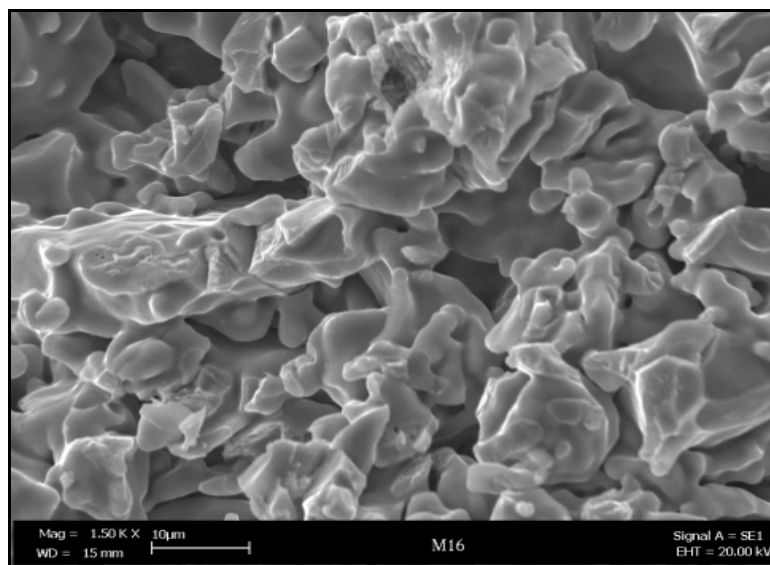
Se reconoció como fundamental la etapa de sinterización en la producción de materiales porosos por metalurgia de polvos debido a que fue aquí donde ocurrió el proceso térmico en el cual a bajas temperaturas se realizó lentamente la remoción del aditivo y a elevadas temperaturas las partículas de material se aglomeraron y de manera gradual se redujo el volumen de poros (figuras 26 y 27).

Figura 26. SEM de Aluminio. Muestra 1 a 200x



Tomada por los autores

Figura 27. SEM de Titanio. Muestra 2 a 1500x.



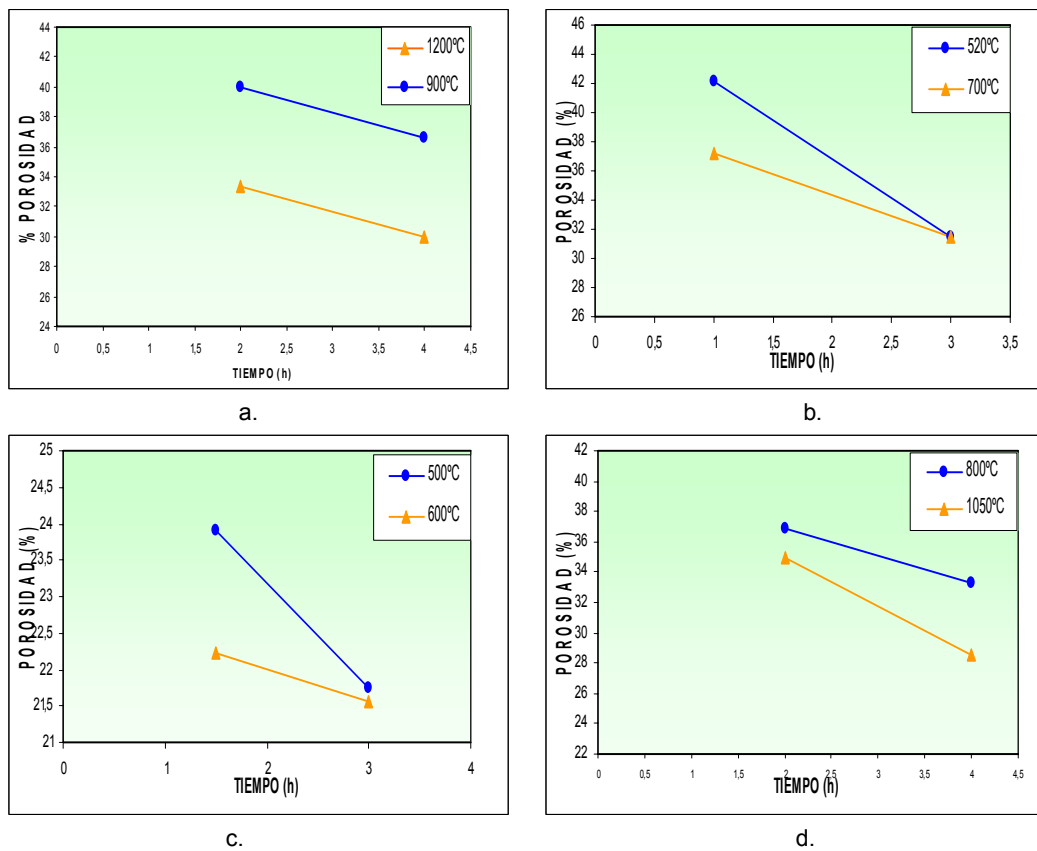
3.5 INFLUENCIA DEL TIEMPO EN EL PROCESO DE SINTERIZACIÓN

En las figuras 28 (a-d) se muestra el efecto del tiempo de sinterización sobre la porosidad, donde se observó de forma global que a mayores tiempos de sostenimiento la porosidad disminuyó.

Se reconoció que el tiempo al igual que la temperatura es una variable importante en la fabricación de materiales porosos, ya que la descomposición del aditivo formador de poro ocurrió en un intervalo de tiempo definido y largos tiempos de exposición de los compactos a una temperatura determinada favorecieron los mecanismos de difusión.

Figura 28. Influencia del tiempo en la porosidad de:

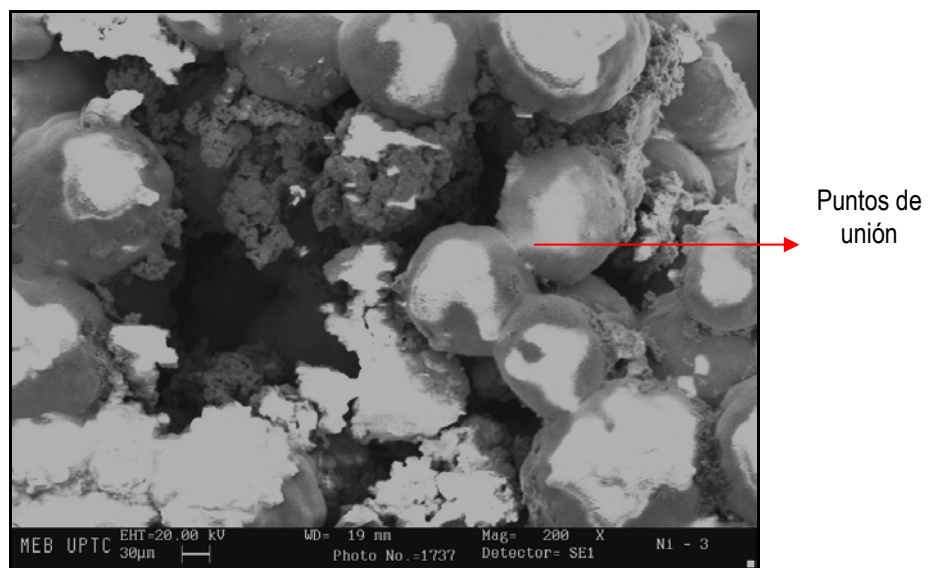
a. Titanio, b. Plata c. Aluminio, d. Níquel.



En la figura 28b el punto en común que presentaron las dos muestras de plata a tres horas de sinterización, demostró una menor influencia de la temperatura en este material para tiempos cercanos a tres horas. Caso muy similar se presentó en el aluminio (figura 28c), lo cual permitió corroborar que la temperatura en si sola no es un factor determinante en la porosidad.

El tiempo en el proceso de sinterización fue inversamente proporcional a la porosidad obtenida en los compactos porosos, debido a que los centros de las partículas se aproximaron y la resistencia aumento, es decir, largos tiempos de sostenimiento permitieron que las áreas de contacto presentaran un mayor crecimiento y que se unieran íntimamente por la formación y crecimiento de los puentes de enlace (difusión) como se muestra en la figura 29.

Figura 29. SEM de Níquel. Muestra 3 a 200x



Tomada por los autores

3.6 RESISTENCIA A LA RUPTURA TRANSVERSAL DE LOS MATERIALES POROSOS

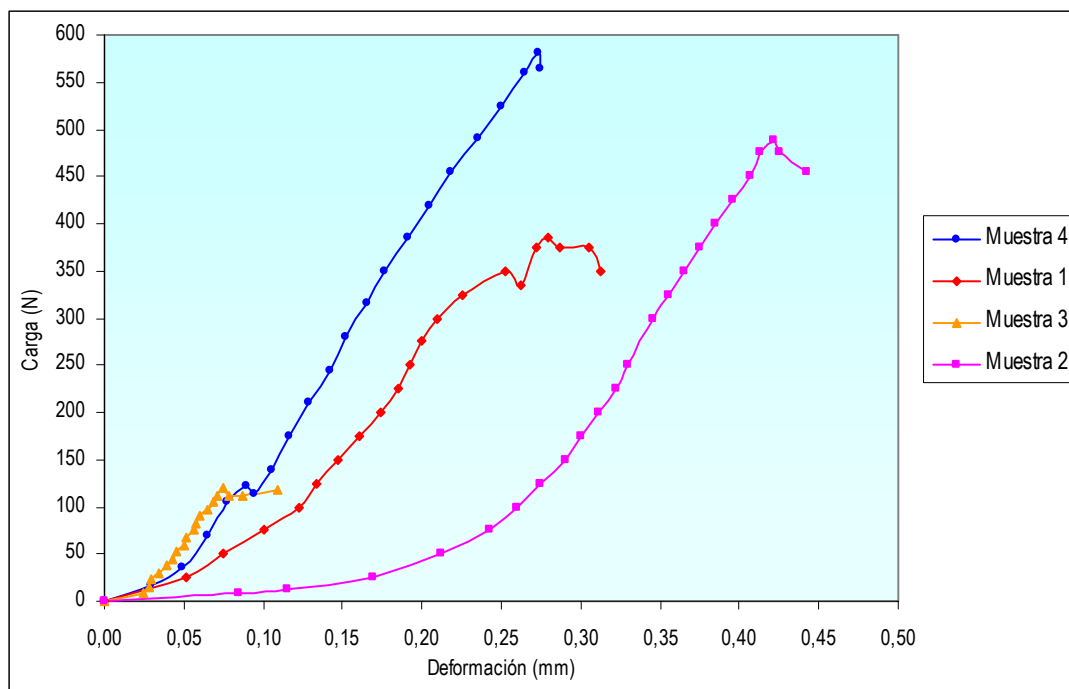
Las figuras 30 a 33 describen el comportamiento mecánico obtenido por los compactos sinterizados en el ensayo de resistencia a la ruptura transversal

(flexión a tres puntos) según la norma ASTM E 528. donde se muestra la carga aplicada vs la deformación.

Aquí se corroboraron las afirmaciones de los resultados anteriores, demostrando que los materiales porosos sometidos a elevadas temperaturas y largos tiempos de sinterización obtuvieron los menores porcentajes de porosidad y por ende un aumento su resistencia mecánica (TRS).

3.6.1 Titanio. En la figura 30 se muestra el comportamiento de los compactos porosos de titanio, el cual se caracterizo por la ausencia de una zona elástica inicial, debido a la fragilidad del material y la presencia de un comportamiento plástico causado por el endurecimiento por deformación de las muestras.

Figura 30. Resultado del ensayo de ruptura transversal para el titanio poroso.



Los pequeños picos y fluctuaciones de la carga se deben a la coalescencia y ruptura de las conexiones de las partículas por la presencia de porosidad interna y externa.

Podemos observar que la muestra 4 obtuvo las mejores propiedades de resistencia a la ruptura transversal (581 N) comparada con la muestra 3 que presentó una baja resistencia (120 N) y una deformación insignificante, debido a que su temperatura de sinterización fue más elevada, el tiempo más largo, y por lo tanto, presentó menor porosidad..

En el anexo B se muestran las curvas originales obtenidas por el software Trapezium.

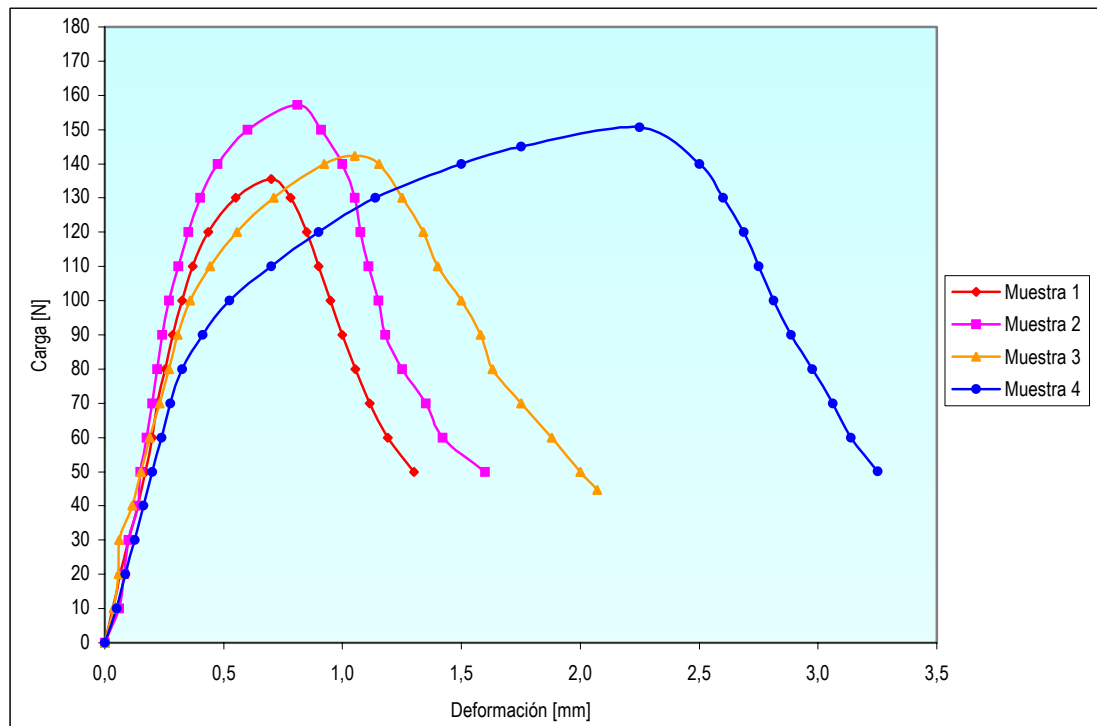
3.7.2 Plata. Las curvas obtenidas exhiben una zona elástica y una amplia zona de deformación plástica. Una vez el material ha soportado su carga máxima debido al endurecimiento por deformación para posteriormente llegar a la rotura, la deformación se pudo observar a nivel macro por la deflexión que tuvo la probeta y la presencia de una marcada grieta en su parte central.

Estas muestras, debido a su carácter dúctil y maleable presentaron una mayor deformación comparadas con los compactos de los demás materiales.

En la figura 31 se presenta el comportamiento de las cuatro muestras de este material, donde se puede apreciar que las condiciones de sinterización de la muestra 4 permitieron que presentara la mayor deformación plástica (cercana a 3.25mm) hasta llegar al punto de rotura, sin embargo, la muestra 2 obtuvo la mejor resistencia (157.2 N). Este hecho se atribuye a la coalescencia y ruptura de las conexiones de las partículas por la presencia de porosidad interconectada.

En el anexo C se muestran las curvas originales obtenidas por el software Trapezium.

Figura 31. Resultado del ensayo de ruptura transversal para la plata porosa.



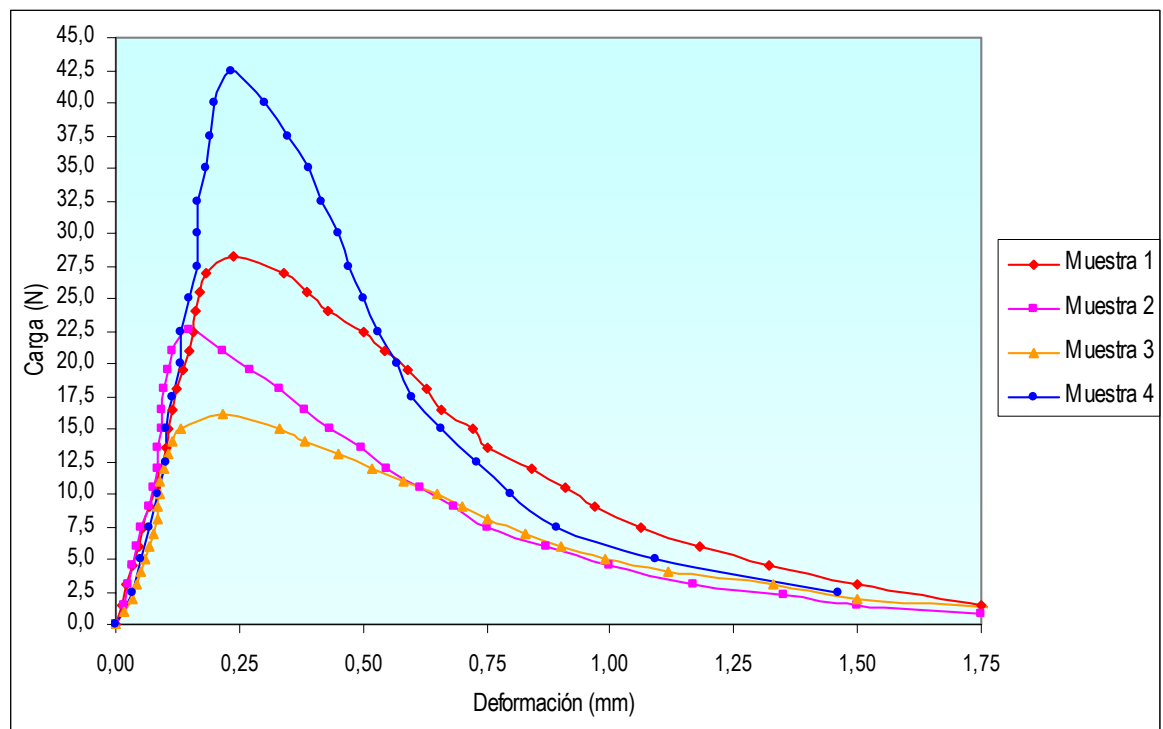
3.7.3 Aluminio. Los resultados obtenidos fueron muy similares a los obtenidos por otros autores (Tolosa, R. Influencia de la porosidad sobre la resistencia del aluminio sinterizado) en este mismo ensayo para materiales porosos.

Los valores obtenidos por los compactos ensayados fueron muy bajos (en un rango de 16 a 43N) comparados con la resistencia obtenida en los otros materiales. Este hecho se atribuyó a una oxidación del material en la etapa de sinterización, la cual condujo a la posible formación de un óxido de mayor punto de fusión que no permitió una completa sinterización.

Puede observarse en la figura 32 que la muestra 4 presentó las mejores propiedades de resistencia a la ruptura transversal, de este material, (42.38 N) comparada con la muestra 3 que obtuvo un valor muy bajo (16.125 N), debido a que la poca porosidad de este material aumento su resistencia.

En el anexo D se muestran las curvas originales obtenidas por el software Trapezium.

Figura 32. Resultado del ensayo de ruptura transversal para el aluminio poroso.

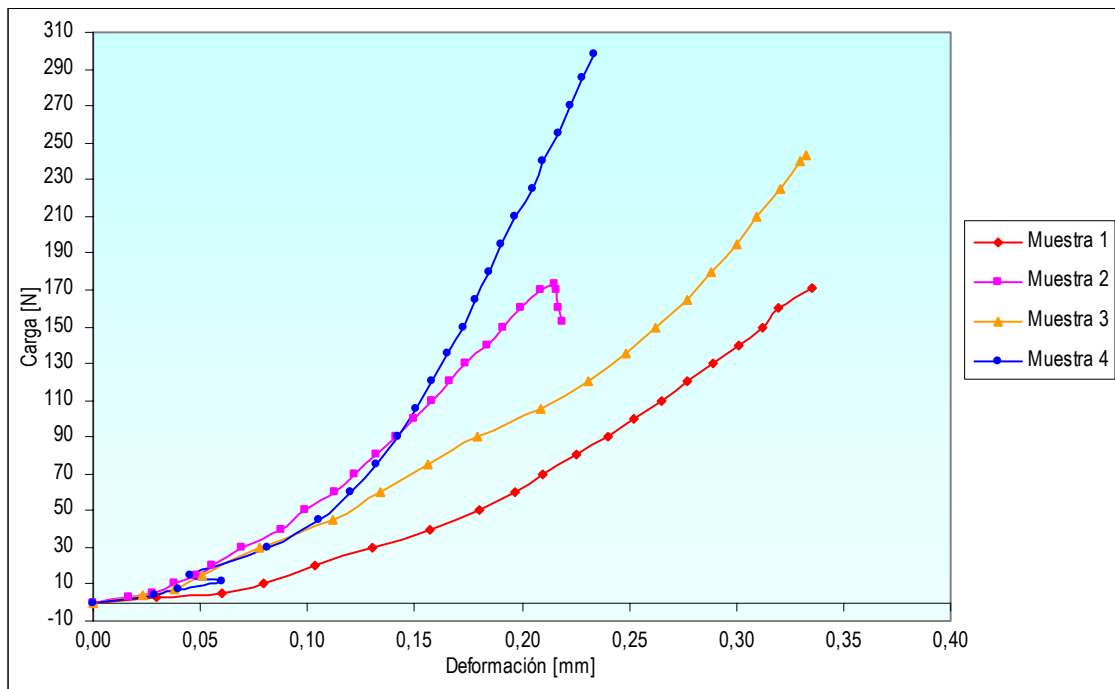


3.7.4 Níquel. Las curvas carga vs deformación en todos los compactos de níquel, representaron el carácter frágil que posee este tipo de material, es decir, se caracterizaron por la ausencia de una zona elástica y la presencia de una pequeña zona plástica hasta llegar al punto máximo de carga y su casi inmediato punto de rotura.

En la figura 33 podemos observar que la muestra 4 obtuvo las mejores propiedades de resistencia a la ruptura transversal (298.43N) con una baja deformación debido a la baja porosidad presentada.

En el anexo E se muestran las curvas originales obtenidas por el software Trapezium.

Figura 33. Resultado del ensayo de ruptura transversal para el níquel poroso



El ensayo de resistencia a la ruptura transversal fue seleccionado, debido al carácter frágil de los materiales porosos.

En general, el comportamiento mecánico de los materiales porosos sinterizados ante cargas de flexión se vio fuertemente influenciado por la cantidad y distribución de poros en el material, la microestructura y finalmente la geometría de cuellos.

Se observó que, la porosidad produjo degradación de las propiedades mecánicas de los materiales debido a la reducción del área efectiva de la región transversal de los compactos, por lo que se prefiere entonces la presencia de poros aislados.

3.7 RELACIÓN RESISTENCIA A LA RUPTURA TRANSVERSAL (TRS) / DENSIDAD

Esta relación fue del orden de 10^{-4} y 10^{-2} (tabla 29). Donde el aluminio a pesar de ser un material que reúne una serie de propiedades mecánicas adecuadas dentro

del grupo de los metales no férreos presentó la relación mas baja alcanzando un promedio de 4.86×10^{-4} , que lo convirtió en un material con pocas aplicaciones posibles.

Tabla 29. Resistencia a la ruptura transversal (TRS) y relación TRS/densidad

Material	No Muestra	P max [N]	TRS [MPa]	Densidad [Kg/m ³]	Relación TRS/densidad
Titanio	1	384,50	54,31	4779,17	$1,136 \times 10^{-2}$
	2	489,09	62,25	4566,13	$1,363 \times 10^{-2}$
	3	120,94	14,19	4120,51	$3,443 \times 10^{-3}$
	4	581,06	71,04	3937,96	$1,804 \times 10^{-2}$
Plata	1	135,63	36,73	8697,90	$4,223 \times 10^{-3}$
	2	157,25	37,94	7428,65	$5,107 \times 10^{-3}$
	3	142,22	39,88	8269,03	$4,823 \times 10^{-3}$
	4	169,56	50,67	7437,66	$6,812 \times 10^{-3}$
Níquel	1	171,31	39,20	2887,39	$1,357 \times 10^{-2}$
	2	173,19	31,15	2596,34	$1,200 \times 10^{-2}$
	3	243,31	48,74	2781,43	$1,752 \times 10^{-2}$
	4	298,44	47,47	2705,19	$1,755 \times 10^{-2}$
Aluminio	1	28,25	3,72	8518,80	$4,370 \times 10^{-4}$
	2	22,53	2,68	7837,07	$3,425 \times 10^{-4}$
	3	16,13	2,48	8739,27	$2,833 \times 10^{-4}$
	4	42,38	6,07	6887,00	$8,819 \times 10^{-4}$

El titanio gracias a su relación (TRS)/densidad (1.16×10^{-2}) y a las excelentes características mecánicas que exhibe puede tener potenciales aplicaciones, en especial en el campo de la biomedicina donde estudios posteriores a esta investigación (Estupiñán, H. Preparación y evaluación de materiales porosos base titanio para fines biomédicos) hallaron un modulo de Young adecuado muy cercano al del hueso humano para la muestra 4 de esta investigación.

Las muestras de plata aunque soportaron cargas de aprox. 143N y su relación estuvo alrededor de 4.8×10^{-3} , gracias a su permeabilidad al paso del gas, se propone como material para la fabricación de filtros. Esto debido a que el empleo de los materiales porosos como filtros en tratamientos de agua dependen de la porosidad del material [32], ya que la sección total por la que puede circular el agua es la porosidad eficaz, es decir, si un material posee una porosidad del 10% (0,10), el agua estaría circulando por el 10% de la sección total.

El níquel debido a su alta relación TRS / densidad (1.516×10^{-2}) y a que soporto carga hasta de 298.44N puede tener posibles aplicaciones en filtros [4], pero se propone más específicamente su empleo como electrodo poroso de níquel en pilas donde una condición indispensable de los electrodos es que sean permeables a los gases y líquidos por lo que deben ser de naturaleza porosa. Esta particularidad exige la optimización de la estructura del electrodo.

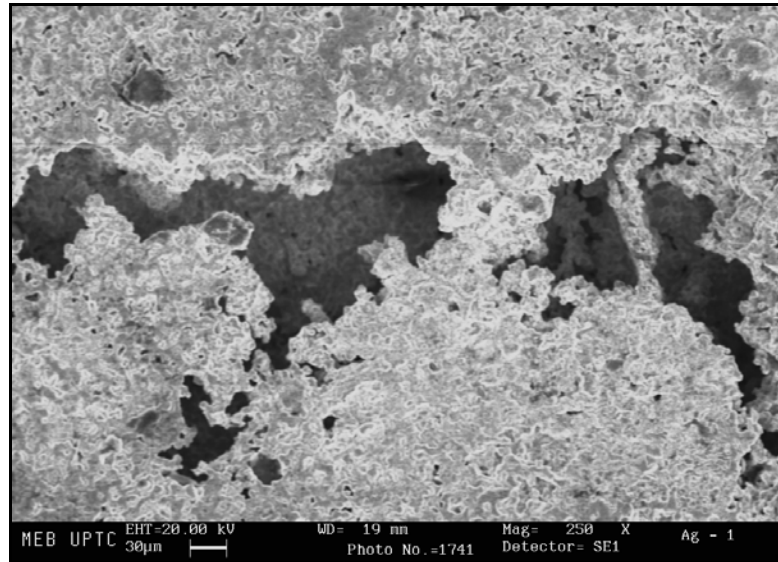
3.8 ANÁLISIS MICROESTRUCTURAL

Las figuras 34 y 35 muestran la estructura de materiales poroso de plata y aluminio respectivamente, que ha sufrido la descomposición completa del carbonato de amonio adicionado en porcentaje en volumen como se describe en la parte experimental, la cual evidencia la formación de poros irregulares de gran tamaño rodeados por el material metálico.

También se observa la presencia de microporosidades, causadas por la eliminación del estearato de zinc empleado como lubricante y por la acción de los mecanismos de difusión.

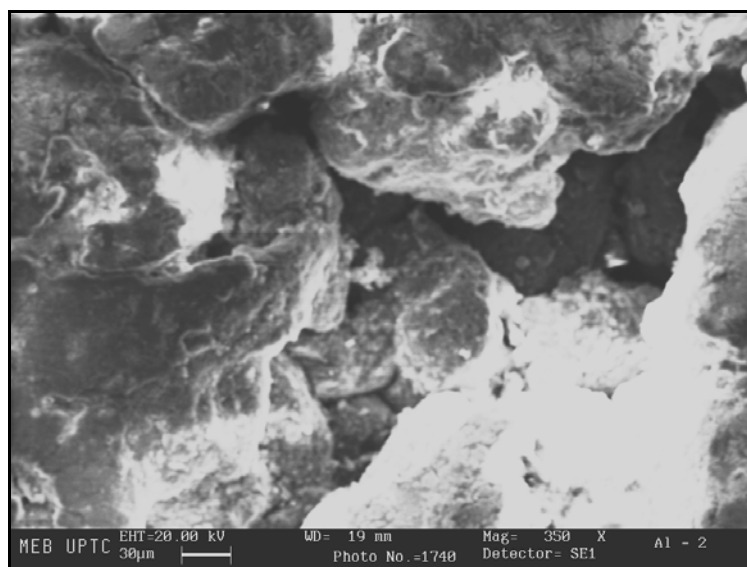
Los vacíos formados en la figura 36 no poseen exactamente las formas de las partículas de aditivo formador de poro, debido a que este fue removido a bajas temperaturas y los mecanismos de difusión actuaron hasta las elevadas temperaturas a las que fueron sometidos los compactos.

Figura 34. SEM de Plata . Muestra 1 a 250x



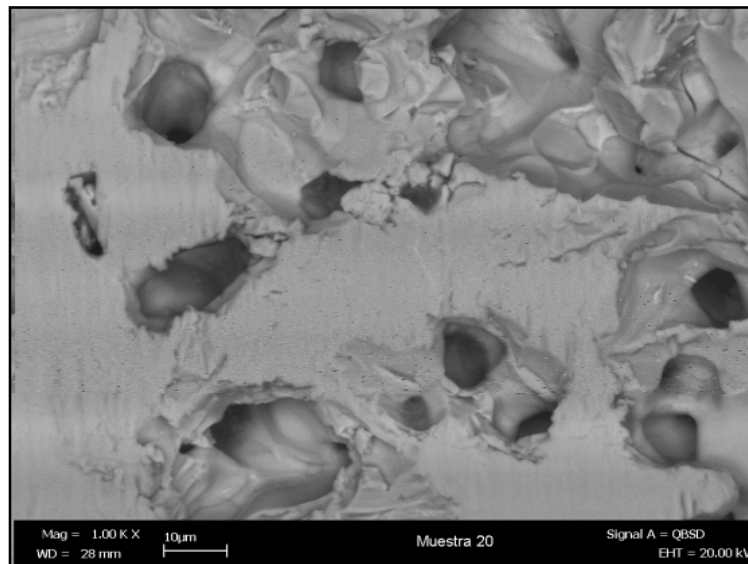
Tomada por los autores

Figura 35. SEM de Aluminio. Muestra 2 a 350x



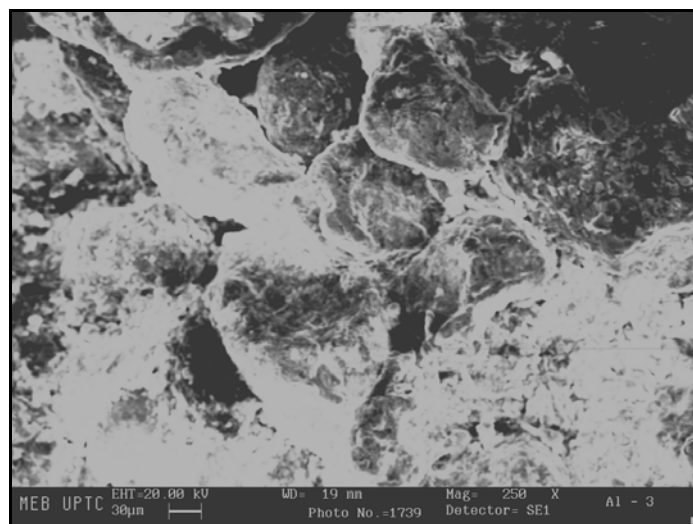
Tomada por los autores

Figura 36. SEM de Titanio. Muestra 4 a 1000x.



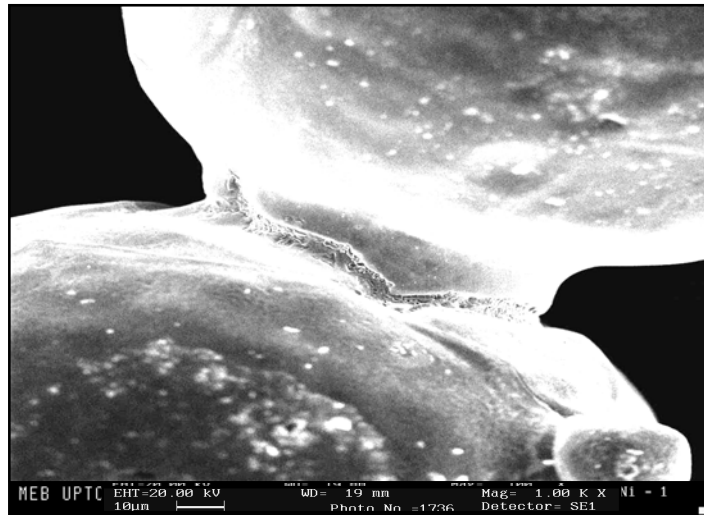
Tomada de: ESTUPIÑÁN Hugo. PREPARACIÓN Y EVALUACIÓN DE MATERIALES POROSOS BASE TITANIO PARA FINES BIOMEDICOS

Figura 37. SEM de Aluminio. Muestra 3 a 250x



Tomada por los autores

Figura 38. SEM de Níquel. Muestra 3 a 1000X



Tomada por los autores

En la observación detallada de la forma de los poros obtenidos, se encontraron los cuellos de unión entre partículas (figura 37 y 38), los cuales se formaron y crecieron, originando puentes de enlace durante el proceso de sinterización. Este fenómeno favoreció la unión de las partículas debido a que las áreas de contacto de las partículas aumentaron, sin embargo, cuando esto sucede, se produce una pérdida de porosidad, la cual reduce los espacios vacíos.

Las figuras 34 a 37 mostraron la presencia de poros abiertos (35 y 36) y poros aislados (34 y 37) en la estructura porosa obtenida. Donde se resalta que los poros conectados con la superficie o porosidad externa incrementaron la superficie efectiva.

3.9 MICROANÁLISIS DE LOS COMPACTOS SINTERIZADOS

Los espectros de fluorescencia de rayos X presentados en las figuras 39 a 41 muestran los porcentajes de los diferentes elementos que hicieron parte de la composición de los compactos al finalizar el proceso.

Se resalta la presencia de mercurio en los compactos de plata consecuencia del fenómeno de amalgamación producido en la etapa de determinación de la porosidad de las muestras por el empleo de un porosímetro de intrusión. La presencia de este elemento se puede evitar realizando una limpieza ultrasónica a los compactos.

En la figura 38 también se encontró la presencia de sodio (Na) producto de la adición de cloruro de sodio en el proceso de disolución y precipitación de la plata en el laboratorio para la obtención del polvo.

En las figuras 39 y 41 se observan picos de aluminio, causados por una posible contaminación en el almacenamiento de los polvos metálicos.

Cabe resaltar la pureza exhibida por el compacto de aluminio (figura 39) analizado el cual presentó una elevada pureza (96.6%).

La presencia de elementos como oxígeno, magnesio y silicio, fueron causa de una posible formación de compuestos en las diferentes etapas del proceso.

Figura 39. Espectro de fluorescencia de rayos X de una muestra de plata

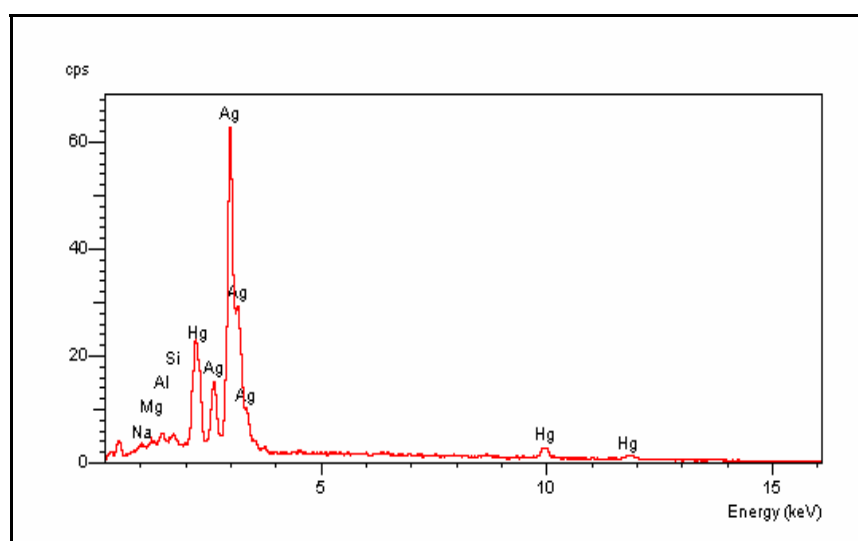


Figura 40. Espectro de fluorescencia de rayos X de una muestra de aluminio

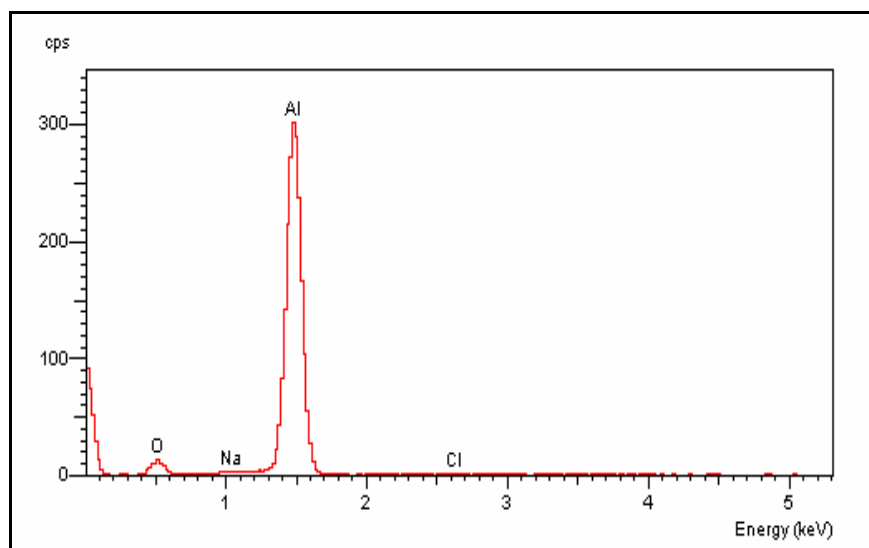
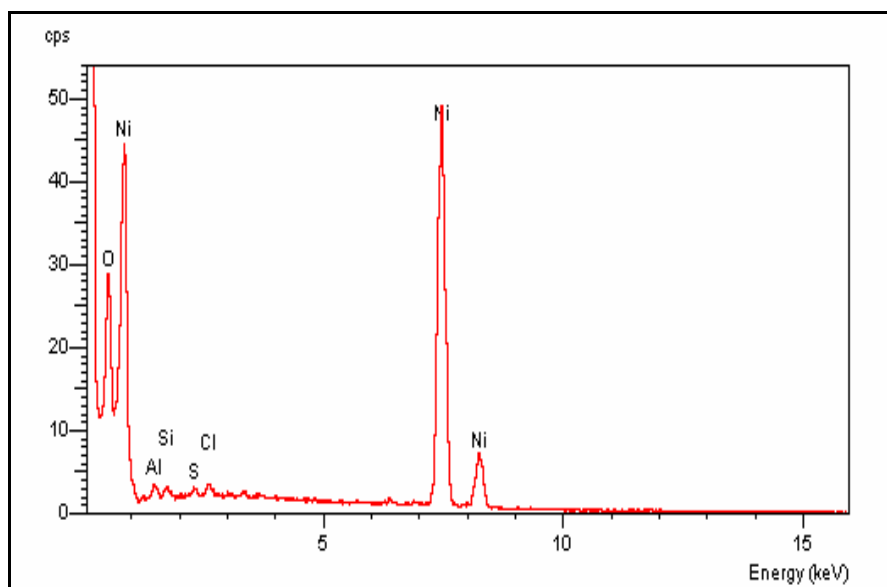


Figura 41. Espectro de fluorescencia de rayos X de una muestra de níquel



En general, los picos de mayor tamaño representaron los elementos principales, y por lo tanto los mayores porcentajes de composición: plata 70.9%, aluminio 96.6% y níquel 80.3%, y se mostró que los elementos contaminantes presentes se pueden controlar en las diferentes etapas del proceso pulvimetalurgico para la fabricación de materiales porosos.

Las tablas de las composiciones se observan en el anexo F.

4. CONCLUSIONES

- Se demostró que los materiales porosos pueden ser producidos por técnicas de metalurgia de polvos tradicionales, mediante un proceso de compactación axial en frío y sinterización, donde el empleo de un aditivo temporal eliminado a bajas temperaturas permitió alcanzar un alto nivel de porosidad.
- La porosidad obtenida fue consecuencia de la eliminación del aditivo formador de poro a bajas temperaturas y de la acción de los mecanismos de difusión, donde el titanio y la plata se vieron favorecidas en la formación de poros interconectados entre si y con el exterior, contrario a lo sucedido en los compactos de aluminio y níquel, donde la forma de los polvos y el empleo de temperatura muy cercanas a la temperatura de fusión y largos tiempos de disminuyeron la porosidad esperada.
- Se reconoció que el control de las variables en el proceso de sinterización permite aumentar la porosidad de los compactos finales, debido a que fue en esta etapa donde a bajas temperaturas se realizó lentamente la remoción del aditivo y a elevadas temperaturas las partículas de material se aglomeraron y de manera gradual se redujo el volumen de poros.
- Se demostró que aunque la temperatura de sinterización es un factor fundamental en la fabricación de materiales porosos por una vía pulvimetalurgica, sola no es un factor determinante en la porosidad, porque a largos tiempos de sostenimiento a una misma temperatura los centros de las partículas se aproximaron ocasionando una disminución de la temperatura y por lo tanto, un aumento de la resistencia.

- El comportamiento mecánico de los materiales porosos sinterizados ante cargas de flexión se vio fuertemente influenciado por la cantidad y distribución de poros en el material, la microestructura y finalmente la geometría de cuellos. Es decir, la porosidad produjo degradación de las propiedades mecánicas de los materiales debido a la reducción del área efectiva de la región transversal de los compactos.
- Se reconoció la relación TRS / densidad de los compactos porosos como un parámetro importante a la hora de proponer las posibles aplicaciones de los materiales fabricados, debido a que tanto la densidad como la resistencia a la ruptura transversal están fuertemente ligadas con la porosidad de los compactos.
- La elaboración de materiales porosos depende de proponer procesos de fabricación que permitan un control preciso de forma, estructura y propiedades, los cuales al mismo tiempo se puedan elaborar de una manera económica. Una alternativa a los procesos convencionales de fabricación de estos materiales porosos es la metalurgia de polvos, la cual permite la obtención de propiedades específicas como por ejemplo, una alta relación entre la resistencia mecánica del material y su peso.
- El control de las variables del proceso de fabricación, permite ampliar el rango de aplicación de los materiales que tradicionalmente se han venido usando, entre estos, los metales, especialmente aquellos con altas propiedades combinadas de resistencia mecánica y resistencia a la corrosión, que son los más apropiados para la fabricación de piezas porosas.

5. RECOMENDACIONES

- Se recomienda implementar nuevos métodos de fabricación de materiales porosos, realizando modificaciones al proceso pulvimetalurgico, como la compactación isostática en caliente o proponiendo nuevas técnicas que incluyan la fusión del material con adición de un espumante.
- Se puede proponer el empleo de otros materiales que se descompongan por calentamiento a bajas temperaturas como posibles aditivos formadores de poro para el proceso.
- Se pueden realizar estudios de permeabilidad a los compactos obtenidos de plata y níquel para ratificar su empleo en filtros para tratamientos de agua, debido a que estos materiales dependen no solo de la porosidad eficaz sino de de la cantidad de fluido que pueda circular por su sección total.
- El estudio recomendando anteriormente sirve de igual forma, para la aplicación de estos materiales como electrodos empleados en catálisis y en la producción de pilas, ya que una condición indispensable de estos es que sean permeables a los gases y líquidos por lo que deben ser de naturaleza porosa. Esta particularidad exige la optimización de la estructura del electrodo.
- Se recomienda ampliar el uso del carbonato de amonio como aditivo formador de poro desarrollando materiales porosos en metales diferentes a los propuestos.

- Se recomienda realizar posteriores estudios de biocompatibilidad a las muestras de titanio para su posible aplicación como implante biomédico, y estudios electroquímicos para evitar problemas de corrosión que se puedan presentar.
- Se puede realizar un análisis profundo de costos de producción y mercadeo del proceso para la implementación de estos métodos de fabricación de materiales porosos vía pulvimetalurgia en nuestro país.
- Se debe gestionar la adquisición de equipos de compactación y sinterización en la escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales, los cuales van a servir para profundizar el campo de la pulvimetalurgia e incursionar en el área de los materiales porosos.

BIBLIOGRAFÍA

1. BANHART, Jhon. METAL FOAMS. What are cellular metals and metal foams?. www.metalfoam.net.
2. BANHART, Jhon. METALLIC FOAMS: CHALLENGES AND OPPORTUNITIES. Revista Eurofoam 2000, p. 13-20.
3. BANHART, J; BACSAN, N; DEITLMEIER. Metal Foams – Manufacture and Physics of Foaming. International Conference. Advanced Metallic Materials. Noviembre, 2003. p. 5-15.
4. BANHART, J. Manufacturing Routes for Metallic Foams. Revista JOM, Diciembre, 2000. p. 22.
5. DUNAND, David. Processing of Titanium Foams. Advanced Engineering Materials. 2004. p. 1-6.
6. BANHART, J. Funtional Applications of metal foams. www.hmi.de
7. RANDALL, German. Powder Metallurgy Science. Segunda edición. Metal Powder Industries Federation. p. 6-22, 89-95.
8. TOLOSA, R. A. Influencia de la porosidad sobre la resitencia del aluminio sinterizado. Revista Ciencia e Ingenieria. Vol. 25 No 1, 2004. p. 67-73.
9. BANHART, J. Production Methods for Metallic Foams J. Institute for Applied Materials Research, Bremen, Germany.
10. BANHART, J; WEIGAND, P; Powder Metallurgical Process for the Production of Metallic Foams. Fraunhofer-Institute for Applied Materials Research, Bremen, Germany
11. GOMEZ, J; ORELLANA, J. Preparación del Recubrimiento de HAP sobre un substrato de Titanio Poroso. Miniproyecto de Ingenieria Química. 2002. p. 1-9.
12. DOMIZZI G; LUPPO, M. Hidruaración de Titanio grado 2. Simposio Materia. Febrero, 2003. p. 143-146.

13. www.segemar.com.ar/articulos/noticiassegemar/nota.asp?bol=10¬a=179
14. GIL, Javier; BERNABE, Andres. Proceso de fabricación de aleaciones de níquel de alta porosidad interconectada y tamaño controlado de microporos. Centro de estudios e Investigaciones técnicas de Guipuzcoa (CEIT). Oficina Española de Patentes y Marcas. Publicación No 2 129 345, 1999.
15. SUN, Y; GAO, T. Microporous Antibacterial Silver and Copper Foams. Materials Science and Engineering, 2004. p. 1-7
16. BANHART, Jhon. Mechanical Properties of Metallic Foams. Conferencias. www.hmi.de.
17. JIMENEZ, Catalina; MALACHEVSKY, María. Fabricación y Caracterización de Espumas Metálicas a Partir de Mezclas Al-TiH₂. Revista Jornadas SAM/CONAMET. Simposio Materia 2003, 2003. p. 139-142.
18. www.elements.com
19. ZAITSEV, A; WILKINSON, D; WEATHERLY, G. The preparation of highly porous structures from filamentary nickel powders. Acta Materialia. Volume 123, 2003. p. 253-260.
20. LAPTEV, A; BRAM, M; BUCHKREMER, H.P; STOVER, D. Study of Production Route for Titanium Parts Combining Very High Porosity and Complex Shape. Powder Metallurgy vol. 47, 2004. p. 85-92.
21. www.chemdat.merck.de/documents/sds/emd/esp/es/1011/101134.pdf.
22. BANHART, Jhon; Foam Metal: The Recipe. Features Metals Foams. Europhysics news, 1999. p. 17-20.
23. www.materiales.eia.edu.co/ciencia%20de%20los%20materiales/articulo-metalurgia%20de%20polvos.htm
24. BANHART, J; BAUMGARTNER, F. Al Foaming. Industrialisation of powder compact foaming technique. www.hmi.de.
25. QUINTERO OMAR. CIENCIA DE MATERIALES II. www.uclm.es

26. PRADILLA Jan Ender, SUAREZ Sandra. Desarrollo de un Proceso Pulvimetalúrgico para la Elaboración de una Pieza de Bronce Autolubricada. Tesis de grado. UIS, 2003.
27. AMERICAN SOCIETY OF TESTING AND MATERIALS. Metals Handbook. 9 ed. ASTM, 1987. v. 7, 1887.
28. www.tecnun.es/asignaturas/pulvimetal/docs%5Ctema4.pdf
29. CASTRO Lucas, RINCON Esther. Moldeo por Inyección de Metales Estado Actual. Revista Tecnología y Desarrollo. Madrid. Vol III, 2005. p. 10-15.
30. DUNAND, D.C; MURRAY N.G. Microestructure evolution during solid-state foaming of titanium. 2003
31. NORMAS ASTM:
 - *ASTM B5828: Standard Test Method for Transverse Rupture Strength Of Sintered Metal Powder Specimens
 - *ASTM B331: Compressibility of Metal Powders in Uniaxial Compaction
 - *ASTM B610: Standard Test Metal for Measuring Dimensional Change of Metal Powder Specimens Due to Sintering.
 - *ASTM D4404 Standard Test Method for Determination of Pore Volume and Pore Volume Distribution of Soil and Rock by Mercury Intrusion Porosimetry.
32. www.usal.es/~javisan/hidro/temas/T080.pdf
33. BLAZY, Jean Sébastien. Comportement mécanique des mousses d'aluminium: caractérisations expérimentales sous sollicitations complexes et simulations numériques dans le cadre de l'élasto-plasticité compressible. Ecole Des Mines de Paris. Collège Doctoral, 2003.
34. PESTRYAKOV, A; LUNIN, V. Selective Oxidation of Alcohols Over Foam-Metal Catalysts. Applied Catalysis 227, 2002. p. 125-130.
35. BADICHE, X; FOREST, S; GUIBERT, T. Mechanical properties and non-homogeneous deformation of open-cell nickel foams: application of the mechanics of cellular solids and of porous materials. Acta Materialia. Volumen 53, 2005. p. 1381-1388

36. PEDEMONTE, Enric. Prótesis de Alta Biocompatibilidad. Tema 2. Estudio comparativo de la unión Titanio-Cerámica entre titanio colado y titanio mecanizado. Tesis de grado. p. 103 - 228.
37. www.energetica21.com/articulo19.html
38. Golovin, H; R. Sinning; W. Riehemann. Fatigue-related Damping in Some Cellular Metallic Materials. Materials Science and Engineering, A 370 2004; 537–541.
39. BANHART, Jhon. Manufacture, Characterisation and Application of Cellular Metals and Metal foams. Progress in Materials Science, 46 2001; 559–632

ANEXO A

DETERMINACION DE LA POROSIDAD

POROSIMETRO RUSKA

1. Quitar la copa del manómetro, llenar con mercurio tripledestilado y ajustar nuevamente el manómetro
2. Chequear que el porosímetro esté en buenas condiciones de operación (que no existan fugas). Para esto, colocar una de las tres copas vacías y ajustarla, con la válvula de descargar, mover el pistón hacia adelante para que la presión del aire desplace el nivel de mercurio hasta una cierta altura en el manómetro, fijar la marca y esperar tres minutos, si el nivel permanece constante, el equipo está en buenas condiciones de operación.
3. Seleccionar la copa más pequeña que pueda alojar la muestra y ajustar (vacía) al porosímetro.
4. Con la válvula de descarga abierta llenar el pistón un poco más atrás de la posición de operación. Cada copa tiene su propia posición de inicio según sea: copa pequeña: 150; copa media: 250; copa grande: 400.
5. Llevar el mecanismo de pistón hacia adelante hasta su posición de inicio y no retroceder para evitar el backlash.
6. Cerrar la válvula de descarga y llevar el pistón hacia delante hasta que la lectura de la manga micrométrica sea cero.
7. Abrir la válvula de alivio suavemente antes de llevar el pistón un poco más atrás de su respectiva posición de inicio.
8. Colocar el corazón o muestra dentro de la copa ajustada a cero y ajustar.
9. Con la válvula de alivio abierta llevar el pistón hacia delante hasta su posición de inicio correspondiente, no retroceder (todas las lecturas durante la operación se deben hacer con el pistón moviéndose hacia adelante para

evitar el efecto backlash y el ajuste a cero debe repetirse para cada copa y ocasionalmente durante la operación del instrumento.

10. Cerrar la válvula de alivio y llevar el pistón suavemente hacia adelante hasta alcanzar el nivel de mercurio de referencia anterior, registrar la medida del micrómetro como R_{core} que es proporcional al volumen de sólidos de la muestra.
11. Abrir la válvula de alivio y retirar la copa del manifold
12. Colocar el picnómetro dentro de un recipiente y llenarlo de mercurio, luego introducir la muestra dentro del picnómetro y medir el volumen bruto de la muestra.
13. El volumen de mercurio recogido desalojado del picnómetro se lleva a la respectiva copa usada para obtener el R_{core} y se ajusta la copa al bloque del manifold.
14. Se repiten los pasos anteriores y se obtienen un estimativo proporcional al volumen de mercurio en la copa, el volumen bruto de la muestra se designa como R_{Hg} .
15. Tomar los datos obtenidos y realizar las conversiones de R_{core} y R_{Hg} a centímetros cúbicos mediante las curvas de calibración .

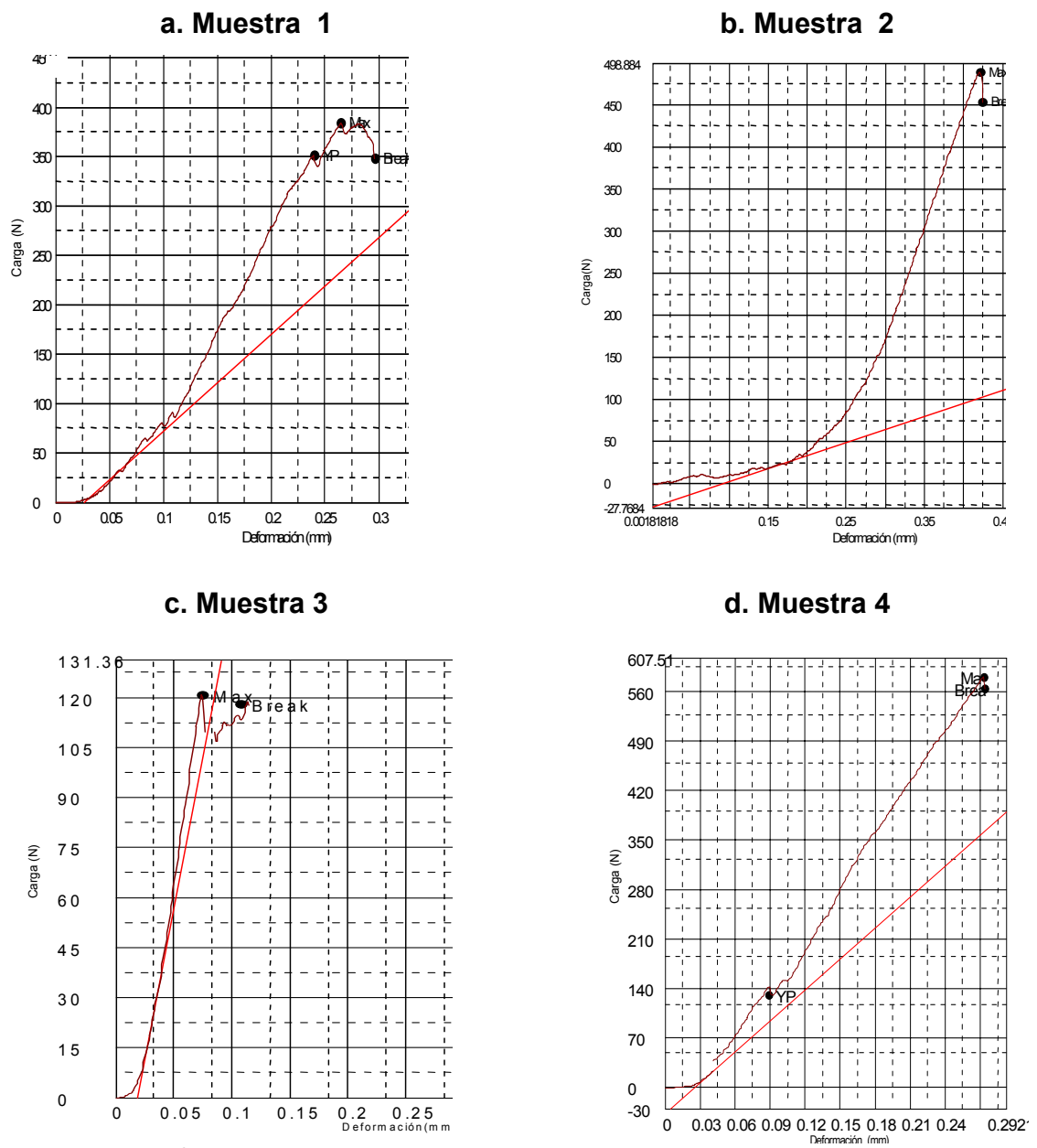
Figura 42. Anexo A. Partes porosímetro Ruska



ANEXO B

RESULTADOS DEL ENSAYO DE RUPTURA TRANSVERSAL TITANIO

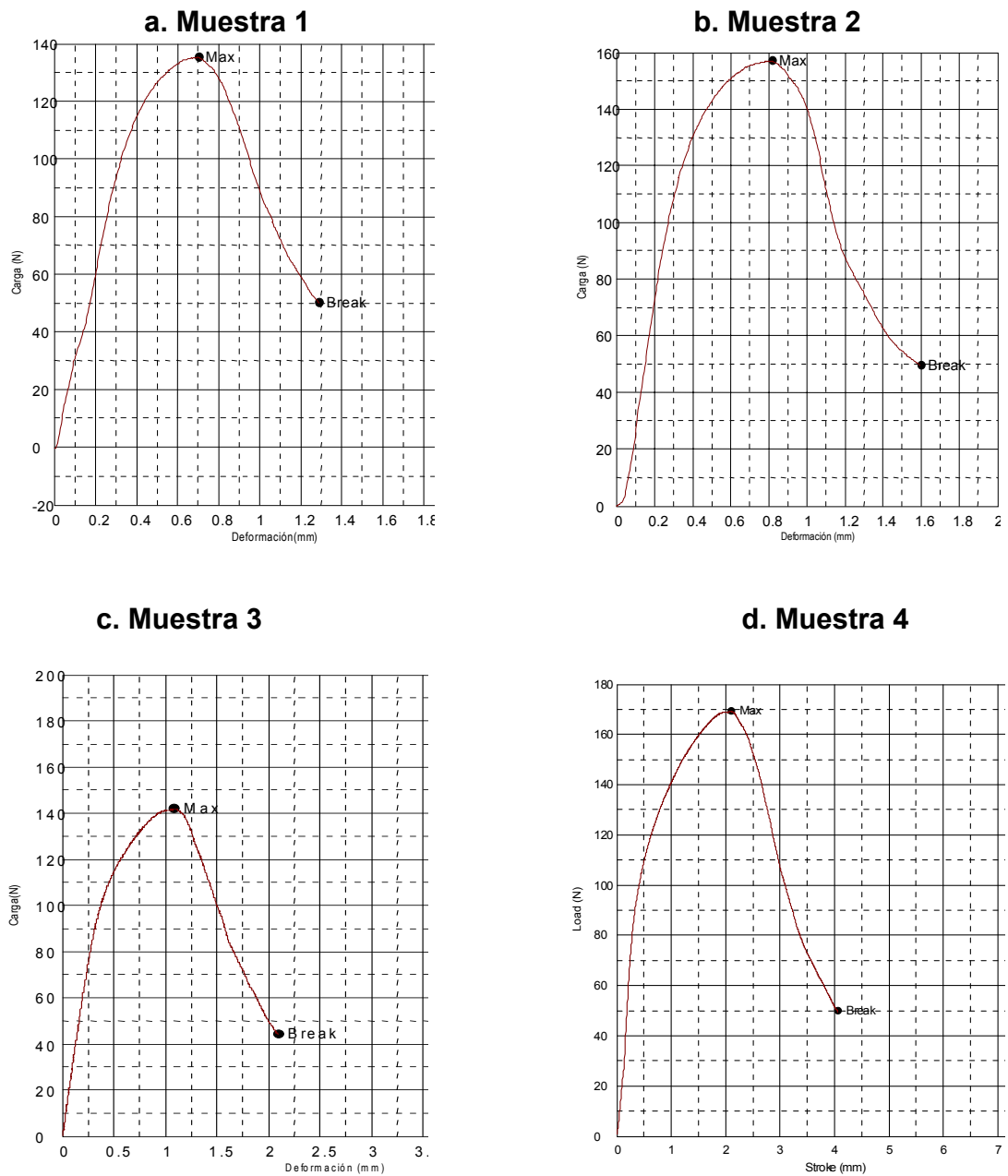
Figura 43. Anexo B. Resultados del ensayo de ruptura transversal titanio



ANEXO C

RESULTADOS DEL ENSAYO DE RUPTURA TRANSVERSAL PLATA

Figura 44. Anexo C. Resultados del ensayo de ruptura transversal titanio

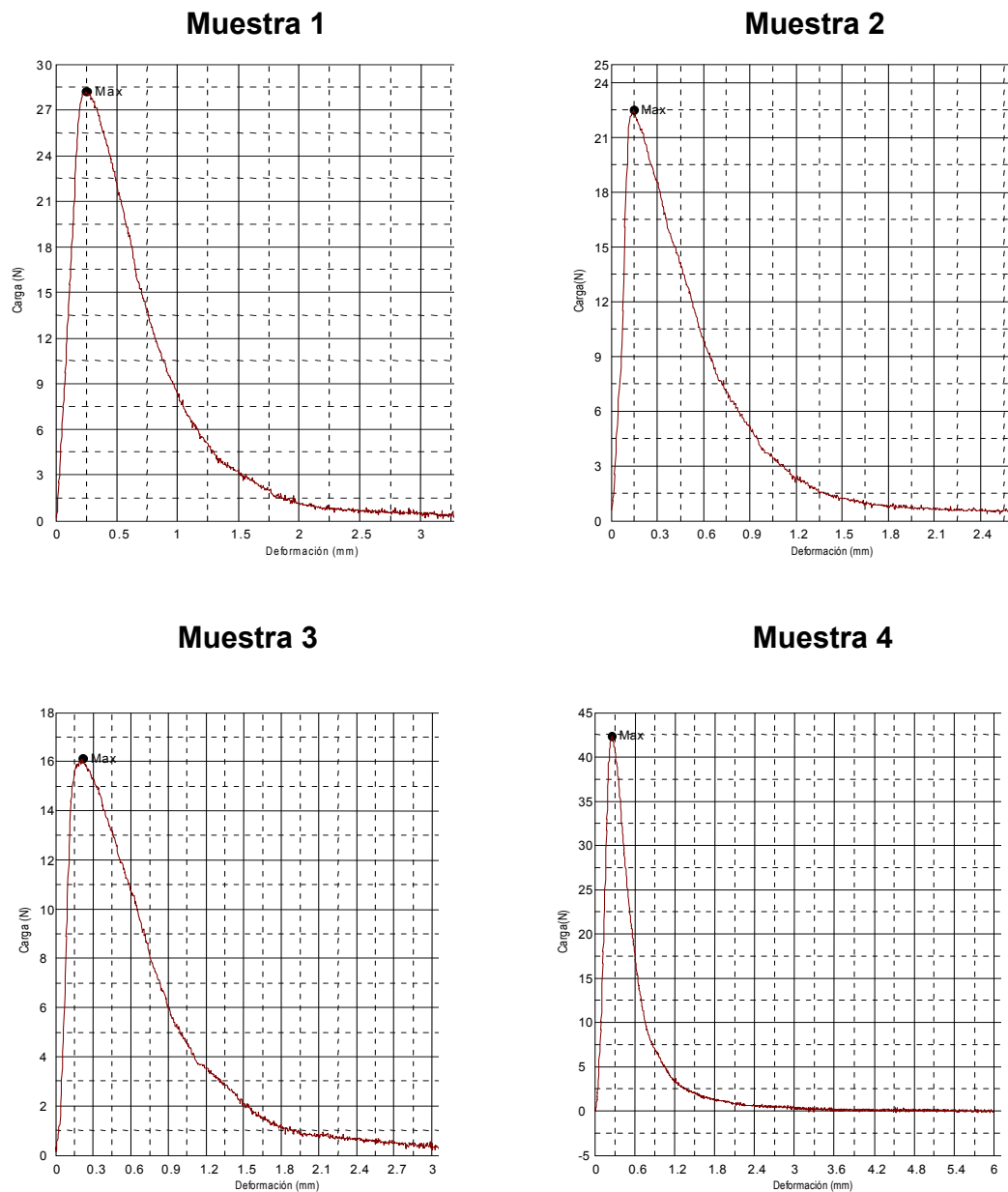


Tomadas del el software Trapezium.

ANEXO D

RESULTADOS DEL ENSAYO DE RUPTURA TRANSVERSAL ALUMINIO

Figura 45. Anexo D. Resultados del ensayo de ruptura transversal aluminio

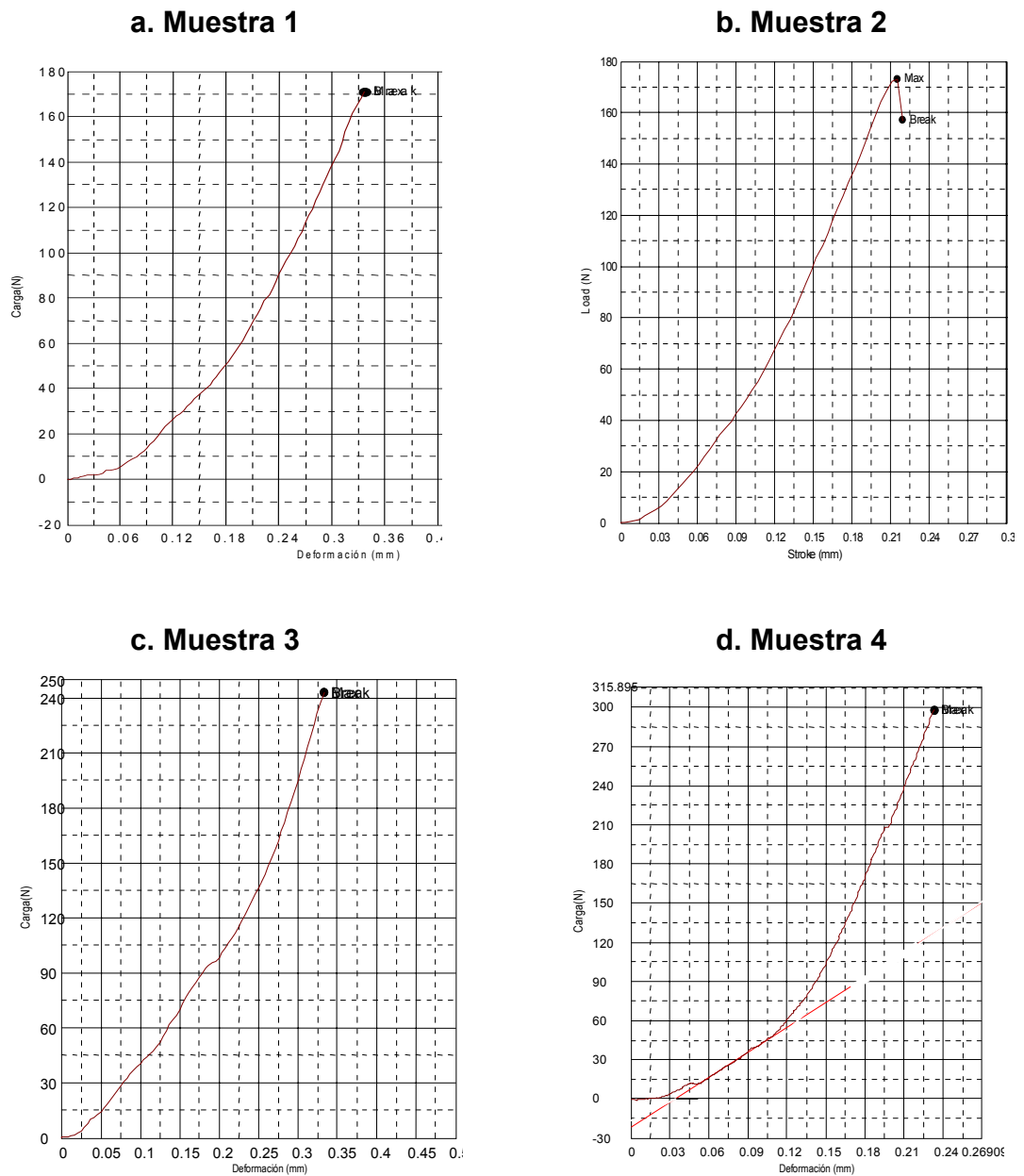


Tomadas del el software Trapezium.

ANEXO E

RESULTADOS DEL ENSAYO DE RUPTURA TRANSVERSAL NIQUEL

Figura 46. Anexo E. Resultados del ensayo de ruptura transversal níquel



Tomadas del el software Trapezium.

ANEXO F

MICROANÁLISIS DE LOS COMPACTOS DE Ag, Al y Ni

Tabla 30. Anexo F. Resultados del Microanálisis de una muestra de plata

Nivel	Rango (KeV)	Bruto	Neto	%Total
OKa	0.447 a 0.608	2838	912	2.7
NaKal	0.947 a 1.128	3209	474	1.4
MgKal	1.168 a 1.347	3813	413	1.2
AlKa	1.388 a 1.587	5256	977	2.9
SiKa	1.648 a 1.847	5150	552	1.6
HgMb	2.168 a 2.388	20140	6406	19.1
AgLal	2.868 a 3.088	47679	23763	70.9

Tabla 31. Anexo F. Resultados del Microanálisis de una muestra de aluminio

Nivel	Rango (KeV)	Bruto	Neto	%Total
OKa	0.447 a 0.608	3957	2094	2.8
NaKa1	0.947 a 1.128	1717	237	0.3
AlKa	1.388 a 1.587	102870	73550	96.6
ClKa	2.507 to 2.727	880	232	0.3

Tabla 32. Anexo F. Resultados del microanálisis de una muestra de níquel

Nivel	Rango (KeV)	Bruto	Neto	%Total
OKa	0.447 a 0.608	19833	5676	14.0
AlKa	1.388 a 1.587	3143	696	1.7
SiKa	1.648 s 1.847	2964	550	1.4
ClKa	2.507 a 2.727	3458	716	1.8
NiKa	7.327 a 7.628	44107	32555	80.3