



UNIVERSITAT  
POLITÈCNICA  
DE VALÈNCIA



---

UNIVERSIDAD POLITÉCNICA DE VALENCIA  
MÁSTER EN INGENIERÍA MECÁNICA Y MATERIALES

## **TRABAJO DE INVESTIGACIÓN**

### ***Caracterización microestructural de aleaciones Ti-Mo-X (Fe, Cr)***

Autora: María del Mar Cuetos Gómez

Director: Vicente Amigó Borrás

València, Abril 2015



*A mis padres, nunca tendré palabras de  
agradecimiento suficientes*



*“Your will as your command “*

*I’ll fight, **Wilco***



## Agradecimientos

Aprovecho esta ocasión para mostrar mi más sincero agradecimiento a todos aquellos que me han mostrado su apoyo en la realización de este trabajo.

En especial, a mi Director de Tesis, Vicente Amigó, por su exigencia, interés y apoyo, sin los cuales esta investigación no habría salido adelante.

Y por supuesto a mi familia. Quiero dar las gracias a mis padres, por creer en mí incondicionalmente. A mi hermana, por proporcionarme el extra de motivación que en ocasiones necesito y por sus siempre acertados consejos. Y a Guillermo, por su optimismo incluso en los momentos más difíciles.



## Resumen

Las aleaciones de titanio cobran cada vez más fuerza debido a la multitud de aplicaciones y usos en los que se están implantando en los últimos años. Se trata de aleaciones de sobra conocidas en el sector aeroespacial, de equipamiento deportivo, sector de la automoción y en el sector biomédico en el campo de la implantología. Sus elevadas propiedades mecánicas y especialmente su biocompatibilidad, son los puntos fuertes de este tipo de aleaciones en este ámbito.

El proyecto que se lleva a cabo tiene por objeto la investigación acerca de las aleaciones de Ti-15Mo, elegidas de acuerdo con su presumible fase beta y su bajo módulo elástico. El molibdeno es un conocido elemento betágeno escogido por su capacidad de estabilizar la fase beta, además de sus buenas propiedades en cuanto a resistencia y tenacidad. Adicionalmente, con tal de ampliar las posibilidades de estabilización de la fase beta, se decide estudiar la adición en pequeñas cantidades de otros elementos betágenos como son el cromo y hierro y estudiar su influencia sobre los parámetros mecánicos, relacionándolos con su microestructura.

El reto del trabajo es la obtención de las probetas mediante el trabajo con tecnología de polvos. La pulvimetalurgia es una de las técnicas de procesado más interesantes para el titanio, dada su alta reactividad y su alta temperatura de fusión, que hace que otras técnicas sean más costosas abriendo una nueva vía para el estudio de estas aleaciones orientadas a su uso en el campo de la biomedicina.

Los resultados del estudio apuntan a una disminución de las propiedades mecánicas así como a un aumento de la fragilidad en las aleaciones con la adición de elementos betágenos, siendo los resultados más acusados para el caso de la adición de hierro en comparación con la adición de cromo.

Si bien es cierto que el porcentaje de fase beta aumenta en ambos casos con la adición de elementos betágenos, este aumento no se traduce en un

incremento de la homogeneidad ya que para el caso de la adición de cromo la porosidad se mantiene sin cambios con respecto a la aleación Ti-15Mo, mientras que para la adición de hierro la porosidad aumenta considerablemente con la aparición de macroporos de tamaño considerable.

## Resum

Els aliatges de titani cobren cada vegada més força a causa de la multitud d'aplicacions i usos en els que s'estan implantant en els últims anys. Es tracta d'aliatges de sobres conegudes en el sector aeroespacial, d'equipament esportiu, sector de l'automoció i en el sector biomèdic en el camp de la implantologia. Les seves elevades propietats mecàniques i especialment la seva biocompatibilitat, són els punts forts d'aquest tipus d'aliatges en aquest àmbit.

El projecte que es porta a terme té per objecte la investigació sobre les aliatges de Ti-15Mo, elegides d'acord amb la seva presumible fase beta i el seu baix mòdul elàstic. El molibdè és un conegut element betàgen escollit per la seva capacitat d'estabilitzar la fase beta, a més de les seves bones propietats en quant a resistència i tenacitat. Addicionalment, per tal d'ampliar les possibilitats d'estabilització de la fase beta, es decideix estudiar l'addició en petites quantitats d'altres elements betàgens com són el crom i ferro i estudiar la seva influència sobre els paràmetres mecànics, relacionant-los amb la seva microestructura.

El repte del treball és l'obtenció de les provetes mitjançant el treball amb tecnologia de pols. La pulverimetallúrgia és una de les tècniques de processat més interessants per al titani, donada la seva alta reactivitat i la seva alta temperatura de fusió, que fa que altres tècniques siguin més costoses obrint una nova via per a l'estudi d'aquests aliatges orientades a l'ús en el camp de la biomedicina.

Els resultats de l'estudi apunten a una disminució de les propietats mecàniques així com a un augment de la fragilitat en els aliatges amb l'addició d'elements betàgens, sent els resultats més acusats pel cas de l'addició de ferro en comparació amb l'addició de crom.

Si bé és cert que el percentatge de fase beta augmenta en ambdós casos amb l'addició d'elements betàgens, aquest augment no es tradueix en un increment de l'homogeneïtat ja que per al cas de l'addició de crom la

porositat es manté sense canvis respecte a l'aliatge Ti-15Mo, mentre que per l'addició de ferro la porositat augmenta considerablement amb l'aparició de macroporus de mida considerable.

## Abstract

Titanium alloys are becoming harder due to the multitude of applications and uses that are being implemented in recent years. It is well known in alloys aerospace, sports equipment, automotive and biomedical sector in the field of implantology. Its high mechanical and especially their biocompatibility properties are the strengths of this type of alloys in this area.

The project is carried out concerns the investigation of alloys Ti-15Mo, chosen according to their presumed beta and low elastic modulus. Molybdenum is a well-known beta element chosen for its ability to stabilize the beta phase, in addition to their good properties in terms of strength and toughness. Additionally, in order to expand the possibilities of stabilization of the beta phase, we decide to study the addition of small amounts of other beta elements such chromium and iron and study their influence on the mechanical parameters, relating them to their microstructure.

The challenge of the work is to obtain specimens by working with powder technology. Powder metallurgy is one of the most interesting techniques for processing titanium because of its high reactivity and high melting temperature, which makes other techniques more expensive and opens a new window for the study of these alloys oriented use in biomedicine.

The study results show a decrease in mechanical properties and an increase in brittleness when beta elements are added, results that are higher in the case of the addition of iron compared to the addition of chromium.

While the percentage of beta phase increases in both cases with the addition of beta elements, this increase does not mean an increase in homogeneity. In case of the addition of chromium, the porosity remains unchanged compared with the Ti-15Mo alloy, while the addition of iron

means that the porosity increases greatly with the appearance of sizeable macropores.

# Índice

<i>Lista de figuras</i> .....	5
<i>Lista de tablas</i> .....	11
<i>Lista de ecuaciones</i> .....	15
1. Motivación .....	17
2. Objetivos .....	21
3. Estado del Arte.....	23
3.1 Las aleaciones de titanio para uso biomédico .....	26
3.2 Obtención de aleaciones por vía pulvimetalúrgica.....	39
4. Planificación .....	43
4.1 Fase1: Selección de las aleaciones.....	43
4.2 Fase 2: Obtención de las probetas.....	44
4.3 Fase 3: Influencia de los elementos aleantes en las características geométricas.....	46
4.4 Fase 4: Influencia de los elementos aleantes en las características mecánicas.....	50
4.4.1 Módulo de Elasticidad .....	50
4.4.2 Resistencia a flexión .....	51
4.4.3 Dureza .....	54

4.5 Fase 5: Influencia de los elementos aleantes en las características microestructurales .....	55
4.5.1 Microscopia Óptica .....	56
4.5.2 Microscopia Electrónica de Barrido .....	56
4.6 Fase 6: Análisis de resultados y redacción de conclusiones .....	58
5. Materiales y Métodos .....	61
5.1 Materiales .....	61
5.2 Métodos .....	63
5.2.1 Obtención de las probetas .....	63
5.2.1.1 Mezclado .....	63
5.2.1.2 Compactación.....	67
5.2.1.3 Sinterizado.....	68
5.2.2 Caracterización geométrica .....	70
5.2.2.1 Densidad experimental .....	70
5.2.2.2 Cambio dimensional.....	74
5.2.3 Caracterización mecánica .....	74
5.2.3.1 Resistencia a flexión .....	75
5.2.3.2. Módulo Elástico.....	77
5.2.3.3. Dureza.....	78
5.2.4 Caracterización microestructural .....	80
5.2.4.1 Corte de las muestras.....	80
5.2.4.2. Embutición de las muestras .....	81
5.2.4.3 Desbaste y pulido .....	82
5.2.4.4 Microscopía óptica .....	85
5.2.4.5 Microscopía electrónica de barrido .....	86

6. Resultados.....	91
6.1 Influencia de los elementos aleantes en las características geométricas.....	91
6.1.1 Compactación, porosidad en verde y densidad en verde.....	91
6.1.2 Contracción .....	95
6.1.3 Porosidad y densidad en verde en las piezas sinterizadas ...	100
6.2 Influencia de los elementos aleantes en las características mecánicas.....	105
6.2.1 Módulo de elasticidad .....	105
6.2.2 Resistencia a flexión .....	109
6.2.3 Dureza .....	122
6.3 Influencia de los elementos aleantes en las características microestructurales .....	124
6.3.1 Microscopía Óptica .....	125
6.3.2 Microscopía Electrónica de Barrido .....	130
7. Discusión .....	145
8. Conclusiones .....	155
9. Referencias.....	157



## Lista de figuras

<i>Figura 1: Estructura cristalina del titanio: (a) Titanio <math>\alpha</math>: estructura hexagonal compacta, (b) Titanio <math>\beta</math>: estructura cúbica centrada en cuerpo [Lütjering, 2007].....</i>	<i>24</i>
<i>Figura 2: Diagrama de equilibrio de Titanio-Molibdeno [Murray, 1987].....</i>	<i>28</i>
<i>Figura 3: Representación del módulo de elasticidad para distintas aleaciones Ti-xMo.....</i>	<i>30</i>
<i>Figura 4: Microestructuras para distintas aleaciones Ti-xMo [Ho, 1999].....</i>	<i>30</i>
<i>Figura 5: Representación de la resistencia a flexión para distintas aleaciones Ti-xMo [Ho, 1999].....</i>	<i>31</i>
<i>Figura 6: Microestructuras de aleaciones Ti-xCr [Hsu, 2009].....</i>	<i>34</i>
<i>Figura 7: Representación gráfica del límite elástico y resistencia a tracción para aleaciones Ti-xCr [Hattori, 2010].....</i>	<i>35</i>
<i>Figura 8: Evolución del módulo elástico en aleaciones Ti-5Nb-xCr [Hsu, 2013].....</i>	<i>36</i>
<i>Figura 9: Evolución de la resistencia a flexión en aleaciones Ti-5Nb-xCr [Hsu, 2013].....</i>	<i>36</i>
<i>Figura 10: Microestructuras de las aleaciones Ti-5Nb-3Cr y Ti-15Nb-5Cr [Hsu, 2013].....</i>	<i>37</i>
<i>Figura 11: Microestructura de la aleación Ti-5Mo-3Cr.....</i>	<i>38</i>
<i>Figura 12: Gráfico comparativo de las propiedades mecánicas de aleaciones de titanio.....</i>	<i>44</i>
<i>Figura 13: Esquema de realización del ensayo a flexión.....</i>	<i>52</i>
<i>Figura 14: Esquema de la huella y medición de las diagonales en el Método Rockwell.....</i>	<i>54</i>
<i>Figura 15: Esquema de planificación del trabajo.....</i>	<i>69</i>

<i>Figura 16: Distribución del tamaño de partícula para polvos de titanio .....</i>	<i>61</i>
<i>Figura 17: Distribución del tamaño de partícula para polvos de molibdeno .....</i>	<i>62</i>
<i>Figura 18: Distribución del tamaño de partícula para polvos de hierro .....</i>	<i>62</i>
<i>Figura 19: Certificado de calidad de polvos de cromo.....</i>	<i>62</i>
<i>Figura 20: Báscula de precisión para la obtención de las masas .....</i>	<i>65</i>
<i>Figura 21: Túrbula utilizada para el mezclado de polvos .....</i>	<i>66</i>
<i>Figura 22: Prensa uniaxial manual en frío LARZEP ECM01113 (a) y matriz (b) utilizada para la compactación .....</i>	<i>68</i>
<i>Figura 23: Ciclo de sinterizado SIN1250 (a) y horno Carbolite, modelo HVT 15/75/450 (b) empleado en la etapa de sinterización .....</i>	<i>69</i>
<i>Figura 24: Montaje para aplicación del método de Arquímedes realizado en el laboratorio (a) y el indicado en el manual del fabricante (b) .....</i>	<i>72</i>
<i>Figura 25: Ejemplo de realización de pesado de las probetas.....</i>	<i>73</i>
<i>Figura 26: Equipo Shimadzu utilizado para realizar el ensayo de flexión.....</i>	<i>76</i>
<i>Figura 27: Esquema indicativo de la posición de la probeta para la realización del ensayo de flexión .....</i>	<i>76</i>
<i>Figura 28: Equipo Karl Deutsch Echograph 1090 utilizado para realizar el ensayo de ultrasonidos .....</i>	<i>78</i>
<i>Figura 29: Equipo Centaur utilizado para la medición de la dureza.....</i>	<i>79</i>
<i>Figura 30: Equipo Secutom-50 utilizado para el corte de las probetas .....</i>	<i>80</i>
<i>Figura 31: Equipo Citopress-1 utilizado para la embutición de las muestras.....</i>	<i>82</i>
<i>Figura 32: Equipo Labopol-25 utilizado para el desbaste de las muestras .....</i>	<i>83</i>
<i>Figura 33: Equipo Labopol-5 utilizado para el desbaste con pasta de diamante de las muestras.....</i>	<i>84</i>

<i>Figura 34: Microscopio óptico Nikon LV-100 .....</i>	<i>85</i>
<i>Figura 35: Análisis de imagen de MO para el estudio de la porosidad .....</i>	<i>86</i>
<i>Figura 36: Equipo JEOL JSM 6300 utilizado para la observación de las muestras por SEM.....</i>	<i>87</i>
<i>Figura 37: Ejemplo análisis de espectro en la muestra Ti-15Mo para determinar la composición química .....</i>	<i>88</i>
<i>Figura 38: Análisis en línea realizado (a) en borde de grano para la muestra Ti-15Mo y representaciones del contenido de titanio (b) y molibdeno (c) en la línea.....</i>	<i>89</i>
<i>Figura 39: Determinación de fases (a) en el análisis de imagen de SEM (b) y cuantificación de cada fase (c) .....</i>	<i>90</i>
<i>Figura 40: Representación gráfica de los resultados (a) de porosidad en verde y (b) densidad en verde de las probetas .....</i>	<i>95</i>
<i>Figura 41: Representación gráfica para la contracción de las probetas en sus tres dimensiones (a) Largo, (b) Espesor, (c) Ancho y (d) Volumen final .....</i>	<i>99</i>
<i>Figura 42: Representación gráfica de la (a) porosidad cerrada y (b) la densidad relativa.....</i>	<i>104</i>
<i>Figura 43: Representación gráfica de la evolución del módulo de elasticidad.....</i>	<i>108</i>
<i>Figura 44: Representación gráfica del módulo de elasticidad frente a densidad relativa.....</i>	<i>109</i>
<i>Figura 45: Representación gráfica de la evolución de la tensión con las adiciones de Fe y Cr en las probetas en verde .....</i>	<i>110</i>
<i>Figura 46: Representación gráfica de la evolución del desplazamiento con las adiciones de Fe y Cr en las probetas en verde .....</i>	<i>111</i>
<i>Figura 47: Representación gráfica de la Resistencia a flexión de las probetas sinterizadas.....</i>	<i>113</i>
<i>Figura 48: Representación gráfica del Desplazamiento máximo de las probetas sinterizadas.....</i>	<i>114</i>

<i>Figura 49: Imágenes en 1000x de las fracturas de las distintas aleaciones (a) Ti-15Mo, (b) Ti-15Mo-1Fe, (c) Ti-15Mo-3Fe, (d) Ti-15Mo-1Cr y (e) Ti-15Mo-3Cr.....</i>	<i>115</i>
<i>Figura 50: Curvas tensión-desplazamiento de las probetas elegidas de las muestras de (a) Ti-15Mo, (b) Ti-15Mo-1Fe, (c) Ti-15Mo-3Fe, (d) Ti-15Mo-1Cr y (e) Ti-15Mo-3Cr.....</i>	<i>118</i>
<i>Figura 51: Ejemplo de ajuste de la pendiente en la curva tensión-desplazamiento para la aleación Ti-15Mo.....</i>	<i>120</i>
<i>Figura 52: Representación gráfica de la deformación máxima.....</i>	<i>121</i>
<i>Figura 53: Representación gráfica de la Módulo de Flexión .....</i>	<i>121</i>
<i>Figura 54: Representación gráfica de los resultados de dureza .....</i>	<i>124</i>
<i>Figura 55: Montaje fotográfico a 100x de la aleación Ti-15Mo realizado por microscopía óptica.....</i>	<i>125</i>
<i>Figura 56: Montajes fotográficos a 100x de las aleaciones (a) Ti-15Mo-1Fe y (b) Ti-15Mo-3Fe, realizados por microscopía óptica.....</i>	<i>126</i>
<i>Figura 57: Montajes fotográficos a 100x de las aleaciones (a) Ti-15Mo-1Cr y (b) Ti-15Mo-3Cr, realizados por microscopía óptica.....</i>	<i>127</i>
<i>Figura 58: Ejemplo del estudio de análisis de imagen para el montaje fotográfico en la muestra de Ti-15Mo-1Fe.....</i>	<i>128</i>
<i>Figura 59: Representación gráfica de los resultados de porosidad según análisis de imagen.....</i>	<i>129</i>
<i>Figura 60: Imágenes en 250x de la muestra Ti-15Mo .....</i>	<i>130</i>
<i>Figura 61: Estudio de espectro de la muestra Ti-15Mo.....</i>	<i>131</i>
<i>Figura 62: Composición química de la muestra Ti-15Mo en 250x.....</i>	<i>131</i>
<i>Figura 63: Imagen de la muestra Ti-15Mo en 1000x.....</i>	<i>132</i>
<i>Figura 64: Análisis en línea de la muestra Ti-15Mo que muestra la cantidad de (a) titanio y (b) molibdeno en la línea.....</i>	<i>132</i>

<i>Figura 65: Composición química de la muestra Ti-15Mo-1Fe en 250x para (a) punto uno y (b) punto dos .....</i>	<i>133</i>
<i>Figura 66: Imagen de la muestra Ti-15Mo-1Fe en 1000x.....</i>	<i>134</i>
<i>Figura 67: Análisis en línea de la muestra Ti-15Mo-1Fe que muestra la cantidad de (a) titanio y (b) molibdeno en la línea .....</i>	<i>134</i>
<i>Figura 68: Composición química de la muestra Ti-15Mo-3Fe en 250x para (a) punto uno y (b) punto dos .....</i>	<i>135</i>
<i>Figura 69: Imagen de la muestra Ti-15Mo-3Fe en 1000x.....</i>	<i>136</i>
<i>Figura 70: Composición química de la muestra Ti-15Mo-1Cr en 250x para (a) punto uno y (b) punto dos.....</i>	<i>137</i>
<i>Figura 71: Imagen de la muestra Ti-15Mo-1Cr en 1000x.....</i>	<i>138</i>
<i>Figura 72: Composición química de la muestra Ti-15Mo-3Cr en 250x para (a) punto uno y (b) punto dos.....</i>	<i>139</i>
<i>Figura 73: Imagen de la muestra Ti-15Mo-3Cr en 1000x.....</i>	<i>139</i>
<i>Figura 74: Representación gráfica de los resultados de tamaño de grano equivalente promedio de las aleaciones.....</i>	<i>141</i>
<i>Figura 75: Ejemplo de análisis de imagen para la detección de fases en la muestra Ti-15Mo .....</i>	<i>142</i>
<i>Figura 76: Representación gráfica de los resultados de distribución de fases de (a) Fase Alfa y (b) Fase Beta.....</i>	<i>143</i>
<i>Figura 77: Imagen de la muestra Ti-15Mo en 1000x donde se aprecia el análisis en línea .....</i>	<i>146</i>
<i>Figura 78: Representación gráfica de los contenidos de titanio y molibdeno en el análisis de línea .....</i>	<i>146</i>



## Lista de tablas

<i>Tabla 1: Características más importantes del titanio y de los metales más utilizados: hierro, níquel y aluminio [Kawahara, 1983].....</i>	<i>23</i>
<i>Tabla 2: Propiedades mecánicas de los diferentes grados de titanio cp [Gil et al, 1999].....</i>	<i>26</i>
<i>Tabla 3: Composición química de la aleación Ti-15Mo para su uso biomédico [ASTM, 2000].....</i>	<i>28</i>
<i>Tabla 4: Evolución de la estructura cristalina y fase para distintas adiciones de Molibdeno en aleaciones de titanio [Ho, 1999].....</i>	<i>29</i>
<i>Tabla 5: Propiedades mecánicas de aleaciones de Ti-15Mo [Min, 2009] .....</i>	<i>32</i>
<i>Tabla 6: Propiedades mecánicas de aleaciones de Ti-10Mo [Min, 2010] .....</i>	<i>33</i>
<i>Tabla 7: Densidad y % en peso de los elementos que forman la aleación .....</i>	<i>63</i>
<i>Tabla 8: Masas necesarias de cada elemento para la obtención de las aleaciones....</i> <i>.....</i>	<i>64</i>
<i>Tabla 9: Dimensiones de la matriz de compactación .....</i>	<i>67</i>
<i>Tabla 10: Plantilla de cálculo para el cambio dimensional de las probetas.....</i>	<i>74</i>
<i>Tabla 11: Dimensiones de las probetas tras compactación .....</i>	<i>91</i>
<i>Tabla 12: Porosidad y densidad en verde en verde de las probetas.....</i>	<i>93</i>
<i>Tabla 13: Resultados para la porosidad en verde de las probetas.....</i>	<i>94</i>
<i>Tabla 14: Dimensiones de las probetas tras sinterización.....</i>	<i>96</i>
<i>Tabla 15: Cálculos para la contracción de las probetas en sus tres dimensiones y volumen final.....</i>	<i>97</i>

<u>Tabla 16:</u> Resultados de la contracción de las probetas y desviación típica .....	100
<u>Tabla 17:</u> Parámetros característicos del Método de Arquímedes .....	101
<u>Tabla 18:</u> Resultados de porosidad abierta y cerrada .....	102
<u>Tabla 19:</u> Resultados de densidad experimental y relativa .....	103
<u>Tabla 20:</u> Resultados de la porosidad cerrada y desviación relativa y desviación típica .....	105
<u>Tabla 21:</u> Cálculo del espesor y sus múltiplos para el ensayo de ultrasonidos.....	106
<u>Tabla 22:</u> Resultados de velocidades de onda, módulo de elasticidad y coeficiente de Poisson .....	107
<u>Tabla 23:</u> Resultados de módulo de elasticidad y coeficiente de Poisson y desviaciones típicas .....	108
<u>Tabla 24:</u> Resultados de tensión y deformación para las probetas en verde .....	110
<u>Tabla 25:</u> Resultados de tensión máxima y desplazamiento para las probetas sinterizadas.....	112
<u>Tabla 26:</u> Resultados de resistencia a flexión y desplazamiento promedio y desviaciones típicas .....	113
<u>Tabla 27:</u> Valores necesarios para el cálculo de los parámetros de flexión .....	119
<u>Tabla 28:</u> Valores de pendiente de la curva tensión-deformación de las aleaciones ..	120
<u>Tabla 29:</u> Deformación Máxima y Módulo de flexión de las probetas resultado del ensayo de flexión .....	121
<u>Tabla 30:</u> Resultado del ensayo de dureza Rockwell C 15N.....	122
<u>Tabla 31:</u> Promedio de las durezas, desviaciones típicas y conversión a unidades Vickers.....	123
<u>Tabla 32:</u> Resultados de porosidad según análisis de imagen .....	129

<i>Tabla 33: Resultados de tamaño de grano equivalente .....</i>	<i>140</i>
<i>Tabla 34: Resultados de distribución de fases mediante análisis de imagen.....</i>	<i>142</i>
<i>Tabla 35: Resultados de distribución de fases corregidos .....</i>	<i>143</i>
<i>Tabla 36: Resultados de módulo elástico obtenido según distintos tipos de ensayo para la aleación Ti-30Nb [Devesa, 2013].....</i>	<i>148</i>



## Lista de ecuaciones

<u>Ecuación 1</u> : Ecuación para el cálculo del Aluminio Equivalente [Franconetti, 2013] .. .....	25
<u>Ecuación 2</u> : Ecuación para el cálculo del Molibdeno Equivalente [Franconetti, 2013].....	26
<u>Ecuación 3</u> : Ecuación para el cálculo del volumen teórico .....	47
<u>Ecuación 4</u> : Ecuación para el cálculo del volumen exterior .....	47
<u>Ecuación 5</u> : Ecuación para el cálculo del volumen de poro abierto.....	48
<u>Ecuación 6</u> : Ecuación para el cálculo de la porosidad aparente (en poro abierto) ..... .....	48
<u>Ecuación 7</u> : Ecuación para el cálculo de la porosidad en poro cerrado.....	48
<u>Ecuación 8</u> : Ecuación para el cálculo de la densidad experimental .....	49
<u>Ecuación 9</u> : Ecuación para el cálculo del módulo elástico.....	51
<u>Ecuación 10</u> : Ecuación para el cálculo del coeficiente de Poisson.....	51
<u>Ecuación 11</u> : Ecuación para el cálculo de la resistencia a flexión.....	52
<u>Ecuación 12</u> : Ecuación para el cálculo de la deformación máxima .....	53
<u>Ecuación 13</u> : Ecuación para el cálculo del módulo de flexión.....	53



## 1. Motivación

A tenor del creciente interés por parte de numerosos sectores donde destaca en concreto el sector biomédico, se sigue desde hace un tiempo con especial atención los avances que se producen en el estudio de las aleaciones de titanio con elementos aleantes estabilizadores de fase beta. Conocedores de esta necesidad, el grupo de investigación del Instituto de Tecnología de Materiales de la Universidad Politécnica de Valencia trabaja en esta línea de investigación para aportar dentro de este campo conclusiones acerca de las aleaciones de titanio y sus posibilidades como materiales de implante a largo plazo.

El titanio tiene como cualidad más importante desde el punto de vista médico su biocompatibilidad, evitando cualquier tipo de reacción nociva para el ser humano. Mecánicamente, si bien las aleaciones de titanio tienen una resistencia comparable frente a aceros inoxidable, son claramente superiores en resistencia específica, condición altamente importante para las aplicaciones biomédicas de implantes junto con su menor módulo de Young, más cercano al del hueso permitiendo mayores deformaciones que reduzcan los problemas de apantallamiento de tensiones. Adicionalmente, estas aleaciones poseen una excelente resistencia a la corrosión por su rápida reacción con el oxígeno formando una capa superficial de óxido protectora.

El estudio de la investigación se centra en la influencia de elementos aleantes en las propiedades de las aleaciones de titanio. La elección de

elementos aleantes está fundamentada en la ecuación del molibdeno equivalente [Franconetti, 2013] que contempla la importancia de los mismos para la obtención de estructuras beta. Se trata de adicionar elementos estabilizadores de esta fase, de manera que favorezcan la formación de una estructura cristalina beta y bajen las temperaturas de transformación de fase alfa a beta promoviendo la formación de aleaciones alfa-beta con superiores propiedades mecánicas. Uno de los elementos más reconocidos es el molibdeno, característico por su resistencia, tenacidad y resistencia a la corrosión, aunque existen otros como el hierro y el cromo que en pequeñas adiciones también influyen en la transformación.

Las aleaciones Ti-xMo, son ya bien conocidas en sectores relacionados con la biomedicina. La Sociedad Americana para ensayos de Materiales (ASTM) recoge desde el año 2000 las especificaciones para aleaciones como Ti-15Mo, Ti-12Mo-6Zr-2Fe o Ti-35Nb-7Zr-5Ta, lo cual supone un punto de partida para el desarrollo de nuevas aleaciones basadas en el titanio, por supuesto biocompatibles y con mejores propiedades mecánicas.

Adicionalmente, se busca mejorar el proceso de obtención de las piezas. El trabajo con tecnología de polvos cuenta con grandes atractivos como el bajo coste que supone la obtención de las piezas y la facilidad en la aplicación de la técnica. Sin embargo, encierra otros aspectos delicados a tener en cuenta como la susceptibilidad de contaminación del titanio, de ahí la importancia de trabajar con una atmósfera protectora y la posible falta de homogeneidad, sobre todo cuando la cantidad de aleante es elevada.

Por estos motivos, resulta de interés la estabilización de la fase beta en aleaciones titanio-molibdeno obtenidas por Pulvimetalurgia con los elementos estabilizadores de hierro y cromo.



## 2. Objetivos

El *objetivo principal* de esta investigación es: la evaluación de la adición de los elementos betágenos de hierro y cromo en las propiedades de la aleación Ti-15Mo obtenida por Pulvimetalurgia.

Estas nuevas aleaciones suponen una propuesta en la búsqueda de materiales que mejoren los utilizados hasta ahora en el sector biomédico de reemplazos protésicos. Esta búsqueda está fundamentada en la necesidad de encontrar aleaciones biocompatibles y con un bajo módulo elástico que permitan mejorar los problemas con los tejidos circundantes al implante.

Por ello, los objetivos específicos a conseguir son:

- Influencia del hierro y cromo en los parámetros de porosidad y densidad.
- Por tanto, análisis del efecto de estos elementos en las variaciones geométricas de las piezas.
- Influencia del hierro y cromo en las propiedades mecánicas a flexión y su módulo de elasticidad.
- Análisis del efecto del hierro y cromo en la porosidad interna, distribución de fases y en la evolución del tamaño de grano.
- Valoración de la homogeneidad observada en las piezas de acuerdo a las variaciones en su composición química.



### 3. Estado del Arte

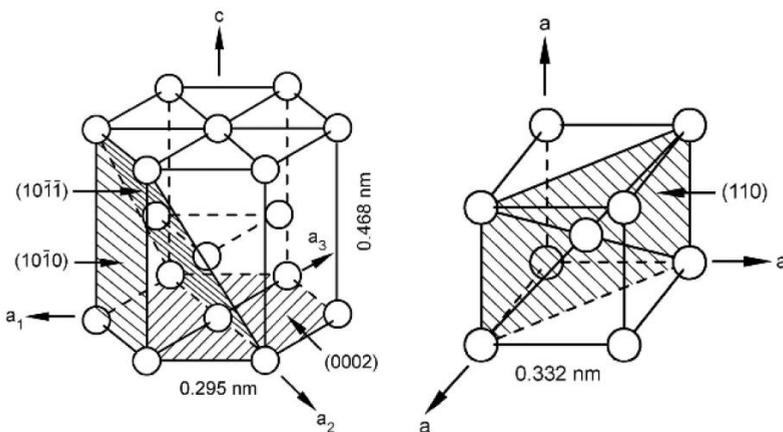
Las características básicas del titanio y sus aleaciones se muestran en la figura a continuación en comparación con otros materiales metálicos: hierro, níquel y aluminio. Aunque el titanio es el que presenta mejores propiedades específicas (relación entre resistencia y densidad), se destina solamente a aplicaciones muy puntuales en determinadas áreas debido a su elevado coste. Este coste es debido principalmente a su gran reactividad con el oxígeno que hace necesario en la etapa de obtención y procesado, trabajar en condiciones de vacío o atmósfera inerte. Por otra parte, su gran reactividad con el oxígeno permite la formación inmediata de una capa de óxido de  $TiO_2$  cuando se expone al aire. Esta capa no se desprende con facilidad, queda muy bien adherida y le confiere una excelente resistencia a la corrosión y a la contaminación en diferentes medios agresivos, especialmente en medios ácidos acuosos.

*Tabla 1: Características más importantes del titanio y de los metales más utilizados: hierro, níquel y aluminio [Kawahara, 1983]*

	Ti	Fe	Ni	Al
Melting Temperature (°C)	1670	1538	1455	660
Allotropic Transformation (°C)	$\beta_{882}$ , $\alpha$	$\gamma_{912}$ , $\alpha$	-	-
Crystal Structure	bcc $\rightarrow$ hex	fcc $\rightarrow$ bcc	fcc	fcc
Room Temperature E (GPa)	115	215	200	72
Yield Stress Level (MPa)	1000	1000	1000	500
Density (g/cm <sup>3</sup> )	4.5	7.9	8.9	2.7
Comparative Corrosion Resistance	Very High	Low	Medium	High
Comparative Reactivity with Oxygen	Very High	Low	Low	High
Comparative Price of Metal	Very High	Low	High	Medium

La temperatura de fusión del titanio ( $1668^{\circ}\text{C}$ ) es mucho más alta que la del aluminio, su competidor en aplicaciones donde se requiere ligereza. La alta reactividad del titanio con el oxígeno limita su uso a temperaturas máximas de  $600^{\circ}\text{C}$  aproximadamente ya que a mayores temperaturas la difusión del oxígeno a través de la capa de óxido protectora es muy rápida lo que causa un crecimiento excesivo de la capa de óxido y una fragilización de las capas adyacentes, muy ricas en oxígeno. Aunque para aplicaciones biomédicas, las cuestiones relacionadas con las temperaturas no tienen importancia.

El titanio es el único metal ligero que presenta dimorfismo, ya que en estado puro presenta una transformación alotrópica a  $882^{\circ}\text{C}$ , cambiando de una estructura cristalina hexagonal compacta (fase  $\alpha$ ) a una estructura cúbica centrada en el cuerpo (fase  $\beta$ ). A continuación se ilustran ambas estructuras cristalinas.



*Figura 1: Estructura cristalina del titanio: (a) Titanio  $\alpha$ : estructura hexagonal compacta, (b) Titanio  $\beta$ : estructura cúbica centrada en cuerpo [Lütjering, 2007].*

Esta transformación posibilita la obtención de aleaciones con microestructuras del tipo  $\alpha$ ,  $\beta$  o  $\alpha + \beta$ , dependiendo de los elementos aleantes que estabilizan una u otra fase.

Los elementos de aleación cambian la temperatura de la transformación alotrópica y pueden dividirse en:  $\alpha$ -estabilizadores y  $\beta$ -estabilizadores. Un estabilizador alfa aumenta la temperatura de transformación de fase y un estabilizador beta la disminuye. Son ejemplo de alfa estabilizadores el aluminio, el oxígeno y el nitrógeno y en el lado opuesto, para el caso de beta estabilizadores se puede enumerar al cromo, el molibdeno, el vanadio, el magnesio y el hierro.

El contenido de alfa-estabilizantes en una aleación se puede calcular a través del aluminio equivalente, el cual cuantifica el efecto que tiene un elemento aleante respecto al aluminio. El valor del aluminio equivalente ( $\%Al_{eq}$ ) es el sumatorio de los coeficientes de influencia de una serie de elementos, según dicta la ecuación 1:

$$[Al]_{eq} = [Al] + \frac{1}{3} \cdot [Sn] + \frac{1}{6} \cdot [Zr] + 10 \cdot [O + C + 2N]$$

*Ecuación 1: Ecuación para el cálculo del Aluminio Equivalente  
[Franconetti, 2013]*

De igual manera, para conocer el contenido en beta-estabilizantes, se puede emplear el cálculo del molibdeno equivalente ( $\%Mo_{eq}$ ), según la ecuación 2:

$$[Mo]_{eq} = [Mo] + \frac{[Ta]}{5} + \frac{[Nb]}{3.6} + \frac{[W]}{2.5} + \frac{[V]}{1.5} + (1.25 \cdot Cr) + (1.25 \cdot Ni) \\ + (1.7 \cdot Mn) + (1.7 \cdot Co) + (2.5 \cdot Fe)$$

*Ecuación 2: Ecuación para el cálculo del Molibdeno Equivalente [Franconetti, 2013]*

### 3.1 Las aleaciones de titanio para uso biomédico

El titanio comercialmente puro (cp) se presenta en 4 tipos o grados normalizados para implantes quirúrgicos dependiendo del contenido de elementos intersticiales. Este contenido controla las propiedades mecánicas del material, de manera que a mayor cantidad de elementos intersticiales, mayor es el grado que adquiere siendo el grado 1 el más puro y el grado 4 el que mayor cantidad de impurezas reúne y por tanto, mayor valor de resistencia mecánica.

*Tabla 2: Propiedades mecánicas de los diferentes grados de titanio cp [Gil et al, 1999]*

Grado	Resistencia máxima (MPa)	Límite elástico 0.2% (MPa)	Alargamiento (%)	Reducción área (%)
1	240	170	24	30
2	345	275	20	30
3	450	380	18	30
4	550	483	15	25

La aleación Ti-6Al-4V es la más utilizada de entre todas las de titanio para aplicaciones biomédicas. Se trata de una aleación bifásica (fase alfa + fase beta) que presenta unas excelentes propiedades mecánicas, es resistente a la corrosión, y es posible modificar sus propiedades mediante tratamiento térmico. Sin embargo, no presenta una buena resistencia al desgaste, y

existen estudios que muestran que la liberación de iones de aluminio y vanadio pueden causar problemas de salud a largo plazo como reacción con tejidos humanos o desórdenes neurológicos como la enfermedad de Alzheimer [Rao, 1996].

Durante los años 50, las aleaciones Ti-15Mo fueron desarrolladas por su resistencia a corrosión. Algunos autores [Hanada, 1987; Min, 2009] confirmaron las buenas propiedades mecánicas que presenta esta aleación en cuanto a alto límite elástico y baja deformación. Hanada et al, [Hanada, 1986 y 1987] también hacen referencia a la mejora de las propiedades mecánicas gracias a la estabilización de la fase beta gracias a la adición de molibdeno, dato corroborado por otros autores mediante la adición de otros elementos betágenos como V, Nb, Ta, Fe, Cr, Mn, Co, Ni y Cu [Ankem, 1999].

Desde el año 2000, la norma ASTM recoge las especificaciones de la aleación Ti-15Mo para su uso biomédico en implantología. Los requerimientos químicos que establece [ASTM, 2000] hacen referencia a un máximo en oxígeno de 0.2% en masa, dato que supone una limitación al trabajo por Pulvimetalurgia. El efecto que tiene el oxígeno residual en las partículas es perjudicial porque la formación de óxido dificulta la difusión de unas partículas a otras durante la sinterización.

Tabla 3: Composición química de la aleación Ti-15Mo para su uso biomédico [ASTM, 2000]

Element	Composition, %, (mass/mass)
Nitrogen, max	0.05
Carbon, max	0.10
Hydrogen, max	0.015
Iron, max	0.10
Oxygen, max	0.20
Molybdenum	14.00-16.00
Titanium <sup>A</sup>	balance

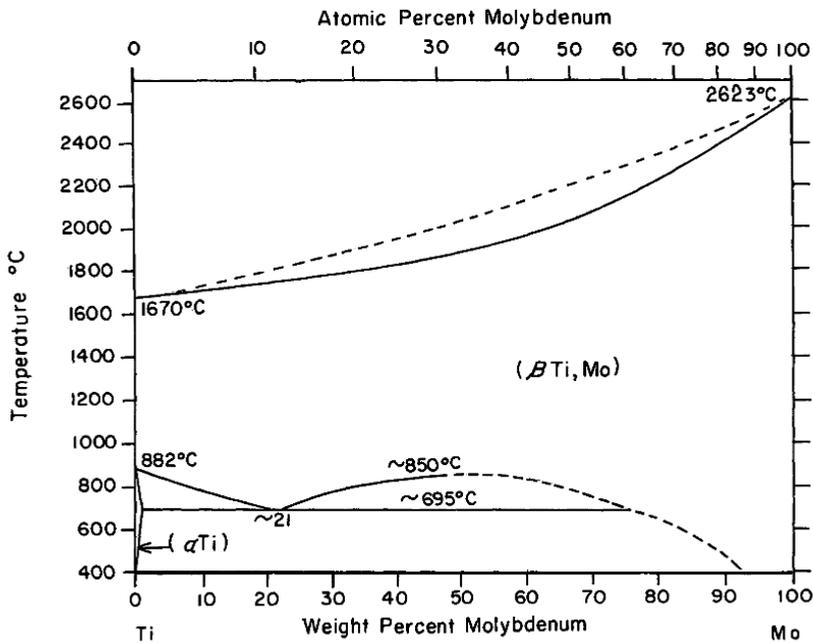


Figura 2: Diagrama de equilibrio de Titanio-Molibdeno [Murray, 1987]

*Tabla 4: Evolución de la estructura cristalina y fase para distintas adiciones de Molibdeno en aleaciones de titanio [Ho, 1999]*

wt% Mo	Phase	Crystal structure
c.p. Ti	$\alpha'$	Hexagonal
3-5	$\alpha'$	Hexagonal
6	$\alpha'/\alpha''$	Hexagonal/orthorhombic
7.5	$\alpha''$	Orthorhombic
9	$\alpha''/\beta$	Orthorhombic/bcc
10-20	$\beta$	bcc

Ho et al. [Ho, 1999] analizan en su estudio la fase predominante y la estructura cristalina en función del contenido en peso de molibdeno y afirman, que una vez el contenido de molibdeno supera el 9% en peso, aparece la fase beta en la estructura, siendo predominante una vez el contenido supera el 10% en peso. Además, elaboran una comparativa del módulo elástico para varias aleaciones con distintos contenidos en molibdeno. Se identifica que la aleación Ti -15Mo es aquella con menor módulo elástico una vez superado el 10% en peso de Molibdeno, con tal de garantizar la presencia de fase beta en la aleación, conclusión que se extrae de la observación de las estructuras cristalinas para las citadas aleaciones en la figura 4. A medida que aumenta el contenido en molibdeno, se aprecia la formación de la fase beta, alcanzando para el último de los casos la fase beta metaestable.

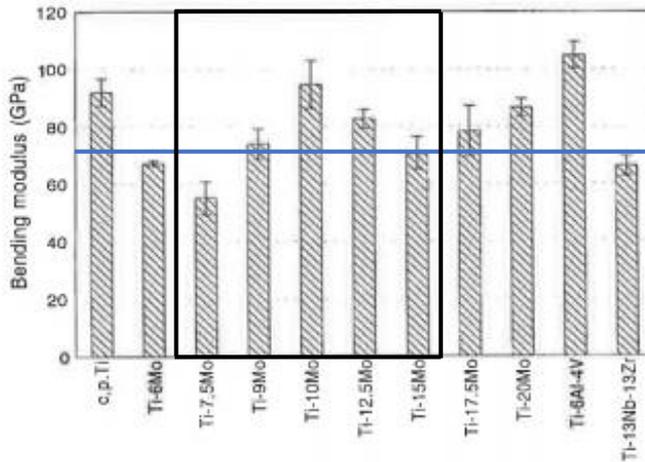


Figura 3: Representación del módulo de elasticidad para distintas aleaciones Ti-xMo [Ho, 1999]

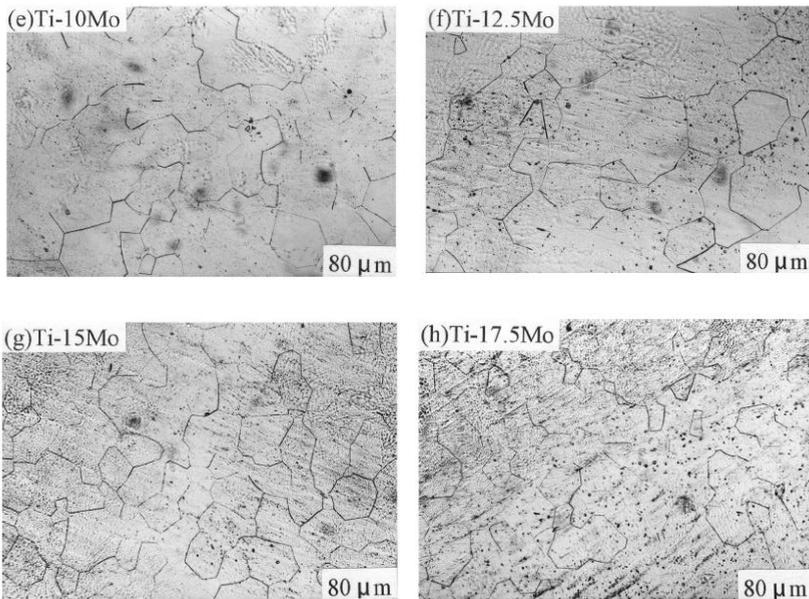
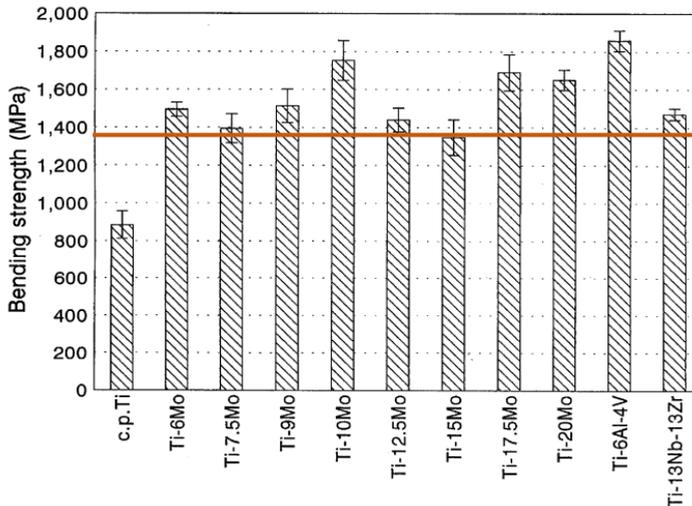


Figura 4: Microestructuras para distintas aleaciones Ti-xMo [Ho, 1999]

Por otra parte, elabora una comparativa del módulo a flexión para las distintas aleaciones de titanio, alcanzando los casi 1400 MPa (véase figura 5) para el caso de Ti-15Mo.



*Figura 5: Representación de la resistencia a flexión para distintas aleaciones Ti-xMo [Ho, 1999]*

No obstante, con tal de poder obtener mayores conclusiones acerca del poder estabilizador de elementos aleantes sobre la fase beta, el estudio de esta nueva aleación Ti-15Mo se respaldará con el estudio de aleaciones ternarias que incluyen Fe y Cr en distintas proporciones.

Min et al. [Min, 2009] apuntan a la obtención de aleaciones más resistentes y con menor módulo elástico mediante la adición de pequeñas cantidades de elementos aleantes como puede ser el hierro. En su estudio comparan las propiedades mecánicas de la aleación base Ti-15Mo con la

aleación Ti-15Mo-1Fe, de modo que puede apreciarse el efecto endurecedor del hierro, sacrificando ductilidad.

*Tabla 5: Propiedades mecánicas de aleaciones de Ti-15Mo  
[Min, 2009]*

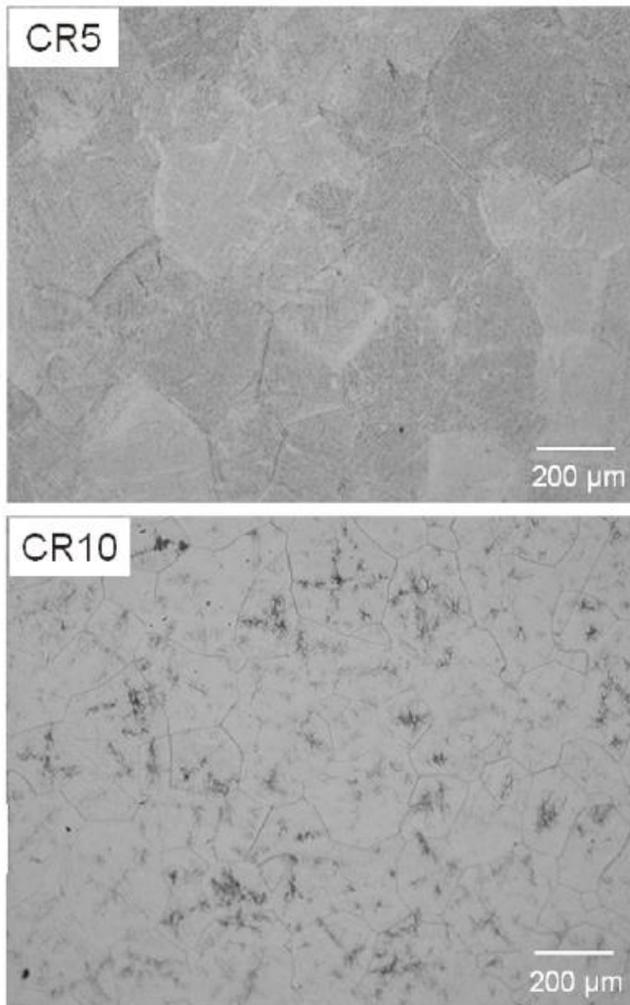
Alloys	YS (MPa)	TS (MPa)	EL (%)
Ti-15Mo	439	714	49
Ti-15Mo-1Fe	837	837	19
CP Ti (Grade 2)	275	345	20

Con el fin de obtener resultados más amplios, este estudio incluye no sólo aleaciones con adición de 1% en peso de Fe sino también de 3% en peso para así establecer hasta qué punto estas pequeñas adiciones son beneficiosas para la obtención de unas propiedades mecánicas óptimas en base al estudio de Min et al [Min, 2010] donde investigaron acerca de la evolución de las propiedades mecánicas para aleaciones base Ti-10Mo con adiciones de hierro en 1%, 3% y 5% en peso. Mediante este estudio se demuestra que en adiciones de 3% en hierro, se consigue aumentar aún más el valor del límite elástico que para adiciones de 1% en peso, en detrimento nuevamente de la ductilidad. No sigue así la tendencia para adiciones de 5% en peso.

*Tabla 6: Propiedades mecánicas de aleaciones de Ti-10Mo  
[Min, 2010]*

Alloys	Tensile properties		
	YS (MPa)	TS (MPa)	EL (%)
Ti-10Mo	572	706	49
Ti-10Mo-1Fe	563	825	43
Ti-10Mo-3Fe	935	948	13
Ti-10Mo-5Fe	846	851	24
Ti-15Mo	439	714	49
CP Ti	275	345	20

Por su parte, el cromo es considerado un buen elemento aleante porque controla la actividad anódica de la aleación e incrementa la tendencia del titanio a pasivar, además de considerarse un fuerte estabilizador de la fase beta. Esta es la conclusión del estudio de Hattori et al [Hattori, 2010] donde afirman que en una aleación Ti-xCr, se puede considerar que una vez superado el 10% en peso de Cr la fase predominante en la aleación es beta. Para elaborar esta afirmación se respalda en las microestructuras observadas a través de microscopía óptica para estas aleaciones con distintos contenidos en cromo.



*Figura 6: Microestructuras de aleaciones Ti-xCr [Hattori, 2010]*

Para confirmar las mejoras en las propiedades mecánicas de las adiciones de cromo, Hattori et al [Hattori, 2010] representaron gráficamente el límite elástico y la resistencia a tracción para diferentes cantidades de cromo.

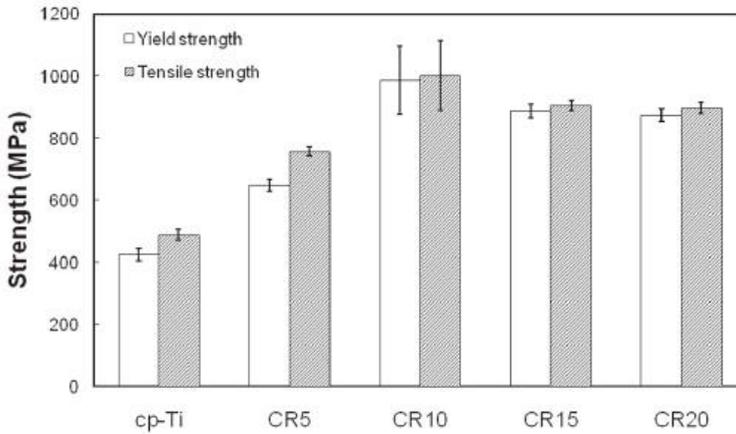


Figura 7: Representación gráfica del límite elástico y resistencia a tracción para aleaciones Ti-xCr [Hattori, 2010]

Se observa, como para hasta aleaciones con un 10% en peso de cromo, estas características mecánicas aumentan considerablemente y son claramente superiores al titanio comercialmente puro. Comparándolos con los valores de la tabla 6 para la aleación Ti-15Mo, son notablemente más elevados, aunque también el resultado para el Ti cp resulta bastante mayor.

Hsu et al [Hsu, 2013] realizaron un estudio en base a la aleación Ti-5Nb con distintas adiciones de cromo. Elaboraron una serie de representaciones gráficas donde destacan la evolución del módulo elástico y la resistencia a flexión para distintas cantidades de cromo.

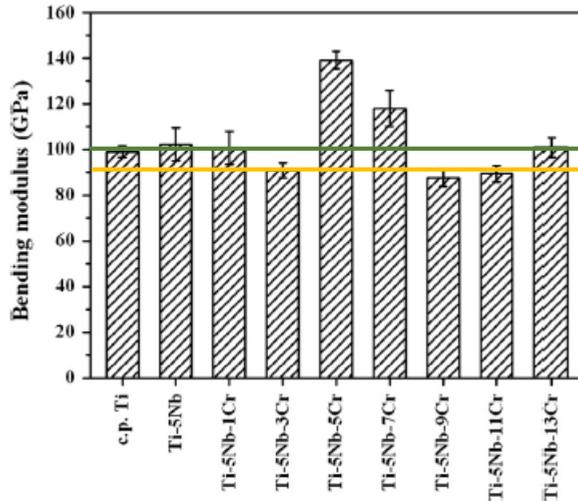


Figura 8: Evolución del módulo elástico en aleaciones Ti-5Nb-xCr [Hsu, 2013]

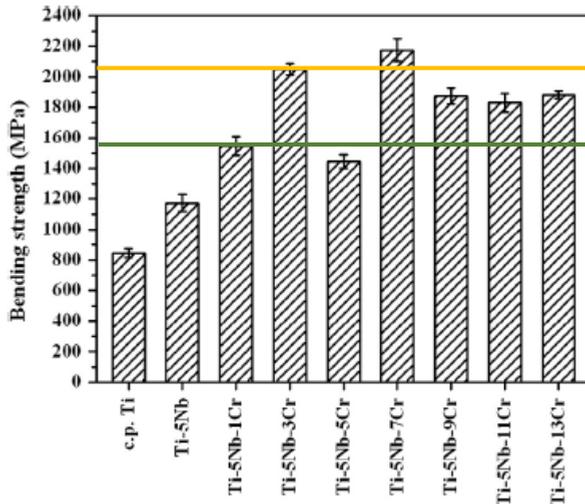
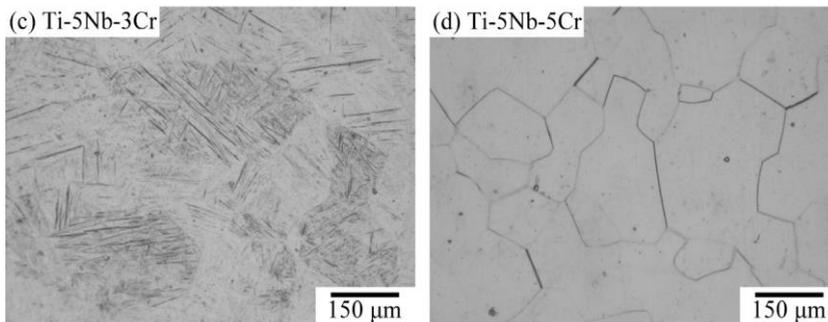


Figura 9: Evolución de la resistencia a flexión en aleaciones Ti-5Nb-xCr [Hsu, 2013]

De las figuras destaca el bajo módulo elástico de la aleación Ti-5Nb-3Cr (88 GPa), que muestra a su vez la segunda mayor resistencia a flexión. Por su parte, la aleación Ti-5Nb-1Cr muestra un módulo elástico de 100 GPa y una

resistencia a flexión aceptable. De todos modos no explican la importante subida del módulo para el 5 y 7% de cromo, y sobre todo la gran disminución de la resistencia a flexión de la aleación con 5% de cromo. Para contenidos de cromo mayores a 3% en peso, el elevado módulo elástico que presentan las aleaciones, no permite su planteamiento para aplicaciones de implantología biomédica.

En cuanto a la distribución de fases para este tipo de aleación, Hsu et al recopilan en su estudio algunas imagen de las estructuras cristalinas donde destacan las que ilustran las aleaciones Ti-5Nb-3Cr y Ti-5Nb-5Cr.

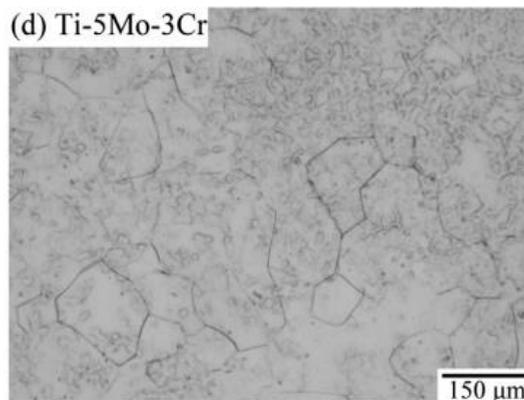


*Figura 10: Microestructuras de las aleaciones Ti-5Nb-3Cr y Ti-5Nb-5Cr [Hsu, 2013]*

Mientras que la imagen de la izquierda es característica de una aleación donde predomina la fase alfa con formación de fase alfa prima y alfa segunda, la imagen de la derecha muestra una aleación donde predomina la fase beta.

Este tipo de aleación se ha conseguido mediante la combinación de los elementos estabilizadores de niobio y cromo. Analizando la ecuación 2 que anteriormente mostraba el cálculo del molibdeno equivalente, se observa que a pesar de que el niobio sea elemento estabilizador de fase beta su influencia representa menos de un 60% de la influencia del molibdeno.

Hsu et al [Hsu, 2015] trabaja con la aleación Ti-5Mo-xCr y para contenidos en peso de 3% en peso ya demuestra la presencia predominante de fase beta en la aleación.



*Figura 11: Microestructura de la aleación Ti-5Mo-3Cr*

Por esta razón, se presume que para la aleación base que se va obtener en este estudio de Ti-15Mo, se conseguirá estabilizar la fase beta con menores adiciones de cromo.

Existen varias técnicas para la obtención de las aleaciones de titanio, siendo la más extendida la de forja. No obstante, se aplica generalmente para aplicaciones de uso industrial. Desde hace algunos años, la aleación Ti-15Mo tiene un claro uso en el sector biomédico, para el cual se está

investigando no sólo la aleación en sí con sus múltiples adiciones sino también el método de obtención de la misma. El estudio de la técnica de obtención, ha llevado al planteamiento de obtener materiales porosos por tecnología de polvos.

### 3.2 Obtención de aleaciones por vía pulvimetalúrgica

La obtención de unas propiedades mecánicas deseadas depende en gran medida del método de obtención empleado. Este estudio propone la obtención por vía pulvimetalúrgica, lo cual encierra una serie de ventajas y desventajas que deben estudiarse de forma previa a la realización de la investigación.

La decisión de obtener las nuevas aleaciones por pulvimetalurgia responde a la simplicidad de la técnica, ya que a un coste relativamente bajo, es posible con pocos medios obtener las piezas de forma rápida y con la forma elegida según la matriz. Sin embargo, la técnica cuenta con algunos puntos negativos que deben estudiarse de forma detallada. El mayor de los inconvenientes es la susceptibilidad de contaminación del titanio, de ahí la importancia de trabajar con una atmósfera protectora.

Ivasishin et al [Ivasishin, 2000] indican que a la hora de trabajar con polvos elementales de titanio, el primero de los problemas que aparece tiene que ver con la difusión, asunto que puede mejorarse aplicando altas temperaturas de sinterizado que promuevan esa homogeneidad final. Sin embargo, es el segundo de los problemas que mencionan en el que recae

la importancia en este método de obtención de nuevos materiales, siendo el problema de la porosidad. Recalcan la importancia de elegir unas óptimas condiciones de compactación y sinterizado (apunta a que estarían en torno a 600MPa de presión de compactación, 1250°C de temperatura de compactación y 4 horas como tiempo de sinterizado) pero sobre todo, mencionan la importancia de utilizar un tamaño de grano elemental lo más fino posible. Concluyen que estas dos soluciones pueden suponer una mejora en la obtención de probetas menos porosas y más homogéneas.

Esta misma conclusión acerca de la necesidad de emplear un tamaño de grano elemental lo más fino posible llega Yao et al [Yao, 2004] en su estudio acerca de la adhesión de los osteoblastos, las células del hueso involucradas en el desarrollo y el crecimiento de los huesos. Demuestran cómo esta adhesión mejora con la reducción del tamaño de grano en aleaciones obtenidas por pulvimetalurgia.

Otro de los aspectos importantes en el trabajo por pulvimetalurgia es el tamaño de grano final. Se trata de una condición ligada estrechamente a la difusión que antes se mencionaba. Para solventar los problemas de difusión, se eleva la temperatura de sinterizado, de manera que se promueva el movimiento de átomos en la red cristalina. Esta técnica también permite la realización de tratamientos térmicos como el envejecimiento donde se busca un endurecimiento por precipitación que aumente la dureza y resistencia de la aleación. Sin embargo, no siempre es

posible su realización tras la sinterización ya que el tamaño de grano de la aleación es suficientemente grande.

Desde hace años se viene estudiando el proceso de obtención de materiales porosos desarrollados por vía pulvimetalúrgica para la fabricación de implantes. Un ejemplo importante de estos trabajos es el realizado por Nomura et al [Nomura, 2005] donde se estudia la obtención de aleaciones porosas de Ti-15Mo-5Zr-3Al para distintas condiciones de compactación y sinterización demostrando que es posible obtener aleaciones con un 33% de porosidad mediante metalurgia de polvos.

Todos los puntos anteriormente planteados, llevan al inicio del estudio de la influencia de los elementos betágenos cromo y hierro sobre la aleación base Ti-15Mo obtenida por Pulvimetalurgia. Se trata de comprobar la influencia sobre sus propiedades mecánicas, la capacidad de modificación de sus características geométricas y analizar las variaciones que puedan aparecer en sus microestructura.



## 4. Planificación

De acuerdo con los objetivos planteados, se planifica el trabajo con una serie de fases donde se realizarán las tareas para llevarlos a cabo. Tras el análisis de la base teórica, la decisión ha sido acotar el estudio a las aleaciones de Ti-15Mo como aleación base, complementada con las aleaciones ternarias Ti-15Mo-xFe y Ti-15Mo-xCr con pequeñas cantidades de hierro y cromo para determinar su influencia en las propiedades mecánicas.

A continuación se detallan las fases en que consta la planificación del trabajo.

### 4.1 Fase 1: Selección de las aleaciones

Min et al [Min, 2010] comparan en su estudio las propiedades a tensión obtenidas para aleaciones de titanio con adiciones de 1%, 3% y 5% en peso de Fe. Analizando su efecto puede comprobarse como para el límite elástico y la carga de rotura, estos valores aumentan respecto a la aleación base Ti-10Mo para el caso de 1% y 3% en peso, sin embargo disminuyen para la adición de Fe en 5% en peso.

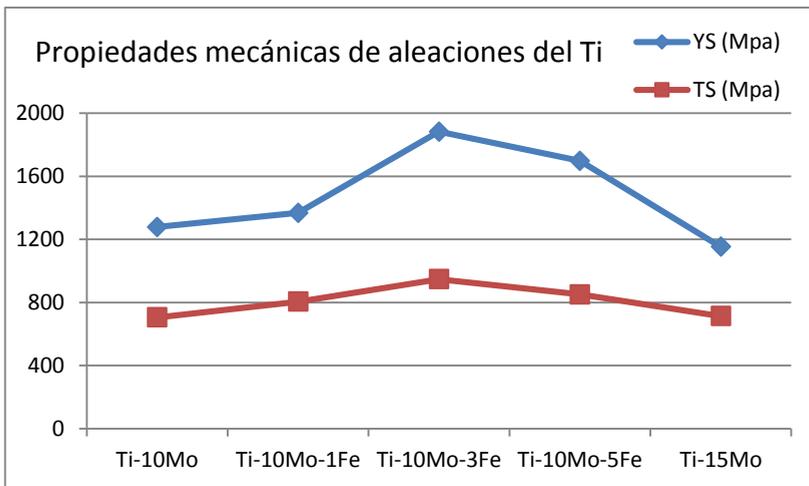


Figura 12: Gráfico comparativo de las propiedades mecánicas de aleaciones de titanio

Por su parte, Hsu et al [Hsu, 2013] elaboran un estudio sobre la aleación base Ti-5Nb con distintas adiciones de cromo, confirmando las buenas propiedades mecánicas que se obtienen con aleaciones ternarias de 1% y 3% en peso de cromo.

En base a estos datos, se decide que tomando como punto de partida la aleación base Ti-15Mo se estudien las aleaciones ternarias Ti-15Mo-xFe y Ti-15Mo-xCr con contenidos de 1% y 3% en peso de elementos aleantes.

#### 4.2 Fase 2: Obtención de las probetas

La siguiente fase del trabajo consistirá en la obtención de las probetas de las distintas aleaciones por Pulvimetalurgia. Para realizar a continuación los ensayos necesarios, serán necesarias 6 probetas de cada aleación, de modo

que 5 de ellas se sinterizarán dejando una de las probetas de cada aleación en verde. Las probetas en verde se utilizarán para la caracterización mecánica, rompiéndose en el ensayo de flexión con tal de buscar con sus resultados conclusiones de si la adición de elementos aleantes en la aleación Ti-15Mo modifica la resistencia en verde del material.

Las dimensiones de las probetas se basarán en las dimensiones de la matriz de compactación, que son de 32 x 12 mm. El espesor que se deberá conseguir será de al menos 5 mm con tal de poder realizar luego los ensayos correspondientes. En base a estas dimensiones, cada probeta tendrá un volumen de 1,92 cm<sup>3</sup>. Conociendo este valor y sabiendo el contenido en peso y densidades de cada elemento en su correspondiente aleación, y en el supuesto de una porosidad final del 10%, se obtendrán probetas de unos 8,5 gramos de peso.

Tal y como se detallaba en el apartado anterior, Ivasishin et al [Ivasishin, 2000] apuntan a que las condiciones óptimas giran en torno a los 800 MPa de presión de compactación, 1250°C de temperatura de sinterizado y 4 horas de tiempo de sinterizado. Tomando como referencia estos datos y ajustándolos a las condiciones habituales que la experiencia nos ha permitido obtener en el laboratorio, serán finalmente 600 MPa de presión de compactación, 1250°C de temperatura de sinterizado y 2 horas de tiempo de sinterizado puesto que se consideran suficientes para obtener piezas sinterizadas y con un tamaño de grano suficientemente pequeño. Tras la etapa de mezclado de polvos, le seguirá una etapa de compactación a las condiciones antes mencionadas. Tras la compactación se medirán las dimensiones de las probetas, se pesarán y se realizará el cálculo de la

porosidad con tal de determinar la influencia de elementos betágenos en la porosidad en verde de las piezas. Tras el sinterizado, etapa con la cual se busca aumentar la resistencia y favorecer los enlaces entre partículas, se repetirá la operación de medida de las dimensiones de las probetas.

#### 4.3 Fase 3: Influencia de los elementos aleantes en las características geométricas

Una vez obtenidas las probetas, la siguiente etapa comprende la evaluación de influencia de los elementos aleantes en las características geométricas.

En primer lugar, se estudiará la influencia de los elementos aleantes en la contracción de las piezas mediante la comparación de los valores medidos de sus dimensiones antes y después del sinterizado. Con ello se obtendrá la contracción promedio para cada aleación en sus tres dimensiones así como de su volumen final.

A continuación, se estudiará la influencia de los elementos aleantes en las densidades y porosidades de las piezas, tarea que se realizará siguiendo el Método de Arquímedes.

Siguiendo las directrices del Método se obtendrá la masa en seco (D), la masa en inmersión en agua tras saturación (S) y la masa tras eliminación de agua sobrante (M).

A continuación, se obtendrán los parámetros de volumen teórico de la pieza, el volumen exterior, el volumen en poro abierto, el volumen en poro

cerrado, la porosidad aparente y la densidad experimental, de acuerdo a las expresiones siguientes.

Volumen Teórico de la probeta

$$V_t = \frac{D}{\rho_t}$$

*Ecuación 3: Ecuación para el cálculo del volumen teórico*

$V_t$  – Volumen teórico (cm<sup>3</sup>)

D – Masa en seco (g)

$\rho_t$  – Densidad teórica de la aleación en cada caso (g/cm<sup>3</sup>)

Volumen de la probeta (Volumen exterior)

$$V_e = \frac{D - S}{\rho_w}$$

*Ecuación 4: Ecuación para el cálculo del volumen exterior*

$V_e$  – Volumen exterior (cm<sup>3</sup>)

D – Masa en seco (g)

S – Masa en inmersión en agua tras saturación (g)

$\rho_w$  – Densidad del agua destilada (g/cm<sup>3</sup>)

Volumen de poro abierto

$$V_{OP} = M - D$$

*Ecuación 5: Ecuación para el cálculo del volumen de poro abierto*

$V_{op}$  –Volumen de poro abierto (cm<sup>3</sup>)

M - Masa tras eliminación de agua sobrante (g)

D – Masa en seco (g)

Porosidad aparente (en poro abierto)

$$P_a = \frac{V_{op}}{V_e} \cdot 100$$

*Ecuación 6: Ecuación para el cálculo de la porosidad aparente (en poro abierto)*

$P_a$  – Porosidad aparente (%)

$V_{op}$  –Volumen de poro abierto (cm<sup>3</sup>)

$V_e$  –Volumen exterior (cm<sup>3</sup>)

Porosidad en poro cerrado

$$P_C = \frac{V_e - V_t - V_{OP}}{V_e} \cdot 100$$

*Ecuación 7: Ecuación para el cálculo de la porosidad en poro cerrado*

$P_c$  – Porosidad cerrada (%)

$P_c$  – Porosidad cerrada (%)

$V_e$  –Volumen exterior (cm<sup>3</sup>)

$V_{op}$  –Volumen de poro abierto (cm<sup>3</sup>)

$V_t$  –Volumen teórico (cm<sup>3</sup>)

### Densidad Experimental

$$\rho_e = \frac{D}{V_e}$$

*Ecuación 8: Ecuación para el cálculo de la densidad experimental*

$\rho_e$  – Densidad experimental (g/cm<sup>3</sup>)

D – Masa en seco (g)

$V_e$  –Volumen exterior (cm<sup>3</sup>)

Mediante la densidad experimental y la densidad teórica calculada para la realización de la mezcla de polvos inicial, se obtendrá la densidad relativa, que se empleará para el estudio de la evolución de la densidad para las diferentes aleaciones.

El estudio de la evolución de la porosidad se realizará mediante los resultados para el parámetro de porosidad en poro cerrado.

#### 4.4 Fase 4: Influencia de los elementos aleantes en las características mecánicas

En la fase de caracterización mecánica se desarrollarán las tareas para la evaluación de la influencia de los elementos aleantes en las características mecánicas. Estas propiedades se estudiarán a través de tres diferentes ensayos.

##### 4.4.1 Módulo de elasticidad

El ensayo de ultrasonidos es un ensayo no destructivo que permite obtener el módulo elástico de los materiales y está basado en el estudio de la velocidad de propagación de las ondas ultrasónicas en distintos materiales. Las ondas ultrasónicas pueden desplazarse por el medio en forma de ondas longitudinales (las partículas vibran en la dirección de propagación de la onda) o transversales (las partículas vibran perpendicularmente a la dirección de propagación de la onda) de manera que conocido el espesor, pueda determinarse la velocidad de propagación de la onda y estos valores permitan obtener el módulo de elasticidad a flexión de las distintas probetas.

La realización de este ensayo comienza con la medición del espesor de las piezas y determinando el doble, el triple y cuádruple del mismo, que representan los ecos de las ondas cuando que se observen en la pantalla del dispositivo al realizar el ensayo. La velocidad de onda se modificará de manera que al menos tres de los ecos coincidan con los valores obtenidos.

Este procedimiento se seguirá tanto para las ondas longitudinales como para las transversales, de modo que una vez obtenidas ambas velocidades pueda calcularse el módulo elástico y el coeficiente de Poisson.

$$E \text{ (GPa)} = \frac{\rho \cdot [v_T^2 \cdot (3 \cdot v_L^2 - 4 \cdot v_T^2)]}{v_L^2 - v_T^2} \cdot 10^9$$

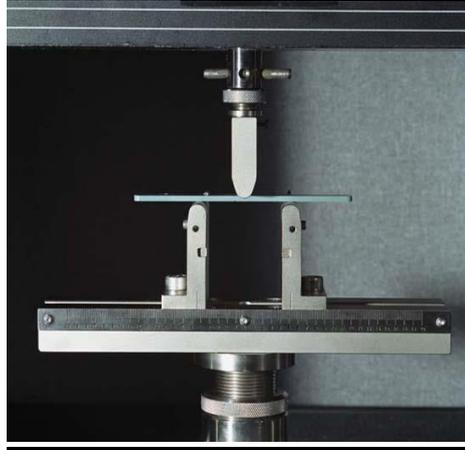
*Ecuación 9: Ecuación para el cálculo del módulo elástico*

$$\nu = \frac{v_L^2 - 2 \cdot v_T^2}{2 \cdot v_L^2 - v_T^2}$$

*Ecuación 10: Ecuación para el cálculo del coeficiente de Poisson*

#### 4.4.2 Resistencia a flexión

Este ensayo permite determinar la tensión máxima de probetas rectangulares. Para realizar este ensayo se han seguido las directrices dictadas en la norma EN UNE ISO 3325. La probeta se coloca entre dos puntos de apoyo distanciados 22 mm y se aplica la carga en la superficie superior en el punto central de la probeta.



*Figura 13: Esquema de realización del ensayo a flexión*

La tensión máxima está definida en el centro de la cara opuesta a la carga. El perfil de tensiones de la probeta rectangular depende de la carga aplicada, de la distancia entre los puntos de apoyo, de las dimensiones de las probetas y de las propiedades elásticas del material.

Mediante este ensayo se obtendrá la máxima fuerza que soporta la probeta, valor que permitirá el cálculo de la resistencia máxima a flexión ( $\sigma_{max}$ ).

$$\sigma_{max} = \frac{3 \cdot F \cdot L}{2 \cdot b \cdot a^2}$$

*Ecuación 11: Ecuación para el cálculo de la resistencia a flexión*

$\sigma_{max}$  = Tensión máxima a flexión (MPa)

$F$  = Fuerza máxima que soporta la probeta (N)

$L$  = Distancia entre puntos de apoyo (mm)

$b$  = Ancho de la probeta (mm)

$a$  = Espesor de la probeta (mm)

Además se obtendrá la deformación máxima ( $\varepsilon$ ) presentada por las aleaciones siendo  $D$  el máximo desplazamiento (mm).

$$\varepsilon = \frac{6 \cdot D \cdot a}{L^2}$$

*Ecuación 12: Ecuación para el cálculo de la deformación máxima*

A continuación se obtendrá el módulo de flexión ( $N/mm^2$ ) a partir de la pendiente de la curva tensión-desplazamiento.

$$\alpha = \frac{Pendiente \cdot L^3}{4 \cdot b \cdot a^3}$$

*Ecuación 13: Ecuación para el cálculo del módulo de flexión*

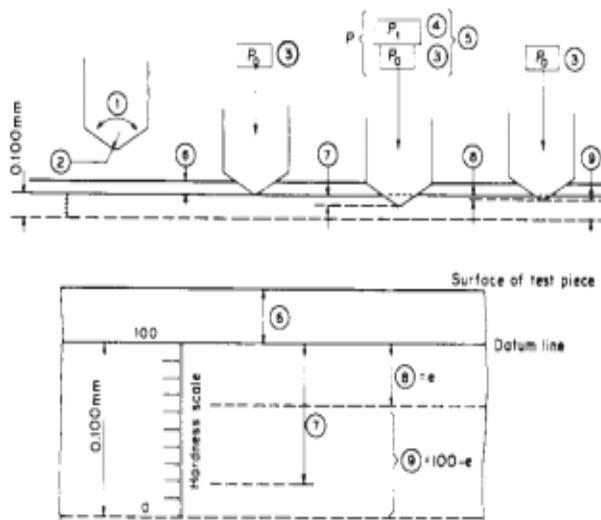
Una vez obtenidos los valores se evaluará la influencia en la variación de tensión máxima a flexión de los elementos aleantes sobre la aleación Ti-15Mo.

### 4.4.3 Dureza

La dureza es una propiedad que se define como la capacidad a ser penetrado por otro material, de manera que una elevada dureza implica una buena resistencia a la abrasión y al desgaste.

Debido a la porosidad de los materiales pulvimetalúrgicos, es complicada la tarea de determinar la dureza. Para poder evaluarla, se empleará el método Rockwell C superficial con carga de 15N donde se estudia la huella de un penetrador cónico de diamante con un ángulo de  $120^\circ$  para así evaluar su comportamiento ante deformaciones permanentes y por tanto su resistencia.

El método se seguirá aplicando la carga sobre la superficie de la probeta. Pasados 10 segundos se retirará la carga y el propio dispositivo evaluará la huella grabada apareciendo el valor en la pantalla.



*Figura 14: Esquema de la huella y medición de las diagonales en el Método Rockwell [ASTM E-18, equivalente de UNE EN ISO 6503]*

Se tomarán 3 mediciones de dureza de cada una de las mitades en que se rompieron las probetas en el ensayo previo de flexión con tal de recabar la máxima información de las piezas. Se realizará un promedio de los resultados y se determinará la influencia de los elementos aleantes en la aleación Ti-15Mo.

#### 4.5 Fase 5: Influencia de los elementos aleantes en las características microestructurales

Para realizar el estudio de las características microestructurales, se comenzará con la preparación metalográfica de las muestras.

En primer lugar se realizarán sobre cada una de las mitades resultado del ensayo de flexión, dos cortes de unos 3 mm de espesor aproximadamente que permitan por una parte el estudio de la fractura y por otra el estudio de la microestructura de la aleación como tal.

A continuación se realizará la embutición en resina polimérica de los dos cortes realizados para así facilitar su manejo y observación. Se utilizará como polímero PMMA (Polimetilmetacrilato) y se suministra en forma de polvo. La temperatura de embutición serán 180° con una aplicación de 15 kN de presión. En cuanto a las temperaturas, se emplearán 6 minutos de tiempo de calentamiento y 8 minutos de tiempo de enfriamiento.

Seguidamente, se realizará el desbaste con paños de malla 200, 500 y 1000 y después se pulirán las embuticiones con pasta de diamante de 3 y 1 micra, para asegurar su correcta observación en el microscopio.

Una vez finalizada la preparación metalográfica, las tareas se separarán en dos: el trabajo en Microscopía Óptica y el trabajo en Microscopía Electrónica de Barrido. (Scanning Electron Microscope, SEM)

#### 4.5.1 Microscopía Óptica

Se realizará la observación en Microscopía Óptica de las muestras de las probetas con tal de realizar el estudio de la homogeneidad de las mismas. Se tomarán imágenes de las muestras en distintos aumentos y se tomarán los más representativos para realizar un estudio de la porosidad.

Mediante un software de análisis de imágenes basado en la identificación de los diferentes tonos identificados en la captura, se analizará la porosidad vista en las imágenes intentando establecer la influencia de los elementos betágenos en la homogeneidad de las aleaciones y su porosidad.

#### 4.5.2 Microscopía Electrónica de Barrido

Mediante la microscopía electrónica de barrido se observarán en primer lugar las fracturas en distintos aumentos para realizar el análisis de la fractura en cada caso determinando el comportamiento de cada probeta a deformación. Estos resultados permitirán evaluar en qué medida la adición de aleantes modifican la naturaleza dúctil o frágil de la aleación de partida Ti-15Mo. Es requisito indispensable para la observación de las muestras en SEM es que éstas sean conductoras.

A continuación, se observarán las muestras restantes en distintos aumentos para adquirir desde información global hasta la más concreta posible. Se realizarán análisis en línea de borde de grano, que aporten información acerca de las variaciones de titanio o molibdeno en el borde de grano y zonas cercanas a él y se podrán realizar estudios de espectro que permitan conocer la composición química en un punto concreto. De esta manera podrán acotarse zonas con acumulación de un material en concreto y por tanto demostrar problemas de difusión.

La posibilidad de disponer de espectrómetro de energías dispersivas acoplado al microscopio permitirá obtener el análisis químico general de las diferentes composiciones y los análisis puntuales que aseguren la composición de las distintas fases que pudieran aparecer en la microestructura. Además, puede aprovecharse la capacidad de estas herramientas en la obtención de mapas de distribución elemental y análisis en línea para obtener una amplia información de la composición de las fases y su distribución microestructural.

Se tomarán imágenes para distintos aumentos, especialmente en 250x para todas las muestras en dos puntos diferentes de la muestra. Con estas imágenes se realizará un estudio del tamaño de grano equivalente que permita establecer la influencia de los elementos betágenos en el tamaño de grano final obtenido.

Finalmente, un análisis de imagen permitirá establecer la distribución de fases presente para cada aleación. Mediante el uso de un software, que refleje la diferencia en tonalidades en la imagen objeto de análisis se

establecerá la cantidad de fase alfa y fase beta presente en la muestra permitiendo conocer cómo influyen las adiciones en la distribución de fases de cada aleación.

#### 4.6 Fase 6: Análisis de resultados y redacción de conclusiones

Con todos los resultados obtenidos se tratará de obtener la relación propiedades-microestructura necesaria para entender el efecto que la adición del hierro y el cromo tienen en las propiedades de las aleaciones obtenidas y poder cuantificar este efecto para cada uno de los aleantes y comparar el resultado entre ellos de modo que con la discusión de estos resultados con otros autores permita establecer las oportunas conclusiones con respecto al efecto en las propiedades de los compactos en verde, y más tarde en los sinterizados, tal y como se obtendrían tras aplicar la técnica de Press & Sintering, sin tratamientos posteriores.

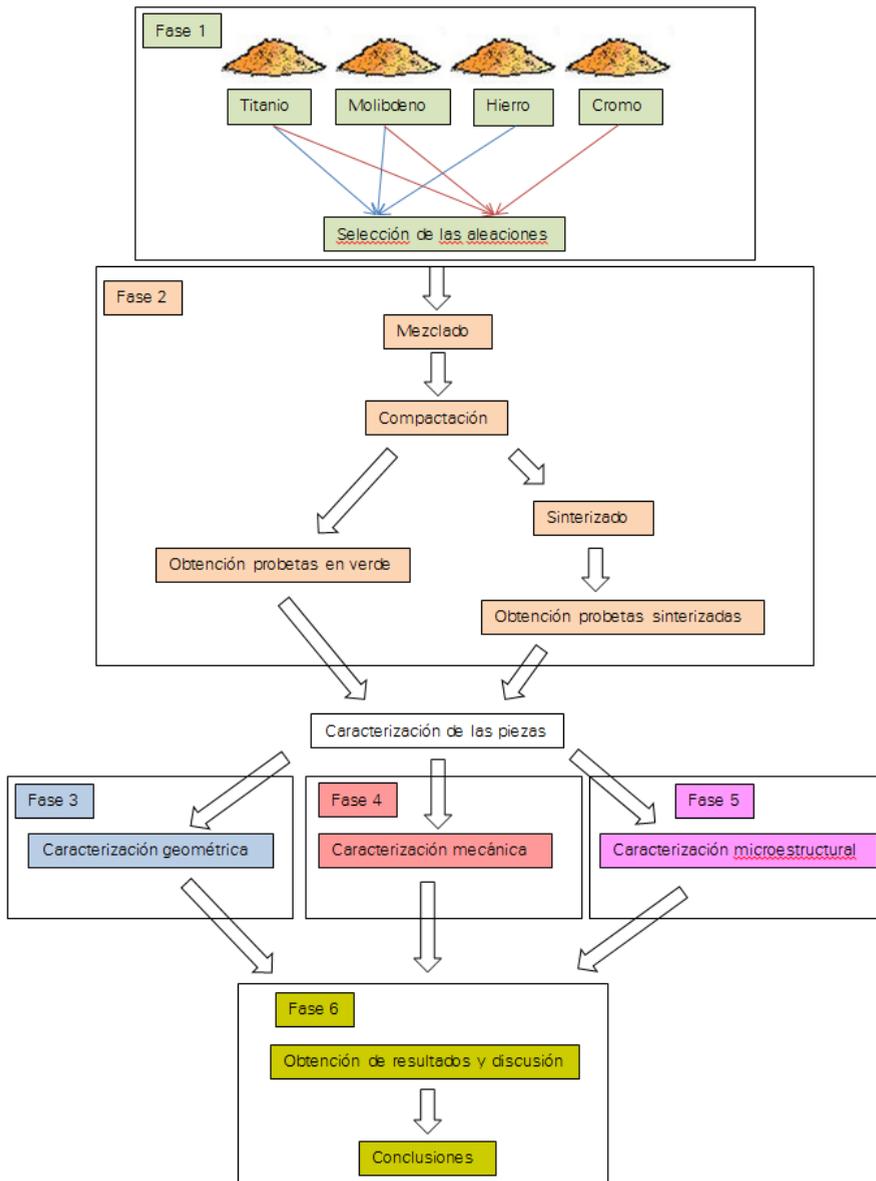


Figura 15: Esquema de planificación del trabajo



## 5. Materiales y Métodos

De acuerdo con las tareas planteadas, se procedió a la realización del trabajo, sin perder de vista la planificación realizada y con vistas a conseguir cumplir los objetivos trazados al inicio de la investigación.

### 5.1 Materiales

Dentro de la variedad de polvos elementales de los que se dispone, a continuación se enumeran los que se emplearán en el presente proyecto:

- Iron Powder, APS<38 micron, 99.9%
- Chromium Powder, APS<44 micron, 99.8%
- Molybdenum Powder, APS<4 micron, 99.95%
- Titanium Powder, APS<44 micron

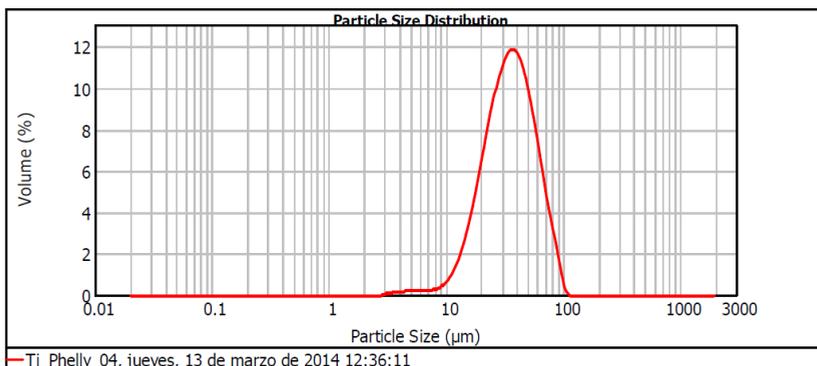


Figura 16: Distribución del tamaño de partícula para polvos de titanio

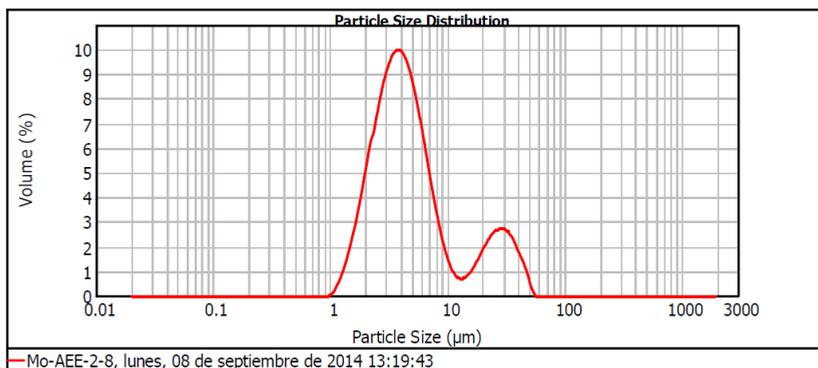


Figura 17: Distribución del tamaño de partícula para polvos de molibdeno

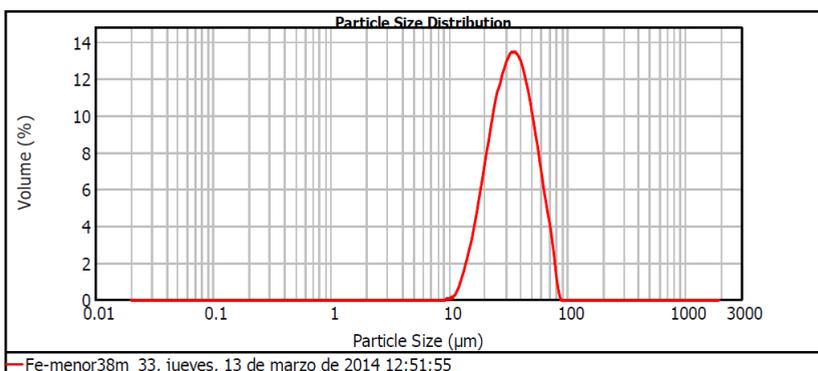


Figura 18: Distribución del tamaño de partícula para polvos de hierro

Chromium powder, -325 mesh, 99% (metals basis)

Stock Number: 10148

Lot Number: D12W035

Typical Analysis

Size -325 mesh

Figura 19: Certificado de calidad de polvos de cromo

## 5.2 Métodos

### 5.2.1 Obtención de las probetas

#### 5.2.1.1 Mezclado

La primera de las fases consiste en la preparación de los polvos necesarios para crear las probetas de acuerdo con lo establecido en anteriores apartados, donde se ha determinado estudiar las siguientes aleaciones:

- Ti15Mo
- Ti15Mo1Fe
- Ti15Mo1Cr
- Ti15Mo3Fe
- Ti15Mo3Cr

Los datos correspondientes a densidad de cada elemento y % en peso necesarios para realizar el mezclado se recogen en la tabla 7 para cada aleación.

*Tabla 7: Densidad y % en peso de los elementos que forman la aleación*

<b>Aleación</b>	<b>Elementos</b>	<b>Densidad</b>	<b>% peso</b>
Ti-15Mo	Ti	4,507	85
	Mo	10,28	15
Ti-15Mo-1Fe	Ti	4,507	84
	Mo	10,28	15
	Fe	7,874	1

Aleación	Elementos	Densidad	% peso
Ti-15Mo-1Cr	Ti	4,507	84
	Mo	10,28	15
	Cr	7,14	1
Ti-15Mo-3Fe	Ti	4,507	82
	Mo	10,28	15
	Fe	7,874	3
Ti-15Mo-3Cr	Ti	4,507	82
	Mo	10,28	15
	Cr	7,14	3

Conociendo las dimensiones de la probeta final (32x12x5 mm) es fácil saber que su volumen final serán 1.92 cm<sup>3</sup>. Si deben obtenerse 6 probetas para cada una de las aleaciones en las proporciones ya establecidas, la cantidad de polvos de cada elemento debe ser la reflejada en la siguiente tabla.

*Tabla 8: Masas necesarias de cada elemento para la obtención de las aleaciones*

Aleación	Densidad mezcla (g/cm <sup>3</sup> )	Masa Flexión (g)	Masa de mezcla (g)	Masa de elemento (g)
Ti-15Mo	4,922	8,504	51,027	43,373
				7,654
Ti-15Mo-1Fe	4,945	8,544	51,266	43,064
				7,690
				0,513
Ti-15Mo-1Cr	4,941	8,539	51,233	43,036
				7,685
				0,512

Aleación	Densidad mezcla (g/cm <sup>3</sup> )	Masa Flexión (g)	Masa de mezcla (g)	Masa de elemento (g)
Ti-15Mo-3Fe	4,991	8,625	51,752	42,437
				7,763
				1,553
Ti-15Mo-3Cr	4,982	8,608	51,651	42,354
				7,748
				1,550

Es importante recordar la importancia de ajustar las masas que se van añadiendo para crear la aleación a los cálculos establecidos previamente. Para ello, es recomendable utilizar una balanza de precisión de al menos 0,001 gramos como la de la imagen.

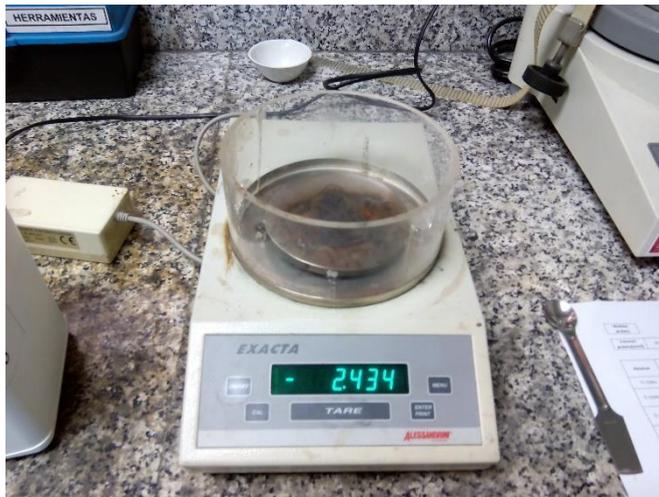
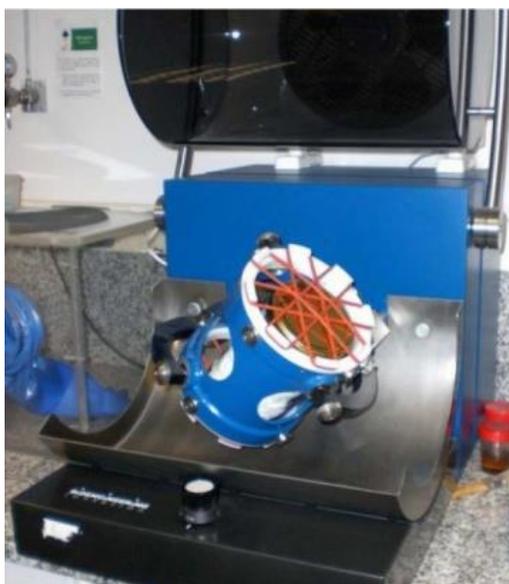


Figura 20: Báscula de precisión para la obtención de las masas

Cada uno de los polvos que forman la aleación se introducirá en un pequeño bote junto con dos bolas de acero AISI 52100 de 10 mm de diámetro para favorecer el mezclado. Cada uno de los envases estará perfectamente identificado para evitar confusiones. Dado que las aleaciones están formadas por polvos de muy diferentes características, a continuación se introducirán en una túbula durante 30 minutos a velocidad 6, para favorecer el mezclado. Este equipo proporciona un movimiento rotacional con dos ejes de rotación con velocidad uniforme que facilita una mezcla uniforme en el polvo y ausencia de heterogeneidades en la distribución de los polvos de los elementos aleantes en el polvo de titanio.



*Figura 21: Túbula utilizada para el mezclado de polvos*

Una vez terminado el mezclado, se procederá con ayuda de una balanza de precisión a la obtención de la masa precisa para la compactación de cada una de las seis probetas a obtener.

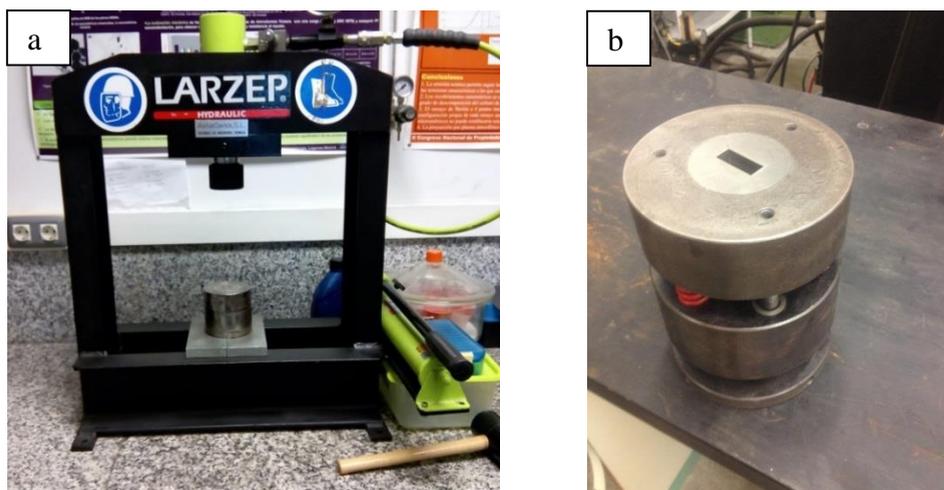
#### 5.2.1.2 Compactación

Los polvos utilizados se han compactado en una prensa uniaxial manual en frío utilizando una matriz de acción simple de manera que solo existe movimiento relativo entre el punzón de la matriz y el cuerpo de la matriz que permanece inmóvil. Mediante este movimiento se comprime el polvo y se obtiene la pieza en verde. Todo esto se realiza a temperatura ambiente, sin necesidad de aporte de calor.

*Tabla 9: Dimensiones de la matriz de compactación*

<b>Largo (mm)</b>	<b>Ancho (mm)</b>	<b>Alto (mm)</b>
32	12	5

La presión ejercida para realizar la compactación en este caso ha sido de 18 kN. La decisión de aplicar este valor está basada en compactaciones realizadas anteriormente con la prensa utilizada en el presente trabajo, por ser el máximo valor que admitía sin que se produjeran rezumes en las juntas del sistema hidráulico al aplicar la presión.



*Figura 22: Prensa uniaxial manual en frío LARZEP ECM01113 (a) y matriz (b) utilizada para la compactación*

Se utilizó previamente a la introducción de los polvos para la compactación de cada probeta estearato de zinc como lubricante de la matriz para evitar en la medida de lo posible que las partículas quedaran adheridas a las paredes de la matriz y no compactaran correctamente.

Al finalizar la compactación se medirán nuevamente las dimensiones de cada probeta y se pesará cada una de ellas.

### 5.2.1.3 Sinterizado

La sinterización es un tratamiento térmico mediante el cual las piezas compactadas adquieren consistencia. Se realizó en alto vacío. El ciclo utilizado para todas las probetas es el SIN1250 con las rampas de calentamiento y de enfriamiento indicadas en la figura 23a.



Figura 23: Ciclo de sinterizado SIN1250 (a) y horno Carbolite, modelo HVT 15/75/450 (b) empleado en la etapa de sinterización

El modelo exacto del horno es Carbolite, modelo HVT 15/75/450. En el nombre del modelo están implícitas sus condiciones que son: 1500°C de

temperatura máxima, 75 mm de diámetro de los tubos y 450 mm de longitud de aseguramiento de la temperatura. El calentamiento inicial de 800°C se mantiene durante 30 minutos para conseguir que el material adquiera temperatura garantizando que no se produzcan cambios de estado y evitar agrietamientos por gradientes térmicos. La sinterización en sí se lleva a cabo a 1250°C durante 2 horas. El horno utilizado no tiene la capacidad de enfriamientos rápidos por lo que la velocidad de la rampa de enfriamiento final no se puede controlar a bajas temperaturas (a partir de 600°C aproximadamente) por lo que todos los enfriamientos se realizan de forma muy lenta.

### 5.2.2 Caracterización Geométrica

La caracterización geométrica engloba las diferentes tareas pertenecientes a la fase 3 de la planificación. Consta de dos puntos principales: el cálculo de la densidad tras sinterización y el estudio del campo dimensional producido durante el proceso de compactación-sinterización.

#### 5.2.2.1 Densidad experimental

El cálculo de la densidad experimental tras la etapa de sinterizado se realizará mediante el Método de Arquímedes en base a su principio: “Todo cuerpo sumergido en el seno de un fluido, sufre una fuerza ascendente (empuje) cuyo valor es igual al peso del fluido desalojado por el cuerpo”. La

aplicación de este método permitirá realizar un estudio de las densidades y porosidades de las distintas probetas obtenidas.

De esta manera, será posible calcular la densidad del material sinterizado y así compararla con la densidad teórica. Los materiales sinterizados presentan una densidad inferior a la teórica, debido a la porosidad residual. Estos poros influyen en el material como indicadores de grietas y como reductores de la sección útil, disminuyendo las propiedades mecánicas como la tenacidad, la resistencia a la flexión o la dureza.

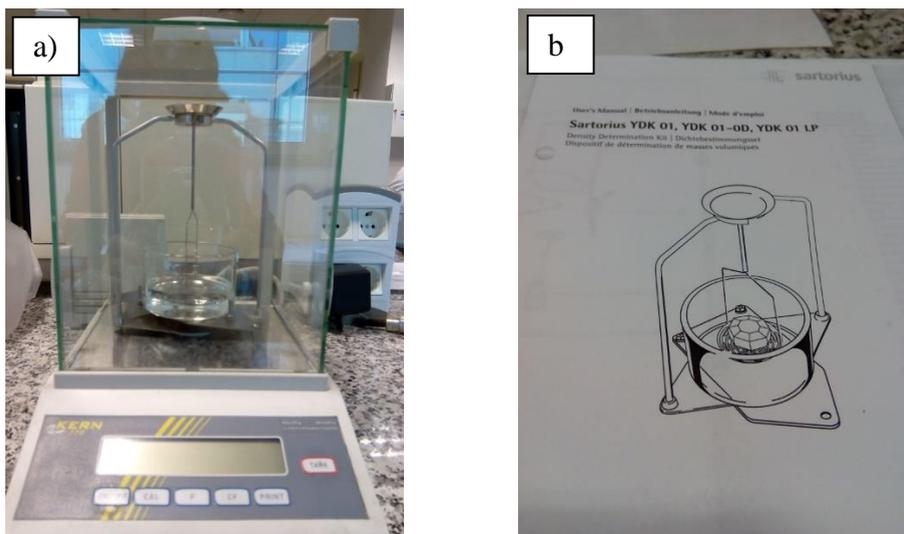
El método se basa en la obtención de tres magnitudes:

D – masa en seco (g)

S – masa en inmersión en agua tras saturación (g)

M – masa tras eliminación de agua sobrante (g)

Para poder aplicar el método es necesario hacer el montaje sobre la balanza de precisión tal y como indica la imagen.



*Figura 24: Montaje para aplicación del método de Arquímedes realizado en el laboratorio (a) y el indicado en el manual del fabricante (b)*

El procedimiento a seguir para llevar a cabo el método de Arquímedes es el siguiente:

- Se sumergen las muestras en agua destilada y se realiza el vacío mediante una bomba de vacío durante 30 min para eliminar el aire ocluido en las probetas.
- Se sitúa la probeta en el platillo superior obteniéndose así la masa en seco (D).
- Se toma la probeta con las pinzas y abriendo la ventana lateral de la balanza se introduce en el vaso de agua destilada situado en el interior cerrando otra vez la ventana. El valor que muestra la balanza corresponde a la masa en inmersión en agua tras saturación (S).

- Se extrae con las pinzas la probeta y se deja escurrir durante un 1 min en una posición de 70° aproximadamente.
- Se sitúa la probeta en el platillo superior obteniéndose así la masa tras eliminación de agua sobrante (M).
- Se repite el proceso para todas las probetas.

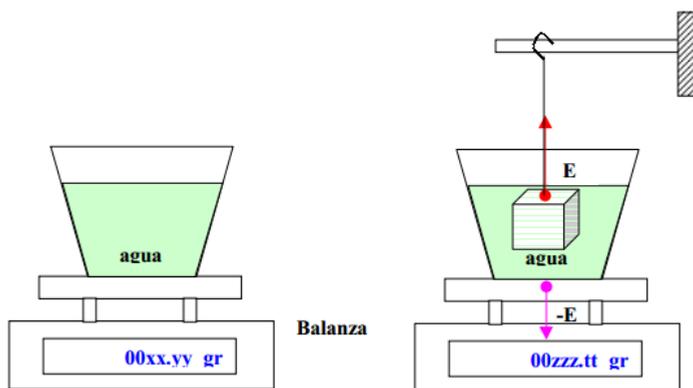


Figura 25: Ejemplo de realización de pesado de las probetas

La obtención de las anteriores magnitudes permite el cálculo del volumen de la probeta (volumen exterior) para su comparación con el volumen teórico, y la obtención del volumen en poro abierto y poro cerrado, magnitudes que permitirán conocer la porosidad aparente (en poro abierto) y la porosidad cerrada. Finalmente de estos cálculos puede extraerse la densidad experimental.

### 5.2.2.2 Cambio dimensional

Como consecuencia de método aplicado para el cálculo de las densidades y porosidades anteriores es fácil acompañar los resultados obtenidos con una comparativa de las dimensiones de las probetas antes y después de sinterizado, para así comprobar las contracciones sufridas durante el proceso. Las mediciones de largo y ancho se realizarán con un pie de rey y las mediciones de espesor con un micrómetro, con el fin de obtener una mayor precisión. Finalmente una vez medidas las probetas se realizarán los cálculos indicados en la tabla 10, con tal de comprobar el cambio dimensional experimentado en cada caso.

*Tabla 10: Plantilla de cálculo para el cambio dimensional de las probetas*

$\Delta$ Largo (%)	$\Delta$ Ancho (%)	$\Delta$ Espesor (%)	$\Delta$ Volumen (%)
--------------------	--------------------	----------------------	----------------------

### 5.2.3 Caracterización Mecánica

La caracterización mecánica permite la determinación de importantes parámetros mecánicos que serán utilizados para determinar la influencia de elementos betágenos en las aleaciones. Para determinarlos se realizarán varios ensayos como el ensayo de ultrasonidos para obtener el módulo elástico, el ensayo de flexión para determinar la resistencia a flexión y el ensayo de dureza para establecer la dureza de cada probeta.

### 5.2.3.1 Resistencia a flexión

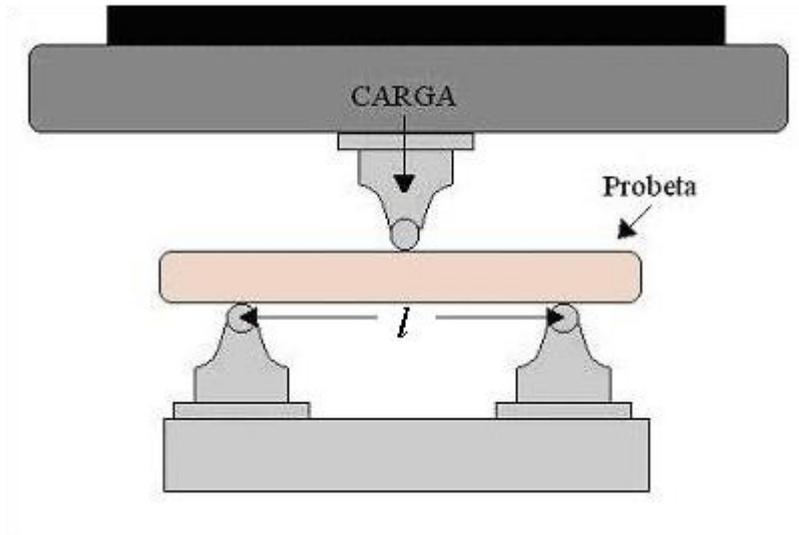
Mediante el ensayo de flexión es posible determinar la tensión máxima que soporta una probeta rectangular. En este caso concreto se ha utilizado un equipo Shimadzu siguiendo las directrices que indica la norma ISO 3325, controlado por el programa Trapezium.



*Figura 26: Equipo Shimadzu utilizado para realizar el ensayo de flexión*

Se trata de un ensayo de flexión a tres puntos donde la distancia entre las bases se fija al inicio del ensayo. En este caso esta magnitud es de 22 mm.

Es muy importante que la posición de la probeta sea perfectamente perpendicular a las posiciones de los apoyos para lo cual es recomendable ayudarse de una escuadra. La aplicación de carga será en el punto intermedio entre los apoyos.



*Figura 27: Esquema indicativo de la posición de la probeta para la realización del ensayo de flexión*

Mediante este ensayo se obtendrán los parámetros de fuerza máxima (N) y desplazamiento (mm) a través de los cuales se realizarán los cálculos de tensión máxima ( $\text{N/mm}^2$ ), deformación máxima (%) y módulo de flexión ( $\text{N/mm}^2$ ).

Las probetas rotas en este ensayo, serán utilizadas para la observación de la fractura. Se realizará un corte de la misma y se prepararán

metalográficamente para su observación mediante microscopía electrónica de barrido.

### 5.2.3.2 Módulo elástico

El ensayo de ultrasonido es un tipo de ensayo no destructivo que permite la obtención del módulo elástico de los materiales mediante la medición de la velocidad de propagación de las ondas longitudinales y transversales para un espesor conocido.

Se trata de una técnica muy apropiada para el actual caso de estudio ya que permite la medición de la velocidad real de las ondas ultrasónicas al desplazarse por el material. Esta velocidad hará referencia al global de la probeta teniendo en cuenta los posibles defectos que presente el material como falta de homogeneidad, poros, etc...

El equipo utilizado es “KARL DEUTSCH ECHOGRAPH 1090” y sus dos palpadores rectos correspondientes a la medición de la velocidad de propagación de las ondas longitudinales y transversales, DS 6 PB 4-14 y YS 12 HB 1.

El manual de usuario del equipo de medición de ultrasonidos ofrece un rango de velocidades para distintas aleaciones tanto en ondas longitudinales como transversales que se introducirán en el equipo al inicio del ensayo como punto de partida. Para el caso de aleaciones de titanio, las velocidades de las ondas longitudinales oscilan entre 5823-6260 m/s y para ondas transversales 2920-3215 m/s.



*Figura 28: Equipo Karl Deusch Echograph 1090 utilizado para realizar el ensayo de ultrasonidos*

Como previamente se habrá medido el espesor de las probetas y calculado su doble, triple y cuádruple, se trata de ajustar la velocidad de la onda hasta que los ecos que se observan coincidan con los calculados.

### 5.2.3.3 Dureza

El ensayo de dureza mide la resistencia de las muestras a ser penetradas por un indentador (penetrador) aplicando sobre la muestra una pequeña carga durante un corto periodo de tiempo. Después de la descarga se observa la huella dejada por el penetrador sobre la superficie de la

muestra, resultado de la deformación plástica del material. En función de las dimensiones de esta huella se puede determinar la dureza del material.



*Figura 29: Equipo Centaur utilizado para la medición de la dureza*

Se ha utilizado un durómetro CENTAUR, como el que se muestra en la figura 29 y un indentador Rockwell C 15N, con punta cónica de diamante con un ángulo de  $120^\circ$ . En este caso se ha aplicado una carga de 15 N para todas las probetas durante 15 segundos con el fin de obtener una huella fácilmente medible. Se han tomado 6 medidas de cada una de las probetas, tres de cada una de las mitades en que se rompió cada probeta en el ensayo de flexión. Finalmente los valores obtenidos se convirtieron a la medida del ensayo Vickers.

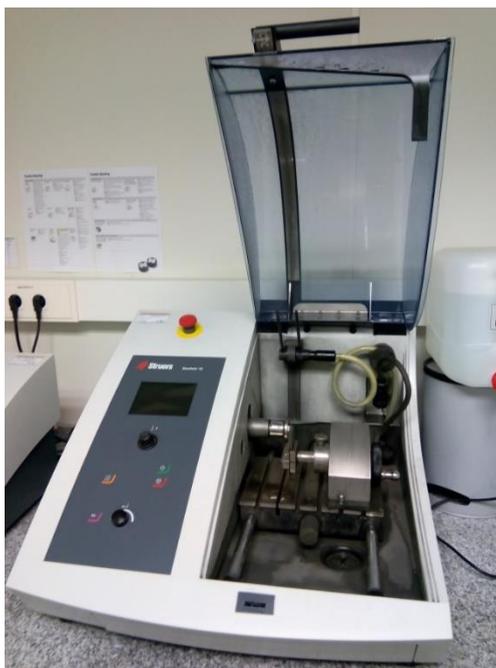
### 5.2.4 Caracterización Microestructural

El objetivo de la caracterización microestructural es comprobar la homogeneidad de las muestras, identificar las fases presentes en la aleación, su morfología, tamaño y distribución.

La caracterización microestructural comienza con la preparación metalográfica de las muestras que incluye las etapas de corte, embutición, desbaste y pulido.

#### 5.2.4.1 Corte de las muestras

Para realizar el corte de las probetas se ha utilizado el equipo SECUTOM-50.



*Figura 30: Equipo Secutom-50 utilizado para el corte de las probetas*

Se toma una de las partes de la probeta que previamente habrá sido rota en el ensayo de flexión y se coloca en la cortadora en posición perpendicular al disco de corte de manera que sobresalga unos 3 mm, que será el espesor de la muestra que se va a obtener. Se fija la probeta y previa puesta en marcha del sistema de refrigeración del disco de corte para evitar el sobrecalentamiento se inicia el mecanismo. Así se obtiene el primero de los cortes correspondiente a la fractura, que después se observará mediante SEM para conocer información acerca de la fractura.

A continuación, se realiza un nuevo corte del mismo espesor que el anterior. Este segundo corte es el que se va a embutir en el paso siguiente para realizar más tarde la observación del material en microscopía óptica.

### 5.2.4.2 Embutición de las muestras

El siguiente de los pasos de la preparación metalográfica consiste en la embutición de las muestras para mejorar la manipulación de las mismas. Para ello se ha utilizado el equipo CITOPRESS-1.



*Figura 31: Equipo Citopress-1 utilizado para la embutición de las muestras*

El procedimiento a seguir está basado en el uso de la resina TRANSOPTIC 20-3400-080. En primer lugar se baja unos milímetros el pistón de la embutidora y se coloca la muestra. A continuación se añade la resina necesaria para cubrir la muestra y previa colocación de la etiqueta identificativa, se baja totalmente el pistón y se enrosca la tapa. Se pone en marcha el equipo dando comienzo al curado de la resina. Comienza con una etapa de calentamiento y otra de enfriamiento. Cuando el equipo termine, se desenrosca la tapa y se eleva el pistón.

#### 5.2.4.3 Desbaste y pulido

Tras la embutición de las muestras es necesario realizar un desbaste y pulido para obtener una superficie plana y lisa que pueda ser observada en microscopía correctamente. El proceso se ha realizado en el equipo

LABOPOL-25, con paños de diferentes tamaños de grano para que el proceso se realice de forma gradual.



*Figura 32: Equipo Labopol-25 utilizado para el desbaste de las muestras*

El procedimiento consiste en la colocación sucesivamente de los paños de menor a mayor tamaño de grano donde se desbasta la muestra embutida hasta que la superficie sea apta para ser observada por el microscopio.

Al finalizar este proceso se observa que ya se ha obtenido una superficie apropiada para su observación en el microscopio pero para garantizar aún más esa correcta observación se realiza un último paso que consiste en el pulido con pasta de diamante. Para ello se utiliza el equipo LABOPOL-5 y pasta de diamante con tamaños de grano de 3 y 1  $\mu\text{m}$ .



*Figura 33: Equipo Labopol-5 utilizado para el desbaste con pasta de diamante de las muestras*

Una vez terminado el proceso se vierte una suspensión básica de sílice coloidal de 0,05 micras de tamaño de partícula como paso final del pulido.

Las muestras se observan en estado de pulido.

#### 5.2.4.4 Microscopia Óptica

La primera etapa de la caracterización microestructural consiste en la observación mediante microscopía óptica de las muestras embutidas para determinar la porosidad observada. Para ello se trabaja en el microscopio con los diferentes aumentos de los que dispone comenzando por el menor de ellos. Se toman varias capturas en 50x y se realizan montajes fotográficos de 6 capturas en 100x que permitan hacerse una idea de la distribución de la porosidad.

El equipo utilizado ha sido microscopio óptico Nikon LV-100 con iluminación de campo claro, oscuro, luz polarizada y con analizador de imágenes Nikon Nis-Elements AR.

El equipo incorpora este software de análisis de imagen de alta flexibilidad mediante el cual se caracteriza la porosidad tanto para imágenes de 50x como para los montajes fotográficos en 100x.



*Figura 34: Microscopio óptico Nikon LV-100*

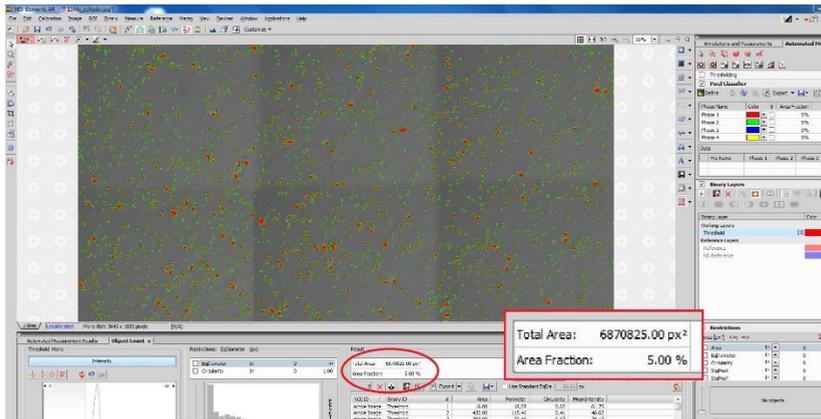


Figura 35: Análisis de imagen de MO para el estudio de la porosidad

#### 5.2.4.5 Microscopía Electrónica

La segunda etapa de la caracterización microestructural está basada en el uso de la microscopía electrónica de barrido para obtener información acerca de la porosidad presente en las muestras. El equipo utilizado ha sido un microscopio electrónico de barrido JEOL 6300 con microanálisis por EDX Link de Oxford Instruments.

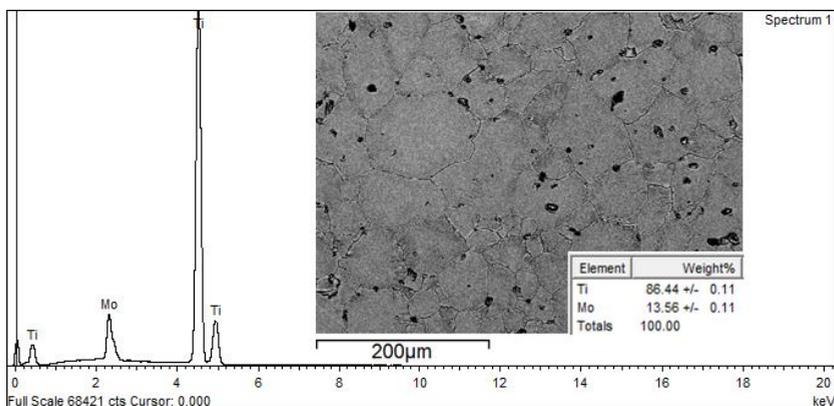


*Figura 36: Equipo JEOL JSM 6300 utilizado para la observación de las muestras por SEM*

Por su mayor resolución y profundidad de campo es posible obtener mayor número de detalles de las muestras. Se tomaron imágenes con electrones retrodispersados para así identificar las diferencias de composición de la muestra por las diferencias de pesos atómicos a partir de distintas tonalidades en la escala de grises. Para el trabajo con SEM se empleó el software INCA de Oxford Instruments.

Se estudiaron en primer lugar las muestras de las fracturas determinando el comportamiento de cada probeta a deformación. A continuación, se siguió con la observación de las muestras restantes, tomando imágenes en 100x, 250x y 1000x, dos de cada una en distintos puntos de la muestra, de manera que pueda estudiarse la homogeneidad.

También se realizaron análisis químicos (véase figura 37) en ciertos puntos para determinar la presencia de elementos en cada aleación.



*Figura 37: Ejemplo análisis de espectro en la muestra Ti-15Mo para determinar la composición química.*

Seguidamente, se realizaron algunos análisis en línea (véase figura 38) que permitan conocer la distribución de materiales en el borde de grano y zonas cercanas a él.

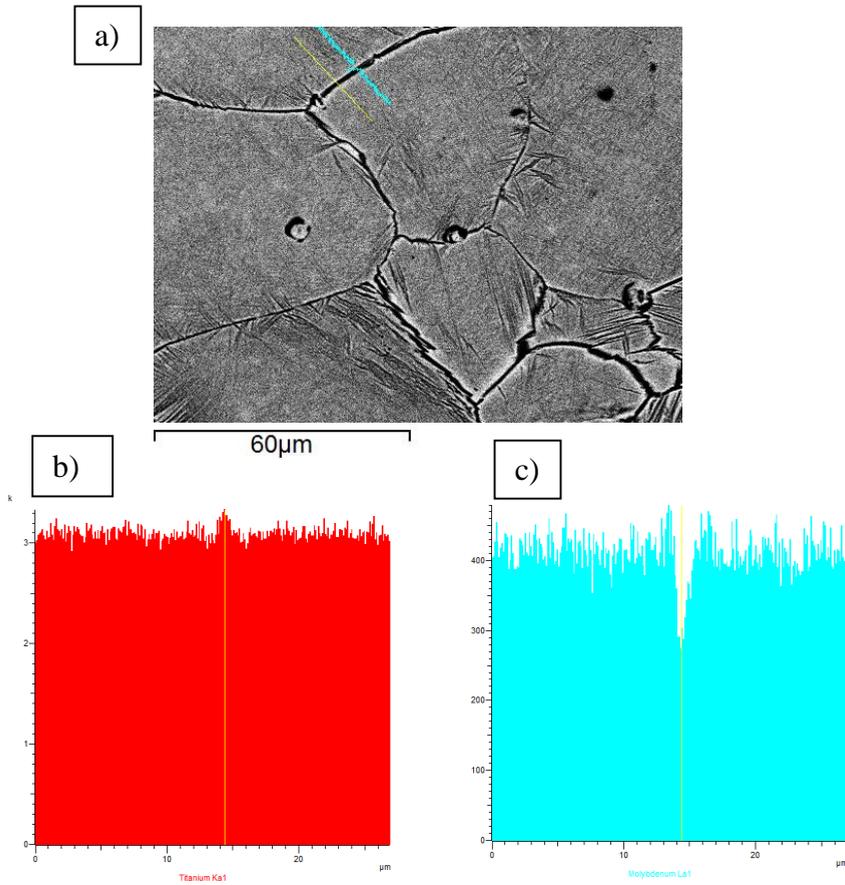


Figura 38: Análisis en línea realizado (a) en borde de grano para la muestra Ti-15Mo y representaciones del contenido de titanio (b) y molibdeno (c) en la línea

Finalmente, se realizó un estudio de distribución de fases mediante análisis de imagen. Nuevamente, utilizando el software INCA, basado en la determinación de las distintas tonalidades que aprecia en la imagen, se demuestra la distribución de fase alfa y beta en cada aleación.

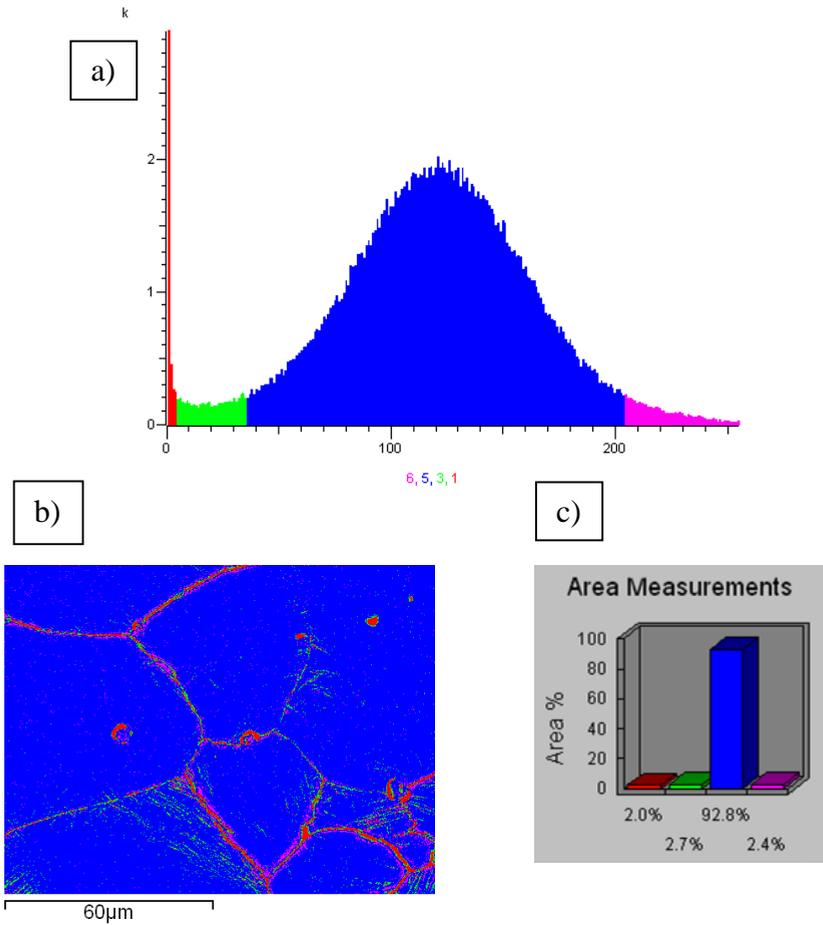


Figura 39: Determinación de fases (a) en el análisis de imagen de SEM (b) y cuantificación de cada fase (c)

## 6. Resultados

Desarrollando cada una de las fases del trabajo, se obtienen los primeros resultados, los cuales se exponen a continuación formulando las primeras impresiones de los mismos sin arrojar conclusiones definitivas. La discusión de estos resultados se realizará en el próximo capítulo.

### 6.1 Influencia de los elementos aleantes en las características geométricas

#### 6.1.1 Compactación, Porosidad en verde y Densidad en verde

Tras el mezclado de polvos tuvo lugar la compactación de las probetas tras la cual se procedió a medir las dimensiones después de compactación. Estos son los valores tomados para las dimensiones.

*Tabla 11: Dimensiones de las probetas tras compactación*

Muestra	Aleación	Masa después compactación (g)	Dimensiones después compactación		
			Largo (mm)	Ancho (mm)	Espesor (mm)
1	Ti-15Mo	8,48	30,28	12,33	6,08
2		8,492	30,28	12,3	6,14
3		8,498	30,3	12,31	6,11
4		8,486	30,25	12,27	6
5		8,491	30,3	12,29	6,1
6		8,431	30,28	12,3	6,07

Muestra	Aleación	Masa después compactación (g)	Dimensiones después compactación		
			Largo (mm)	Ancho (mm)	Espesor (mm)
7	Ti-15Mo-1Fe	8,535	30,25	12,28	6,1
8		8,532	30,31	12,3	6,06
9		8,527	30,28	12,28	6,11
10		8,53	30,22	12,31	6,07
11		8,523	30,27	12,26	6,1
12		8,461	30,26	12,28	6,04
13	Ti-15Mo-3Fe	8,524	30,24	12,29	6,02
14		8,53	30,26	12,31	5,99
15		8,526	30,27	12,35	6,02
16		8,533	30,25	12,38	5,97
17		8,527	30,26	12,28	6
18		8,529	30,33	12,3	6
19	Ti-15Mo-1Cr	8,495	30,27	12,37	6,03
20		8,542	30,28	12,3	6,05
21		8,52	30,24	12,27	6,04
22		8,516	30,24	12,28	6,02
23		8,523	30,24	12,28	6,03
24		8,465	30,24	12,29	6
25	Ti-15Mo-3Cr	8,569	30,29	12,24	6,02
26		8,578	30,33	12,35	5,98
27		8,58	30,36	12,28	6
28		8,573	30,32	12,28	5,98
29		8,571	30,26	12,31	5,96
30		7,9	30,37	12,29	5,53

A través de estos valores se calculó la densidad en verde y la porosidad en verde.

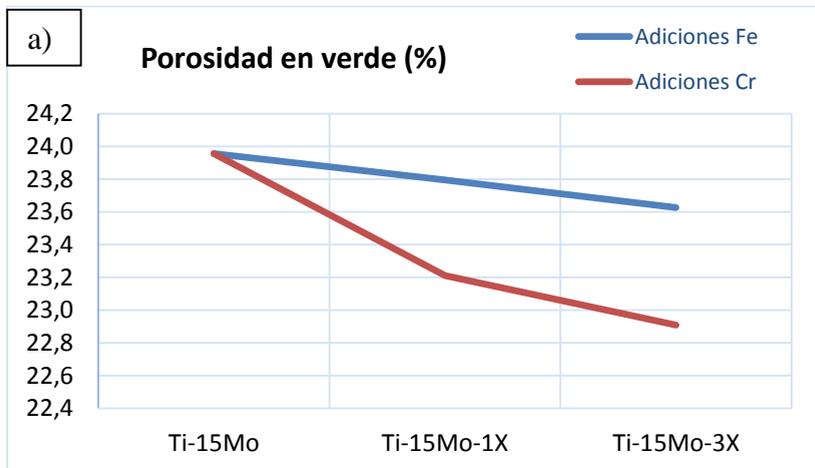
Tabla 12: Porosidad y densidad en verde en verde de las probetas

Muestra	Aleación	Volumen en verde (cm <sup>3</sup> )	Densidad en verde (g/cm <sup>3</sup> )	Porosidad en verde (%)
1	Ti-15Mo	2,270	3,736	24,095
2		2,287	3,713	24,547
3		2,279	3,729	24,235
4		2,227	3,810	22,576
5		2,272	3,738	24,050
6		2,261	3,729	24,225
7	Ti-15Mo-1Fe	2,266	3,767	23,825
8		2,259	3,776	23,625
9		2,272	3,753	24,096
10		2,258	3,778	23,604
11		2,264	3,765	23,858
12		2,244	3,770	23,760
13	Ti-15Mo-3Fe	2,237	3,810	23,672
14		2,231	3,823	23,411
15		2,250	3,789	24,101
16		2,236	3,817	23,537
17		2,230	3,825	23,379
18		2,238	3,810	23,662
19	Ti-15Mo-1Cr	2,258	3,762	23,861
20		2,253	3,791	23,284
21		2,241	3,802	23,066
22		2,236	3,809	22,909
23		2,239	3,806	22,974
24		2,230	3,796	23,178
25	Ti-15Mo-3Cr	2,232	3,839	22,933
26		2,240	3,830	23,129
27		2,237	3,836	23,007
28		2,227	3,850	22,710
29		2,220	3,861	22,505
30		2,064	3,827	23,171

Con estos resultados se calcularon los valores medios para cada aleación en cuanto a porosidad en verde y densidad relativa, y se calcularon sus desviaciones típicas (tabla 13). Posteriormente se representó gráficamente ambos parámetros (figura 40).

*Tabla 13: Resultados para la porosidad en verde de las probetas*

Aleación	Porosidad Verde Promedio (%)	Desviación Típica
Ti-15Mo	23,955	0,698
Ti-15Mo-1Fe	23,795	0,180
Ti-15Mo-3Fe	23,627	0,262
Ti-15Mo-1Cr	23,212	0,346
Ti-15Mo-3Cr	22,909	0,257



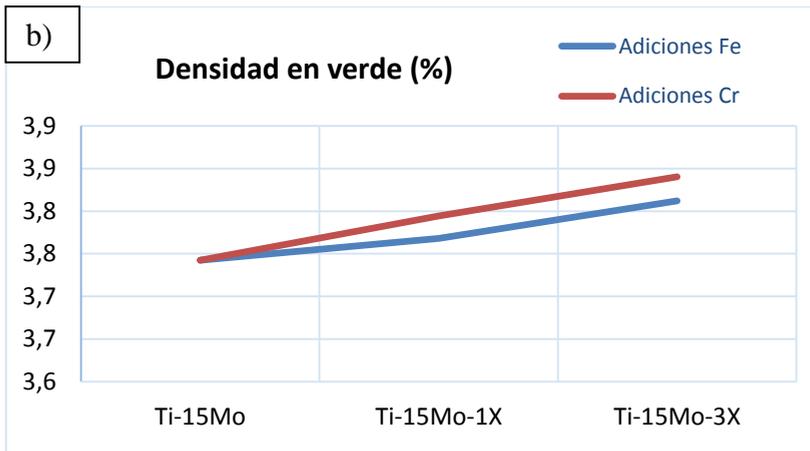


Figura 40: Representación gráfica de los resultados (a) de porosidad en verde y (b) densidad en verde de las probetas.

La representación gráfica resuelve que a pesar de que no se observan grandes diferencias en la evolución de la densidad en verde para las distintas aleaciones, sí se aprecian diferencias para la porosidad en verde. La tendencia es claramente decreciente con la adición de elementos betágenos, siendo decreciendo en función del contenido en peso del elemento aleante, sin embargo se observa que esta tendencia es mucho más acusada para las adiciones de hierro. Con tal de realizar una mejor evaluación se han calculado las desviaciones típicas correspondientes.

### 6.1.2 Contracción

Una vez finalizada la etapa de compactación, los primeros resultados que se extraen son los relacionados a las dimensiones de las probetas.

Tabla 14: Dimensiones de las probetas tras sinterización

Muestra	Aleación	Dimensiones después sinterizado			Volumen después sinterizado (cm <sup>3</sup> )
		Largo (mm)	Ancho (mm)	Espesor (mm)	
1	Ti15Mo	28,16	11,47	5,67	1,83
2		28,13	11,40	5,70	1,83
3		28,14	11,40	5,69	1,83
4		28,13	11,41	5,72	1,83
5		28,17	11,42	5,70	1,83
7	Ti15Mo1Fe	28,27	11,48	5,70	1,85
8		28,28	11,46	5,68	1,84
9		28,22	11,44	5,73	1,85
10		28,26	11,46	5,69	1,84
11		28,26	11,46	5,72	1,85
13	Ti15Mo3Fe	28,46	11,52	5,64	1,85
14		28,44	11,53	5,65	1,85
15		28,40	11,50	5,64	1,84
16		28,37	11,49	5,67	1,85
17		28,47	11,53	5,64	1,85
19	Ti15Mo1Cr	28,25	11,48	5,66	1,84
20		28,29	11,47	5,68	1,84
21		28,26	11,45	5,67	1,83
22		28,28	11,47	5,66	1,84
23		28,27	11,47	5,69	1,84
25	Ti15Mo3Cr	28,31	11,47	5,66	1,84
26		28,40	11,57	5,59	1,84
27		28,32	11,45	5,65	1,83
28		28,37	11,52	5,63	1,84
29		28,38	11,53	5,65	1,85

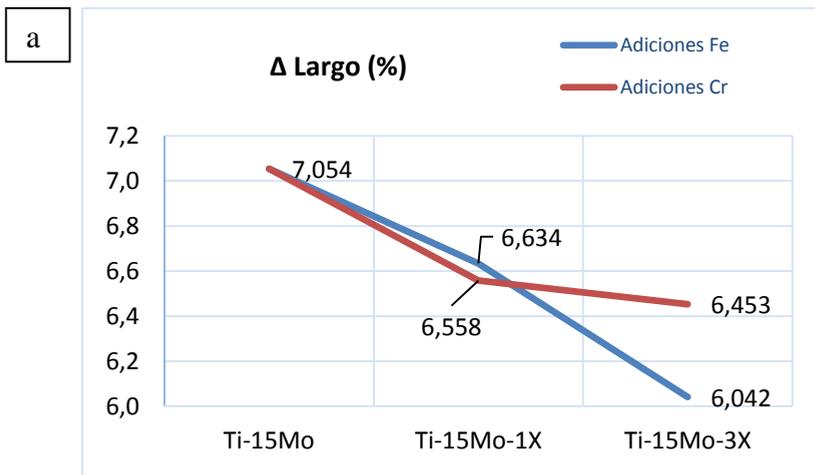
Partiendo de estos valores, es fácil resolver la contracción que han sufrido las probetas en sus tres dimensiones, así como en el volumen final.

*Tabla 15: Cálculos para la contracción de las probetas en sus tres dimensiones y volumen final*

Muestra	Aleación	Contracción			
		$\Delta$ largo (%)	$\Delta$ ancho (%)	$\Delta$ espesor (%)	$\Delta$ volumen (%)
1	Ti15Mo	7,001	6,975	6,776	19,350
2		7,100	7,317	7,150	20,054
3		7,129	7,392	6,874	19,906
4		7,008	7,009	4,733	17,619
5		7,030	7,079	6,607	19,318
7	Ti15Mo1Fe	6,545	6,515	6,574	18,377
8		6,697	6,829	6,205	18,463
9		6,803	6,840	6,252	18,606
10		6,486	6,905	6,293	18,422
11		6,640	6,525	6,311	18,240
13	Ti15Mo3Fe	5,886	6,265	6,329	17,366
14		6,015	6,336	5,710	16,996
15		6,178	6,883	6,395	18,222
16		6,215	7,189	4,958	17,273
17		5,915	6,107	5,950	16,918
19	Ti15Mo1Cr	6,673	7,195	6,103	18,674
20		6,572	6,748	6,165	18,248
21		6,548	6,683	6,159	18,164
22		6,481	6,596	5,947	17,845
23		6,515	6,596	5,672	17,633

Muestra	Aleación	Contracción			
		$\Delta$ largo (%)	$\Delta$ ancho (%)	$\Delta$ espesor (%)	$\Delta$ volumen (%)
25	Ti15Mo3Cr	6,537	6,291	5,930	17,610
26		6,363	6,316	6,538	18,013
27		6,719	6,759	5,900	18,156
28		6,431	6,189	5,803	17,316
29		6,213	6,336	5,218	16,739

Se ha realizado una representación gráfica en cada caso para comprobar la tendencia de los parámetros.



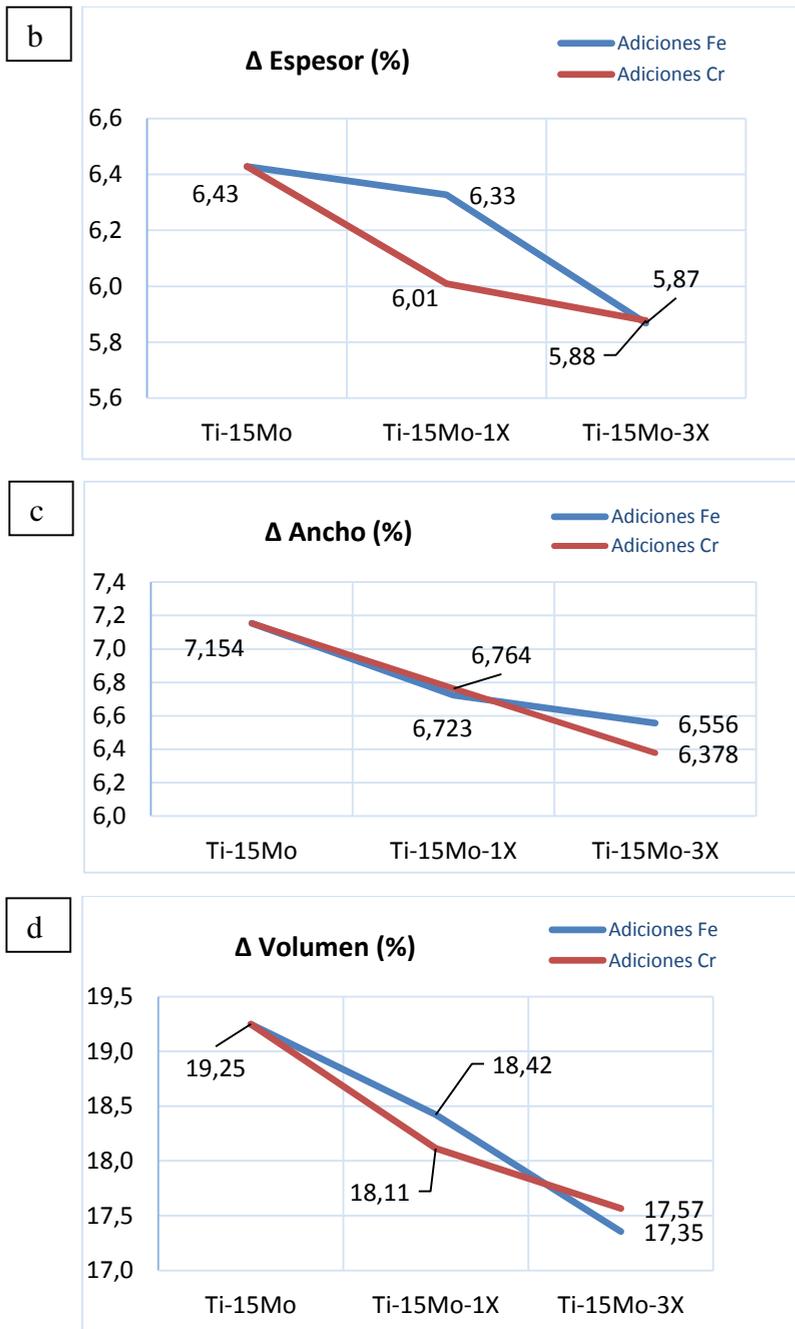


Figura 41: Representación gráfica para la contracción de las probetas en sus tres dimensiones (a) Largo, (b) Espesor, (c) Ancho y (d) Volumen final

Se ha realizado una representación gráfica en cada caso para comprobar la tendencia de los parámetros. Se observan resultados bastante dispares. En primer lugar el largo y el ancho siguen tendencias opuestas en cuanto a la influencia de los elementos betágenos puesto que la tendencia en el largo del hierro y la misma que la de cromo en cuanto al ancho y viceversa. En cuanto al espesor, aunque las contracciones para las adiciones de 3% en peso en las dos aleaciones ternarias alcanzan valores muy similares para el caso de las adiciones de 1% en peso los valores son muy diferentes, siendo significativamente menores para el caso de las aleaciones con hierro. Finalmente, para el volumen de las probetas, las tendencias en ambos casos son parecidas, con valores más acusados en las aleaciones de cromo para 1% en peso y valores más acusados en el hierro para 3%.

*Tabla 16: Resultados de la contracción de las probetas*

Aleación	$\Delta$ largo (%)	$\Delta$ ancho (%)	$\Delta$ espesor (%)	$\Delta$ volumen (%)
Ti15Mo	7,054	7,154	6,428	19,250
Ti15Mo1Fe	6,634	6,723	6,327	18,422
Ti15Mo3Fe	6,042	6,556	5,868	17,355
Ti15Mo1Cr	6,558	6,764	6,009	18,113
Ti15Mo3Cr	6,453	6,378	5,878	17,567

### 6.1.3 Porosidad y Densidad de las piezas sinterizadas

Para obtener estos resultados se procedió a la aplicación del Método de Arquímedes. Tal y como indica, el primero de los pasos es la obtención de

sus parámetros característicos: la masa en seco (S), la masa en inmersión en agua tras saturación (S), la masa tras eliminación de agua sobrante (M).

*Tabla 17: Parámetros característicos del Método de Arquímedes*

Muestra	Aleación	Método de Arquímedes		
		D (g)	S (g)	M (g)
1	Ti15Mo	8,472	6,691	8,493
2		8,479	6,693	8,484
3		8,483	6,699	8,486
4		8,474	6,689	8,483
5		8,484	6,701	8,497
7	Ti15Mo1Fe	8,524	6,729	8,536
8		8,516	6,726	8,521
9		8,514	6,718	8,523
10		8,514	6,724	8,533
11		8,511	6,717	8,532
13	Ti15Mo3Fe	8,510	6,711	8,515
14		8,516	6,720	8,550
15		8,509	6,711	8,519
16		8,515	6,710	8,530
17		8,511	6,712	8,520
19	Ti15Mo1Cr	8,481	6,700	8,498
20		8,526	6,735	8,545
21		8,500	6,715	8,523
22		8,502	6,717	8,510
23		8,509	6,721	8,527
25	Ti15Mo3Cr	8,547	6,764	8,561
26		8,558	6,781	8,570
27		8,559	6,779	8,566
28		8,557	6,772	8,565
29		8,555	6,768	8,586

A continuación, mediante las ecuaciones específicas reflejadas en el apartado 4.3 de la Planificación se obtienen los valores de la porosidad abierta y cerrada y de densidad relativa de las probetas.

*Tabla 18: Resultados de porosidad abierta y cerrada*

Muestra	Aleación	V <sub>t</sub> (cm <sup>3</sup> )	V <sub>e</sub> (cm <sup>3</sup> )	V <sub>OP</sub> (cm <sup>3</sup> )	P <sub>a</sub> (%)	P <sub>c</sub> (%)
1	Ti15Mo	1,721	1,802	0,021	1,18	3,32
2		1,723	1,790	0,005	0,25	3,52
3		1,723	1,787	0,003	0,16	3,38
4		1,722	1,794	0,009	0,50	3,53
5		1,724	1,796	0,013	0,75	3,27
7	Ti15Mo1Fe	1,724	1,807	0,012	0,67	3,95
8		1,722	1,795	0,005	0,28	3,77
9		1,722	1,805	0,009	0,49	4,12
10		1,722	1,809	0,019	1,08	3,75
11		1,721	1,815	0,021	1,17	4,03
13	Ti15Mo3Fe	1,705	1,804	0,005	0,29	5,21
14		1,706	1,830	0,035	1,89	4,88
15		1,705	1,808	0,009	0,52	5,18
16		1,706	1,820	0,016	0,86	5,41
17		1,705	1,807	0,009	0,49	5,16
19	Ti15Mo1Cr	1,716	1,799	0,017	0,97	3,61
20		1,725	1,810	0,020	1,08	3,60
21		1,720	1,808	0,024	1,31	3,56
22		1,721	1,793	0,008	0,43	3,62
23		1,722	1,806	0,018	1,02	3,65
25	Ti15Mo3Cr	1,716	1,797	0,013	0,74	3,79
26		1,718	1,790	0,013	0,70	3,31
27		1,718	1,787	0,007	0,36	3,50
28		1,718	1,793	0,008	0,45	3,78
29		1,717	1,817	0,030	1,66	3,85

Tabla 19: Resultados de densidad experimental y relativa

Muestra	Aleación	Densidad Experimental (g/cm <sup>3</sup> )	Densidad Relativa (%)
1	Ti15Mo	4,700	95,50
2		4,736	96,22
3		4,748	96,47
4		4,724	95,97
5		4,724	95,97
7	Ti15Mo1Fe	4,717	95,39
8		4,745	95,95
9		4,717	95,39
10		4,706	95,17
11		4,688	94,80
13	Ti15Mo3Fe	4,716	94,49
14		4,653	93,23
15		4,706	94,30
16		4,678	93,73
17		4,709	94,35
19	Ti15Mo1Cr	4,715	95,42
20		4,710	95,32
21		4,701	95,13
22		4,741	95,95
23		4,711	95,34
25	Ti15Mo3Cr	4,756	95,47
26		4,782	95,99
27		4,789	96,13
28		4,771	95,77
29		4,708	94,49

Puesto que el estudio de la evolución de la porosidad se realiza mediante los resultados para el parámetro de porosidad en poro cerrado, se ha

representado este parámetro para obtener mejores conclusiones al igual que la densidad relativa.

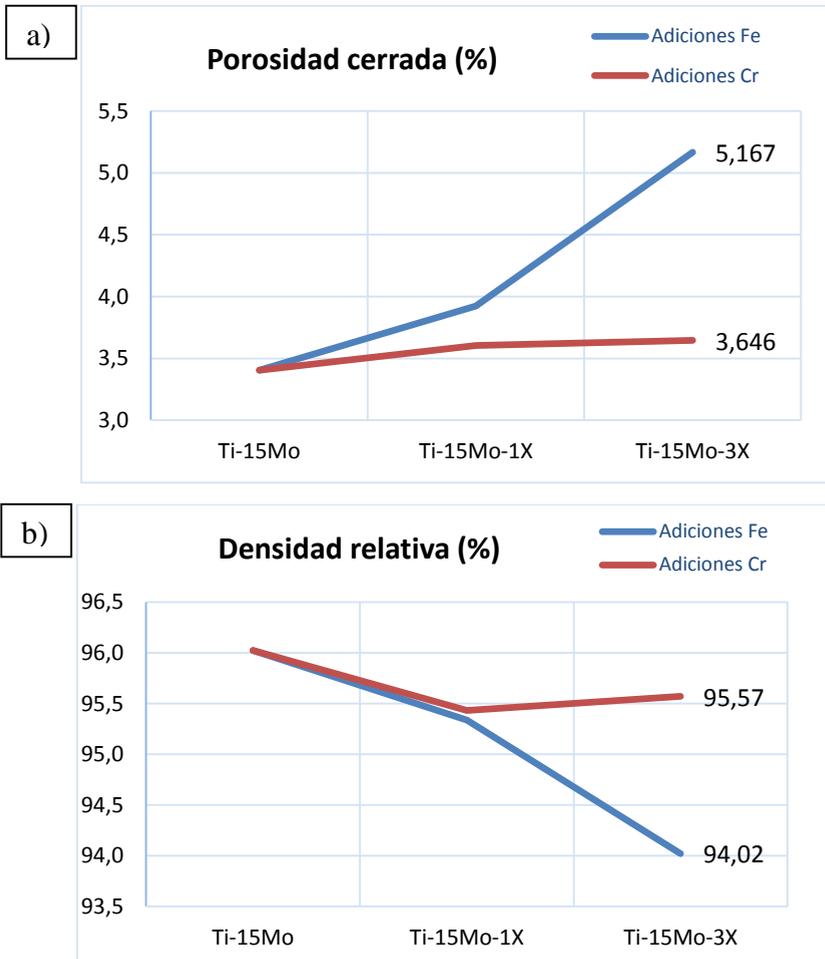


Figura 42: Representación gráfica de la (a) porosidad cerrada y (b) la densidad relativa

Finalmente se han calculado las desviaciones típicas de la porosidad cerrada y la densidad relativa, con tal de obtener conclusiones más concretas.

*Tabla 20: Resultados de la porosidad cerrada y desviación relativa y desviación típica*

<b>Aleación</b>	<b>Porosidad cerrada promedio (%)</b>	<b>Desv.típica</b>	<b>Densidad relativa promedio (%)</b>	<b>Desv.típica</b>
Ti15Mo	3,40	0,12	96,03	0,36
Ti15Mo1Fe	3,92	0,16	95,34	0,42
Ti15Mo3Fe	5,17	0,19	94,02	0,53
Ti15Mo1Cr	3,61	0,03	95,43	0,31
Ti15Mo3Cr	3,65	0,23	95,57	0,65

## 6.2 Influencia de los elementos aleantes en las características mecánicas

### 6.2.1 Módulo de elasticidad

La determinación del módulo de elasticidad se realizó a través del ensayo de ultrasonidos. Como cálculo previo a la realización del mismo, es necesaria la medición del espesor de las probetas y de la obtención del doble, el triple y cuádruple de su valor.

Tabla 21: Cálculo del espesor y sus múltiplos para el ensayo de ultrasonidos

Muestra	Aleación	Espesor (mm)	Espesor x2	Espesor x3	Espesor x4
1	Ti15Mo	5,668	11,336	17,004	22,672
2		5,701	11,402	17,103	22,804
3		5,69	11,38	17,07	22,76
4		5,716	11,432	17,148	22,864
5		5,697	11,394	17,091	22,788
7	Ti15Mo1Fe	5,699	11,398	17,097	22,796
8		5,684	11,368	17,052	22,736
9		5,728	11,456	17,184	22,912
10		5,688	11,376	17,064	22,752
11		5,715	11,43	17,145	22,86
13	Ti15Mo3Fe	5,639	11,278	16,917	22,556
14		5,648	11,296	16,944	22,592
15		5,635	11,27	16,905	22,54
16		5,674	11,348	17,022	22,696
17		5,643	11,286	16,929	22,572
19	Ti15Mo1Cr	5,662	11,324	16,986	22,648
20		5,677	11,354	17,031	22,708
21		5,668	11,336	17,004	22,672
22		5,662	11,324	16,986	22,648
23		5,688	11,376	17,064	22,752
25	Ti15Mo3Cr	5,663	11,326	16,989	22,652
26		5,589	11,178	16,767	22,356
27		5,646	11,292	16,938	22,584
28		5,633	11,266	16,899	22,532
29		5,649	11,298	16,947	22,596

A continuación se procedió a la obtención a través del ensayo de las velocidades de propagación de onda tanto longitudinal como transversal, y a través de las ecuaciones explicadas en el capítulo de 4.4.1 de la Planificación se calcularon el Módulo de Elasticidad y el Coeficiente de Poisson.

Tabla 22: Resultados de velocidades de onda, módulo de elasticidad y coeficiente de Poisson

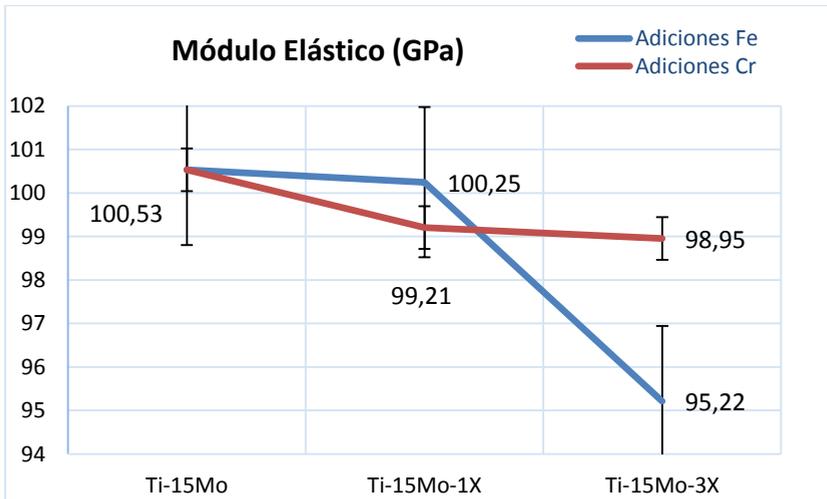
Muestra	Aleación	$V_L$ (m/s)	$V_T$ (m/s)	E (GPa)	$\nu$
1	Ti15Mo	5636	2844,00	101,07	0,3292
2		5611	2829,00	100,79	0,3296
3		5603	2821,00	100,53	0,3302
4		5620	2821,00	100,11	0,3316
5		5629	2821,00	100,17	0,3323
7	Ti15Mo1Fe	5612	2837,00	100,86	0,3284
8		5564	2829,00	100,68	0,3257
9		5587	2820,00	99,71	0,3291
10		5605	2825,00	99,88	0,3297
11		5619	2834,00	100,11	0,3294
13	Ti15Mo3Fe	5373	2782,00	96,13	0,3169
14		5365	2764,00	93,80	0,3193
15		5365	2764,00	94,88	0,3193
16		5358	2770,00	94,59	0,3176
17		5375	2794,00	96,67	0,3149
19	Ti15Mo1Cr	5552	2812,00	98,98	0,3275
20		5554	2811,00	98,83	0,3278
21		5540	2816,00	98,84	0,3258
22		5555	2819,00	99,96	0,3266
23		5572	2819,00	99,42	0,3280
25	Ti15Mo3Cr	5523	2804,00	99,20	0,3264
26		5520	2801,00	99,55	0,3266
27		5508	2801,00	99,62	0,3256
28		5508	2795,00	98,90	0,3266
29		5524	2792,00	97,50	0,3284

Como se ha realizado para anteriores resultados, en la tabla 23 se muestran los valores finales de módulo de elasticidad y coeficiente de Poisson promedios, así como el cálculo de sus desviaciones típicas.

Adicionalmente se ha realizado la representación gráfica del módulo de elasticidad.

*Tabla 23: Resultados de módulo de elasticidad y coeficiente de Poisson y desviaciones típicas*

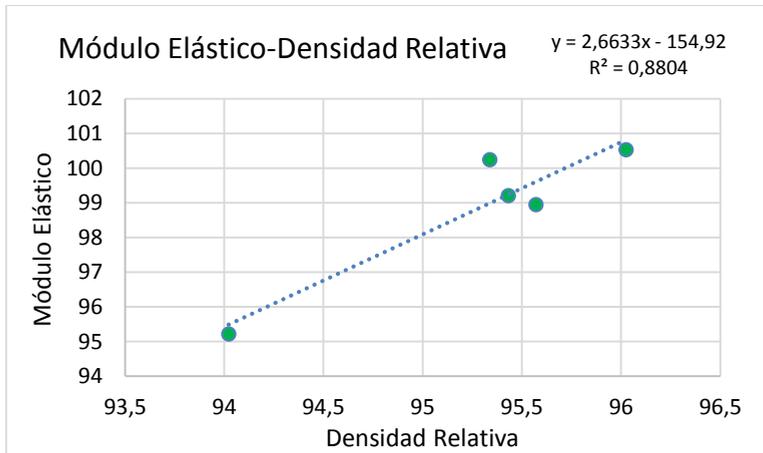
Aleación	E Promedio (GPa)	Desv. Típica	$\nu$ promedio	Desv. Típica
Ti15Mo	100,53	0,41	0,33	0,001
Ti15Mo1Fe	100,25	0,50	0,33	0,002
Ti15Mo3Fe	95,22	1,17	0,32	0,002
Ti15Mo1Cr	99,21	0,49	0,33	0,001
Ti15Mo3Cr	98,95	0,86	0,33	0,001



*Figura 43: Representación gráfica de la evolución del módulo de elasticidad*

Una vez obtenido el valor de módulo elástico para las distintas aleaciones, se ha representado estos resultados frente a los obtenidos mediante el

Método de Arquímedes para la densidad relativa. Li et al [Li, 2014] afirma en su estudio la relación entre estas dos propiedades (figura 44).



*Figura 44: Representación gráfica del módulo de elasticidad frente a densidad relativa*

### 6.2.2 Resistencia a flexión

La primera parte del estudio de flexión se centró en las probetas en verde de modo que se ensayaron para conocer la influencia de los elementos aleantes en cada uno de los casos.

Tabla 24: Resultados de tensión y deformación para las probetas en verde

Muestra	Aleación	Resistencia Flexión (N/mm <sup>2</sup> )	Máxima Deformación (%)
6	Ti-15Mo	21,083	0,114
12	Ti-15Mo-1Fe	23,633	0,132
18	Ti-15Mo-3Fe	22,613	0,144
24	Ti-15Mo-1Cr	20,702	0,148
30	Ti-15Mo-3Cr	20,022	0,147

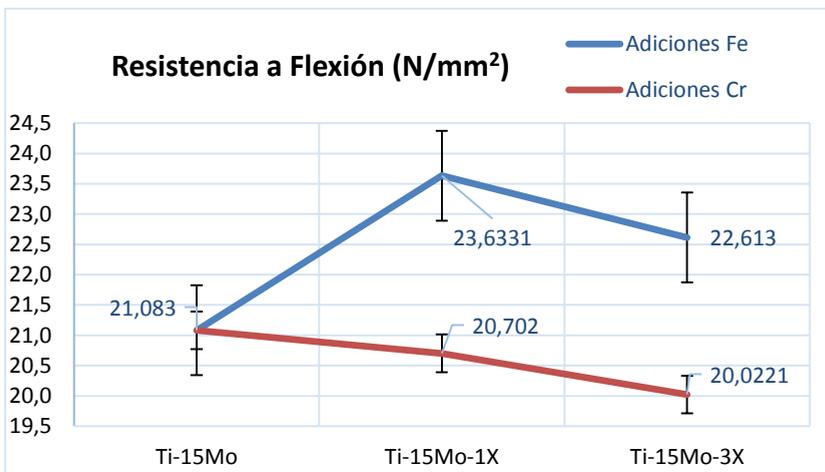
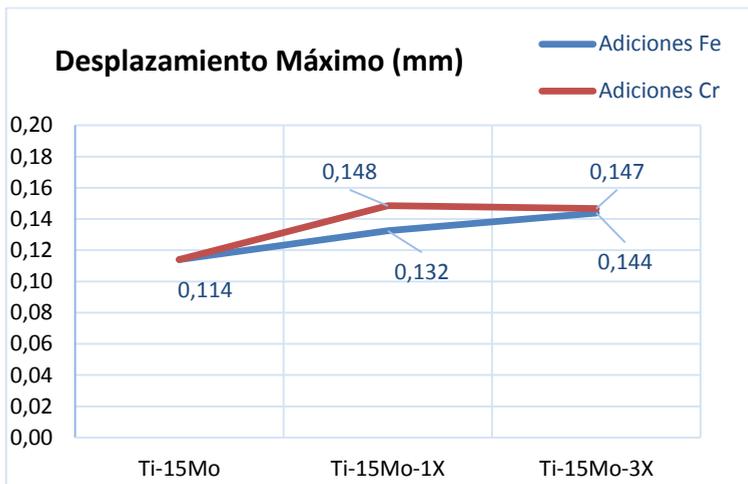


Figura 45: Representación gráfica de la evolución de la tensión con las adiciones de Fe y Cr en las probetas en verde

En la representación gráfica se observan las diferencias en los resultados para cada una de las adiciones. Para el caso de las aleaciones con Fe, la tensión aumenta considerablemente en el caso de contenidos de 1% en peso y disminuye para contenidos de 3%. Por el contrario, en las adiciones de Cr, en los dos casos las adiciones suponen una disminución de la tensión.

En cuanto a la máxima deformación, los resultados son dispares puesto que si bien si se aprecia mayor deformación en las aleaciones de 1% hierro frente a las de 1% cromo, la tendencia es opuesta puesto que en el caso de 3% hierro se observa como la deformación continua aumentando sin embargo para 3% cromo disminuye por debajo incluso del valor de la aleación con hierro.



*Figura 46: Representación gráfica de la evolución del desplazamiento con las adiciones de Fe y Cr en las probetas en verde*

Tras los resultados obtenidos con las probetas en verde, se exponen los resultados obtenidos con las probetas sinterizadas. Se ha trabajado con los resultados de máxima tensión y máximo desplazamiento puesto que son los parámetros que más tarde se han utilizado para trazar las curvas tensión-desplazamiento.

*Tabla 25: Resultados de tensión máxima y desplazamiento para las probetas sinterizadas.*

<b>Muestra</b>	<b>Aleación</b>	<b>Resistencia flexión (N/mm<sup>2</sup>)</b>	<b>Máximo desplazamiento (mm)</b>
1	Ti15Mo	1652	0,65
2		1450	0,71
3		1361	0,68
4		1583	1,21
5		1610	0,74
7	Ti15Mo1Fe	1186	0,64
8		1063	0,58
9		1344	0,65
10		1180	0,60
11		1202	0,62
13	Ti15Mo3Fe	695	0,46
14		819	0,47
15		826	0,49
16		675	0,44
17		722	0,42
19	Ti15Mo1Cr	1148	0,48
20		1355	0,63
21		1167	0,59
22		1668	0,73
23		1301	0,64
25	Ti15Mo3Cr	1448	0,64
26		1176	0,61
27		1316	0,62
28		1355	0,67
29		1110	0,61

Con tal de simplificar los resultados se han sacado los valores promedios y las desviaciones típicas. A continuación se ha representado gráficamente cada una de las magnitudes para los tres escenarios.

Tabla 26: Resultados de resistencia a flexión y desplazamiento promedio y desviaciones típicas

Aleación	Promedio Resistencia Flexión (N/mm <sup>2</sup> )	Desv. Típica	Promedio Desplazamiento (%)	Desv. Típica
Ti-15Mo	1531,24	121,71	0,80	0,23
Ti-15Mo-1X	1194,92	99,90	0,62	0,03
Ti-15Mo-3X	747,51	70,49	0,46	0,03
Ti-15Mo-1X	1327,78	209,41	0,61	0,09
Ti-15Mo-3X	1280,93	136,80	0,63	0,03

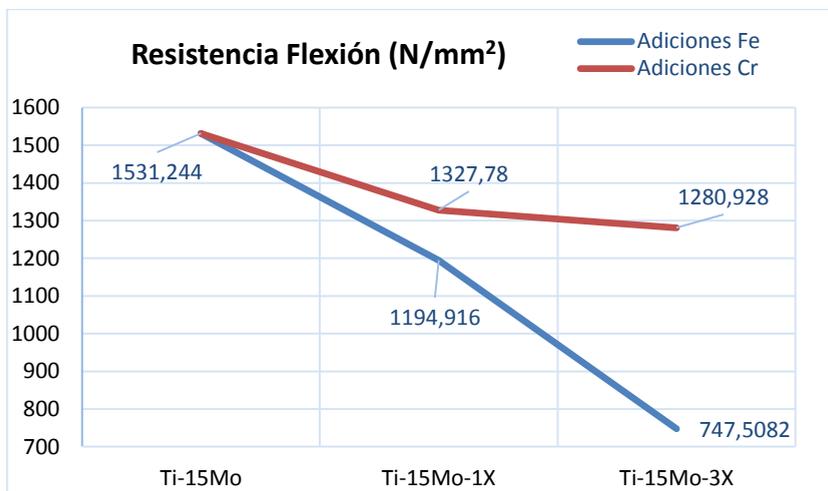


Figura 47: Representación gráfica de la resistencia a flexión de las probetas sinterizadas.

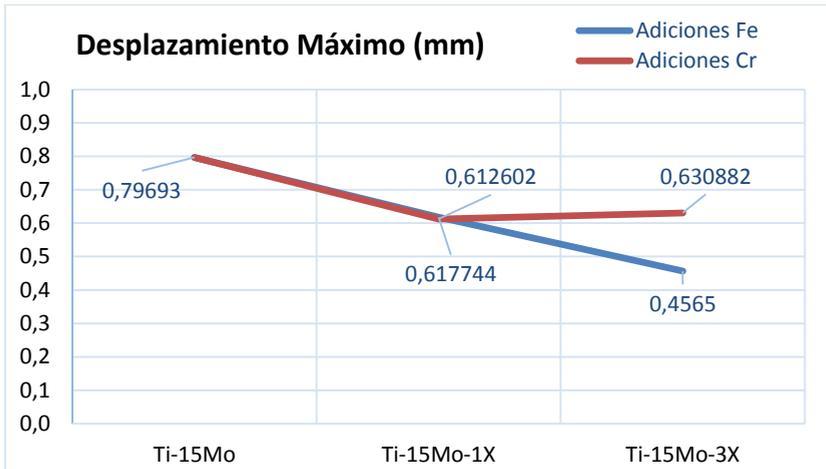


Figura 48: Representación gráfica del Desplazamiento máximo de las probetas sinterizadas.

De la representación de la tensión máxima se extrae como en términos globales, puesto que se ha representado con los valores promedio para cada aleación, la tensión en las aleaciones ternarias es inferior a la tensión máxima que alcanza la aleación base Ti-15Mo. Sin embargo, la respuesta no es la misma en las dos aleaciones ternarias. En las aleaciones de cromo con contenido de 1% en peso, se experimenta una disminución de unos 200 N/mm<sup>2</sup> respecto a la aleación base y tan solo disminuye en 50 N/mm<sup>2</sup> más para las de 3% en peso. Mientras que las aleaciones de hierro muestran un comportamiento que representa casi una tendencia lineal entre sus dos aleaciones ternarias con 400 N/mm<sup>2</sup> menos con cada aumento en el contenido de hierro de la adición.

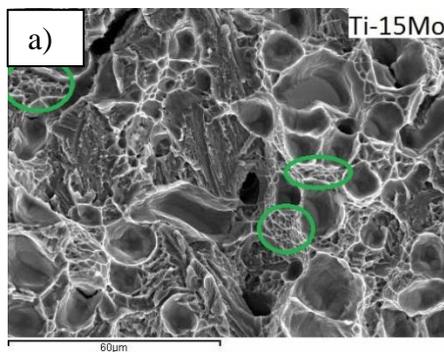
Por otra parte, en el caso del máximo desplazamiento, ambas aleaciones ternarias sufren una disminución en igual medida para las de contenido de

1% de material aleante, manteniéndose constante en el caso de adiciones de 3% de cromo y siguiendo una tendencia lineal decreciente en las de 3% de hierro.

Para continuar el estudio de la influencia de elementos aleantes, se decidió seleccionar una de las probetas de cada grupo de aleación a modo representativo. El criterio seleccionado fue escoger aquella probeta cuya fuerza máxima alcanzada tuviera la menor diferencia con la fuerza máxima promedio de su grupo. Siguiendo esta directriz, las probetas elegidas fueron: probeta 4, probeta 7, probeta 17, probeta 23 y probeta 27.

Antes de continuar con el cálculo de los parámetros a flexión, se procedió a la preparación metalográfica de las probetas elegidas para la observación de la fractura mediante microscopía electrónica de barrido y poder así determinar la naturaleza elástica de la misma (véase figura 49).

Se tomaron imágenes a distintos aumentos, siendo el más aclaratorio de ellos el de 1000x.



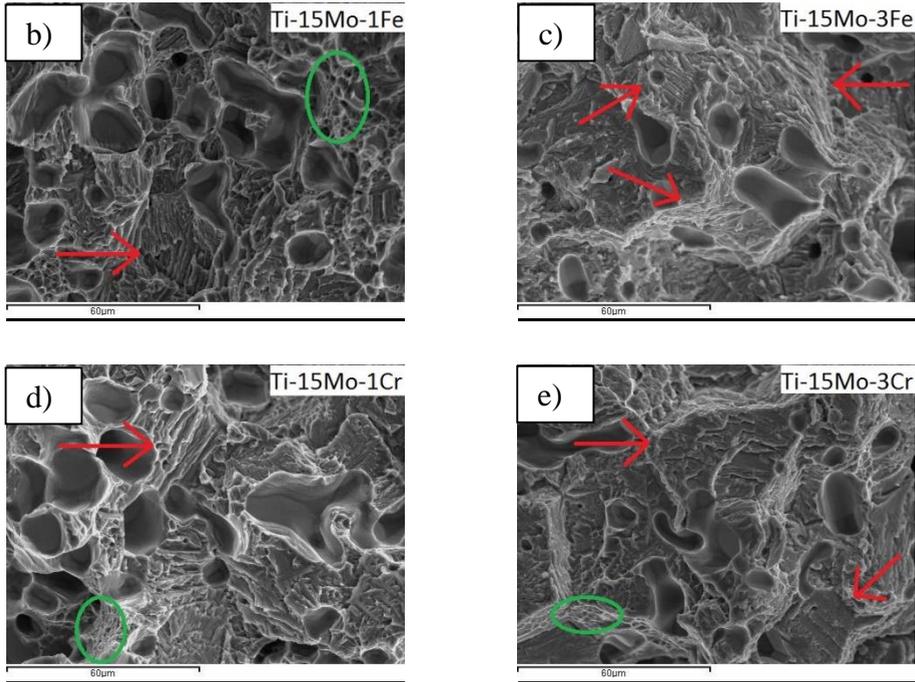


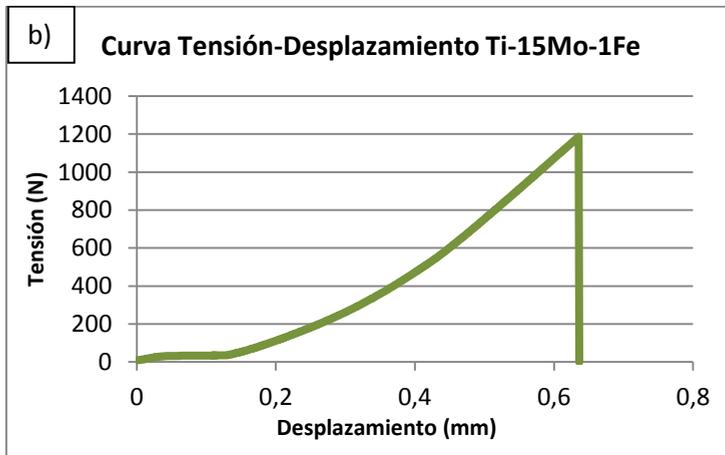
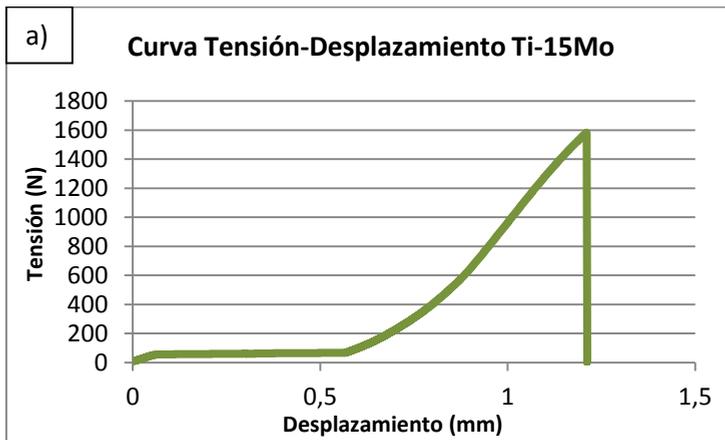
Figura 49: Imágenes en 1000x de las fracturas de las distintas aleaciones (a) Ti-15Mo, (b) Ti-15Mo-1Fe, (c) Ti-15Mo-3Fe, (d) Ti-15Mo-1Cr y (e) Ti-15Mo-3Cr

De forma general, las formas cavernosas son características de la fractura dúctil, mientras que los planos que forman escalones son propios de la fractura frágil. En las capturas se han marcado con flechas rojas las zonas donde se aprecia una mayor incidencia de fragilidad mientras que aparecen marcados círculos verdes en las áreas propias de ductilidad.

La aleación base Ti-15Mo, es a priori la que mayor ductilidad presenta con abundancia de zonas que así lo demuestran por sus formas cavernosas. Sin embargo, en las aleaciones ternarias con cantidades de elemento betágeno de 1% comienzan a aparecer las zonas frágiles de manera similar en ambos casos. Es para las aleaciones de 3% para las que se aprecia una mayor

diferencia. Por las imágenes, se aprecia un incremento considerable de la fragilidad para la aleación Ti-15Mo-3Fe con abundancia de planos, superior a los que se aprecian en la aleación Ti-15Mo-3Cr.

Continuando con la obtención de los parámetros a flexión, en primer lugar se ha representado la curva tensión-desplazamiento para las probetas elegidas.



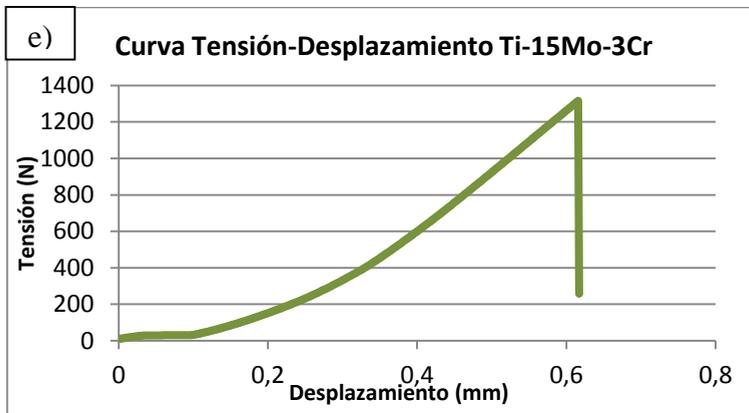
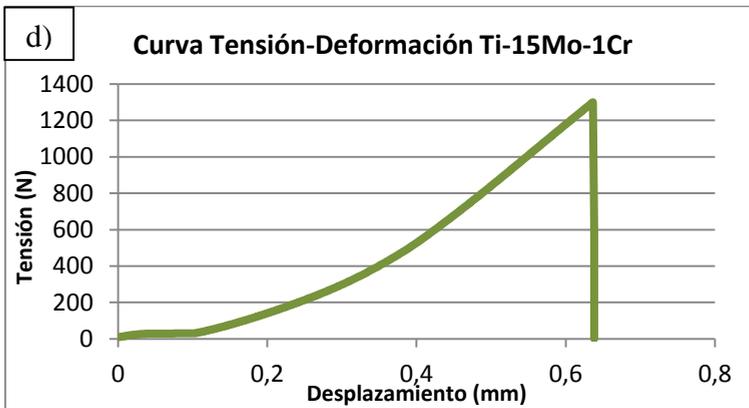
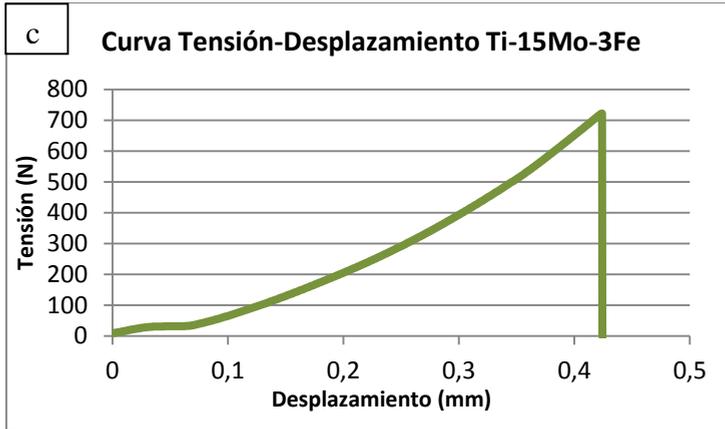


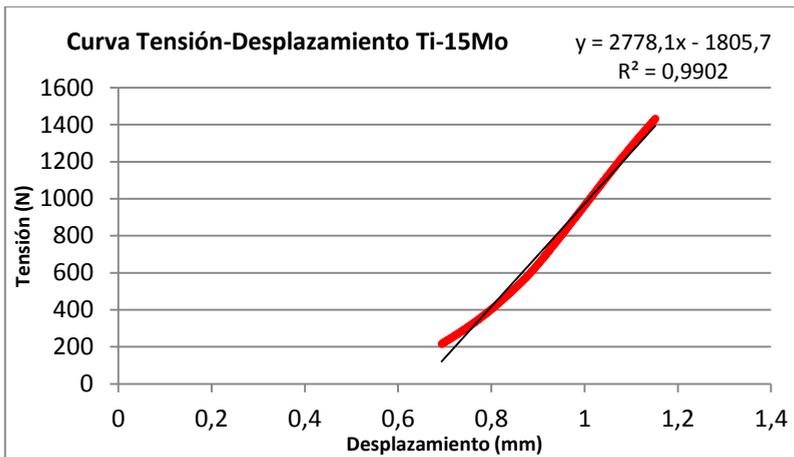
Figura 50: Curvas tensión-desplazamiento de las probetas elegidas de las muestras de (a) Ti-15Mo, (b) Ti-15Mo-1Fe, (c) Ti-15Mo-3Fe, (d) Ti-15Mo-1Cr y (e) Ti-15Mo-3Cr.

A modo de resumen la tabla 27 recoge los valores necesarios para el cálculo de los parámetros a flexión para las probetas elegidas.

*Tabla 27: Valores necesarios para el cálculo de los parámetros de flexión.*

<b>Aleación</b>	<b>Resist. a Flexión (N/mm<sup>2</sup>)</b>	<b>Desplazamiento (mm)</b>	<b>L (mm)</b>	<b>b (mm)</b>	<b>a (mm)</b>
Ti15Mo	1583,357	1,21	22	11,410	5,716
Ti15Mo1Fe	1185,765	0,64	22	11,480	5,699
Ti15Mo3Fe	722,453	0,42	22	11,530	5,643
Ti15Mo1Cr	1300,728	0,64	22	11,470	5,688
Ti15Mo3Cr	1315,786	0,62	22	11,450	5,646

El cálculo de la pendiente se ha realizado mediante el ajuste de la curva tensión-desplazamiento. Ha sido necesario hacer un filtrado previo de los datos, de manera que se han eliminado los primeros valores donde apenas existía incremento de la tensión. Una vez aislada la recta de crecimiento de la tensión, se ha agregado una línea de tendencia lineal con ecuación  $y=ax+b$ , adoptando el valor  $a$  como pendiente de la curva tensión-desplazamiento (véase figura 51)



*Figura 51: Ejemplo de ajuste de la pendiente en la curva tensión-desplazamiento para la aleación Ti-15Mo*

Tras realizar el ajuste para el resto de curvas, la tabla 28 recoge los resultados de pendiente obtenidos.

*Tabla 28: Valores de pendiente de la curva tensión-deformación de las aleaciones*

Aleación	Pendiente curva tensión-desplazamiento (N/mm)
Ti-15Mo	2778,1
Ti-15Mo-1Fe	2451,5
Ti-15Mo-3Fe	2066,4
Ti-15Mo-1Cr	2557,7
Ti-15Mo-3Cr	2777,9

Una vez listos todos los datos y siguiendo las ecuaciones indicadas en el capítulo de Planificación, se obtiene la deformación máxima ( $\epsilon$ ) y el Modulo de Flexión ( $\alpha$ ).

Tabla 29: Deformación Máxima y Módulo de flexión de las probetas resultado del ensayo de flexión

Aleación	Deformación Máxima (%)	Módulo de Flexión (N/mm <sup>2</sup> )
Ti-15Mo	5,647	3470,513
Ti-15Mo-1Fe	4,364	3071,158
Ti-15Mo-3Fe	3,193	2654,991
Ti-15Mo-1Cr	4,320	3225,637
Ti-15Mo-3Cr	4,416	3588,364

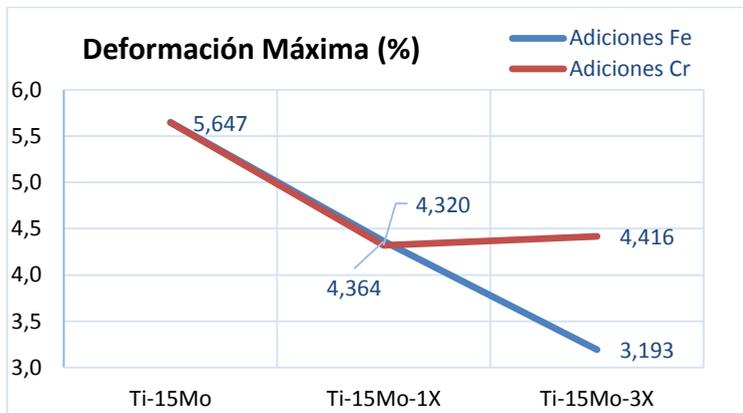


Figura 52: Representación gráfica de la deformación máxima

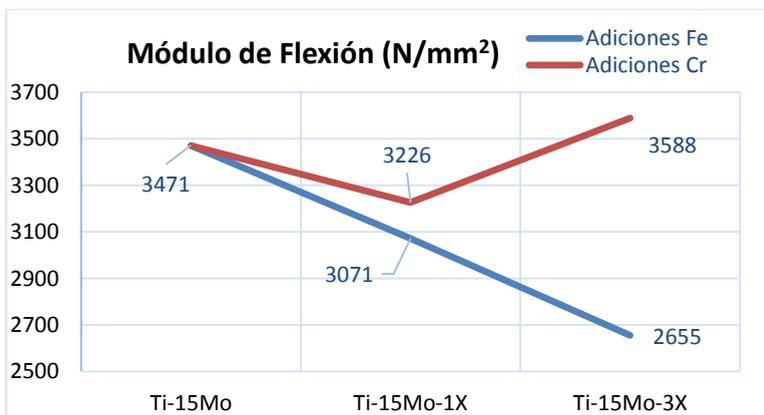


Figura 53: Representación gráfica del Módulo de Flexión

6.2.3 Dureza

Para obtener resultados concluyentes acerca del ensayo de dureza, se realizaron 6 mediciones de la misma, 3 en cada una de las partes en que rompió cada probeta en el ensayo de flexión.

*Tabla 30: Resultado del ensayo de dureza Rockwell C 15N*

Muestra	Aleación	1	2	3	4	5	6
1	Ti15Mo	84,7	85,3	84,2	83,1	85,8	86,1
2		82,1	81,8	79,4	79,9	78,6	76,4
3		81	84,3	85,1	84,1	87	86,5
4		76,1	78,2	79,1	83,3	83	82,8
5		80,9	80	80,8	79,2	78	77,8
7	Ti15Mo1Fe	82,2	82,3	78,2	81,1	80,9	79,6
8		79,2	81	80,8	82,4	83	84,3
9		80,9	79,5	80	79,4	81,8	80
10		79,1	77,2	77,9	78	77,5	77,7
11		82	79	80,1	77,3	78,9	79,1
13	Ti15Mo3Fe	76,1	74,1	76	75,8	74	76
14		80	79,6	79,5	82	78,8	77,2
15		80	81,1	77,2	78,8	77,6	80,1
16		81,5	80	82,9	77,9	77,8	80,1
17		81,9	80,5	79,3	83,9	82,5	78,8
19	Ti15Mo1Cr	81,8	82,1	80,1	85,5	85	81,7
20		84	86,9	83,3	81,8	83	82,9
21		81,5	82,5	82,1	84,9	81	82
22		78,2	79,8	79,3	82,2	81,9	80,5
23		82,7	84,9	82,9	84,1	86	83,7
25	Ti15Mo3Cr	82,7	81,9	78,1	81,8	82	82,5
26		80	82,1	84,2	84,1	83,2	83,4
27		84	82,8	82,8	84	83,3	84
28		80,9	80	77	81,8	82	79,9
29		80,3	80	80,9	83,1	84	82,5

Una vez realizadas las mediciones, se han sacado los promedios y desviaciones típicas, además de convertir los resultados a unidades Vickers.

*Tabla 31: Promedio de las durezas, desviaciones típicas y conversión a unidades Vickers*

Muestra	Aleación	Promedio	Desv. Típica	Promedio	Desv. Típica	Dureza Vickers
1	Ti15Mo	84,9	1,1	81,8	3,1	420
2		79,7	2,1			
3		84,7	2,1			
4		80,4	3,0			
5		79,5	1,4			
7	Ti15Mo1Fe	80,7	1,6	80,0	1,8	384
8		81,8	1,8			
9		80,3	0,9			
10		77,9	0,7			
11		79,4	1,6			
13	Ti15Mo3Fe	75,3	1,0	79,0	2,5	367
14		79,5	1,6			
15		79,1	1,5			
16		80,0	2,0			
17		81,2	2,0			
19	Ti15Mo1Cr	82,7	2,1	82,6	2,0	436
20		83,7	1,7			
21		82,3	1,4			
22		80,3	1,5			
23		84,1	1,2			
25	Ti15Mo3Cr	81,5	1,7	82,0	1,8	424
26		82,8	1,6			
27		83,5	0,6			
28		80,3	1,8			
29		81,8	1,6			

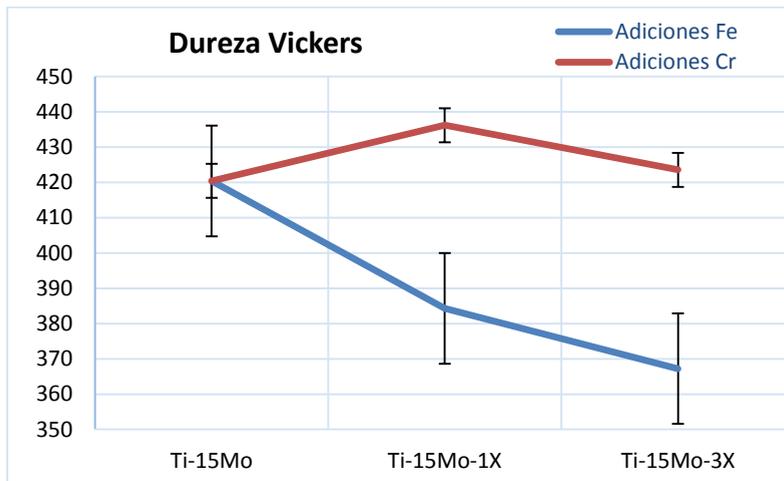


Figura 54: Representación gráfica de los resultados de dureza

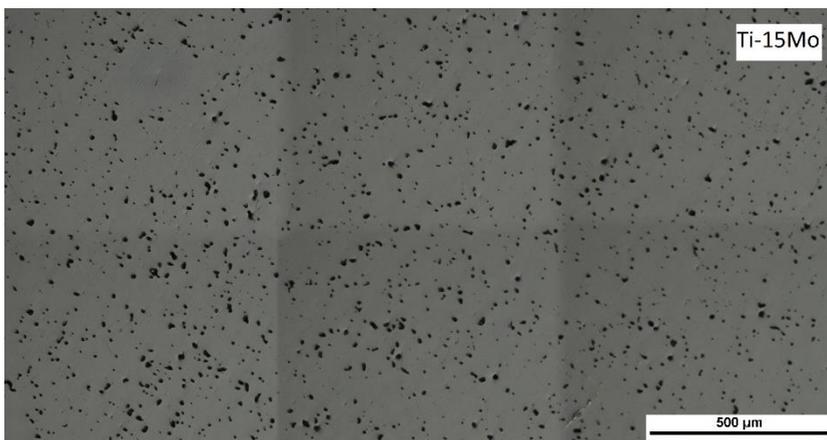
Se observa como para las aleaciones de cromo en cantidades de 1% el valor de la dureza aumenta, disminuyendo hasta casi valores de la aleación base Ti-15Mo para cantidades de 3%. No ocurre lo mismo para las aleaciones de hierro donde en ambos casos la dureza disminuye siguiendo una tendencia casi lineal.

### 6.3 Influencia de los elementos aleantes en las características microestructurales

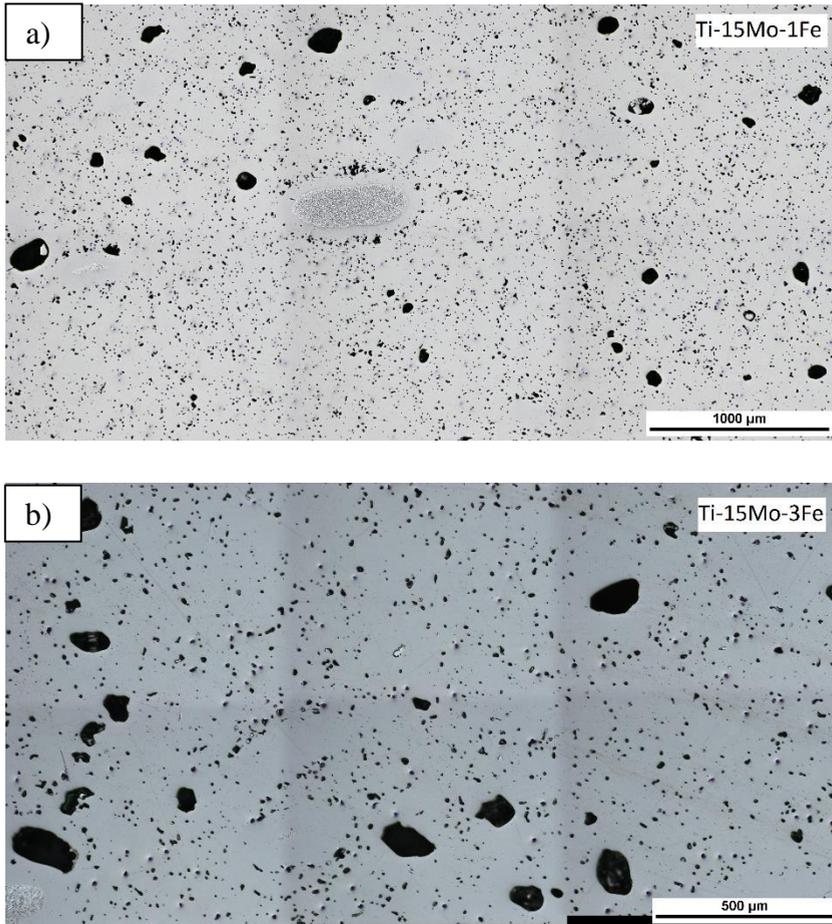
Tras la realización de la preparación metalográfica, el primero de los pasos fue el trabajo con microscopía óptica, lo cual arrojó los primeros resultados en cuanto a homogeneidad de las aleaciones.

### 6.3.1 Microscopía Óptica

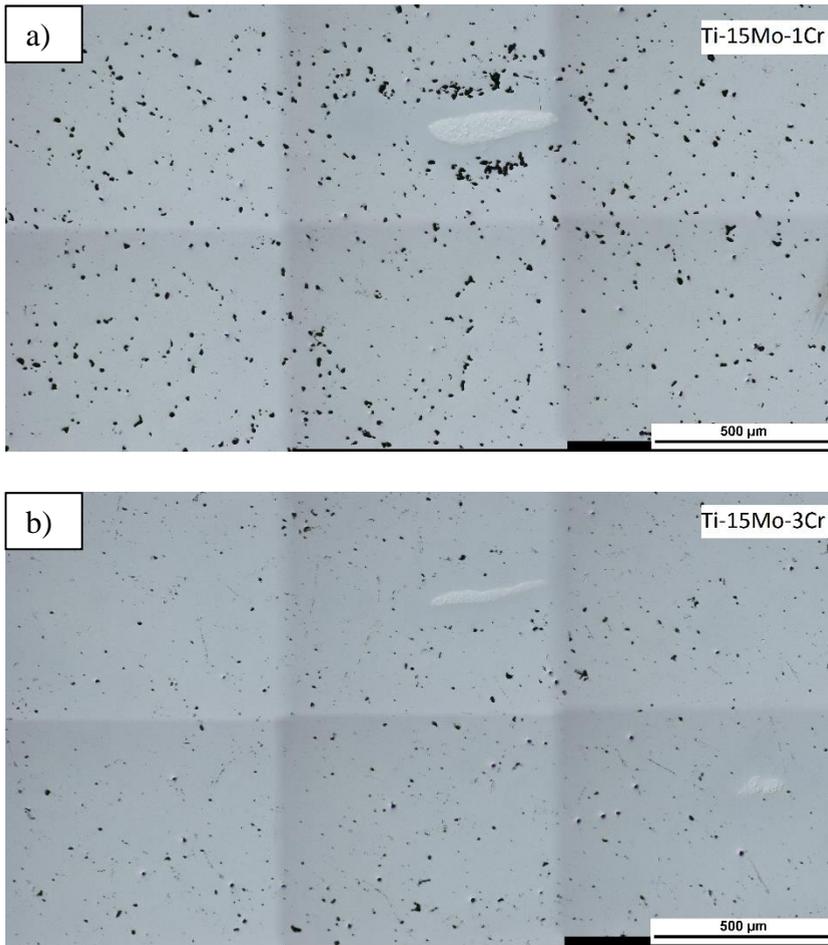
El trabajo con Microscopía Óptica permite la observación de un amplio campo que puede utilizarse para apreciar a grandes rasgos la homogeneidad que muestra una aleación. En este caso, se tomaron imágenes a 50x pero además se realizaron unos montajes fotográficos basados en la captura de 6 imágenes a 100x consecutivas que forman un área de observación. Esta representación facilita la tarea de elaboración de conclusiones acerca de la homogeneidad pero también permite el estudio de la porosidad de la muestra.



*Figura 55: Montaje fotográfico a 100x de la aleación Ti-15Mo realizado por microscopía óptica*



*Figura 56: Montajes fotográficos a 100x de las aleaciones (a) Ti-15Mo-1Fe y (b) Ti-15Mo-3Fe, realizados por microscopía óptica*



*Figura 57: Montajes fotográficos a 100x de las aleaciones (a) Ti-15Mo-1Cr y (b) Ti-15Mo-3Cr, realizados por microscopía óptica*

De la observación de las anteriores imágenes se extrae que la aleación base Ti-15Mo es en principio la más homogénea de todas las muestras. En el caso de las aleaciones con adiciones de hierro, aparece una macroporosidad importante en el caso de 1% que se acentúa notablemente en cantidades de 3%. También se aprecian partículas de molibdeno no disueltas que al igual que la porosidad, van en aumento con

la cantidad de hierro añadido. Para el caso de las aleaciones con cromo, no se aprecian áreas de macroporosidad pero si se observa microporosidad especialmente acusada alrededor de partículas de molibdeno sin disolver en el caso de la muestra 1%. Sin embargo, la homogeneidad mejora para cantidades de 3% de cromo, donde la microporosidad disminuye notablemente.

Con tal de confirmar los resultados que se observan en las imágenes de microscopía óptica acerca de la homogeneidad, se realizó un estudio mediante análisis de imagen. Este estudio, trata de determinar las diferentes tonalidades que se aprecian en la imagen y en base a ello establecer la porosidad de la muestra.

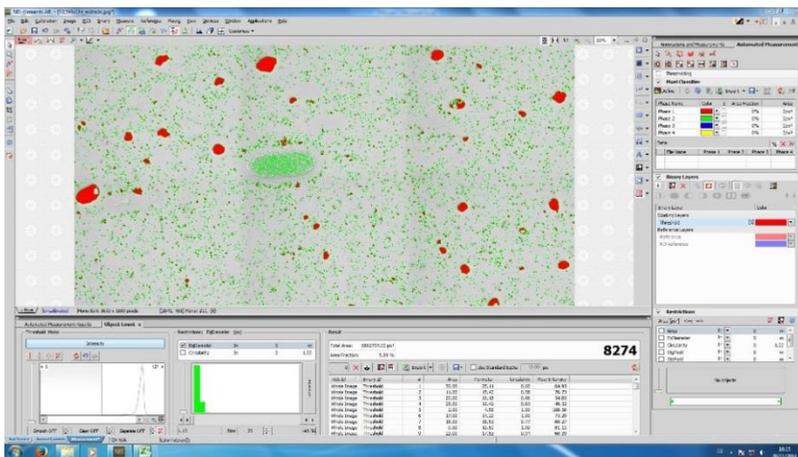


Figura 58: Ejemplo del estudio de análisis de imagen para el montaje fotográfico en la muestra de Ti-15Mo-1Fe

Se estudiaron tanto las capturas de una sola imagen como los montajes de 6 imágenes, con el fin de comparar los valores.

Tabla 32: Resultados de porosidad según análisis de imagen

Aleación	Porosidad Imagen (%)	Porosidad Montaje (%)
Ti-15Mo	5,02	5,00
Ti-15Mo-1Fe	6,86	5,89
Ti-15Mo-3Fe	7,03	6,12
Ti-15Mo-1Cr	2,97	3,20
Ti-15Mo-3Cr	1,80	1,41

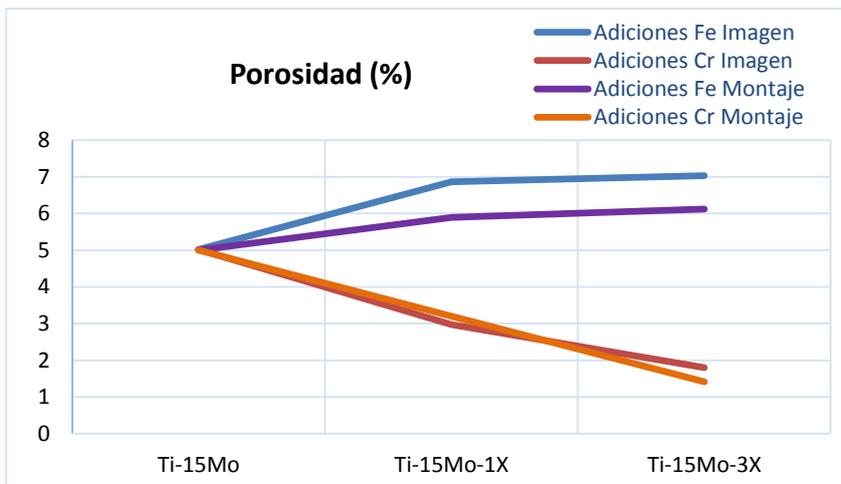


Figura 59: Representación gráfica de los resultados de porosidad según análisis de imagen

En la representación gráfica se observan tendencias parecidas en las aleaciones de hierro y cromo en las porosidades tomadas en las imágenes individuales como en los montajes, sin embargo es mucho más ajustada en el caso de las aleaciones de cromo. Se puede concluir que la porosidad disminuye notablemente con las adiciones de cromo siguiendo una tendencia lineal y alcanzando valores aproximados de 1.5% en las

aleaciones con contenido de 3%, lo cual supone un 60% de reducción de la porosidad con la adición de cromo.

Por el contrario, las adiciones de hierro aumentan claramente la porosidad en casi igual medida para cantidades de 1% en peso de hierro y de 3%. Supone un aumento de la porosidad del 30%.

### 6.3.2 Microscopía Electrónica de Barrido

Comenzando por la aleación base Ti-15Mo, se tomó una imagen en 250x y se evaluó mediante un estudio de espectro la composición química de la muestra, confirmando así que el trabajo de obtención de la aleación se realizó de forma correcta.

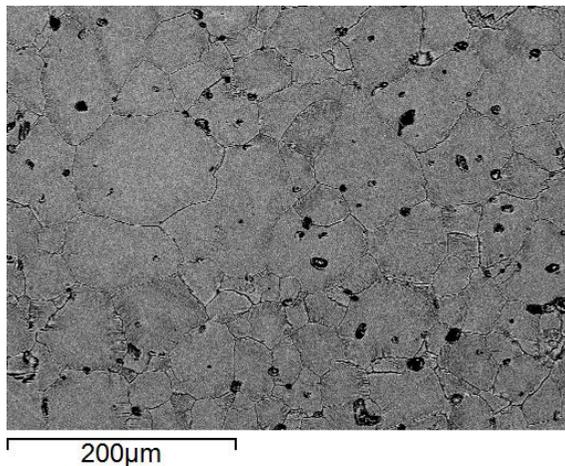


Figura 60: Imágenes en 250x de la muestra Ti-15Mo

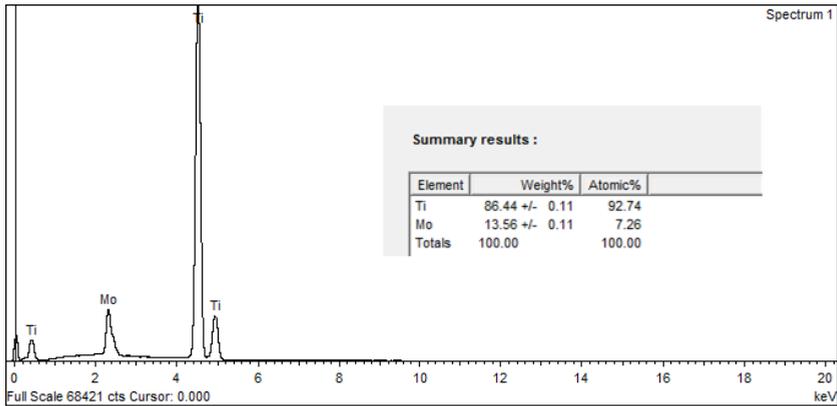


Figura 61: Estudio de espectro de la muestra Ti-15Mo

Se tomó otra imagen en otro punto de la muestra para realizar un segundo estudio, que permitió confirmar la validez del primero, aportando resultados similares.

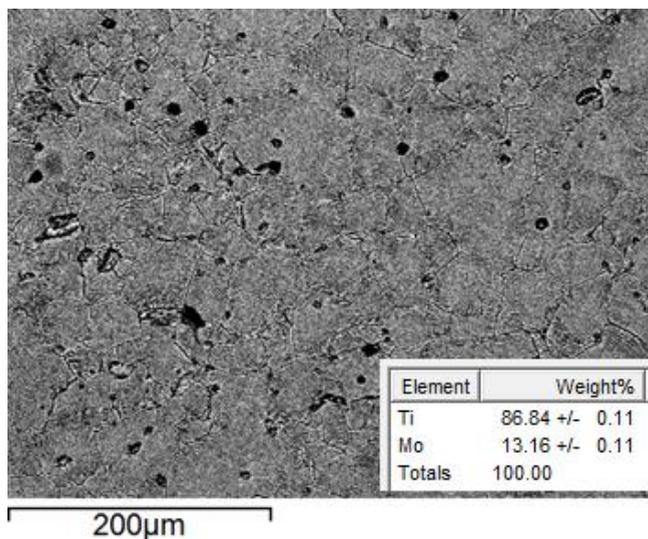


Figura 62: Composición química de la muestra Ti-15Mo en 250x

Ampliando más la observación hasta alcanzar los 1000x, es fácil distinguir el aspecto del borde de grano. Puede observarse a la perfección el borde de grano con presencia de ciertas agujas en el mismo, indicativo de presencia de fase alfa.

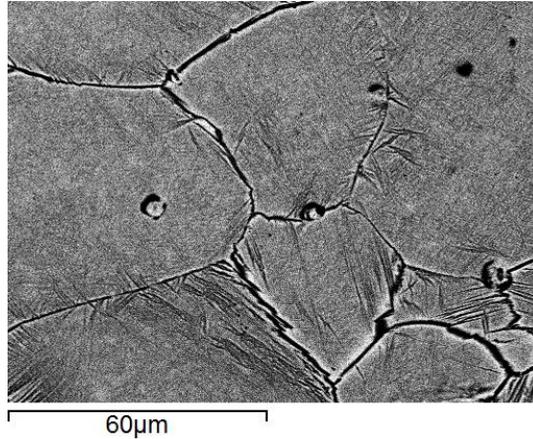


Figura 63: Imagen de la muestra Ti-15Mo en 1000x

Para confirmar la variación de titanio o molibdeno en los bordes, se realizó un análisis de línea.

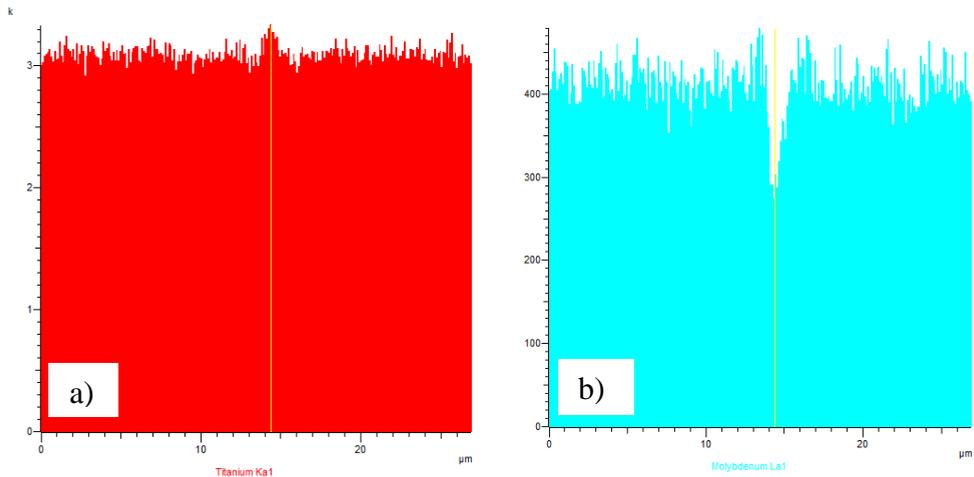
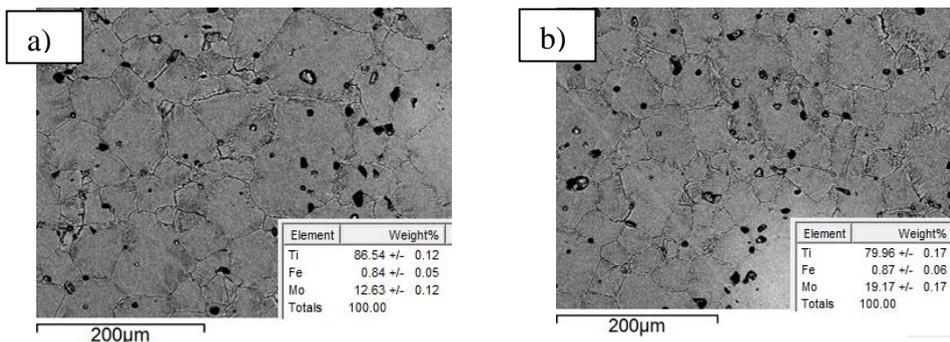


Figura 64: Análisis en línea de la muestra Ti-15Mo que muestra la cantidad de (a) titanio y (b) molibdeno en la línea

Mediante este análisis, se confirma que en el borde de grano hay una disminución del contenido de molibdeno, pero además también puede apreciarse un ligero aumento del molibdeno en las zonas previas al borde de grano.

Para la siguiente de las aleaciones a estudiar, Ti-15Mo-1Fe también se comenzó con un análisis de la composición química en dos puntos. Para el primero de ellos se seleccionó un área aparentemente homogénea que confirmó la correcta composición de la aleación. Sin embargo, para el segundo análisis se seleccionó una zona brillante que el estudio confirmó que se trataba de un área con acumulación de molibdeno poniendo de manifiesto problemas de difusión o solubilidad durante el proceso.



*Figura 65: Composición química de la muestra Ti-15Mo-1Fe en 250x para (a) punto uno y (b) punto dos*

Al igual en el caso anterior, se realizó un análisis en línea para estudiar el borde de grano.

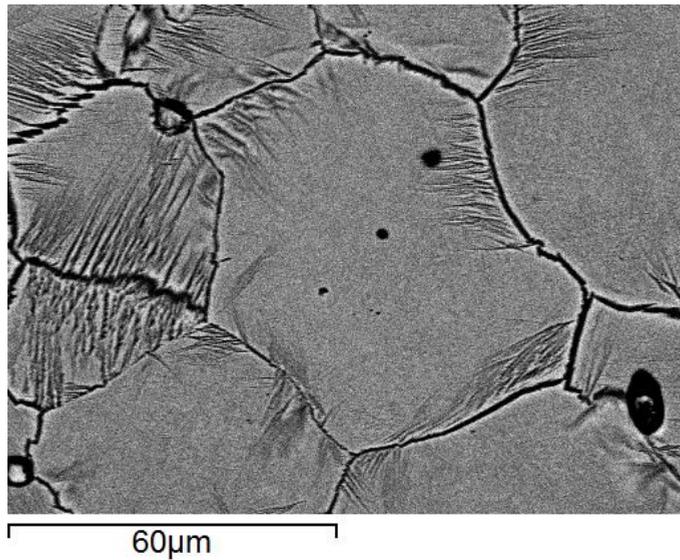


Figura 66: Imagen de la muestra Ti-15Mo-1Fe en 1000x

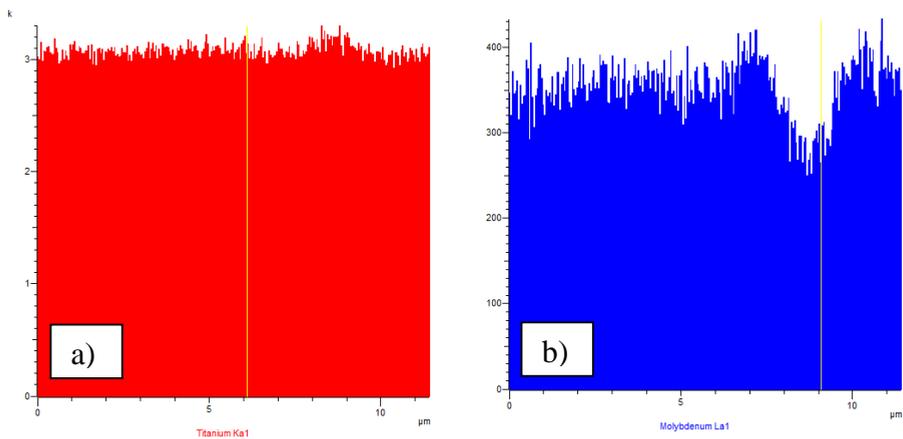
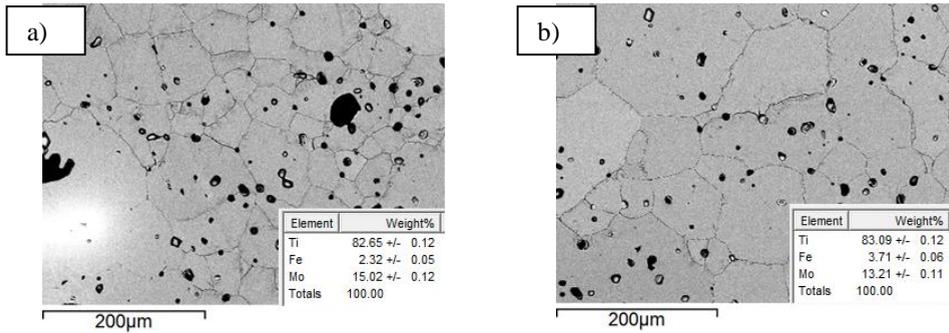


Figura 67: Análisis en línea de la muestra Ti-15Mo-1Fe que muestra la cantidad de (a) titanio y (b) molibdeno en la línea

De nuevo, se observa una disminución de la cantidad de molibdeno siendo esta vez más acusada. La diferencia es que en las zonas cercanas al borde de grano, en ese caso se aprecia también una disminución del molibdeno,

que se puede asociar a la formación de agujas características de la fase alfa.

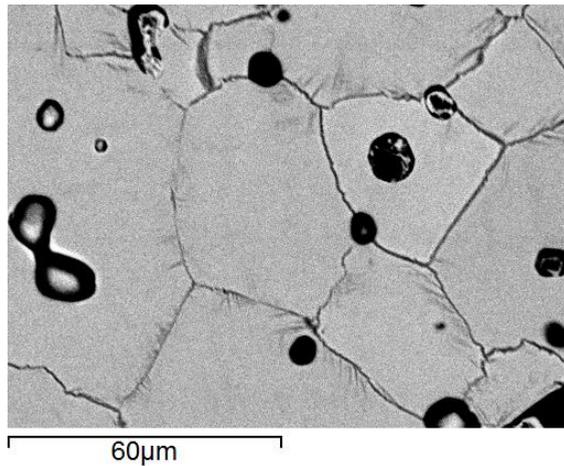
Se siguió con el estudio de la aleación Ti-15Mo-3Fe. En primer lugar, tal y como se ha realizado en las muestras previas, se estudió la composición química en dos puntos diferentes.



*Figura 68: Composición química de la muestra Ti-15Mo-3Fe en 250x para (a) punto uno y (b) punto dos*

Como ya ocurrió para la muestra Ti-15Mo-1Fe, en la primera de las imágenes se observa una zona brillante donde existe una acumulación de molibdeno tal y como aseguran los resultados. La segunda de las imágenes muestra una composición en peso más cercana a la esperada. Cabe destacar la diferencia que se aprecia en cuanto a homogeneidad, apreciándose en la imagen de la izquierda macroporos y microporos generalizados a la vez que se observa un tamaño de grano bastante menor que en la imagen de la derecha donde a pesar de que también se ve microporos aparentemente tienen todas unas dimensiones parecidas.

Al ampliar la imagen se ve claramente la forma del borde de grano, muy diferente al de la aleación anterior. A mayor cantidad de elemento betágeno, en este caso hierro, se consigue mayor presencia de fase beta y por ello ya no se aprecia la formación de agujas con crecimiento perpendicular al borde de grano.



*Figura 69: Imagen de la muestra Ti-15Mo-3Fe en 1000x*

Cambiando de elemento betágeno, esta vez con el cromo, se estudió la composición química de la aleación Ti-15Mo-1Cr.

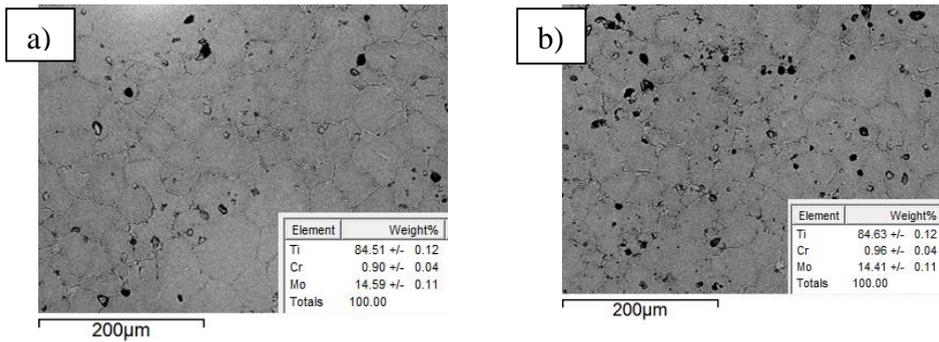
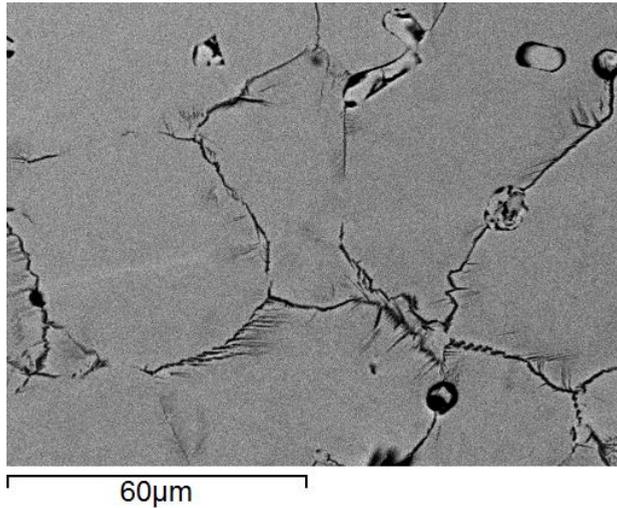


Figura 70: Composición química de la muestra Ti-15Mo-1Cr en 250x para (a) punto uno y (b) punto dos

Nuevamente se tomaron imágenes en dos puntos diferentes y en este caso los resultados de composición son muy similares. No obstante, en la parte superior de la imagen de la izquierda aparece un área brillante que a priori podría identificarse como acumulación de molibdeno evidenciando problemas de difusión o solubilidad.

Ambas imágenes muestran una homogeneidad parecida con una red de microporosidad a lo largo de toda la muestra.



*Figura 71: Imagen de la muestra Ti-15Mo-1Cr en 1000x*

Ampliando la imagen a 1000x se observa la forma del borde de grano. En comparación con la imagen tomada para la aleación Ti-15Mo-1Fe, en este caso la formación de agujas en borde de grano es mucho menor, lo cual implica una menor cantidad de fase alfa presente.

Finalmente, queda tan solo el estudio de la aleación Ti-15Mo-3Cr. Se comenzó por el análisis química en dos puntos. Vuelven a aparecer zonas de acumulación de molibdeno, como se aprecia en la parte superior de la imagen de la derecha, de ahí que la composición química en esos puntos sea ligeramente superior a las mediciones en otro punto. En cuanto a porosidad y tamaño de grano, ambas imagen muestran elevada similitud.

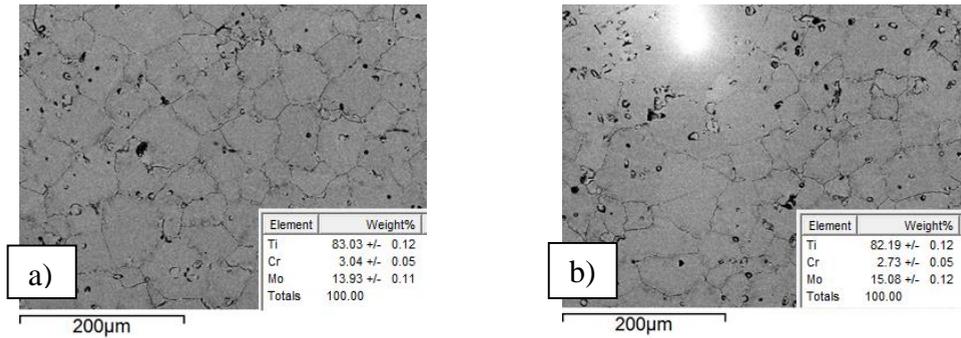


Figura 72: Composición química de la muestra Ti-15Mo-3Cr en 250x para (a) punto uno y (b) punto dos

De la observación de la imagen de la muestra en 1000x, se extrae una presencia mayoritaria de fase beta y un tamaño de grano de dimensiones parecidas a la aleación Ti-15Mo-1Cr.

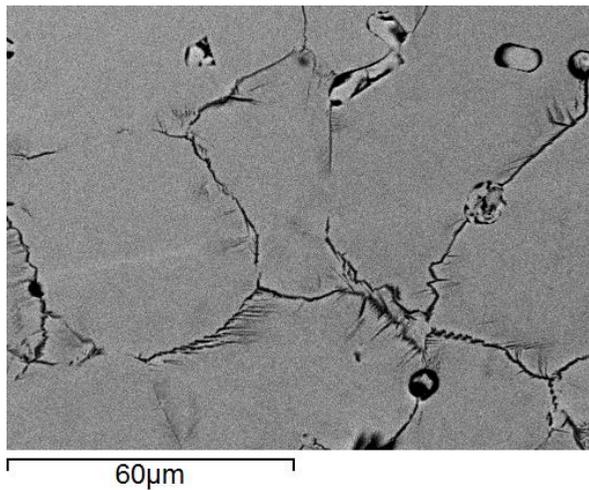


Figura 73: Imagen de la muestra Ti-15Mo-3Cr en 1000x

La siguiente de las tareas fue el estudio del tamaño de grano de las distintas aleaciones. Tal y como se ha descrito en anteriores capítulos, se

trata de obtener el tamaño de grano equivalente conociendo el área captada en la imagen y contando los granos que se observan. Se han tomado como referencia para todas las muestras las imágenes captadas por SEM a 250x. Este cálculo se ha realizado para las dos imágenes tomadas en distintos puntos de la aleación, con tal de obtener resultados más concretos.

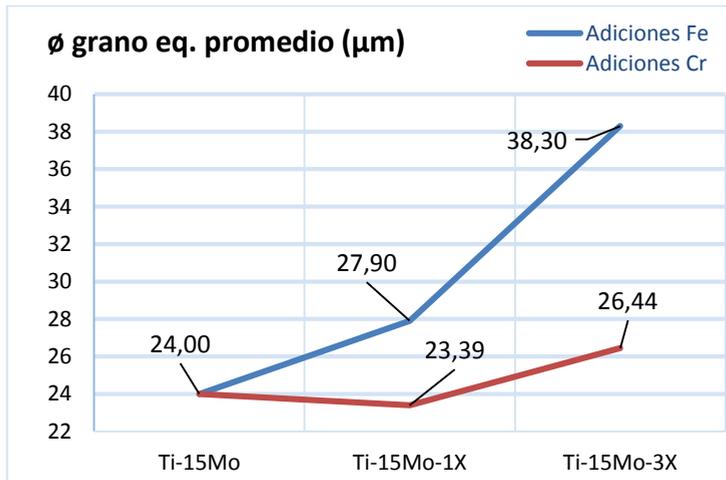
*Tabla 33: Resultados de tamaño de grano equivalente*

<b>Aleación</b>	<b>∅ grano eq. imagen 1 (μm)</b>	<b>∅ grano eq. imagen 2 (μm)</b>	<b>∅ grano eq. promedio (μm)</b>
Ti-15Mo	25,07	22,93	24,00
Ti-15Mo-1Fe	27,08	28,73	27,90
Ti-15Mo-3Fe	30,12	46,48	38,30
Ti-15Mo-1Cr	24,25	22,53	23,39
Ti-15Mo-3Cr	26,59	26,28	26,44

La influencia del tamaño de grano con la adición de diferentes elementos betágenos es bien distinta. En primer lugar, la adición de pequeñas cantidades de cromo (1%) en la aleación base implica una ligera reducción del tamaño de grano si bien la adición de mayores cantidades de cromo suponen un leve aumento, un 10% superior al de la aleación Ti-15Mo si se toma el valor promedio de las dos imágenes.

Por el contrario, la adición de hierro ya en cantidades de un 1% suponen el incremento del tamaño de grano de casi un 25% respecto al tamaño en la aleación Ti-15Mo.

Anteriormente en la tarea de evaluación de las imágenes obtenidas en SEM ya se expuso las diferencias evidentes que se observaban en cuanto a tamaño de grano. Efectivamente, al realizar este estudio, los resultados fueron muy dispares. Para comprender la magnitud de los mismos se representa gráficamente los valores obtenidos.



*Figura 74: Representación gráfica de los resultados de tamaño de grano equivalente promedio de las aleaciones*

Se observa como el tamaño de grano equivalente es todavía mayor en adiciones de 3% en peso de hierro, siguiendo una tendencia casi lineal.

Para finalizar, la última de las tareas fue el estudio de la distribución de fases en las distintas aleaciones. Al igual que el estudio de porosidad, se realizó un análisis de imagen que mediante la detección de las distintas tonalidades que se observan en la imagen, determina la cantidad de fase alfa o beta presentes en la aleación.

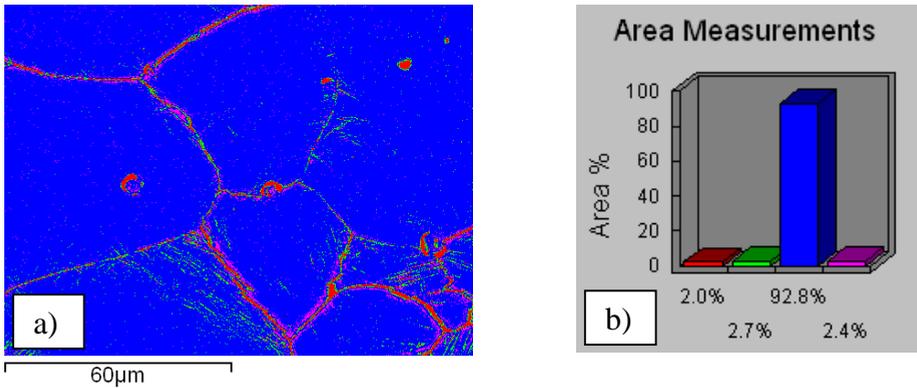


Figura 75: Ejemplo de (a) análisis de imagen para la detección de fases en la muestra Ti-15Mo y (b) evaluación de los porcentajes según las fases observadas

Además, este análisis de imagen también permite también conocer la porosidad presente en las imágenes.

Tabla 34: Resultados de distribución de fases mediante análisis de imagen

Aleación	Fase Alfa (%)	Fase Beta (%)	Porosidad (%)
Ti-15Mo	2,70	95,20	2,00
Ti-15Mo-1Fe	3,40	94,60	2,00
Ti-15Mo-3Fe	2,30	93,40	4,30
Ti-15Mo-1Cr	3,20	96,10	0,60
Ti-15Mo-3Cr	2,80	96,40	0,90

Se corrige la tabla para obtener resultados de distribución de fases más ajustados, despreciando la porosidad.

Tabla 35: Resultados de distribución de fases corregidos

Aleación	Fase Alfa (%)	Fase Beta (%)
Ti-15Mo	2,76	97,24
Ti-15Mo-1Fe	3,47	96,53
Ti-15Mo-3Fe	2,40	97,60
Ti-15Mo-1Cr	3,22	96,78
Ti-15Mo-3Cr	2,83	97,17

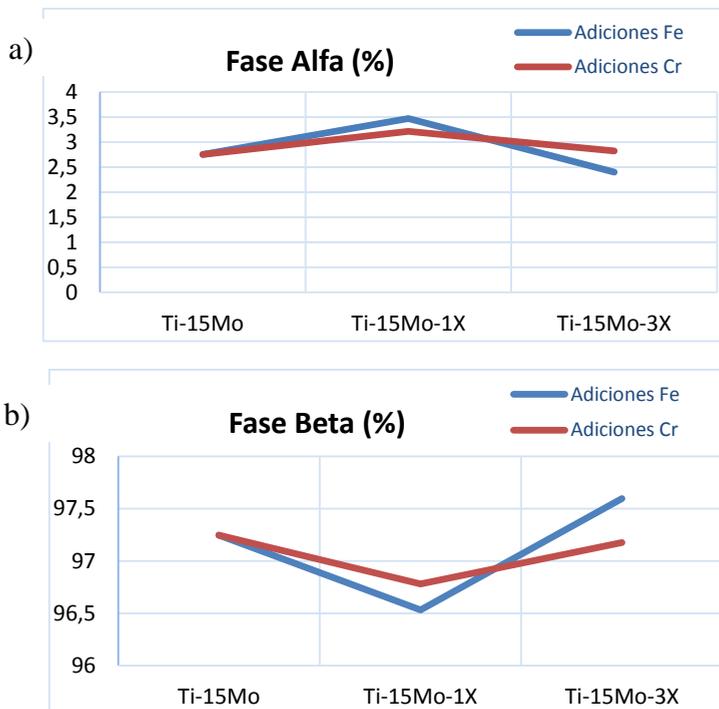


Figura 76: Representación gráfica de los resultados de distribución de fases de (a) Fase Alfa y (b) Fase Beta

Observando las representaciones gráficas sobre la presencia de las fases en las aleaciones, se aprecia que no hay cambios significativos en el

porcentaje de fases con las distintas adiciones. La conclusión respecto a la ligera reducción de la porosidad coincide con la obtenida por análisis de imagen de las capturas tomadas por microscopía óptica. Al igual que coincide con los resultados que se observan en este punto para la porosidad en las aleaciones de hierro, donde aumenta claramente respecto a la del aleación Ti-15Mo.

En cuanto a la distribución de fases, los resultados son muy diferentes para el caso de pequeñas adiciones respecto a adiciones de mayor cantidad, aunque en ambos casos la variación no resulta significativa con respecto a la aleación base. En el caso de la muestra de 1%, la fase beta disminuye y la fase alfa aumenta, manteniendo la porosidad, de modo que no se aprecia el efecto betágeno del hierro sobre la aleación. Sin embargo, para adiciones superiores (%3) se observa como la presencia de fase alfa disminuye, al igual que la presencia de fase beta. En este caso, lo que ocurre es que el valor de la porosidad aumenta considerablemente.

## 7. Discusión

Como tarea inicial, se analiza la aleación Ti-15Mo, para comprobar si tal y como se esperaba, es representativa como aleación con fase beta predominante. Las fuentes bibliográficas [Ho, 1999] apuntaban a que una vez el contenido de molibdeno supera el 9% en peso, aparece la fase beta en la estructura, siendo predominante una vez el contenido supera el 10% en peso. En efecto, la imagen tomada por SEM (figuras 55, 56 y 57) y los resultados de análisis de imagen recogidos en la tabla 35 así lo demuestran. Se observa una predominancia de la fase beta y un porcentaje de esta fase que alcanza el 97,24%. El porcentaje restante es una mezcla de otras como fase alfa y alfa prima. En la figura 77 se muestra una imagen de la aleación en 1000x donde puede verse la fase alfa formada en el borde de grano. En este punto es donde puede apreciarse la presencia de estas fases. Un análisis de línea demuestra la disminución de molibdeno que se manifiesta justo en el borde de grano pero también refleja una acumulación de molibdeno en las zonas cercanas al borde de grano (zonas que aparecen con tonalidad blanca), evidenciando un aumento de la cantidad de molibdeno en estas zonas con presencia de estructuras alfa. Estos resultados se representan gráficamente en la figura 78.

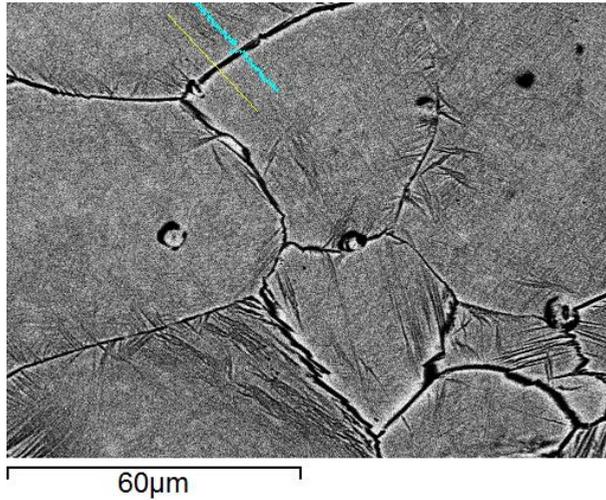


Figura 77: Imagen de la muestra Ti-15Mo en 1000x donde se aprecia el análisis en línea

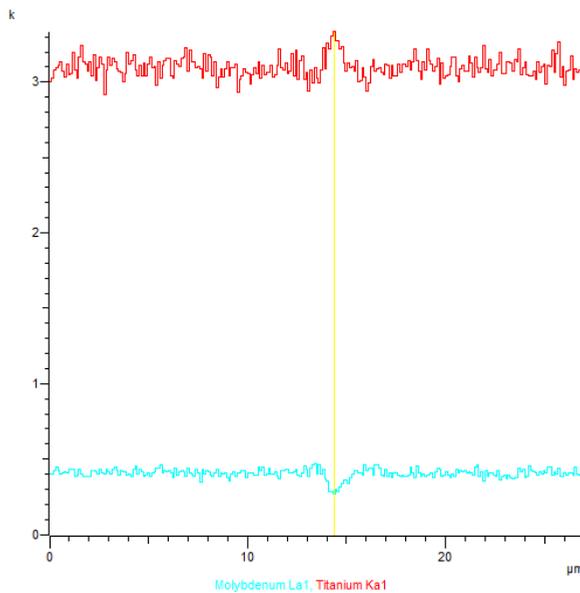


Figura 78: Representación gráfica de los contenidos de titanio y molibdeno en el análisis de línea

Cuando se añaden elementos betágenos en cantidades de un 1% el porcentaje de fase beta presente disminuye en ambos casos. Al igual que vuelve a aumentar a valores algo superiores a los de la aleación Ti-15Mo para adiciones de 3% en peso, resultado esperado según la influencia de los elementos betágenos en la ecuación del molibdeno equivalente (ecuación 2) donde el cromo cuenta con un factor de 1,25 y el hierro de 2,5. Es por ello que dentro de la similitud de resultados, la aleación Ti-15Mo-3Fe contiene mayor cantidad de fase beta que la Ti-15Mo-3Cr, atendiendo a los citados factores según cada elemento.

Otro de los resultados del estudio de Ho et al [Ho, 1999] era la comparación de los módulos elásticos para diferentes aleaciones de titanio, que fue el motivo de la elección de la aleación Ti-15Mo como aleación base pues era la que menor módulo elástico presentaba para aquellas donde predominara la fase beta. El estudio indica que el módulo elástico para la aleación Ti-15Mo es de 71 GPa [Ho, 1999]. Por otra parte autores como Niinomi [Niinomi, 1998] apuntan a valores ligeramente superiores, en este caso de 78 GPa. Por su parte, la norma ASTM [ASTM, 2000] estandariza la aleación para 70 GPa. Sin embargo, es importante recordar que en todos los casos el método empleado para la obtención de las piezas fue forja, motivo que puede explicar la discrepancia de valores obtenidos. Según el ensayo de ultrasonidos realizado para la obtención del módulo, el resultado apunta a valores en torno a 100 GPa (véase figura 43). La influencia de los elementos betágenos no guarda ninguna similitud. Mientras que el cromo disminuye el módulo paulatinamente a medida que se añade mayor cantidad de elemento, el caso del hierro no guarda

ninguna tendencia. Para cantidades de 1% prácticamente no disminuye el módulo, pero para mayores adiciones disminuye sustancialmente, siendo con diferencia la aleación Ti-15Mo-3Fe la que presenta menor módulo elástico (95,22 GPa). Este valor aún es lejano a los 15 GPa que las fuentes bibliográficas [Li, 2014] apuntan como módulo elástico del fémur, pero es menor que los 110 GPa de la aleación Ti-6Al-4V [Li, 2014] que se utiliza mayoritariamente en implantología hasta la fecha.

A pesar de esta discrepancia, no hay que olvidar el error que pueda cometerse al comparar valores de parámetros concretos obtenidos por diferentes técnicas. Según el estudio realizado por Devesa [Devesa, 2013] en base a la aleación Ti-30Nb donde obtiene el parámetro de módulo de elasticidad por diferentes métodos, se aprecian diferencias de más un 40% en los resultados.

*Tabla 36: Resultados de módulo elástico obtenido según distintos tipos de ensayo para la aleación Ti-30Nb [Devesa, 2013]*

<b>Aleación</b>	<b>Tipo de ensayo</b>	<b>Módulo Elástico (GPa)</b>
Ti-30Nb	Ultrasonidos	78,68
Ti-30Nb	Nanoindentación	89,04
Ti-30Nb	Compresión	52,29

A tenor de los resultados de módulo elástico, se ha buscado una correlación con los resultados de resistencia a flexión obtenidos mediante el ensayo de flexión (véase tabla 26 y figura 47). La tendencia que sigue la línea que representa las aleaciones ternarias con cromo es prácticamente

la misma para las gráficas del módulo elástico y de la resistencia a flexión. El caso es similar para las aleaciones ternarias con hierro salvo para el valor de adiciones de 1% donde el módulo supera a las aleaciones de cromo y la resistencia a flexión queda por debajo. Se puede entonces, de forma general, correlacionar ambos parámetros.

Li et al [Li, 2014] establece una relación entre el módulo elástico y la densidad relativa, afirmando que existe una proporcionalidad entre ambos. Según la gráfica (figura 44) donde se ha representado el módulo de elasticidad obtenido frente a la densidad relativa calculada según las ecuaciones del Método de Arquímedes para las distintas aleaciones, se puede afirmar que los resultados obtenidos también apuntan a esa tendencia entre estos dos parámetros.

Los resultados de resistencia a flexión para la aleación Ti-15Mo resultan de unos 1500 N/mm<sup>2</sup>. Volviendo al estudio de Ho et al [Ho, 1999], donde se analizaron distintas propiedades de las aleaciones de titanio, se obtenían valores similares del orden de 1350 N/mm<sup>2</sup>. Aunque por norma general la formación de más fase beta hace disminuir la resistencia máxima o como algunos estudios muestran [Hsu, 2014] la adición de elementos betágenos no muestre ninguna tendencia concreta, según el estudio de Hsu et al [Hsu, 2013] con pequeñas adiciones de cromo la resistencia a flexión se incrementa. Este resultado no ha sido así para ninguna de las adiciones sobre la aleación Ti-15Mo (véase figura 47) obtenidas por Pulvimetalurgia. Para ambas aleaciones ternarias se puede decir que la resistencia a flexión muestra una tendencia lineal decreciente, bastante más acusada para el caso de las adiciones de hierro. Por tanto, ninguna de las adiciones mejora

la resistencia a flexión de la aleación inicial Ti-15Mo. Esta disminución de las propiedades mecánicas guarda relación con los resultados de porosidad que se discuten más adelante.

Otro de los resultados del ensayo a flexión fue el desplazamiento que experimentan las aleaciones en la rotura de las probetas. La representación gráfica del desplazamiento (figura 48) puede explicar el comportamiento dúctil-frágil que se aprecia en las capturas tomadas por SEM (figura 49) para las muestras de las fracturas observadas. La aleación Ti-15Mo (figura 49 a) resulta ser la aleación más dúctil de todas, mostrando numerosas zonas con formas cavernosas características de un comportamiento dúctil. Cuando comienza la adición de elementos aleantes de 1% en peso (figura 49 b y d), en ambos casos comienzan a aparecer áreas con formas planas características de un comportamiento frágil, alternándose con áreas de comportamiento frágil. En vista de las imágenes se confirma la tendencia de la gráfica del desplazamiento, siendo el comportamiento de las dos aleaciones ternarias muy similar. Las diferencias aparecen para las aleaciones ternarias de 3% en peso (figura 49 c y e), donde aunque las zonas de comportamiento frágil aumentan para ambos casos, esto ocurre de manera desigual siendo mucho más extendido para la aleación Ti-15Mo-3Fe. Para este caso, se confirma nuevamente la tendencia que se aprecia en la gráfica del desplazamiento, que muestra un comportamiento más acusado para la aleación con hierro. Por tanto, se puede decir que la adición de elementos aleantes incrementa la fragilidad de la aleación, siendo esta influencia mayor para el elemento betágeno del hierro.

De los resultados a flexión también se observa una correlación con los tamaños de grano obtenidos mediante análisis de imagen de las tomadas mediante microscopía óptica. Se puede apreciar que la tendencia casi lineal decreciente de las resistencias a flexión es para el caso de los tamaños de grano casi lineal ascendente (véase figura 74). En ambas aleaciones ternarias, los tamaños de grano aumentan a medida que aumenta la cantidad de elemento aleante, pero para el caso del hierro en mayor medida que para el cromo. Se puede decir que a mayor tamaño de grano en la aleación, menor es la resistencia a flexión que presenta la misma. A su vez, se relaciona el tamaño de grano con la porosidad cerrada (figura 42 a). Tal y como se observa en ambos gráficos, a mayor porosidad, mayor tamaño de grano.

Para el estudio de la porosidad se han obtenido resultados de dos tipos. En primer lugar, el estudio de la porosidad (figura 42 a) en base al Método de Arquímedes y el estudio de la porosidad por análisis de imagen de las obtenidas por microscopía óptica tanto para capturas únicas como para montajes de seis capturas (figura 59). Se puede observar que para el caso del hierro aunque no se sigue la misma tendencia en ambos gráficos, sí que se extrae en ambos casos que es superior a la de la aleación Ti-15Mo. Por el contrario, para el caso del cromo, la porosidad por Método de Arquímedes apenas muestra cambios con las adiciones mientras que según el análisis de imagen disminuye. Puede verse en las imágenes tomadas en microscopía óptica (figuras 55, 56 y 57), que para las aleaciones de hierro la porosidad aumenta considerablemente especialmente por la formación de macroporos y el aumento de la red de microporos. La presencia de

macroporos visiblemente grandes puede explicar los resultados de porosidad cerrada en este caso. En la observación de las capturas, puede verse la disminución de homogeneidad con la adición de hierro e incluso se aprecian partículas de hierro sin disolver. Por el contrario, las aleaciones de cromo muestran un ligero descenso de porosidad cuanto mayor es la adición de cromo, mostrando una notable homogeneidad a pesar de las partículas de molibdeno que pueden observarse, probablemente sin disolver por una falta de difusión. Se concluye por tanto, que la adición de hierro aumenta la porosidad en mayor medida que la adición de cromo. Aunque no es totalmente comparable, estos valores quedan muy lejanos del 33% de porosidad conseguido por Nomura et al [Nomura, 2005] para su estudio sobre la aleación Ti-15Mo-5Zr-3Al.

Estos resultados de porosidad pueden relacionarse con los obtenidos para las propiedades mecánicas especialmente para el caso de las aleaciones con adiciones de hierro donde la porosidad aumenta en gran medida al aumentar el contenido de elemento betágeno. A medida que esta porosidad aumenta, sus propiedades mecánicas disminuyen drásticamente, tanto para el módulo elástico (figura 43) como para la resistencia a flexión (figura 47) al igual que para el desplazamiento (figura 48). Estas disminuciones de las propiedades mecánicas y el carácter cada vez más frágil de las muestras a medida que aumenta la cantidad de elemento betágeno (hierro en este caso) hace pensar en el incremento de la plasticidad con la adición de elementos betágenos.

Finalmente, se observa que los resultados de porosidad calculados por análisis de las imágenes de microscopía óptica pueden relacionarse con los

---

resultados de dureza Vickers obtenidos (figura 54). Tanto para las aleaciones con cromo como para las aleaciones con hierro se muestra que la tendencia es opuesta, de manera que a medida que la porosidad de las aleaciones con hierro aumenta, su dureza disminuye y a medida que la porosidad de las aleaciones con cromo disminuye su dureza aumenta, aunque lo cierto es que no al mismo nivel puesto que en el caso de cromo esta variación es muy sutil y para el caso de hierro es más acusado. A medida que aumenta la porosidad disminuye la dureza y viceversa. Estos resultados de dureza pueden relacionarse con las propiedades mecánicas, especialmente con los resultados de resistencia a flexión (figura 47) puesto que ambas gráficas son opuestas. La disminución de la dureza está relacionada con una pérdida de resistencia a flexión, afirmación que se manifiesta para las aleaciones con adiciones de hierro principalmente por ser mayor esta pérdida y proporcionalmente en las aleaciones con adiciones de cromo, aunque en este caso las diferencias con la aleación base Ti-15Mo no sean tan grandes para ninguno de los parámetros. En ambos casos, los resultados de dureza encajan con lo esperado según la bibliografía. Min et al [Min, 2008] muestra en su estudio una comparativa para pequeñas adiciones de 1% de hierro sobre la aleación Ti-15Mo y efectivamente la dureza es menor. Por su parte, Hsu et al [Hsu, 2014] evalúa la microdureza en la aleación Ti-5Mo de adiciones de cromo y los valores aumentan para pequeñas cantidades.

Una vez discutidos todos los aspectos de la investigación, tan solo resta la tarea de elaboración de conclusiones que permitan establecer si se han cumplido los objetivos trazados al inicio del trabajo.



## 8. Conclusiones

En primer lugar, se puede afirmar que tal y como se preveía la técnica de obtención de las piezas mediante tecnología de polvos encierra tanto aspectos positivos como negativos. Mientras que por una parte es una técnica excelente en cuanto a rapidez y facilidad en su realización, su gran desventaja ha sido la falta de homogeneidad. Esta falta de homogeneidad ha sido patente en la observación de las imágenes mediante microscopía óptica y reafirmada mediante los resultados de porosidad obtenidos. Se confirma que la adición de cromo en la aleación base no supone grandes cambios en cuanto a porosidad mostrando una estructura homogénea con una red de microporos controlada. Por su parte, la adición de hierro sí que implica un aumento de la porosidad que se manifiesta en la captura de imagen en una red de microporos extendida y en la aparición de macroporos de gran tamaño especialmente para la aleación Ti-15Mo-3Fe.

Estos resultados de porosidad se extienden a los resultados acerca de las propiedades mecánicas. A medida que la porosidad aumenta, las propiedades mecánicas disminuyen. En el caso de las aleaciones ternarias, la adición de cromo no supone grandes cambios ni en la resistencia a flexión ni en el módulo elástico respecto a la aleación Ti-15Mo, mientras que la adición de hierro disminuye los valores de ambas propiedades, un 5% para el módulo elástico y un 50% para la resistencia a flexión. Es importante destacar que los resultados obtenidos para la aleación base son alrededor de un 30% superiores a los indicados en las fuentes

bibliográficas, discrepancia debida en gran medida a la técnica de obtención empleada.

La observación mediante microscopía óptica de las fracturas indica que tal y como reflejan los resultados del desplazamiento del ensayo a flexión, la aleación que muestra mayor ductilidad es la de Ti-15Mo y que la adición tanto de hierro como de cromo incrementa la fragilidad, en mayor medida para el caso del hierro.

En cuanto a la distribución de fases, se confirma que la aleación Ti-15Mo presenta una estructura mayoritariamente beta en un 97,24%. La adición de cromo y la de hierro no hacen aumentar la pequeña presencia de fase alfa pero la adición de hierro sí hace aumentar el porcentaje de beta, mientras que con la adición de cromo no presenta cambios.

Por su parte, los resultados en cuanto a tamaño de grano muestran que la adición de elementos betágenos incrementa su tamaño, de forma sutil en las adiciones de cromo (10%) y sustancialmente en las adiciones de hierro en más de un 50%.

---

## 9. Referencias

[Ankem, 1999] S. Ankem, C.A. Greene. *Recent developments in microstructure/property relationships of beta titanium alloys. Materials Science and Engineering A263 (1999) 127–131*

[ASTM, 2000] *Standard Specification for Wrought Titanium-15 Molybdenum Alloy for Surgical Implant Applications. Designation: F 2066 – 00*

[Devesa, 2013] Francisco Devesa. *Desarrollo y caracterización de aleaciones Ti-Nb-Sn obtenidas por vía pulvimetalúrgica. Universidad Politécnica de Valencia. 2013*

[Franconetti, 2013] P.Franconetti, J.J.Candel, A.Vicente y V.Amigó. “Efecto de las variables de proceso sobre el comportamiento a flexión de aleaciones Ti-3%at.X (X=Nb,Ta) obtenidas por pulvimetalurgia. *Revista de Metalurgia*, 2013; 416-422

[Gil et al, 1999] F.J.Gil y J.A.Planell. *Aplicaciones biomédicas del titanio y sus aleaciones. Biomecánica. Dpto de Ciencias de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica. Universidad Politécnica de Cataluña, 1999*

[Hanada, 1986] S. Hanada, T. Yoshio, O. Izumi. *Effect of Plastic Deformation Modes on Tensile Properties of Beta Titanium Alloys. Transactions of the Japan Institute of Metals, Vol.27 No.7 (1986) 496–503.*

[Hanada, 1987] S. Hanada, O. Izumi. *Correlation of tensile properties, deformation modes and phase stability in commercial  $\beta$ -phase titanium alloys. Metall. Trans. A 18 (1987) 265–271.*

[Hattori, 2010] Masayuki HATTORI, Shinji TAKEMOTO, Masao YOSHINARI, Eiji KAWADA and Yutaka ODA. *Effect of chromium content on mechanical properties of casting Ti-Cr alloys. Dental Materials Journal 2010; 29(5): 570–574*

[Ho, 1999] W.F. Ho, C.P. Ju, J.H. Chern Lin. *Structure and properties of cast binary Ti-Mo alloys. Biomaterials 20 (1999) 2115-2122*

---

[Hsu, 2013] Hsueh-Chuan Hsu, Shih-Ching Wu, Shih-Kuang Hsu, Tsung-Fu Lin, Wen-Fu Ho. *Structure and mechanical properties of as-cast Ti-5Nb-xCr alloys*. *Materials and Design* 51 (2013) 268–273

[Hsu, 2014] Hsueh-Chuan Hsu, Shih-Ching Wu, Shih-Kuang Hsu, Chien-Ting Li, Wen-Fu Ho. *Effects of chromium addition on structure and mechanical properties of Ti-5Mo alloy*. *Materials and Design* 65 (2015) 700–706

[Hsu, 2015] Hsueh-Chuan Hsu, Shih-Ching Wu, Shih-Kuang Hsu, Chien-Ting Li, Wen-Fu Ho. *Effects of chromium addition on structure and mechanical properties of Ti-5Mo alloy*. *Materials and Design* 65 (2015) 700–706

[Ivasishin, 2000] O. M. Ivasishin, V. M. Anokhin, A. N. Demidik and D. G. Savvakin. *Cost-effective Blended Elemental Powder Metallurgy of Titanium Alloys for Transportation Application*. *Key Engineering Materials Vol. 188* (2000) 55-62

[Kawahara, 1983] Kawahara H.: “Cellular responses to implant materials: biological, physical and chemicals factors”. *Int Dent* 1983;33;350-75.

[Li, 2014] Huanlong Li, Scott M. Oppenheimer, Samuel I. Stupp, David C. Dunand and L. Catherine Brinson. *Effects of Pore Morphology and Bone Ingrowth on Mechanical Properties of Microporous Titanium as an Orthopaedic Implant Material*. *Materials Transactions*. 2004; 45(4):1124-1131.

[Lütjering, 2007] Gerd Lütjering and James C. Williams: “Titanium” 2007, DOI: 10.1007/978-3-540-73036-1.

[Min, 2008] *Effect of Fe and Zr additions on  $\omega$  phase formation in  $\beta$ -type Ti-Mo alloys*. *Materials Science and Engineering: A*. Volume 497, Issues 1–2, Pages 74–78

[Min, 2009] *Effects of  $\omega$  phase precipitation on crevice corrosion and tensile strength in Ti-15Mo alloy*. *Materials Science and Engineering A* 527 (2010) 1480–1488

---

[Min, 2009] X.H. Min, S. Emura, N. Sekido, T. Nishimura, K. Tsuchiya, K. Tsuzaki. *Effects of Fe addition on tensile deformation mode and crevice corrosion resistance in Ti–15Mo alloy. Materials Science and Engineering A* 527 (2010) 2693–2701

[Min, 2010] X.H. Min, S. Emura, T. Nishimura, K. Tsuchiya, K. Tsuzaki. *Microstructure, tensile deformation mode and crevice corrosion resistance in Ti–10Mo–xFe alloys. Materials Science and Engineering A Volume 527*, 5499–5506

[Murray, 1987] J.L. Murray, 1987. *ASM Metals Handbook Volume 3: Alloy Phase Diagrams 1992*

[Niinomi, 1998] Niinomi, M. *Mechanical properties of biomedical titanium alloys. Materials Science and Engineering A* 1998, 243, 231-236.

[Nomura, 2005] N. Nomura, T. Kohama, I.H. Oh, S. Hanada, A. Chiba, M. Kanehira, K. Sasaki. *Mechanical properties of porous Ti–15Mo–5Zr–3Al compacts prepared by powder sintering. Materials Science and Engineering C. Volume 25, Issue 3*, 330–335

[Rao, 2014] X. Rao, C.L.Chun, Y.Y.Zheng. *Phase composition, microstructure, and mechanical properties of porous Ti–Nb–Zr alloys prepared by a two-step foaming powder metallurgy method. Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials Volume 34*, 27–36

[Yao, 2004] C. Yao, J.I. Qazi, H.J. Rack, E.B. Slamovich, T.J. Webster, *Improved bone cell adhesion on ultrafine grained titanium and Ti–6Al–4V, Ceramic Nanomaterials and Nanotechnology III, 106th Acers Transactions*, 159, 2004.