



UNIVERSIDAD DE CHILE
FACULTAD DE CIENCIAS FÍSICAS Y MATEMÁTICAS
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA MECÁNICA

**FABRICACIÓN DE UN MATERIAL COMPUESTO MEDIANTE SÍNTESIS POR
COMBUSTIÓN ASISTIDA POR METALOTERMIA**

MEMORIA PARA OPTAR AL TÍTULO DE INGENIERO CIVIL MECÁNICO

FELIPE ANDRÉS SOTO MEZA

PROFESOR GUÍA:

MARCO ANTONIO BÉJAR VEGA

MIEMBROS DE LA COMISIÓN:

RODRIGO HERBERTO PALMA HILLERNS

AQUILES HORACIO SEPÚLVEDA OSSES

SANTIAGO DE CHILE

ABRIL 2010

RESUMEN DE LA MEMORIA
PARA OPTAR AL TÍTULO DE
INGENIERO CIVIL MECÁNICO
POR: FELIPE ANDRÉS SOTO MEZA
FECHA: 12/05/2010
PROF. GUÍA: SR. MARCO A. BÉJAR VEGA

FABRICACIÓN DE UN MATERIAL COMPUESTO MEDIANTE SÍNTESIS POR COMBUSTIÓN ASISTIDA POR METALOTERMIA

El tema de este trabajo de título fue fabricar un material compuesto cerámico ferroso rico en TiB_2 a partir de ferro aleaciones, mediante síntesis por combustión (CS) asistida por metalotermia, bajo una atmósfera de argón.

Las materias primas utilizadas fueron ferro aleaciones de boro y titanio, y como material termítico aluminio en polvo y óxido de hierro (magnetita). Las ferro aleaciones y la magnetita se molieron hasta un tamaño de polvo de $63 \mu m$, para luego ser compactadas a una presión de 550 [MPa], aproximadamente. Posteriormente, el compacto de polvos fue calentado y colocado sobre un disco de una aleación de Cu-25 %pNi, con la intención de usarlo como material de aporte o infiltrante, ubicado, a su vez, sobre un sustrato de acero; todo lo anterior estaba dentro de un horno con atmósfera de argón, en el cual se produjo la reacción exotérmica.

El material se caracterizó mediante microscopía óptica y electrónica de barrido, difracción de rayos X (DRX), ensayo de desgaste, medición de micro y macrodureza. Las micrografías ópticas mostraron una gran porosidad. También se observó una zona de alta densificación, se estableció que ésta se debió al escurrimiento de fases líquidas de las ferro aleaciones, y no a la infiltración del metal de aporte como se esperaba en un principio. Los perfiles de microdureza mostraron un rápido endurecimiento desde el centro hacia la superficie de la probeta, teniendo una microdureza promedio de $1111 \pm 164 HV_{0,1}$. Las mediciones de macrodureza Rockwell entregaron valores promedio de 29 y 40 HRA en el centro y en la superficie de las probetas respectivamente. El ensayo de desgaste entregó tasas de pérdida de material en el rango 0,20-1,21 [mg/m]. Los análisis de DRX del material producido detectaron la presencia de TiB_2 , Al_2O_3 y Fe puro, así como óxidos de titanio y aleaciones de aluminio.

Se concluyó que es factible utilizar metalotermia para asistir térmicamente la CS de las mezclas de polvos utilizadas para producir el material compuesto considerado. Sin embargo, se recomienda utilizar un material termítico que reaccione después de iniciada la CS de las ferro aleaciones, para intentar la infiltración deseada.

Índice general

Índice de tablas	v
Índice de figuras	vi
1. Introducción	1
1.1. Antecedentes Generales	1
1.2. Motivación	1
1.3. Objetivos	2
1.4. Alcances	2
1.5. Observaciones Adicionales	2
2. Antecedentes	4
2.1. Síntesis por Combustión	4
2.1.1. Clasificación de Síntesis por Combustión	4
2.1.2. Porosidad mediante Síntesis por Combustión	6
2.1.3. Densificación durante Síntesis por Combustión	6
2.1.4. Temperatura Adiabática de la Síntesis por Combustión	7
2.1.5. Síntesis de TiB_2	8
2.2. Metalotermia	9

2.2.1.	Óxido de Hierro	10
2.2.2.	Aluminio	10
2.3.	Infiltración	11
3.	Metodología Experimental	13
3.1.	Diseño de la Experiencia	16
3.1.1.	Parámetros Constantes de la Experiencia	16
3.1.2.	Parámetros Variables de la Experiencia	18
3.1.3.	Protocolo definitivo de Calentamiento en Equipo para lograr VCS.	19
3.1.4.	Respuestas al Desarrollo Experimental	19
3.2.	Procedimiento Experimental	20
3.2.1.	Materiales	20
3.2.2.	Equipos Utilizados	21
3.2.3.	Molienda, mezcla de polvos y compactación en frío	21
3.2.4.	Equipo Síntesis por Combustión de la mezcla de Polvos de ferro aleaciones	24
3.3.	Caracterización del recubrimiento y material compuesto producido	25
3.3.1.	Caracterización de las fases presentes	25
3.3.2.	Caracterización Microestructural	25
3.3.3.	Comportamiento Mecánico	25
4.	Resultados Experimentales	28
4.1.	Resultados Experimentales Generales	28
4.2.	Caracterización de ferro aleaciones utilizadas	30
4.3.	Caracterización Termodinámica de VCS	31

4.4. Resultados Síntesis por Combustión	33
4.5. Medición de Microdureza	35
4.6. Medición de Macrodureza	37
4.7. Ensayo de Desgaste	37
4.8. Resultados Difracción de Rayos X	39
4.9. Micrografías	39
4.9.1. Microscopía Electrónica de Barrido	39
4.9.2. Porosidad	42
5. Discusión de Resultados	43
5.1. Discusión de Reacción de Síntesis por Combustión	43
5.2. Discusión Ensayo de Microdureza	45
5.3. Discusión de Macrodureza	46
5.4. Discusión Ensayo de Desgaste	46
5.5. Discusión de Microestructuras	47
6. Conclusiones y Recomendaciones	49
6.1. Conclusiones	49
6.2. Recomendaciones	50
Bibliografía	52
A. Calores de Formación	54
B. Información del Aluminio en polvo	55

C. Información PIMASA	62
D. Difracción de Rayos X	65
D.1. Óxido de Hierro	65
D.2. Materiales producidos por VCS	67
E. Memoria de Cálculo	72
E.1. Cálculo y puesta a punto de prensa hidráulica	72
E.2. Cálculo del método de abrasión para el ensayo de desgaste	74
F. Probetas resultantes	76
G. Diagramas de Fases	79
H. Micrografías	82
H.1. Micrografías sin ataque químico	82
H.2. Micrografías con ataque químico	85
I. Microscopía Electrónica de Barrido	89
I.1. Resultado área 1	89
I.2. Resultado área 2	91
I.3. Resultado área 3	93
I.4. Resultado área 4	95
I.5. Resultado área 5	97

Índice de tablas

3.1. Composición química de la aleación cuproníquel.	20
3.2. Parámetros de difracción de rayos X.	25
4.1. Descripción de las probetas con mejores propiedades.	29
4.2. Composición química de las ferro aleaciones.	30
4.3. Fracciones de peso de los elementos presentes en la ecuación 4.1.	31
4.4. Fracciones molares y de peso según la temperatura adiabática estimada.	31
4.5. Mediciones de microdureza.	36
4.6. Microdureza en función del radio de medición.	36
4.7. Resultados de las mediciones de macrodureza.	37
4.8. Resultados del ensayo de desgaste abrasivo.	38

Índice de figuras

2.1. Las formas de la síntesis por combustión. a) Síntesis de auto propagación de altas temperaturas (SHS); b) Síntesis por combustión volumétrica (VCS).	5
2.2. Patrones de difracción de rayos X de la aleación mecánica de mezcla de Ti y B, TiB ₂ comercial y mezcla de polvos recocida.[5]	8
2.3. Diagrama de fase del sistema Ti-B.[5]	10
2.4. Secuencia de la infiltración.[11]	11
3.1. Probeta compactada en verde.	13
3.2. Diagrama de flujo de la metodología experimental.	15
3.3. (a) Fotografía del Molino Spex-8000D. (b) Fotografía de un vial de acero inoxidable utilizado para molienda.[1]	22
3.4. Fotografía de la disposición experimental para la mezcla de polvos.[1]	22
3.5. Fotografía de la prensa de compactación.[1]	23
3.6. Fotografías del horno eléctrico de atmósfera controlada. (a) Vista Panorámica. (b) Acercamiento al horno y visor. (c) Entrada al interior del horno.[2]	24
3.7. Esquema penetrador Vickers	26
3.8. Equipo utilizado para la medición del desgaste abrasivo.	27
4.1. Energía libre de Gibbs disponible para realizar síntesis sobre la reacción base (ecuación 4.1), lo realizado por Hugo Muñoz [2] y las distintas reacciones diferenciadas por su temperatura adiabática objetivo.	32

4.2.	Comparación de Energía libre de Gibbs disponible para la reacción pura de TiB_2 (ecuación 4.2), para la reacción base (ecuación 4.1) y las distintas reacciones diferenciadas por su temperatura adiabática calculada.	33
4.3.	Secuencia de VCS de una probeta que comienza su reacción a 600 °C aprox.	34
4.4.	Estimación de temperatura mediante tabla de color. (a)Reacción de CS para el trabajo de J.L. Fuenzalida [1]. (b) Reacción de CS para el trabajo de Hugo Muñoz [2]. (c) Reacción de CS para este Trabajo de Título	35
4.5.	Ubicaciones de las mediciones de microdureza:a) Perfil de microdureza promedio, b) perfil de microdureza en base al radio de medición.	35
4.6.	Ubicación de las mediciones de macrodureza en base al radio de medición.	37
4.7.	Pérdida de masa de las probetas en función de la distancia de deslizamiento.	38
4.8.	Vista del corte longitudinal de la probeta 21.	40
4.9.	Fotografías tomadas durante el análisis SEM. (a) Fotografía SEM área 1. (b) Fotografía SEM área 2. (c) Fotografía SEM área 3. (d) Fotografía SEM área 4. (e) Fotografía SEM área 5.	41
4.10.	Análisis comparativo de la porosidad. (a) Fotografía porosidad de polvos en verde. (b) Fotografía porosidad de material obtenido.	42
E.1.	Esquema de carga en prensa hidráulica de compresión.	72
E.2.	Esquema de carga en matriz de compactación.	72
E.3.	Esquema de carga para equipo de abrasión.	74
F.1.	Probeta 4.	76
F.2.	Probeta 17	76
F.3.	Probeta 18.	77
F.4.	Probeta 19	77
F.5.	Probeta 20.	77

F.6. Probeta 21	77
F.7. Probeta 22.	78
F.8. Probeta 26	78
F.9. Probeta 27.	78
F.10. Probeta 28	78
G.1. Diagrama de fases Fe-B.	79
G.2. Diagrama de fases Ti-Fe.	80
G.3. Diagrama de fases Ti-B.	80
G.4. Diagrama de fases Al-Ni.	81
G.5. Diagrama de fases Al-Ti.	81
H.1. Probeta 4 con 100x de aumento.	82
H.2. Probeta 4 con 500x de aumento.	82
H.3. Probeta 17 con 100x de aumento.	82
H.4. Probeta 17 con 500x de aumento.	82
H.5. Probeta 20 con 100x de aumento.	83
H.6. Probeta 20 con 500x de aumento.	83
H.7. Probeta 21 con 100x de aumento.	83
H.8. Probeta 21 con 500x de aumento.	83
H.9. Probeta 22 con 100x de aumento.	84
H.10. Probeta 22 con 500x de aumento.	84
H.11. Probeta 26 con 100x de aumento.	84
H.12. Probeta 26 con 500x de aumento.	84

H.13.Probeta 27 con 100x de aumento.	85
H.14.Probeta 27 con 500x de aumento.	85
H.15.Probeta 28 con 100x de aumento.	85
H.16.Probeta 28 con 500x de aumento.	85
H.17.Probeta 4 con 100x de aumento.	86
H.18.Probeta 4 con 500x de aumento.	86
H.19.Probeta 17 con 100x de aumento.	86
H.20.Probeta 17 con 500x de aumento.	86
H.21.Probeta 20 con 100x de aumento.	86
H.22.Probeta 20 con 500x de aumento.	86
H.23.Probeta 21 con 100x de aumento.	87
H.24.Probeta 21 con 500x de aumento.	87
H.25.Probeta 22 con 100x de aumento.	87
H.26.Probeta 22 con 500x de aumento.	87
H.27.Probeta 26 con 100x de aumento.	87
H.28.Probeta 26 con 500x de aumento.	87
H.29.Probeta 27 con 100x de aumento.	88
H.30.Probeta 27 con 500x de aumento.	88
H.31.Probeta 28 con 100x de aumento.	88
H.32.Probeta 28 con 500x de aumento.	88

Capítulo 1

Introducción

1.1. Antecedentes Generales

La fabricación de un material compuesto a partir de ferro aleaciones mediante el proceso de síntesis por combustión, permite formar una variedad de fases de elementos cerámicos y elementos metálicos utilizando la calidad exotérmica de los elementos de los materiales o ferro aleaciones base en la reacción de síntesis. Los materiales base de la reacción de síntesis, al ser altamente exotérmicos, reducen el uso de energía necesaria para llevar a cabo la reacción, pues sólo se requiere de una fuente de calor de alta temperatura por un período de tiempo de pocos segundos.

Por otra parte, la metalotermia es un método que se utiliza para la obtención de metales o fases metálicas por medio de la reducción de sus óxidos o aleaciones. En el caso de la aluminotermia o termita, es un tipo de composición pirotécnica de aluminio y un óxido metálico, el cual produce una reacción aluminotérmica, en donde el aluminio es oxidado por el óxido de otro metal, comúnmente por óxido de hierro, produciendo alúmina (óxido de aluminio), hierro elemental libre y una gran cantidad de calor.

1.2. Motivación

La motivación para realizar el presente trabajo se debe a la tecnología novedosa que se utilizará en el proceso de fabricación, y al eventual ahorro económico que se produciría en la implementación de ésta, constituyendo un gran desafío la producción efectiva de un material compuesto con una gran resistencia al desgaste abrasivo y dureza.

1.3. Objetivos

El objetivo principal de este trabajo de título fue fabricar un material compuesto cerámico de matriz metálica a partir de ferro aleaciones de boro y titanio, mediante síntesis por combustión asistida por metalotermia, bajo una atmósfera de argón.

Objetivos Específicos

- Probar la factibilidad de sintetizar, produciendo metalotermia simultáneamente, las muestras compactadas.
- Estudiar la influencia de la infiltración de níquel en la porosidad y propiedades del material elaborado.
- Evaluar el desempeño del material elaborado en cuanto a dureza y resistencia al desgaste abrasivo.
- Caracterizar la estructura metalográfica y la composición de fases del material elaborado.

1.4. Alcances

Se contempla el desarrollo experimental del método de la síntesis por auto propagación de altas temperaturas asistida por metalotermia, que culmina con la obtención de probetas sintetizadas para su caracterización y medición de propiedades.

1.5. Observaciones Adicionales

Este trabajo de título se presenta como una continuación de la Memoria de Título de Jose Luis Fuenzalida[1] y de la Memoria de Título de Hugo Muñoz[2], donde en la primera Memoria de Título se logró fabricar un material compuesto rico en TiB_2 a partir de ferro aleaciones de titanio y boro. El material obtenido fue sintetizado por síntesis de combustión en un horno eléctrico en una atmósfera de aire, lográndose de esta manera una gran producción de óxidos de Fe, lo que generó contaminantes en el material producido que pudieron mermar sus propiedades mecánicas.

Por otra parte, en la segunda Memoria de Título mencionada, se logró el recubrimiento de un sustrato de acero de bajo carbono con un material rico en TiB_2 mediante síntesis por combustión a partir de una mezcla de polvos de ferro aleaciones de titanio y boro, donde la unión del sustrato de acero y el material sintetizado se obtuvo utilizando una aleación cuproníquel (25 %Ni) como metal

de aporte, lo cual se realizó en una atmósfera de argón con el fin de reducir la cantidad de óxidos producidos. Sin embargo, se determinó que la mezcla de polvos utilizada tenía una baja capacidad exotérmica al reaccionar por síntesis por combustión en una atmósfera de argón.

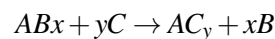
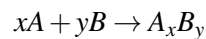
La variante importante entre los trabajos realizados anteriormente y este Trabajo de Título consistió en la utilización de metalotermia como agente amplificador de la capacidad exotérmica de la mezcla de polvos y lograr de esta manera una mayor y mejor sintetización de la mezcla de polvos, consiguiendo de esta manera mejorar las propiedades y la estructura del material compuesto sintetizado.

Capítulo 2

Antecedentes

2.1. Síntesis por Combustión

La síntesis por combustión[3] [4], o también conocida como síntesis reactiva, es una técnica para sintetizar una amplia variedad de materiales avanzados de ingeniería tales como cerámicos, intermetálicos, cermets y materiales funcionalmente graduados. De manera simple, la síntesis por combustión (CS) consiste en la formación de elementos mediante reacciones exotérmicas como las que se muestran a continuación:



Estas reacciones resultan en una liberación de energía en forma de calor, que sostiene y propaga la reacción a través de los elementos reactantes. En muchos casos, la CS se encuentra acompañada de la producción de una fase líquida de alguno de sus componentes, lo cual ayuda a mejorar la densificación mediante los efectos de capilaridad.

2.1.1. Clasificación de Síntesis por Combustión

Existen dos formas en las cuales la síntesis por combustión puede ocurrir: síntesis de auto-propagación de altas temperaturas (SHS, por sus siglas en inglés) y síntesis por combustión volumétrica (VCS, por sus siglas en inglés), las cuales son mostradas de forma simple en la Figura 2.1.

La SHS tiene como rasgo característico, después de la iniciación a nivel local, la propagación auto sostenida de una onda de reacción a través de la mezcla heterogénea de los reactantes. La temperatura del frente de propagación puede alcanzar valores muy altos (2000 a 4000 K). En prin-

cipio, si se conocen los parámetros físico químicos del medio, junto con la distribución espacial instantánea de la temperatura y la concentración, la velocidad de combustión y la velocidad de reacción en toda la mezcla puede ser calculada. De esta manera, la SHS puede ser considerada una onda organizada de propagación de la reacción química exotérmica a través de un medio heterogéneo, seguido de la síntesis de los productos deseados. Por otro lado, la VCS se inicia al calentar de manera controlada y uniforme todo el volumen del material hasta que la reacción se produce simultáneamente en todo el volumen. Esta forma de síntesis es más adecuada para las reacciones de bajo nivel exotérmico, las que usualmente requieren de un precalentamiento antes de la ignición.

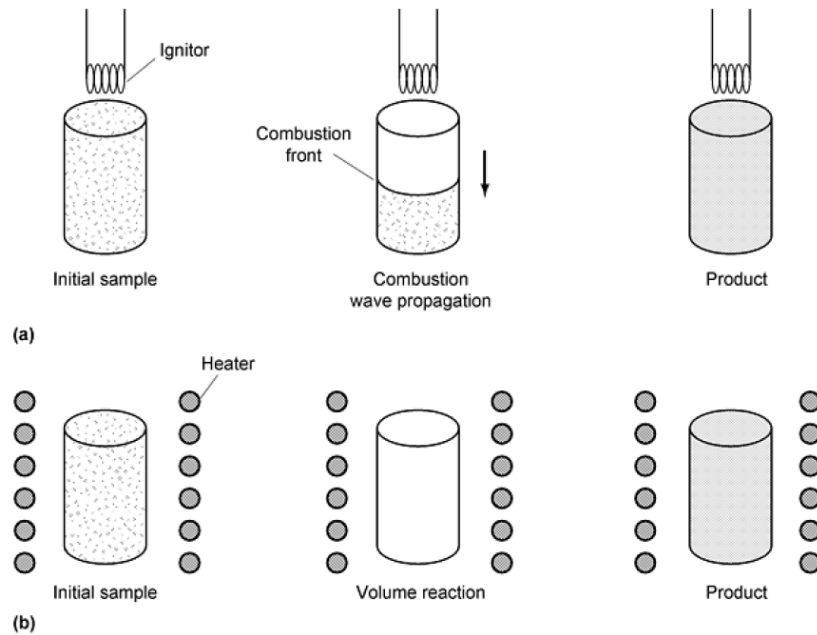


Figura 2.1: Las formas de la síntesis por combustión. a) Síntesis de auto propagación de altas temperaturas (SHS); b) Síntesis por combustión volumétrica (VCS).

Desde el punto de vista químico, existen tres tipos de síntesis por combustión. La primera corresponde a la Síntesis por Combustión Sin Gases en la cual sólo reaccionan los reactantes sólidos, seguidos de una liberación de calor. El segundo tipo es la Síntesis por Combustión de Gas-Sólido, la que involucra a lo menos un agente gaseoso en la reacción principal. Este tipo de reacción es también llamada síntesis por combustión mediante infiltración. Por último, el tercer tipo es la Síntesis por Combustión mediante Reducción, en la cual se tiene un proceso de reducción de óxidos por otros más estables y metales reducidos, seguido de una síntesis de los metales reducidos con otros elementos reactantes añadidos inicialmente a la mezcla. Así, la síntesis por combustión mediante reducción es un proceso de dos pasos, donde el primer paso consiste en una reacción termita que libera energía durante la reducción de los óxidos, y el segundo paso consiste en una síntesis similar a la síntesis por combustión sin gases.

2.1.2. Porosidad mediante Síntesis por Combustión

Una característica de la CS es que los materiales producidos poseen en general una gran porosidad. Esto puede ser una ventaja si lo que se desea es moler los productos para producir polvos de cerámicos o intermetálicos. No obstante, si lo que se busca es un producto con capacidades de soportar altos esfuerzos de contacto, desgaste mecánico o mejorar su tenacidad, es necesario disminuir considerablemente la porosidad. Para lo cual se han identificado las 4 principales causas de la evolución de la porosidad durante síntesis por combustión:

1. Efecto de Kirkendall y Frenkel: Corresponde a la diferencia en las velocidades de difusión entre los componentes de la mezcla, teniéndose entonces que un componente A difunde a mayor velocidad hacia el elemento B, que B difunde hacia A. Esto produce una porosidad en las zonas donde se encontraba A antes de la síntesis por combustión.
2. Evolución de Gases: Dada la alta temperatura alcanzada durante la CS, se logra la evaporación de contaminantes que se pueden encontrar en la superficie de los polvos iniciales. Este gas puede quedar atrapado en el interior del cuerpo, resultando en porosidad.
3. Cambios de Volumen Molar: Corresponde a la diferencias del volumen molar que hay entre las fases de los productos y los reactantes. Este cambio volumétrico es el resultado de cambio de enlaces y estructuras atómicas de los productos versus los elementos iniciales, con lo que se logra porosidad en el interior del cuerpo.
4. Porosidad Inicial: El compacto en verde posee, por lo general, entre un 20% a 50% de porosidad, la que debe ser eliminada durante la CS para densificar el producto final.

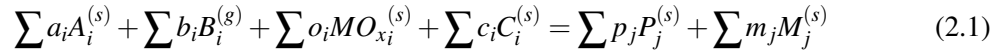
2.1.3. Densificación durante Síntesis por Combustión

La formación de porosidades puede ser eliminada mediante un cuidadoso control el tamaño de los polvos, composición, densidad en verde, tasa de calentamiento y atmósfera sobre la que se realiza la síntesis por combustión. Lo anterior corresponde a los parámetros que se pueden controlar para disminuir la porosidad a menos del 3% del producto antes de que ocurra la síntesis por combustión. Adicionalmente, es altamente recomendable la aplicación de una fuerza durante la síntesis por combustión a través de la aplicación de presión en caliente durante la reacción (RHP) o de presión isoestática en caliente durante la reacción (RHIP). Al aplicar presión al compuesto durante la CS se deforman las fases sólidas más fácilmente que en frío y se fuerza a las fases líquidas presentes a ingresar a los espacios de las partículas de polvos. Ambos efectos llevan a un aumento en

la densificación final del producto, obteniendo una porosidad menor al 1 %. Sin embargo, la aplicación de presión durante la síntesis por combustión tiene como consecuencia la posible pérdida de homogeneidad en la microestructura del producto final, debido a la introducción forzada de la fase líquida entre los espacios o poros, la cual puede ser más rica en un elemento que la fase sólida.

2.1.4. Temperatura Adiabática de la Síntesis por Combustión

La composición de los productos finales depende fuertemente de la mezcla de la composición en verde, la presión de gas, volumen y temperatura inicial de la reacción. La síntesis por combustión puede ser representada genéricamente mediante:



donde $A_i^{(s)}$ son los sólidos reactivos metales o no-metales, $B_i^{(g)}$ son los gases reactantes, $MO_{x_i}^{(s)}$ los óxidos reactantes, $P_j^{(s)}$ los productos sólidos (carburos, boruros, nitruros, etc.) y $M_j^{(s)}$ los productos de los metales reducidos.

Mediante cálculos termodinámicos se obtiene la temperatura adiabática de la reacción (T_c^{ad}). Esta temperatura es determinada mediante un balance total de energías del sistema:

$$\sum H_i(T_0) = \sum n_j H_j(T_c^{ad}) + \sum n_k H_k(T_c^{ad}) \quad (2.2)$$

La entalpía de cada componente es:

$$\sum H_i(T) = \Delta H_{f,i}^0 + \int C_{p,i} dT + \sum \Delta H_{s,i} \quad (2.3)$$

donde se tiene que n_i es el número de moles del componente i , $\Delta H_{f,i}^0$ es la energía de formación a 1 atmósfera referenciada a la temperatura T_0 , $C_{p,i}$ es la capacidad térmica y $\Delta H_{s,i}$ es el calor de transformación de la fase s para el componente i .

La importancia de la determinación de la temperatura adiabática de combustión (T_c^{ad}) es que corresponde al límite superior de la temperatura que puede alcanzar el cuerpo durante la síntesis por combustión. Así, se determina si las fases presentes superarán sus temperaturas de fusión, lo que llevaría a una deformación adicional en el cuerpo a sintetizar; o bien si es posible añadir elementos que sirvan como diluyentes térmicos para bajar esta temperatura y evitar la deformación, o que sirvan de aglomerantes entre los elementos disminuyendo la porosidad final del producto.

2.1.5. Síntesis de TiB_2

Una molienda reactiva presenta patrones de difracción distintos de un tiempo a otro, por lo cual la forma del espectro de difracción de rayos X de una muestra de polvos se compara en base a una referencia y normalmente depende del tiempo de reacción de los reactivos o componentes iniciales.

La Figura 2.2 muestra el patrón de difracción de rayos X de una molienda reactiva con bolas de una aleación mecánica de Ti-B en función del tiempo de molienda. La referencia de la Figura 2.2(a), con la cual se comparan los resultados de la molienda, es una mezcla de polvos de Ti y B. La mayor parte de los peaks de Ti y B encontrados no contribuyen significativamente a los peaks del patrón de difracción.

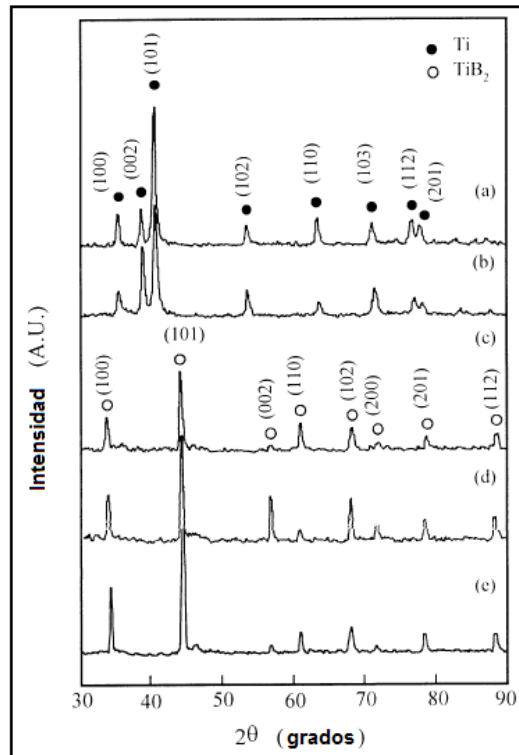


Figura 2.2: Patrones de difracción de rayos X de la aleación mecánica de mezcla de Ti y B, TiB_2 comercial y mezcla de polvos recocida.[5]

La Figura 2.2(b) muestra el patrón de difracción luego de 30 minutos de molienda, en el cual no se observa una variación en los peaks con respecto la Figura 2.2(a), lo que sugiere que no hay formación de nuevas fases. Sin embargo, existe una notoria diferencia después de 60 minutos de molienda como se observa en la Figura 2.2(c). Se aprecian picos característicos de TiB_2 , (100), (101) y (110) en los ángulos de difracción 34.1° , 44.4° y 61.1° respectivamente. También existe una formación de TiB_2 de una aleación mecánica de Ti-66,7at%B de la Figura 2.2(d) comparado

con el patrón de (c). La Figura 2.2(d) muestra la difracción de Ti- 66,7at%B aleada mecánicamente por 60 minutos y recocida a 1273 [K]. No hubo cambios luego del recocido, por lo que se deduce que la aleación mecánica TiB_2 se encuentra en equilibrio, y es termodinámicamente estable.

La rápida formación de TiB_2 a partir de la mezcla de polvos Ti-66,7at%B, se explica por la alta exotermicidad de la reacción que toma lugar durante la molienda. Una fuerte exotermicidad de la reacción es un fenómeno usual en la formación de boruros, carburos, nitruros y compuestos cerámicos. Estas reacciones son capaces de auto sostenerse como ocurre con las síntesis por auto propagación de altas temperaturas o por combustión. Es decir, la propagación de la reacción se inicia con una ignición puntual y de baja duración, sin necesidad de mantener la fuente activa una vez iniciada la combustión.

La tasa de formación de TiB_2 de la mezcla Ti-66,7at%B muestra que la aleación mecánica es una técnica que permite aumentar la tasa de reacción en estado sólido. La formación de TiB_2 no parece seguir la teoría de difusión convencional debido a que la difusión gradual y formación de capas de los elementos constituyentes toma períodos largos de tiempo. Como resultado, hay un cambio progresivo en la estructura en el material molido antes de la formación del material final.

En sistemas altamente exotérmicos, el calor generado por entalpía de reacción es mayor al que alcanza a disipar. Entonces, la formación de nuevas superficies para la reacción y la fina distribución de los elementos B y Ti durante el proceso de aleación mecánica, puede incrementar la rápida reacción entre los elementos B y Ti. Esta condición de reactividad permite lograr buenas condiciones que favorezcan en gran medida la síntesis por auto propagación de altas temperaturas. A modo de referencia se incluye en la Figura 2.3 el diagrama de fase del sistema Ti-B.

2.2. Metalotermia

La metalotermia se utiliza para la obtención de metales por medio de la reducción de sus óxidos a través de aluminio, magnesio u otros metales activos. Estas reacciones se emplean tanto en la industria como en el laboratorio para obtener metales, aleaciones y algunos materiales compuestos.

En el presente trabajo se utilizará una reacción aluminotérmica[6], donde la acción reductora del aluminio sobre los óxidos de otros metales se desarrolla por sí sola, debido a que el calor de formación del óxido de aluminio o alúmina[7] es mucho mayor que el de la mayoría de los demás óxidos metálicos, referidos a la misma cantidad de oxígeno. Este proceso se aplica para la obtención de numerosos materiales a partir de sus óxidos, donde como ya se mencionó anteriormente, todos estos óxidos deben tener un calor de formación¹ menor que el de la alúmina.

¹En el Anexo A se encuentran los calores de formación de algunas sustancias y óxidos metálicos.

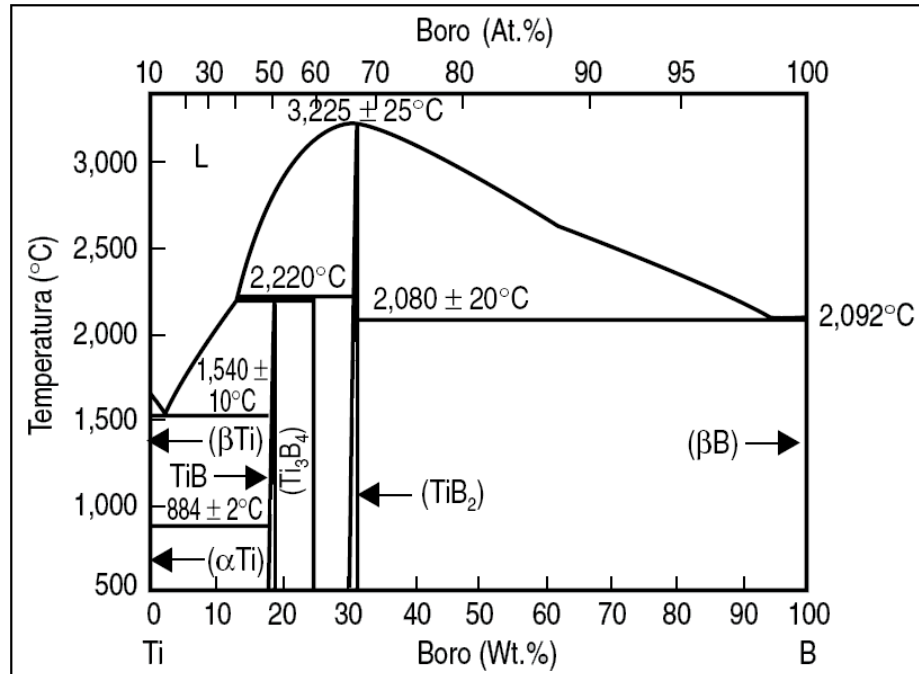
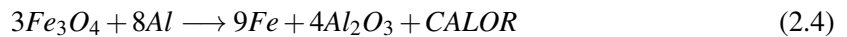


Figura 2.3: Diagrama de fase del sistema Ti-B.[5]

En el presente trabajo se utilizará el óxido de hierro Fe_3O_4 o magnetita[8], produciéndose la reacción aluminotérmica que se muestran en la ecuación 2.1



2.2.1. Óxido de Hierro

Como se puede observar en el Anexo A, la magnetita se forma de manera espontánea, por lo cual éste óxido se encuentra en los lugares donde se realiza oxicorte para dimensionar los distintos perfiles de acero. Por lo anterior, la magnetita se consiguió en barracas de aceros donde se encontraron a menor costo y en grandes cantidades.

2.2.2. Aluminio

En el presente trabajo de título se trabajó con polvos de aluminio, los cuales tienen la dificultad de que debido a su uso en explosivos, su disponibilidad y manejo es bastante restringida su venta, sin embargo, se obtuvo la correspondiente autorización de la Dirección General de Movilización Nacional que es el ente regulador que autoriza la venta del aluminio en polvo, para su posterior compra a la empresa MetalBras Ltda.

Por otra parte, el trabajo con aluminio en polvo posee una serie de aspectos de seguridad que se deben tomar en cuenta, ya que éste emite gases tóxicos e irritantes al calentarse. Además, si existiese una sobre exposición al aluminio en polvo, se podría desarrollar fibrosis pulmonar, para lo cual se tomarán las medidas de seguridad correspondientes. Mayor información al respecto se encuentra en el Anexo B.

2.3. Infiltración

La infiltración[9] es una técnica utilizada para mejorar la tenacidad de un material, la cual consiste en que el elemento infiltrante complete los poros que posee la estructura del material, como se muestra en la Figura 2.4

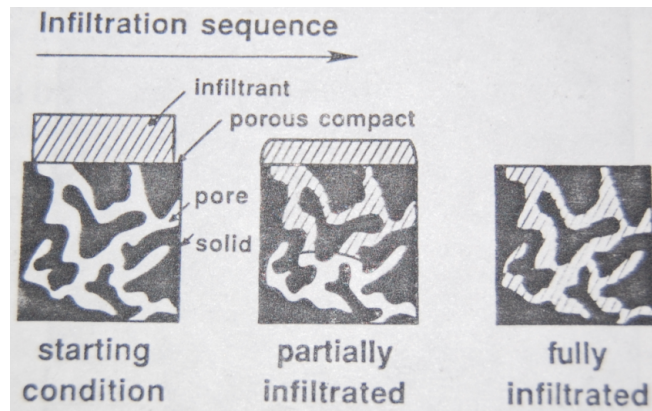


Figura 2.4: Secuencia de la infiltración.[11]

El llenado de los poros se basa en la capilaridad del material infiltrante, donde la presión capilar varía con el inverso del tamaño de poro según la ecuación 2.5, donde ΔP es la presión capilar, d es el tamaño de poro, γ es la energía superficial del líquido y θ es el ángulo de contacto. La infiltración requiere que la estructura de poro se encuentre abierto e interconectado, por lo que el esqueleto sólido del material debe tener al menos un 10% de porosidad, resultando en una microestructura carente de poros, por lo cual es el buen control dimensional y la eliminación de la porosidad que constituyen las principales atracciones de la infiltración.

$$\Delta P = \frac{2\gamma \cos(\theta)}{d} \quad (2.5)$$

Sin embargo, existen algunos problemas comunes con la infiltración. Normalmente, el infiltrante se forma sobre una superficie del material sinterizado y la acción capilar arrastra el líquido al interior de los poros, donde debido a la dirección del flujo del líquido, puede erosionar la superficie de la que el infiltrante se alimenta. Para prevenir la turgencia y la erosión de la superficie, es común

el uso de un líquido de composición saturada. Por último, las mejores propiedades mecánicas son observadas cuando el volumen del infiltrante es ligeramente menor al volumen de los poros, donde cantidades excesivas del líquido causará depresiones y separación del esqueleto sólido, mientras insuficientes cantidades de líquido producen poros residuales.

Infiltración de Níquel

Típicamente, para realizar la CS, los reactantes (en polvo) se mezclan y comprimen para producir un contacto íntimo entre ellos. Luego, la mezcla se enciende en vacío o en una atmósfera inerte, ya sea calentándola localizadamente o globalmente en un horno. Después de la reacción, el material resultante es normalmente poroso[10], por lo cual se intentó la infiltración de níquel a las muestras a partir de dos láminas de un aleación cuproníquel (25 %Ni) y mejorar así las propiedades finales de éstas.

Por otra parte, es necesario mencionar que la infiltración de níquel ha resultado exitosa en el Trabajo de Título realizado por Hugo Muñoz[2], permitiendo reducir considerablemente la porosidad y mejorando de esta manera las propiedades de las muestras. Las láminas de cuproníquel se montaron en la zona inferior y superior del compacto para una mayor infiltración.

Capítulo 3

Metodología Experimental

Previo a la síntesis por combustión, se realizó una probeta compactada en verde, la cual se dividió en 3 zonas al momento de los análisis de los resultados, las cuales se muestran en la Figura 3.1



Figura 3.1: Probeta compactada en verde.

La metodología experimental de este trabajo de título se realizó de acuerdo al diagrama de flujo de la Figura 3.2. A continuación se detallarán cada etapa de la metodología presentada:

- *Caracterización de materias primas:* Como primera etapa se caracterizaron las materias primas, tanto termodinámicamente como su composición de fases.
- *Obtención de polvos metalúrgicos:* Se realizó una molienda en seco de las ferro aleaciones y la magnetita (Fe_3O_4), para obtener la granulometría deseada de $63\mu\text{m}$ aproximadamente, lo cual se hizo en el molino Spex que se tiene en el taller mecánico, utilizando una razón bolas/polvos de 4:1 para las ferro aleaciones y de 12:1 para la magnetita.

- *Mezcla de polvos metalúrgicos:* Se procedió a mezclar los polvos de las ferro aleaciones y del óxido de hierro y el aluminio por separado en una primera instancia, para luego mezclar las ferro aleaciones con el aluminio y el óxido de hierro para homogeneizar y evitar la segregación de la muestra final. Además, se variará la mezcla para estudiar la influencia de los distintos polvos en el material final.
- *Compactación de las muestras:* Posterior a la mezcla de los polvos, éstos se compactaron a una presión de 554 MPa aproximadamente.
- *Síntesis por Combustión:* Se realizó la reacción exotérmica en un horno diseñado por el alumno Hugo Muñoz[2], el cual permitió realizar la síntesis por combustión volumétrica (VCS) en un ambiente controlado con argón. Además, se infiltraron las muestras, colocándose una lámina de la aleación cuproníquel en la zona inferior y otra en la zona superior de la muestra.
- *Caracterización de los productos finales:* Se realizaron ensayos para medir las propiedades mecánicas obtenidas (dureza y resistencia al desgaste abrasivo), se analizaron la microestructura y la composición de fases del material final.

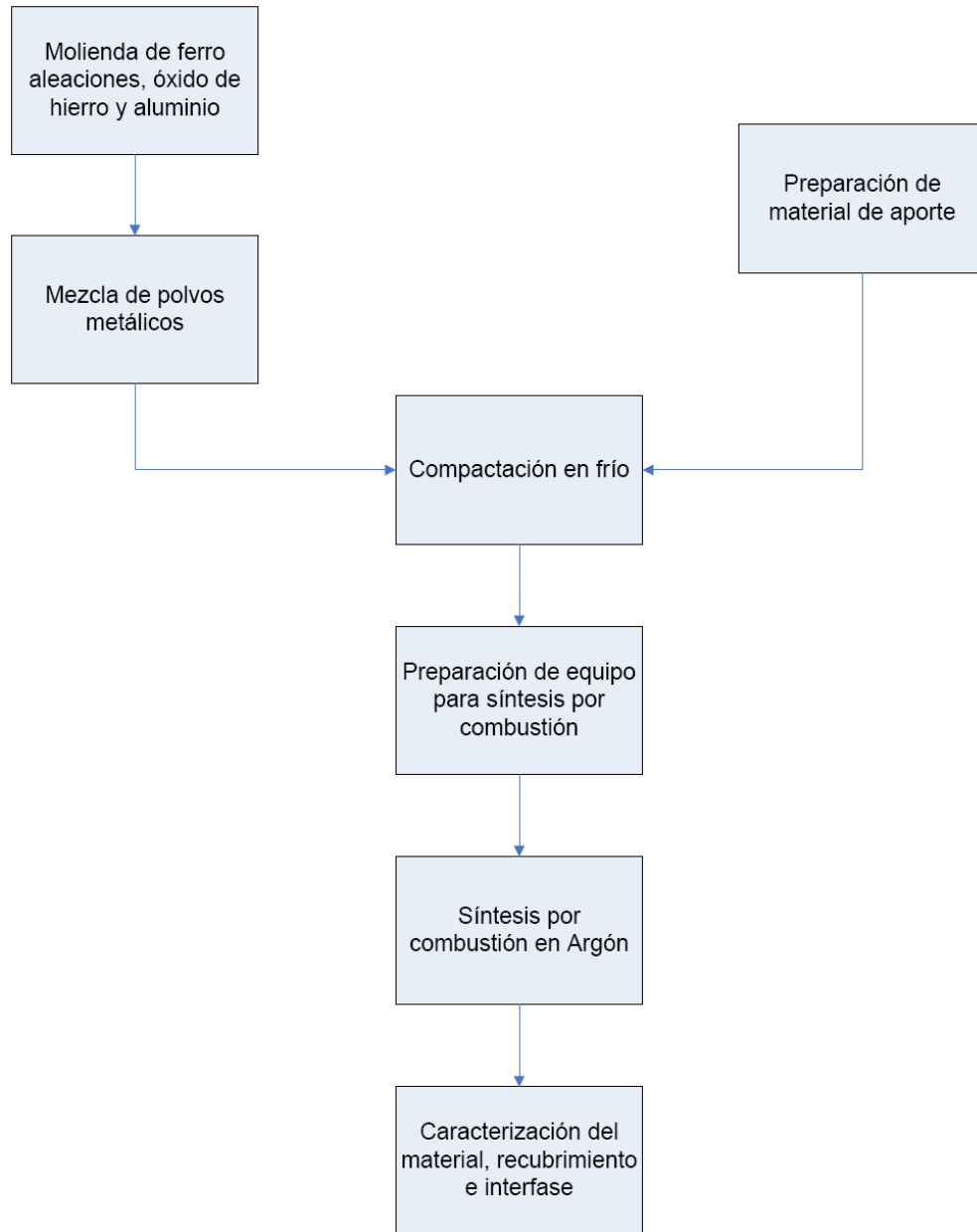


Figura 3.2: Diagrama de flujo de la metodología experimental.

3.1. Diseño de la Experiencia

3.1.1. Parámetros Constantes de la Experiencia

Condiciones y proceso de Molienda

- Tipo de equipo para reducción de tamaño de partículas mayores: Chancador de Mandíbulas.
- Tipo de equipo utilizado en la pulverización: Molino Spex.
- Bolas de molienda: bolas de rodamientos de 1/2 in de acero inoxidable.
- Recipiente de molienda: acero inoxidable 304¹.
- Razón de Bolas/Polvo en masa 4:1 para ferro aleaciones, y 12:1 para el óxido de hierro (magnetita).
- Velocidad de molienda: 1.200 rpm.
- Tiempo de molienda en molino Spex: 1 hr para aleación de ferro boro y 2,5 hr para aleación de ferro titanio y para el óxido de hierro.
- Atmósfera de molienda: aire en recipiente hermético.
- Medio de aporte de Cr, Ni y Mn en molienda: Vial y bolas de molienda en Molino Spex.
- Medio de oxidación de materiales: atmósfera de aire.

Condiciones para la Mezcla de Polvos

- Velocidad de rotación de recipiente de mezcla: 100 rpm.
- Tiempo de Mezclado: 90 min. para ferro aleaciones, para aluminio y óxido de hierro (magnetita), para terminar con 90 min. de mezcla de ferro aleaciones con aluminio y magnetita.

Composición de la Mezcla

Para la composición de la mezcla base, se realizó un estudio dividido en dos, primero se estudiaron los diagramas de fase de las aleaciones de Fe-Ti y Fe-B para determinar las fracciones de

¹Composición química (%p) Cr: 17-19 Ni: 8-11 Mn: ≤ 2

peso de las fases presentes de acuerdo a los valores certificados de porcentajes de Ti, B y contaminantes. Luego, se estudió la mezcla entre las fases presentes de las ferro aleaciones, el óxido de hierro y el aluminio a partir de la ecuación estequiométrica 4.1 de la reacción. Este análisis puede verse en la sección 4.2.

Proceso de Compactación

- La compactación se realizó mediante el siguiente ingreso de elementos:
 1. Disco de Acero.
 2. Metal de aporte: Disco de aleación Cu-25 %p Ni.
 3. Mezcla de Polvos.
- Presión de compactación en verde de 554 MPa aproximadamente.

Equipo horno eléctrico para síntesis por combustión volumétrica (VCS)

- Capacidad de mantener atmósfera controlada a presión.
- Visión de VCS mediante visor del equipo.
- Control de temperatura hasta 1160 °C.
- Control de tasa de calentamiento de 10 - 50 °C/min.
- Fuente de inicio o de ignición de la reacción de VCS: Calefactores de alambre de Kanthal, enrollado en forma de espiral.
- Alambre de Kanthal a una tensión de 220 [V].
- Tasa de disipación de calor del alambre de 2 - 1000 [W].
- Horno de presión con recubrimiento de planchas de fibras refractarias en paredes internas.

Proceso y condiciones para producir VCS en compacto de mezcla de polvos

- Medio que rodea al horno: aire a temperatura ambiente.
- Proceso de vacío en el interior del horno.
- Introducción de atmósfera que envuelve la reacción de síntesis con argón.

- Calentamiento progresivo del interior del horno (atmósfera y probetas).
- Síntesis por combustión de la probeta de compactos de polvos, metal de aporte y sustrato de acero.
- Cese de calentamiento y enfriamiento del horno por convección con el ambiente.
- Atmósfera de argón grado 4.7 (99,997 % pureza, Indura)

Tasa de Calentamiento y Presión de Atmósfera de Argón

- Tasa calentamiento utilizadas: 50 °C/min
- Presión de atmósfera de argón: 1 [bar]

Sustrato de Acero de bajo carbono

- Discos de diámetro 20 mm, y altura de 3 mm aproximadamente.
- Fabricación por corte y torneado de barras circulares laminadas de diámetro 7/8 in.
- Cara en contacto con metal de aporte pulida mecánicamente con lija de metal para trabajo en agua n° 180, 240 y 600.

Metal de Aporte

- Discos de diámetro 20 mm, y altura de 1 mm aproximadamente.
- Fabricación por laminado y torneado de monedas norteamericanas de 5 centavos.
- Cara en contacto con mezcla de polvos pulida mecánicamente con lija de metal para trabajo en agua n° 180, 240 y 600.

3.1.2. Parámetros Variables de la Experiencia

Cantidad de mezcla de polvos

- Pesos utilizados: Las probetas tienen un peso de 20 [g] aproximadamente.
- Fracciones molares: Esto se puede observar en la Tabla 4.4

3.1.3. Protocolo definitivo de Calentamiento en Equipo para lograr VCS.

- Lavado de cámara interior del horno con argón a temperatura ambiente, el cual consistió en un vaciado del aire inicial de ésta, a la cual se le agregó luego de 2 minutos de vaciado argón gradualmente, para luego cortar la llave de salida de la mezcla del poco aire que resta con argón. Posteriormente, y luego de 2 minutos aproximadamente de que sólo la llave de ingreso de argón se encontrase abierta, se realizó un segundo vaciado, con argón ingresando en todo momento, el cual se realizó para eliminar de esta manera cualquier resto de aire que quedase en la cámara interior donde la muestra de polvos reaccionará. Por último, luego de 5 minutos de éste segundo vaciado, se procede a cerrar la llave de salida y se mantuvo abierta la llave de ingreso de argón para que la cámara interior permaneciera inerte.
- Se llevó a la cámara interior a una temperatura de 600 °C aproximadamente a una tasa de 50 °C/min, hasta que se produjera la reacción del compacto de polvos.

3.1.4. Respuestas al Desarrollo Experimental

- Estructura metalográfica de las probetas del compuesto obtenido.
- Micro y macro dureza de las probetas obtenidas por VCS.
- Resistencia al desgaste abrasivo de las probetas obtenidas.
- Análisis de polvos de probetas sintetizadas por Difracción de Rayos X (DRX).

3.2. Procedimiento Experimental

Esta sección se encuentra basada mayoritariamente de acuerdo al trabajo de título de J.L. Fuenzalida[1] y Hugo Muñoz[2].

3.2.1. Materiales

Ferro Aleaciones. Las ferro aleaciones de titanio y boro utilizadas fueron proporcionadas por Provedora Industrial Minera Andina S.A.(PIMASA-Chile). Las características técnicas (ver detalles en Anexo C) entregadas por el fabricante se presentan a continuación:

- Ferro-Boro:
 - Granulometría: 10 % bajo malla 70 (≤ 212 [mm]).
 - Contenido de boro: 15,37 %p.
 - Morfología: Partículas de forma irregular.
- Ferro-Titanio:
 - Granulometría: 5-50 [mm].
 - Contenido de titanio: 70,11 %p
 - Morfología: Rocas de forma irregular.

Metal de Aporte para Infiltración. La aleación cuproníquel se obtuvo de monedas de 5 centavos de USA, cuya composición química [12] se muestra en la Tabla 3.1. Por otra parte, se obtuvo que la temperatura de fusión de la aleación cuproníquel es de 1220 °C.

Tabla 3.1: Composición química de la aleación cuproníquel.

Metal de Aporte	Composición Química (%p)		
	Cu	Ni	Otros
aleación cupro níquel	75	25	-

Magnetita (Fe_3O_4). Se realizó un análisis de difracción de rayos X para determinar los tipos de óxidos que se usaron en la síntesis. El difractograma obtenido muestra la presencia de $\text{Fe}_{0,975}\text{O}$, FeO , Fe_3O_4 (magnetita), Fe y $\text{Fe}_{0,9536}\text{O}$. Éste se puede observar en la sección D.1.

Materiales de Molienda. Los equipos y materiales empleados en la reducción del tamaño de las partículas de las ferro aleaciones se detallan a continuación:

- Vial de Molino Spex: Acero inoxidable AISI 304.
- Bolas de molienda: Rodamientos de 1/2 [in] de diámetro y 8,35 [g] de peso. Fabricadas en acero-cromo y adquiridos a la Importadora Nacional Apolo.

3.2.2. Equipos Utilizados

En la molienda, compactación, síntesis y caracterización de las aleaciones se utilizaron los equipos pertenecientes al Departamento de Ingeniería Civil Mecánica de la Universidad de Chile.

- Molino Spex 8000D.
- Equipo de Tamizado: máquina de superficie vibratoria y tamices de variadas medidas de malla.
- Prensa hidráulica Buehler de 5 [ton] con bomba de 60 [MPa] (600 [bar] o 8700 [psi]).
- Microdurometro Buehler - Leitz Wetzcar C376 - Identador Vickers.
- Durómetro Rockwell Wilson - Modelo 103R Instron - Identador.

3.2.3. Molienda, mezcla de polvos y compactación en frío

Molienda. La pulverización de las ferro aleaciones se realizó con un molino Spex. El molino de alta energía Spex-8000D es un molino dual que permite el trabajo de molienda en dos viales al mismo tiempo. Posee una frecuencia de agitación constante, la que genera un elevado número de impactos por minuto. En la Figura 3.3 se muestra el molino Spex y un vial de acero inoxidable.

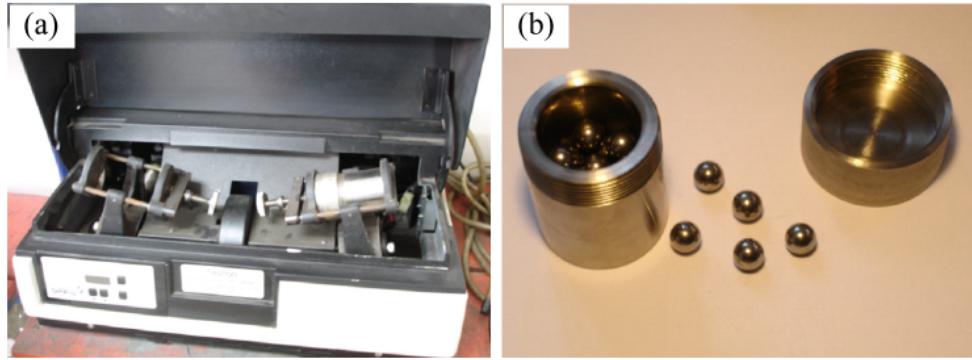


Figura 3.3: (a) Fotografía del Molino Spex-8000D. (b) Fotografía de un vial de acero inoxidable utilizado para molienda.[1]

Mezcla de polvos. La mezcla de polvos compactados y sintetizados se realizó mediante la mezcla mecánica de los materiales en un recipiente rotatorio. Este proceso permitió homogeneizar el compuesto de los materiales pulverizados que presentan distintas densidades, formas y tamaños. Las condiciones de operación del proceso fueron controladas para lograr una mezcla homogénea y evitar la segregación de las partículas dentro de la mezcla. La velocidad de rotación se ajustó a la capacidad del torno dispuesto en la Figura 3.4, es decir 100 r.p.m. El tiempo de mezcla fue de 90 min. para mezclar sólo las ferro aleaciones, de 90 min. para mezclar sólo el aluminio en polvo con el óxido de hierro (magnetita) y de 90 min. para mezclar juntas las mezclas anteriores. La inclinación del recipiente con respecto al eje de rotación fue de 45° , posición que mejora la homogeneización de la mezcla de polvos[1].



Figura 3.4: Fotografía de la disposición experimental para la mezcla de polvos.[1]

Compactación en frío. La compactación en frío fue de acción simple, adecuando el desarrollo experimental de esta etapa a la disponibilidad de equipos de compactación, la cual se realizó a alta presión para disminuir la porosidad en verde del compacto y con ello también bajar la cantidad de gases remanentes dentro de los poros que actúan como sumideros térmicos.

La compactación se realizó inicialmente colocando una sufridera dentro de la matriz de compactación, seguido del sustrato de acero, metal de aporte, la mezcla de los polvos y otra lámina de metal de aporte. Sin embargo, y debido a la reacción exotérmica en sí, las láminas de cuproníquel que se colocaban en la zona superior de la probeta se movían y caían durante la reacción, por lo cual el procedimiento de compactación final fue colocando una sufridera dentro de la matriz de compactación, seguido del sustrato de acero, la lámina de metal de aporte y la mezcla de los polvos. Posteriormente, se cargó a una presión de 554 [MPa] aproximadamente en la prensa hidráulica de la Figura 3.5, que corresponde a una presión en el reloj de la prensa de 420 [bar] (ver cálculo en Anexo E). Cabe señalar que la compactación se realizó sin utilizar lubricantes mezclados con los polvos.

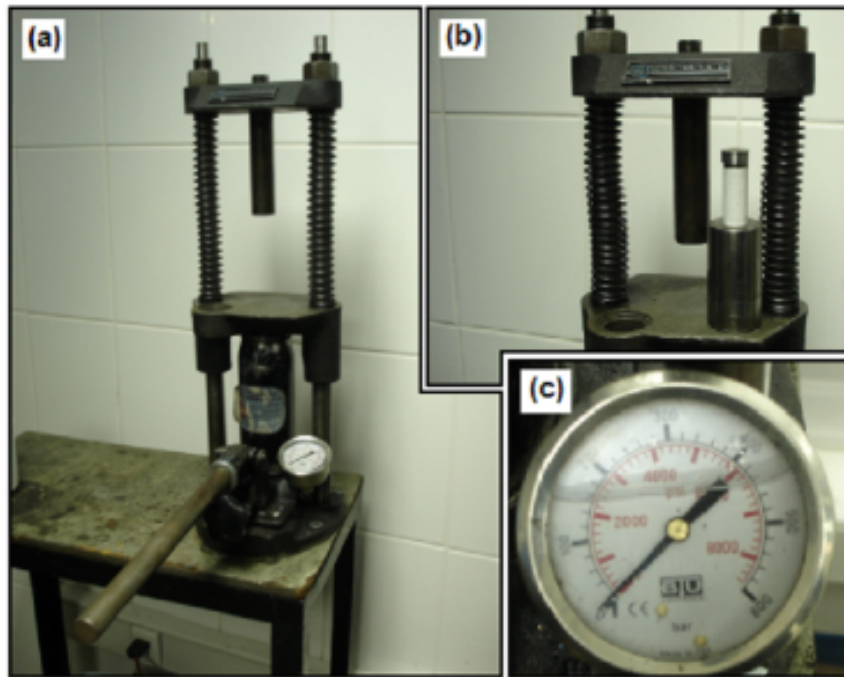


Figura 3.5: Fotografía de la prensa de compactación.[1]

3.2.4. Equipo Síntesis por Combustión de la mezcla de Polvos de ferro aleaciones

En la Figura 3.6 se muestra el horno eléctrico de atmósfera controlada utilizado, el cual fue construido en el Laboratorio de Procesos Mecánicos del Departamento de Ingeniería Mecánica de la Universidad de Chile², y posee las siguientes características principales:

- Temperatura máxima de uso: 1160 °C; Presión de atmósfera: 2 bar.
- Tasa de calentamiento controlable hasta 50 °C/min por medio de termocupla tipo K y circuito de control.
- Visor que permite observar las probetas durante toda la experiencia.
- Paredes refractarias que evitan la excesiva pérdida de calor.

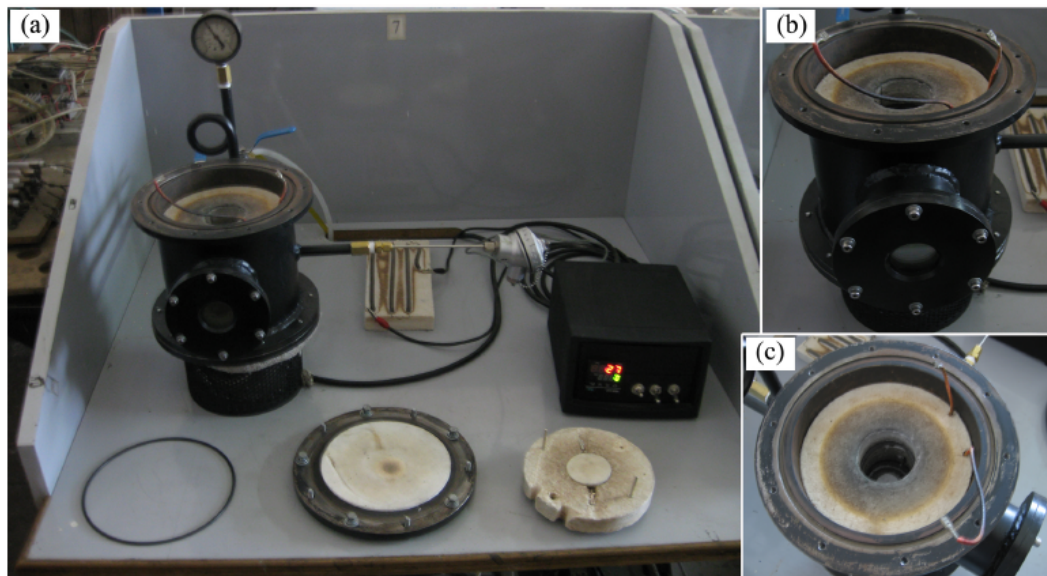


Figura 3.6: Fotografías del horno eléctrico de atmósfera controlada. (a) Vista Panorámica. (b) Acercamiento al horno y visor. (c) Entrada al interior del horno.[2]

²Los cálculos de diseño pueden verse en detalle en el Anexo A en la bibliografía [2]

3.3. Caracterización del recubrimiento y material compuesto producido

3.3.1. Caracterización de las fases presentes

Los análisis de las muestras de polvos mediante difracción de rayos X se realizaron en el Laboratorio de Cristalografía del Departamento de Física de la Universidad de Chile, usando un equipo Siemens D5000 de geometría Bragg-Vrentano, el cual posee un detector puntual. El haz generado a partir del ánodo de cobre tiene una longitud de onda de $1,5405 \text{ \AA}$, producido por un voltaje de 40 [kVe] y una intensidad de 30 [mA]. Los parámetros del ensayo se resumen en la Tabla 3.2.

Tabla 3.2: Parámetros de difracción de rayos X.

Temperatura °C	Ángulo inicial °	Ángulo final °	Paso °	Tiempo de paso s
25	2	80	0,02	1

3.3.2. Caracterización Microestructural

La Microscopía Óptica se utilizó para obtener micrografías de las superficie de las probetas obtenidas por síntesis por combustión. La sección expuesta de las probetas en el microscopio fueron pulidas mecánicamente previamente, primero con lijas de metal para trabajo en agua en orden de numeración 80, 100, 120, 180, 240, 320, 400, 600, 800, 1.000, 1.500, 2.000 y 2.500, seguido con un pulido manual con una solución de alúmina de 0,5 mm, hasta dejar la superficie pulida a espejo. Cuando fue necesario se atacaron las superficies con un ataque químico de nital al 4%. Las microscopías se realizaron en un microscopio marca OLYMPUS con acercamientos de 100x y 500x perteneciente al Departamento de Ingeniería Mecánica de la Universidad de Chile.

3.3.3. Comportamiento Mecánico

Ensayo de Microdureza. Los ensayos de microdureza se llevaron a cabo en un Microdurómetro Buehler - LeitzWetzcar C376 - Identador Vickers, el cual pertenece al Laboratorio de Metalografía del Departamento de Ingeniería Mecánica de la Universidad de Chile. Se utilizó una carga de 100 [g], donde previo al ensayo de los materiales obtenidos por VCS, el equipo se calibró con un patrón estándar.

Con el fin de evitar errores en el ensayo de microdureza, en forma previa y a temperatura ambiente, las probetas fueron pulidas siguiendo el mismo procedimiento desarrollado para el análisis microscópico, con el fin de quitar el óxido existente en la superficie a ensayar. Además, se realizaron estos ensayos sobre la superficie sin ataque químico previo, y debido a las posibles desviaciones que se pudieran encontrar en las mediciones, se realizaron 4 mediciones por probeta.

El procedimiento empleado consiste en ubicar la probeta sobre la plataforma y ajustar el lente hasta que la superficie pueda ser observada nítidamente. Posteriormente, se aplica la carga de 100 [g] hasta que se apague la luz indicadora. A través del lente se ajusta la distancia cero entre las líneas verticales que miden la longitud de la línea diagonal-horizontal, para luego mover estas líneas a los vértices, ingresando así la longitud de la línea diagonal-horizontal. Se gira 90° el cabezal del lente y se mide con el mismo procedimiento la línea diagonal-vertical. Finalmente, se obtiene la microdureza Vickers a través de la fórmula 3.1

$$HV(d) = 1854,4 \frac{P}{d^2} \quad (3.1)$$

donde p es la carga aplicada en [g] y d es la longitud promedio de las diagonales de indentación (d1,d2). Ver Figura 3.8.

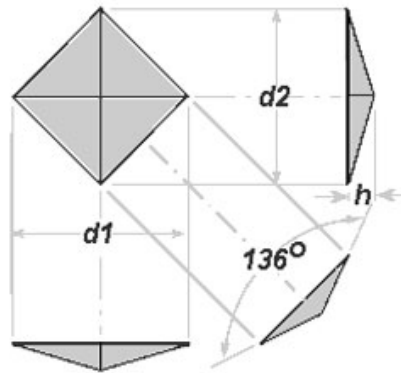


Figura 3.7: Esquema penetrador Vickers

Ensayo de Macro dureza. El ensayo de macro dureza de los materiales obtenidos se realizaron en la un durómetro Rockwell, en la escala de dureza Rockwell A (HRA) con una carga de 60 [kg]. Estas mediciones se realizaron en la zona inferior de las probetas, sobre la sección transversal con infiltración del metal de aporte. El equipo pertenece al Laboratorio de Metalografía del Departamento de Ingeniería Mecánica. Previo al ensayo de los materiales obtenidos por VCS, se comprobó que las mediciones correspondieran al patrón estándar de la escala HRA del equipo.

Ensayo de Desgaste. La resistencia al desgaste de las probetas se analizaron mediante el uso del método para la medición de la abrasión utilizando un disco con recubrimiento de goma (Clorobutilo) sobre el que se aplica arena de cuarzo seca de granulometría de 200 [μm], de acuerdo con la norma estándar ASTM-G65 [14]. Este ensayo permite efectuar procedimientos para determinar la resistencia de materiales metálicos a la abrasión sobre una rueda de goma rotatoria. En la Figura 3.8 se puede observar el equipo que se utilizó para este ensayo.

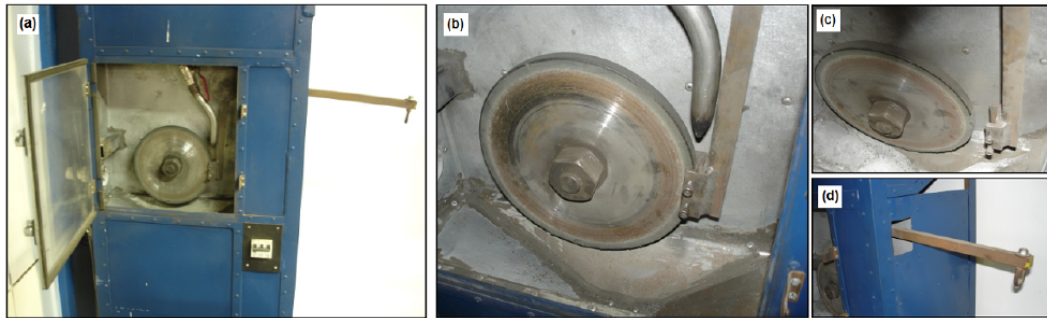


Figura 3.8: Equipo utilizado para la medición del desgaste abrasivo.

Los parámetros del ensayo de abrasión que se utilizaron en esta experiencia son los siguientes: El caudal de arena de cuarzo fue de 335 [g/min]. El disco con recubrimiento de goma de Clorobutilo tuvo un diámetro inicial de 228,6 [mm], estimándose que la rueda sufrió un desgaste del perímetro de 0,125 mm por ensayo. La rueda posee una velocidad angular de 188 rpm. La fuerza aplicada a la probeta fue de 45 [N] con una carga de 2,3 [kg], la cual corresponde al procedimiento D de la norma antes mencionada (ver cálculo en Anexo E).

La medición experimental de la pérdida de masa asociada durante el ensayo de desgaste fue realizado cada 130 [m], con un total de 5 mediciones por probeta, esto debido al desgaste que va sufriendo el recubrimiento de goma de la rueda. Para poder realizar mediciones cada 130 [m], se tuvo que ir midiendo tras cada ensayo el perímetro de la rueda para ir determinando de esta manera cuando detener la medición.

Capítulo 4

Resultados Experimentales

4.1. Resultados Experimentales Generales

El objetivo principal de este Trabajo de Título fue la fabricación de un material compuesto rico en TiB_2 utilizando la energía liberada durante la síntesis por combustión, a partir de ferro aleaciones asistido por metalotermia, donde si bien se logró que las probetas tuvieran una reacción exotérmica, se encontró que la energía liberada por la reacción no fue suficiente para lograr que el material de aporte pase a fase líquida por completo, y por medio de los fenómenos de capilaridad-mojabilidad, se uniera el sustrato de acero con el compuesto formado por medio de una unión metalúrgica.

Inicialmente, se realizaron 4 probetas basadas en la temperatura adiabática de cada mezcla, donde estas temperaturas fueron 1600, 1800, 2000 y 2200 °C respectivamente, de las cuales sólo en las primeras 2 se obtuvieron resultados satisfactorios, por lo que finalmente se realizaron 3 probetas por ensayo, la primera con una temperatura adiabática objetivo de 1600 °C, la segunda con una temperatura adiabática objetivo de 1700 °C y la tercera con una temperatura adiabática objetivo de 1800 °C.

En el Anexo F se muestran algunas de las probetas obtenidas luego de la reacción exotérmica y del pulido en la sección transversal de la zona inferior (ver Figura 3.1), y como se puede observar, no se logró obtener un material con una buena consistencia, ya que en esta cara de la probeta, y gracias a la aparente infiltración lograda, el material tiene buenas propiedades, sin embargo, en el resto de la probeta las propiedades son deficientes. Por otra parte, en la Tabla 4.1 se describen la probetas con resultados más interesantes.

Tabla 4.1: Descripción de las probetas con mejores propiedades.

Probeta	Descripción
4	Probeta que posee mezcla de ferro aleaciones solamente, sin aluminio y magnetita.[2]
14	T. adiabática 1600°C ; Probeta que posee mezcla de ferro aleaciones, aluminio y magnetita sólo en la zona media, en la zona inferior y superior sólo tiene mezcla de ferro aleaciones.
15	T° adiabática 1700°C ; Probeta que posee mezcla de ferro aleaciones, aluminio y magnetita sólo en la zona media, en la zona inferior y superior sólo tiene mezcla de ferro aleaciones.
16	T° adiabática 1800°C ; Probeta que posee mezcla de ferro aleaciones, aluminio y magnetita sólo en la zona media, en la zona inferior y superior sólo tiene mezcla de ferro aleaciones.
17	T° adiabática 1600°C ; Probeta que posee mezcla de ferro aleaciones, aluminio y magnetita en la zona media y superior, en la zona inferior sólo tiene mezcla de ferro aleaciones.
18	T° adiabática 1700°C ; Probeta que posee mezcla de ferro aleaciones, aluminio y magnetita en la zona media y superior, en la zona inferior sólo tiene mezcla de ferro aleaciones.
19	T° adiabática 1800°C ; Probeta que posee mezcla de ferro aleaciones, aluminio y magnetita en la zona media y superior, en la zona inferior sólo tiene mezcla de ferro aleaciones.
20	T° adiabática 1800°C ; Probeta que posee mezcla de ferro aleaciones, aluminio y magnetita en su totalidad, se agregó polvo de ferro aleaciones entre el material de aporte y el compacto.
21	T° adiabática 1700°C ; Probeta que posee mezcla de ferro aleaciones, aluminio y magnetita en su totalidad, se agregó polvo de ferro aleaciones entre el material de aporte y el compacto.
22	T° adiabática 1600°C ; Probeta que posee mezcla de ferro aleaciones, aluminio y magnetita en su totalidad, se agregó polvo de ferro aleaciones entre el material de aporte y el compacto.
26	T° adiabática 1700°C ; Probeta que posee mezcla de ferro aleaciones, aluminio y magnetita en su totalidad, se agregó aluminio en polvo entre el material de aporte y el compacto.
27	T° adiabática 1600°C ; Probeta que posee mezcla de ferro aleaciones, aluminio y magnetita en su totalidad, se agregó aluminio en polvo entre el material de aporte y el compacto.
28	T° adiabática 1800°C ; Probeta que posee mezcla de ferro aleaciones, aluminio y magnetita en su totalidad, se agregó aluminio en polvo entre el material de aporte y el compacto.

4.2. Caracterización de ferro aleaciones utilizadas

En la Tabla 4.2 se muestran los valores certificados de concentraciones de peso de Ti, B y contaminantes para cada ferro aleación comercial. Estos certificados pueden verse en el Anexo C.

Tabla 4.2: Composición química de las ferro aleaciones.

ferro aleación	Composición Química (%p)						
	Ti	B	Si	Al	C	Mn	Otros
Fe - Ti	69,85	-	0,05	0,81	0,10	0,07	0,02
Fe - B	0,07	15,37	2,03	0,23	1,6	0,44	0,36

De lo anterior, y al utilizar los diagramas de fase de Fe-Ti y B-Fe los cuales se muestran en el Anexo G, en conjunto con las fracciones de peso de Ti y B, y considerando que los contaminantes presentes no forman compuestos con Fe, Ti o B, se tiene que:

- Ferro aleación de Titanio: Posee 69,85 %p de Ti, por lo que se tienen 2 fases: α Ti y FeTi cuya fracción de peso es 47,44 %p y 52,56 %p respectivamente.
- Ferro aleación de Boro: Corresponde a un 15,37 %p de B, con lo que existen 2 fases: FeB y Fe₂B cuya fracción de peso es 96,25 %p y 3,75 %p respectivamente.

Habiendo determinado las fases presentes en las ferro aleaciones, eliminado la fase Fe₂B debido a su baja presencia, considerar que existe igual cantidad en peso de α Ti y FeTi, y agregando el aluminio y la magnetita (Fe₃O₄), se obtuvo la ecuación estequiométrica molar base de la reacción, la cual se muestra a continuación



Utilizando la ecuación anterior, se determinó la concentración en % en peso de cada elemento reactante de la ecuación con un software computacional, lo cual se presenta en la Tabla 4.3.

A partir de la ecuación 4.1, se realizaron las distintas mezclas según la temperatura adiabática objetivo. En la Tabla 4.4 se muestran las temperaturas adiabáticas con sus respectivos rangos de fracciones molares de los elementos presentes en las reacciones ensayadas.

Tabla 4.3: Fracciones de peso de los elementos presentes en la ecuación 4.1.

Elementos	Cantidad [mol]	FM [g/mol]	Cantidad [g]	Concentración [%p]
Fe3O4	3	231,539	694,616	46,002
Al	8	26,982	215,852	14,295
Ti	2	47,9	95,8	6,345
FeTi	1	103,747	103,747	6,871
FeB	6	66,657	399,942	26,487

Tabla 4.4: Fracciones molares y de peso según la temperatura adiabática estimada.

Elementos	Temperatura adiabática [°C]				
	1600 cantidad [mol]	1700 cantidad [mol]	1800 cantidad [mol]	2000* cantidad [mol]	2200* cantidad [mol]
Fe3O4	0,020 - 0,021	5,140 - 5,302	0,024 - 0,028	0,036	0,044
Al	0,053 - 0,056	1,600 - 1,651	0,065 - 0,076	0,096	0,117
Ti	0,050 - 0,051	2,218 - 2,342	0,044 - 0,051	0,039	0,028
FeTi	0,023 - 0,024	2,220 - 2,345	0,020 - 0,024	0,018	0,013
FeB	0,143 - 0,150	9,032 - 9,519	0,128 - 0,15	0,111	0,081

4.3. Caracterización Termodinámica de VCS

Para el análisis termodinámico se utilizó un software computacional, el cual permite estimar la energía libre de Gibbs dada una reacción y la temperatura adiabática, resolviendo automáticamente la ecuación 2.2.

Por otra parte, se sabe que la reacción de elementos puros para producir diboruro de titanio (TiB_2), la cual se muestra en la ecuación 4.2, es una reacción altamente exotérmica que libera -3960 KJ/Kg (25 °C), lo cual permite la utilización de metales y aleaciones no reactivas como densificadores. Mientras que la temperatura adiabática de la reacción estequiométrica molar base, la cual se muestra en la ecuación 4.1, es de 2920 °C, la cual es menor a la temperatura de fusión del TiB_2 que es de 3225 °C.



Reacción de ferro aleaciones, Aluminio y Magnetita.

La reacción estequiométrica base de las ferro aleaciones, aluminio y magnetita, mostrada en la ecuación 4.1, es una reacción exotérmica fuerte de -2410 KJ/Kg ($25 \text{ }^\circ\text{C}$) aproximadamente y cuya temperatura adiabática es de $2173 \text{ }^\circ\text{C}$, donde a partir de ésta, se realizaron 4 muestras iniciales cambiando la composición de la mezcla a utilizar. Estas 4 mezclas iniciales tenían temperaturas adiabáticas de 1600 , 1800 , 2000 y $2200 \text{ }^\circ\text{C}$ cada una, donde para las primeras 2, las probetas resultaron bastante bien, mientras que para las últimas 2, las probetas se deformaron y rompieron, lo cual se cree se debe a que la reacción fue demasiado exotérmica, produciéndose de esta manera el daño antes mencionado. Es por esto, que se determinó que las muestras a realizar tendrían una temperatura adiabática de 1600 , 1700 y $1800 \text{ }^\circ\text{C}$ respectivamente.

Cálculo de la Energía Libre de Gibbs para las reacciones

La Figura 4.1 muestra la energía libre de Gibbs disponible para realizar CS en la reacción estequiométrica mostrada en la ecuación 4.1, así como para las probetas realizadas con distinta temperatura adiabática y lo realizado por Hugo Muñoz [2].

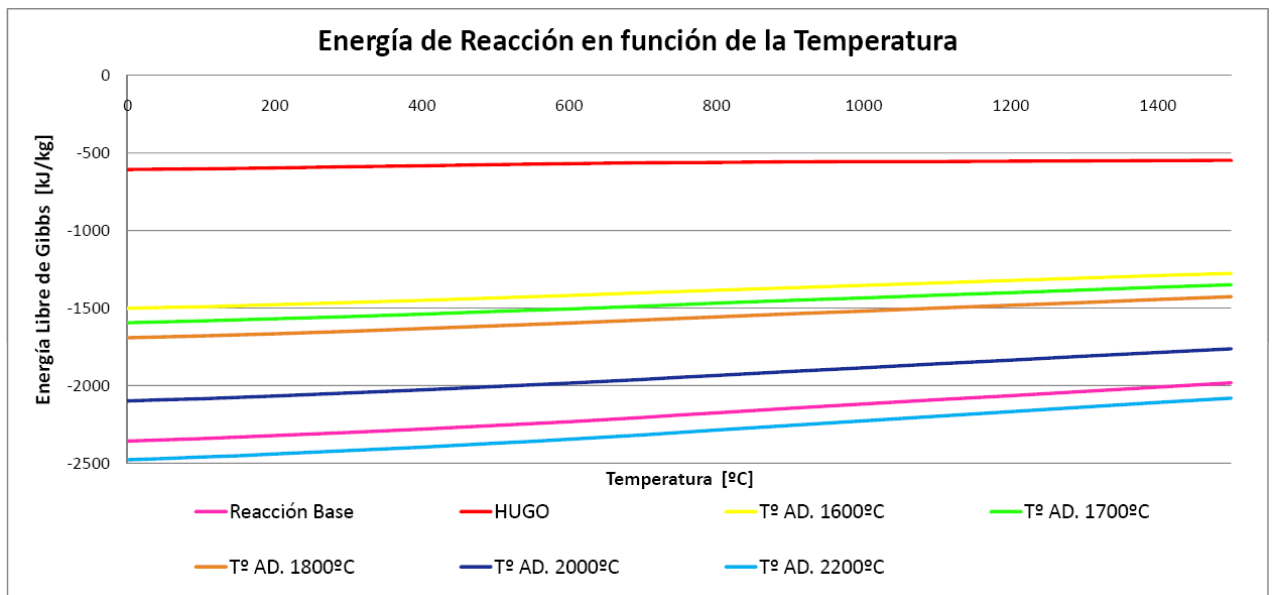


Figura 4.1: Energía libre de Gibbs disponible para realizar síntesis sobre la reacción base (ecuación 4.1), lo realizado por Hugo Muñoz [2] y las distintas reacciones diferenciadas por su temperatura adiabática objetivo.

La Figura 4.2 muestra la diferencia energética entre la reacción con elementos puros 4.2 y la reacción base 4.1 y las reacciones con distintas temperaturas adiabáticas. Como se observa, la diferencia es significativa, lo que explica la necesidad de un precalentamiento considerable para

lograr la CS en la mezcla de ferro aleaciones [2], sin embargo, y debido a la inclusión en este Trabajo de Título de aluminio en polvo, éste precalentamiento no se pudo realizar debido a que el aluminio empieza a reaccionar a una temperatura muy inferior, a unos 600 °C aproximadamente, lo que puede explicar la VCS incompleta que se obtuvo.

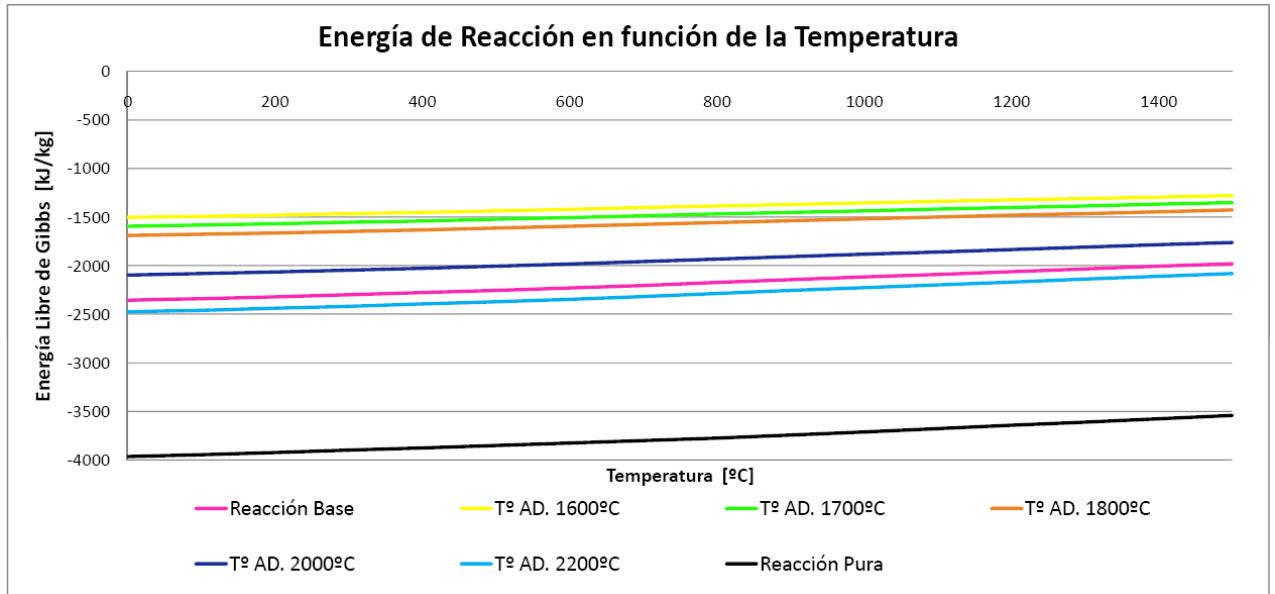


Figura 4.2: Comparación de Energía libre de Gibbs disponible para la reacción pura de TiB_2 (ecuación 4.2), para la reacción base (ecuación 4.1) y las distintas reacciones diferenciadas por su temperatura adiabática calculada.

4.4. Resultados Síntesis por Combustión

La reacción de síntesis por combustión volumétrica (VCS) para las distintas mezclas que fueron utilizadas se produjeron a una temperatura promedio de 600 °C, con una duración variable de 30 - 40 segundos. La Figura 4.3 muestra la secuencia característica de una reacción VCS dentro del horno eléctrico. Esta vista corresponde al visor que posee el horno para apreciar la VCS.

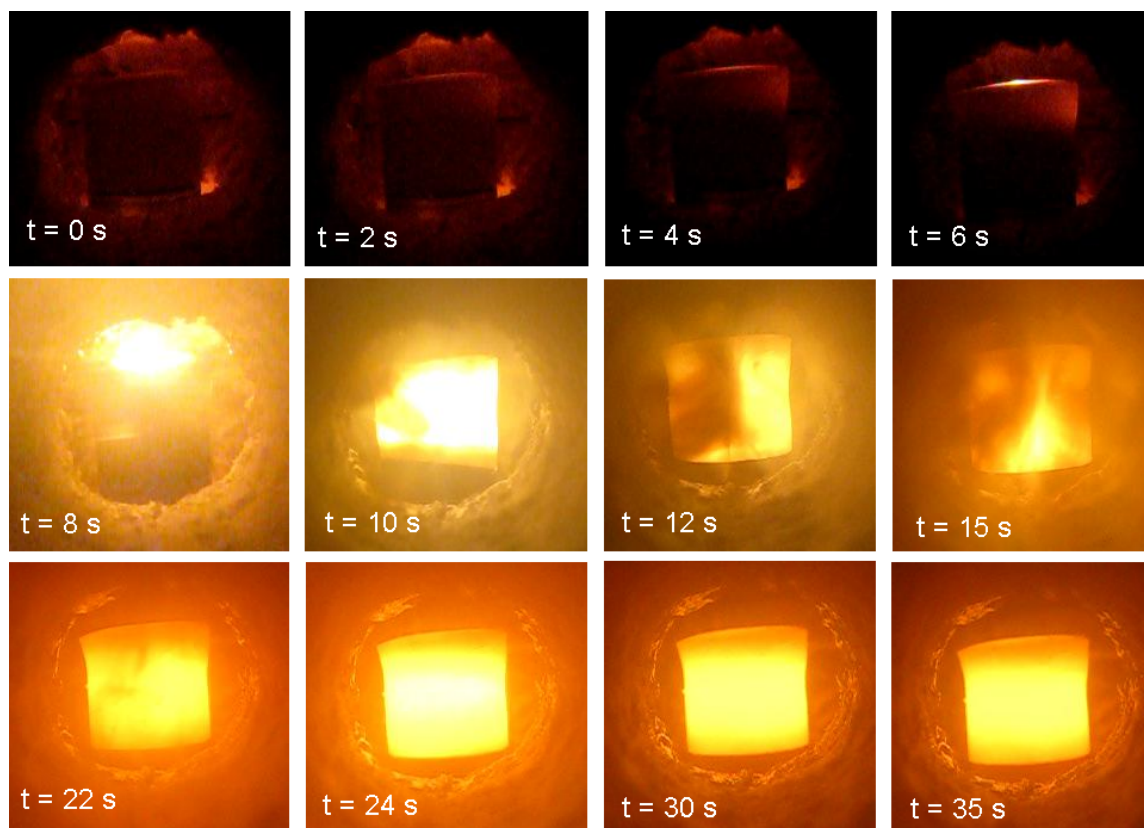


Figura 4.3: Secuencia de VCS de una probeta que comienza su reacción a 600 °C aprox.

Estimación de Temperatura de la VCS

Utilizando una escala de temperatura mediante el color y las imágenes obtenidas durante la VCS fue posible estimar la temperatura alcanzada durante la reacción. A través de software de procesamiento de imágenes se encontró la ubicación, dentro de la escala, del color en la probeta durante la reacción como se muestra en la Figura 4.4.

Se tiene entonces que la temperatura estimada para la reacción VCS fue de 2920 °C, un poco menor a lo estimado por J.L Fuenzalida en su trabajo de título con un valor estimado de 3230 °C. Debido al uso de la escala de colores para estimar la temperatura, se juzga arbitrariamente que el error asociado se encuentra en la vecindad ± 100 °C. Aún con este posible error, la estimación de la temperatura permite apreciar las diferencias entre lo calculado teóricamente (temperatura adiabática) y lo estimado, lo cual se abordará en la sección 5.1.

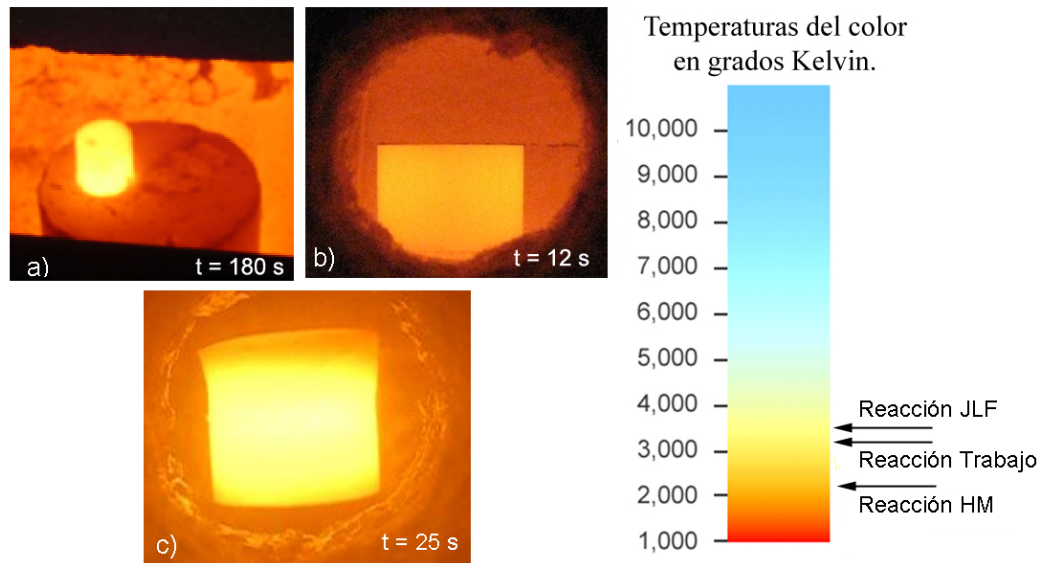


Figura 4.4: Estimación de temperatura mediante tabla de color. (a) Reacción de CS para el trabajo de J.L. Fuenzalida [1]. (b) Reacción de CS para el trabajo de Hugo Muñoz [2]. (c) Reacción de CS para este Trabajo de Título

4.5. Medición de Microdureza

Se realizó un perfil de microdureza a las probetas que presentaban el mejor sintetizado y consistencia, ya que hubo probetas en que si bien se produjo la reacción exotérmica, ésta no permitió la sintetización de los polvos. Además, y como se puede observar en las fotos de las probetas finales en el Anexo F, no se pudo realizar un perfil longitudinal de microdureza de las probetas debido a que en el momento de realizar el pulido pertinente, las probetas empezaron a romperse a medida que éste se alejaba de la zona aparentemente infiltrada y sintetizada.

Debido a esto, el perfil de microdureza medido se realizó en la sección transversal de la zona inferior de las probetas, posterior al pulido correspondiente, como se observa en la Figura 4.5(a). En la Tabla 4.5 se encuentran las mediciones realizadas en dureza Vickers.

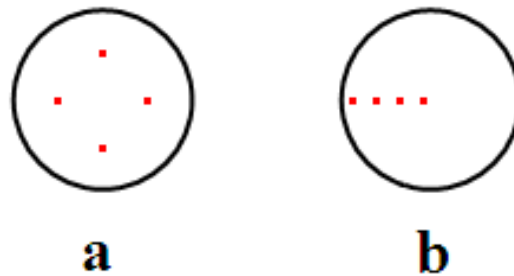


Figura 4.5: Ubicaciones de las mediciones de microdureza: a) Perfil de microdureza promedio, b) perfil de microdureza en base al radio de medición.

Tabla 4.5: Mediciones de microdureza.

Probeta	Microdureza HV _{0,1}				Promedio	Desv. Std.
4	1402,2	1097,3	1532,6	1097,3	1282,3	220,2
17	946,1	882,0	882,0	681,1	847,8	115,2
20	1186,8	1097,3	1532,6	1287,8	1276,1	187,8
21	1186,8	1402,2	1287,8	1097,3	1243,5	131,3
22	1186,8	1097,3	1186,8	1287,8	1189,7	77,8
26	1017,5	946,1	946,1	1017,5	981,8	41,2
27	1056,3	1186,8	1186,8	1017,5	1111,8	88,0
28	1186,8	605,5	824,2	1235,8	963,1	300,9

A partir de estos resultados, se realizó otro perfil de microdureza, esta vez para observar como se comporta la microdureza en función del radio de medición. Para esto, se efectuaron 4 mediciones de microdureza en función del radio en la probeta 4, la probeta 20 y la probeta 21. Los resultados obtenidos se observan en la Tabla 4.6 y la ubicación de las indentaciones se muestran en la Figura 4.5(b).

Como se observa tanto en la Tabla 4.5 como en la Tabla 4.6, la probeta que no posee aluminio (probeta 4) tiene una microdureza levemente mayor que las demás probetas que si poseen aluminio.

Tabla 4.6: Microdureza en función del radio de medición.

Probeta	Medición	Ubicación
4	1097,3	casi al centro
4	1186,8	casi en el borde
4	1402,2	en el borde
20	572,3	en el centro
20	824,2	casi al centro
20	1017,5	casi en el borde
20	1331,8	en el borde
21	824,2	en el centro
21	946,1	casi al centro
21	1097,3	casi en el borde
21	1287,8	en el borde

4.6. Medición de Macro dureza

Para la obtención de la macro dureza se realizaron mediciones en el centro como en el borde de la zona inferior de las probetas, esto debido que en la zona superior no se pudieron realizar las mediciones debido a que el indentador se hundía y no permitía una medición correcta. En la Tabla 4.7 se muestran los resultados obtenidos en las mediciones, mientras que en la Figura 4.6 se muestra la ubicación de las mediciones realizadas.

Tabla 4.7: Resultados de las mediciones de macro dureza.

Probeta	Medición	
	Centro [HRA]	Borde [HRA]
4	23	45
17	38	42
20	24	34
21	26	36
22	34	44

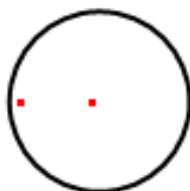


Figura 4.6: Ubicación de las mediciones de macro dureza en base al radio de medición.

Se puede observar como varía la dureza a medida que se aleja del centro de la probeta, teniendo un promedio en el centro de las probetas de 29 [HRA] y de 40 [HRA] lo más cercano al borde. Por otra parte, la probeta sin aluminio muestra la dureza máxima, aunque la probeta 17 y la probeta 22 tienen una dureza similar con la diferencia de que la dureza en sus centros es bastante mayor. Mientras que las probetas 20 y 21 muestran una baja dureza en general.

4.7. Ensayo de Desgaste

Se realizaron pruebas de desgaste a las probetas con aparente infiltración 4, 17, 20, 21, 22, 26, 27 y 28, para evaluar las diferencias en la pérdida de masa en función de los distintos tipos de procedimientos de síntesis que se utilizaron.

Los resultados del ensayo de desgaste se resumen en la Tabla 4.8. Dada la medición periódica de la pérdida de masa, fue posible construir el gráfico de la Figura 4.7 donde se observa una tendencia lineal de la tasa de desgaste, además de que para las probetas en que se colocó aluminio entre el metal de aporte y el compacto (probeta 26, 27, 28) el desgaste es muy superior a la probeta que sólo tenía una mezcla de ferro aleaciones (probeta 4), pero que para las se colocó una mezcla de ferro aleaciones entre el metal de aporte y el compacto (probeta 20, 21, 22) el desgaste es menor a ésta última.

Tabla 4.8: Resultados del ensayo de desgaste abrasivo.

Probeta	Distancia de deslizamiento [m]					
	0	130	260	390	520	650
4	0 [mg]	60 [mg]	150 [mg]	240 [mg]	280 [mg]	320 [mg]
17	0 [mg]	70 [mg]	150 [mg]	200 [mg]	230 [mg]	270 [mg]
20	0 [mg]	30 [mg]	50 [mg]	90 [mg]	120 [mg]	140 [mg]
21	0 [mg]	30 [mg]	50 [mg]	90 [mg]	110 [mg]	130 [mg]
22	0 [mg]	60 [mg]	110 [mg]	160 [mg]	230 [mg]	280 [mg]
26	0 [mg]	90 [mg]	180 [mg]	300 [mg]	400 [mg]	530 [mg]
27	0 [mg]	130 [mg]	230 [mg]	270 [mg]	360 [mg]	620 [mg]
28	0 [mg]	240 [mg]	410 [mg]	570 [mg]	700 [mg]	790 [mg]

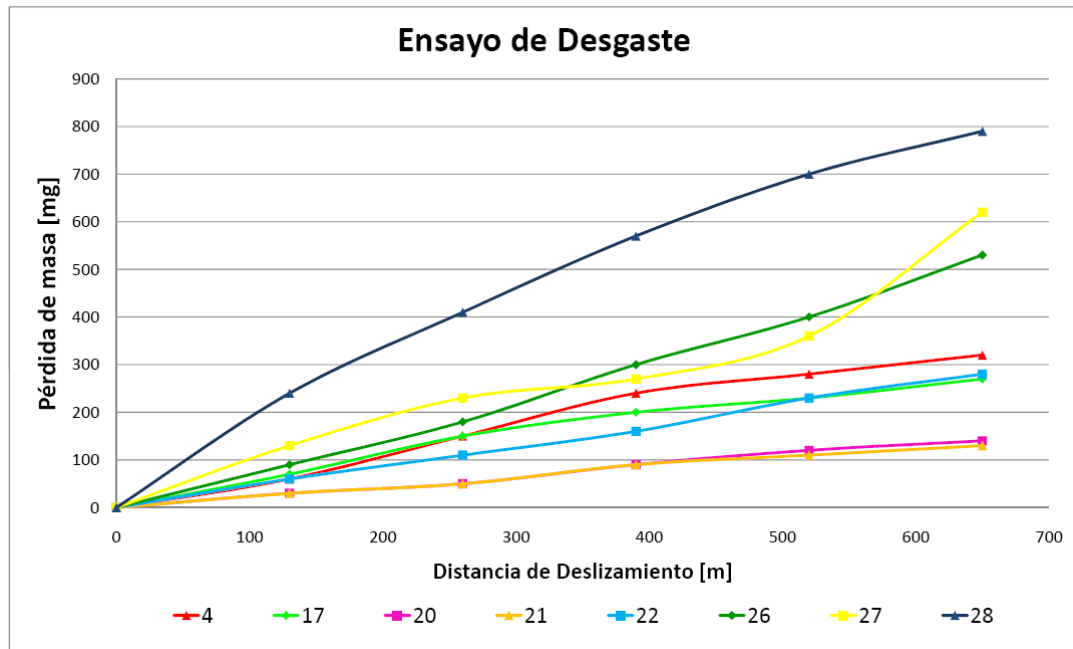


Figura 4.7: Pérdida de masa de las probetas en función de la distancia de deslizamiento.

4.8. Resultados Difracción de Rayos X

Los análisis de las probetas de polvos fueron encargadas al Laboratorio de Cristalografía del Departamento de Física, el cual se encuentra equipado con difractómetros de polvo y monocristales. Los difractogramas se observan en detalle en la sección D.2.

Se debe mencionar que para éste análisis se envió polvos de las distintas zonas de las probetas, siendo la zona superior la parte que más aporta debido a la facilidad de sacar polvos de ésta.

Se halló la presencia de fases de TiB_2 en todos los probetas analizadas, además de Fe puro y de los óxidos TiO y SiO_2 . Los demás componentes encontrados, tales como material sin reaccionar y óxidos, explican y ayudan a entender los productos de la VCS y las diferencias entre las temperaturas adiabáticas, es como para las probetas con aluminio (probeta 17, 20 y 21) se encontraron TiO_5 y Fe_2B sin reaccionar en todas éstas, además de distintas aleaciones de aluminio como $Al_{0,9}Ni_{1,1}$ y $Al_{0,7}Fe_3Si_{0,3}$ entre otros, mientras que para la probeta sin aluminio (probeta 4) sólo se encontró rastros de $Fe_{0,2}Ni_{4,8}Ti_5$.

4.9. Micrografías

Se realizó un análisis micrográfico, el cual se realizó en dos etapas, primero se tomaron micrografías sin ataque químico con 2 aumentos, 100x y 500x. Posteriormente, se tomaron las micrografías con ataque químico con los mismos aumentos. Sin embargo, y debido a que la reacción exotérmica sólo tuvo efecto en la zona inferior de la probeta, las micrografías se efectuaron en la sección transversal de la cara inferior de cada probeta ensayada. Estas micrografías se encuentran en el Anexo H.

Cabe señalar que las micrografías se realizaron en las partes efectivamente pulidas, y como se observa, existe una gran porosidad y zonas grises en las probetas, las cuales no son porosidades y pueden corresponder a desprendimientos superficiales como se discute en la sección 5.5.

4.9.1. Microscopía Electrónica de Barrido

Se realizó un análisis de microscopía electrónica de barrido (SEM) con espectroscopía de energía dispersiva (EDS) para la determinación de los elementos presentes en las probetas. Éste análisis se realizó a la probeta 21, la cual se cortó por la mitad como se observa en la Figura 4.8. En la Figura 4.8 se enumeran las distintas áreas de la probeta que se examinaron, mientras que en el Anexo I se muestran los resultados obtenidos del análisis.

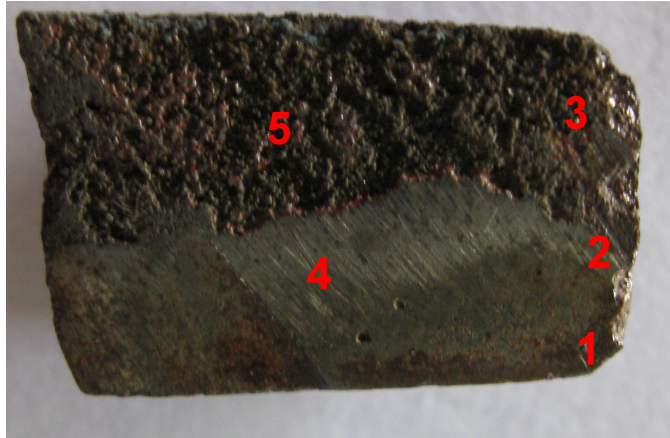


Figura 4.8: Vista del corte longitudinal de la probeta 21.

En la Figura 4.9 se muestran fotografías de las distintas áreas analizadas. Tanto en la Figura 4.8 como en la 4.9 se puede apreciar claramente la existencia de 2 zonas diferentes, una zona con aparente infiltración y otra zona porosa sin aparente infiltración. En el análisis SEM se observó que la cantidad en % en peso de oxígeno en las áreas porosas son altas, lo cual se debería en gran parte a la humedad remanente en los poros y a los óxidos formados en la reacción, mientras que en las áreas con aparente infiltración el % en peso del oxígeno es bajo, el cual se debería exclusivamente a la existencia de óxidos formados durante la reacción, sin embargo, el área 1 posee una gran cantidad de oxígeno a pesar de encontrarse en el área con aparente infiltración, lo cual se ocasionaría debido a la cercanía a la cara inferior de pulimento y producto de los desprendimientos superficiales y a las microgrietas ocasionadas por el ensayo de desgaste abrasivo, debido a la humedad remanente del pulido en esta área. Por otra parte, en el análisis SEM no se detecta rastros de níquel ni de cobre, lo cual confirma la idea de que no hubo infiltración por parte del material de aporte, y que la densificación se debería al escurrimiento de fases líquidas de las ferro aleaciones, especialmente la ferro aleación de titanio.

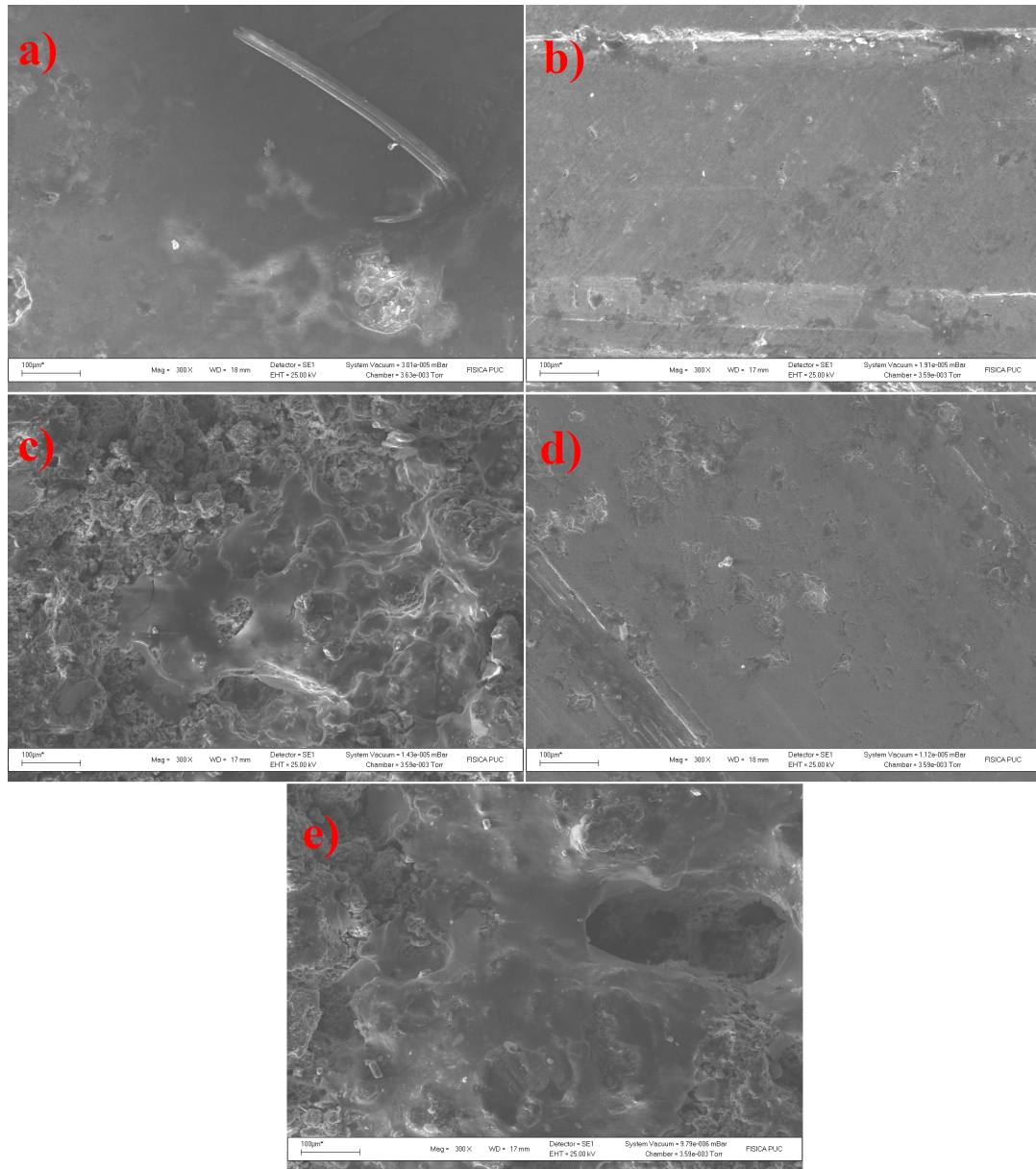


Figura 4.9: Fotografías tomadas durante el análisis SEM. (a) Fotografía SEM área 1. (b) Fotografía SEM área 2. (c) Fotografía SEM área 3. (d) Fotografía SEM área 4. (e) Fotografía SEM área 5.

4.9.2. Porosidad

Por otra parte, también se realizó un análisis comparativo entre la porosidad del compacto de polvos en verde y la porosidad de la zona superior del material obtenido en la reacción, el cual se efectuó para determinar la evolución de la porosidad. En la Figura 4.10 se pueden observar los resultados obtenidos en el análisis realizado. En la Figura 4.10(a), la cual corresponde al compacto de polvos en verde, se observa que la porosidad es de un tamaño pequeño y se encuentra interconectada, produciendo pequeños canales de porosidades. Mientras que la Figura 4.10(b), correspondiente a la zona superior porosa del material obtenido, se observa una porosidad intensa y un aumento considerable de los canales de porosidad, por donde se estima que escurrieron las ferro aleaciones fusionadas debido a la alta temperatura alcanzada durante la reacción.

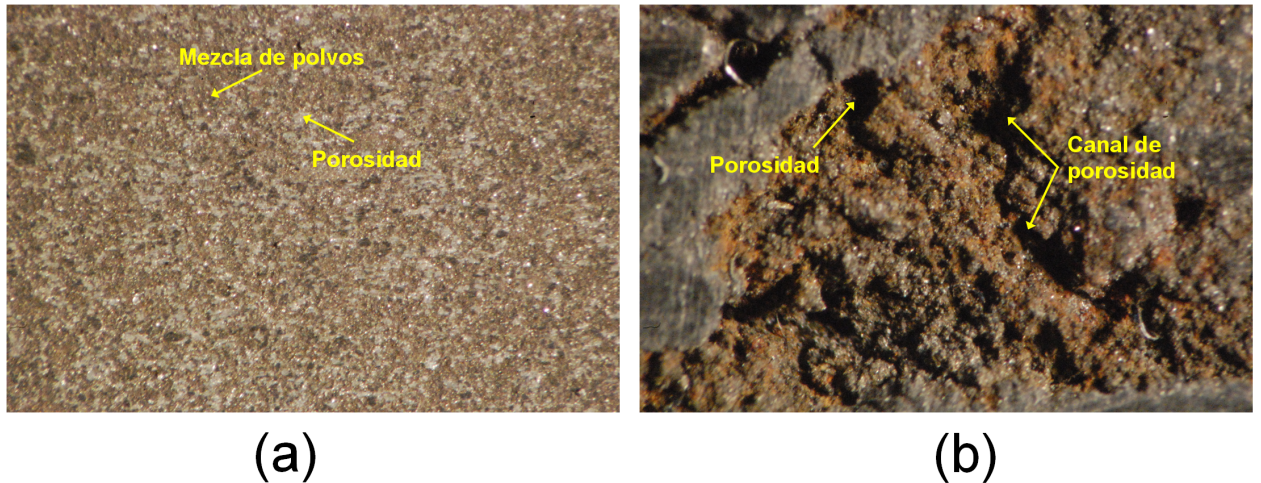


Figura 4.10: Análisis comparativo de la porosidad. (a) Fotografía porosidad de polvos en verde. (b) Fotografía porosidad de material obtenido.

Capítulo 5

Discusión de Resultados

5.1. Discusión de Reacción de Síntesis por Combustión

Se detectó que en promedio la reacción de síntesis por combustión volumétrica (VCS) comienza a una temperatura de 580-630 °C en el interior del horno eléctrico, teniendo una duración de entre 35-45 segundos, seguida en algunos casos de una luminosidad mantenida o levemente fluctuante durante unos 30-50 segundos. Esta luminosidad mantenida y con algunas fluctuaciones es atribuida a reacciones secundarias o tardías dentro del compacto.

Al analizar las muestras luego de haber reaccionado, se observó una importante densificación de la zona inferior, lo cual se atribuyó inicialmente a la posible infiltración del material de aporte, sin embargo, y producto de los resultados del análisis SEM con EDS realizado, se determinó que ésta densificación no se produjo por la infiltración del material de aporte, sino que se debió a un escurrimiento o infiltración de titanio líquido de la zona superior a la zona inferior del compacto, como se observa en los porcentajes en peso de titanio de los resultados de los análisis SEM en las distintas áreas del compacto mostrados en el Anexo I. Por otra parte, es sabido que la infiltración de una fase líquida transiente aumenta la tasa de difusión entre los componentes del compacto de polvos, de manera que ésta pudo facilitar la síntesis de TiB_2 u otros productos en la zona afectada.

Cabe señalar que se realizó una probeta sin aluminio [2], sin embargo, no se obtuvo el brazing exotérmico esperado, lo cual se atribuye a problemas al momento del tamizado debido a que los tamices se encontraban en malas condiciones, lo cual pudo producir que partículas de mayor tamaño a las estimadas ingresaran a la mezcla y no permitieran el brazing exotérmico, esto ya que en el trabajo de Muñoz [2] se observó que el tamaño de grano influía en la factibilidad de que se produjera el brazing exotérmico buscado.

Esquema de Reacción del Compacto

1. Momentos previos a la reacción VCS, es decir, a una temperatura de 550 °C, ninguno de los elementos y aleaciones (Al, Fe₃O₄, Fe-B y Fe-Ti) debiese poseer alguna fase líquida (ver diagramas de fase correspondientes a las ferro aleaciones G.1 y G.2), por lo que la difusión atómica se realizó en estado sólido a través de las superficies de contacto entre los polvos, así como difusión sólido-gas entre los polvos y el aire residual atrapado en el compacto.
2. Al aumentar la temperatura, la tasa de difusión aumentó hasta el punto en que comienza la formación de alúmina (Al₂O₃). Se inició entonces la reacción en las superficies polvo-polvo y polvo-gas, liberando energía y aumentando la temperatura en las vecindades de las superficies de contacto.
3. Con el aumento de la temperatura debido a la formación de alúmina, se activó la formación de algunos boruros de titanio. El diagrama de fase Fe-Ti (ver G.2) muestra que para la composición utilizada, a una temperatura levemente sobre los 1085 °C se produce la fase sólida β -Ti (con 17 %p de Fe disuelto) y la fase líquida de FeTi (32,2 %p de Fe), donde esta última fase corresponde al 33,34 %p de la aleación Fe-Ti a esa temperatura. Cabe mencionar, que a esta temperatura la aleación de Fe-B (ver G.1) se encuentra completamente en fase sólida y que en la interfase compacto-material de aporte continúa completamente en estado sólido debido a la transferencia de calor hacia el sustrato de acero.
4. Por otra parte, y como se observa en la secuencia de la reacción VCS mostrada en la Figura 4.3, se piensa que la temperatura inicial de la reacción VCS superó los 1700 °C, con lo que gran parte de las ferro aleaciones de la zona superior debieron fundirse a fase líquida, provocando que todo este material se precipitara a través de los poros, densificando así la zona inferior de las probetas, por lo que con la presencia de éstas fases líquidas se espera una mayor la difusión atómica entre los polvos y con ello la sustentación de la reacción VCS en el interior del compacto. De esta manera, se libera aún más energía y a una tasa mayor a la inicial. Adicionalmente, los gases internos reaccionan con el Fe y Ti formando óxidos, liberando con ello energía adicional y mejorando la temperatura final de la reacción.
5. En la interfase compacto-material de aporte, al superar la temperatura solidus de 1180 °C de la aleación cuproníquel, ésta posee fases líquidas y sólidas de forma que se debiese haber iniciado la infiltración del material de aporte, sin embargo, esto no ocurrió producto del llenado de los poros por parte de las fases líquidas de las ferro aleaciones, impidiendo que el metal de aporte infiltrara el compacto, lo cual se confirma con la concentración de titanio de la zona inferior obtenida mediante el análisis SEM, el cual se encuentra en el Anexo I. No obstante, cuando la temperatura aumenta hasta superar la temperatura liquidus de 1220 °C

en la interfase compacto-material de aporte, la aleación se encuentra en estado líquido completamente y con ello se cree que el metal de aporte reaccionó levemente con el compacto, debido a que en el ensayo de difracción de rayos X se observa la presencia de aleaciones de aluminio-níquel, y de aleaciones de titanio-níquel, lo cual se puede observar en el Anexo D.2.

- Finalizada la reacción, la temperatura del compuesto y del sustrato vuelven lentamente a la temperatura de la atmósfera del horno (600 °C) en un tiempo de 3-4 minutos, seguido de un enfriamiento dentro del horno hasta la temperatura ambiente. Así, el sintetizado del material compuesto producido se realizó mayoritariamente durante la reacción, la cual tiene la capacidad de generar altas temperaturas como para pasar a estado líquido altas fracciones del compuesto, sin embargo, y debido a la cantidad de productos que se pueden formar con los reactantes, la unión de los granos y polvos producidos es débil, como se comprobó en los ensayos de macrodureza Rockwell y de desgaste.

Por otra parte, los cálculos teóricos de las temperaturas adiabáticas mostraron que con sólo pequeñas fracciones de porcentajes en peso de aluminio y magnetita, la energía liberada durante la reacción VCS lograría que la temperatura de la reacción aumentara considerablemente. Esto se comprueba experimentalmente con las diferencias encontradas en la temperatura de reacción entre este trabajo de título y el trabajo de Hugo Muñoz[2]. Así, fue claro que al insertar aluminio y magnetita se aumentó la capacidad exotérmica de la reacción, lo que facilitó la auto-sustentación de la reacción. No obstante, se empeoró la sintetización de los productos, por lo que es necesario eliminar estos óxidos del interior del compuesto, ya que son frágiles y tienen poca cohesión con el hierro.

5.2. Discusión Ensayo de Microdureza

Los ensayos de microdureza Vickers muestran que el comportamiento del material logra en promedio microdurezas mayores o similares a compuestos ricos en TiC y TiB₂ dentro de una matriz de Fe del trabajo de Zhen-ting Wang [17], mientras que si se compara con el trabajo de Hugo Muñoz [2] sucede que se obtuvieron promedios de microdurezas levemente mayores o similares a las medidas por éste en el compuesto puro, sin embargo, las mediciones realizadas en el presente Trabajo de Título ocurrieron en la zona inferior densificada.

Por otra parte, en varias de las muestras realizadas se presenta una desviación estándar considerable en la microdureza realizada sobre el material. Se cree que esto se debe principalmente a la posible existencia de regiones ricas en TiB₂ y otras más ricas en otras fases más blandas, tenién-

dose entonces una segregación similar a la encontrada por Q.C Jiang [18]. También se realizó un perfil de microdureza en función del radio de medición, en donde se observó un aumento en la microdureza a medida que se alejaba del centro de la probeta, lo cual demuestra que las fases duras se encuentran en la superficie de las probetas.

5.3. Discusión de Macro dureza

Se observa una clara segregación en las macro durezas en relación al radio de medición de ésta al igual como ocurrió con la medición de la microdureza, donde se puede observar que las probetas con una mayor temperatura adiabática teórica presentan valores menores que las probetas con una temperatura adiabática teórica menor, lo cual se puede deber a que en estas últimas la generación de fases indeseadas sería más complicado debido a la temperatura máxima que alcanzan estas reacciones.

Si bien las durezas obtenidas en el borde son menores que la máxima alcanzada en el trabajo de Hugo Muñoz[2] de 55 [HRA], ésta se midió en la zona infiltrada, mientras que en el compuesto puro obtenido en [2], la macro dureza es similar a la obtenida en este trabajo de título. Esto lleva a pensar que si bien se obtuvieron temperaturas menores en la VCS experimentada por Muñoz, la formación óxidos y otras fases mermaron suficientemente las propiedades de dureza del material de forma de disminuir los resultados obtenidos a una temperatura de reacción mayor.

Finalmente, no se pudieron medir las zonas porosas debido a que el indentador se hundía debido a la mala calidad y baja dureza del material en esta zona. De esta manera, es claro que se debe controlar de una manera más certera la formación de fases indeseadas y utilizar una granulometría baja para mermar la porosidad, logrando con ello mejorar las propiedades de macro dureza.

5.4. Discusión Ensayo de Desgaste

El ensayo de desgaste muestra la resistencia a la abrasión de las probetas sintetizadas mediante VCS. Se observó que se repite el mismo patrón en todas las probetas, en las que se produjeron desprendimientos superficiales durante el ensayo, lo que puede atribuirse a la poca adhesión entre los productos formados y a la presencia de fases indeseadas. Se observó la formación de ranuras y de pequeñas grietas en la superficie del material, donde la formación de ranuras está atribuida al desgaste abrasivo debido a microcortes, microdeformaciones y microfracturas del material, mientras que las grietas superficiales tienen su explicación en la fatiga superficial y fracturas bajo la superficie. Ambos efectos menoscaban fuertemente la resistencia a la abrasión de los materiales sintetizados.

Por otra parte, se puede observar de los resultados obtenidos que las probetas 26, 27 y 28 son las probetas que presentan mayor desgaste, lo cual se atribuye a la formación excesiva de fases indeseadas debido a la capa de aluminio en la interfase compacto-metal de aporte en estas probetas.

Finalmente, al momento de comparar los resultados obtenidos en el ensayo de desgaste, se debe tener en cuenta de que el procedimiento aplicado en éste trabajo de título es distinto al aplicado en el trabajo de Hugo Muñoz[2], ya que en ese trabajo se utilizó el procedimiento A de la norma[14], en el cual se aplica una carga de 130 N, mientras que en el presente trabajo se utilizó el procedimiento D, en el cual se aplica una carga de 45 N, por lo que se prefiere no realizar esta comparación. Sin embargo, comparando los resultados obtenidos en la probeta sin aluminio con las probetas con aluminio, se puede observar que para las probetas con una capa de aluminio en la interfase compacto-metal de aporte el desgaste es mayor que la probeta sin aluminio, mientras que para las otras probetas el desgaste es bastante menor, llegando a disminuir a la mitad en algunas.

5.5. Discusión de Microestructuras

Las microestructuras encontradas presentaron una alta porosidad en la zona superior, donde el material no se encuentra densificado, lo que mermó considerablemente las propiedades mecánicas tales como macrodureza y resistencia a la abrasión. Esta porosidad se atribuye a poros residuales luego de la compactación en verde, volatilización de impurezas en los polvos iniciales, el cambio volumétrico producto de las diferencias en las densidades entre los polvos iniciales y los productos y a la precipitación en fase líquida de una fracción de las ferro aleaciones. En particular, el cambio volumétrico para el TiB_2 respecto a sus elementos iniciales es de $-23,3\%v$ [3], razón por la cual se le pueden atribuir las microporosidades encontradas, mientras que las macroporosidades se atribuirían a volatilización de contaminantes y a la precipitación de las ferro aleaciones.

No obstante a lo anterior, se observó que durante el pulido previo a la micrografía óptica, hubo desprendimientos superficiales de las probetas. Estos desprendimiento fueron identificados como las zonas grises. Se cree que estos desprendimientos se deben principalmente a fatigas superficiales, las cuales son producidas por el impacto cíclico de las partículas abrasivas de SiC que posee el papel lija, provocando finalmente la fractura de granos o polvos poco cohesionados. La baja cohesión entre los productos de la reacción VCS se explica mediante al hecho de que la temperatura en que se iniciaron las reacciones fueron muy bajas, produciéndose una reacción secuencial donde primero reaccionó el aluminio con el oxígeno, produciendo una gran temperatura que provocó posteriormente la fusión de las ferro aleaciones y la reacción del titanio con el boro, sin embargo, y debido a que la cámara de combustión se encontraba a una temperatura mucho menor, se produjo una sintetización no homogénea, lo que llevaría al desprendimiento superficial mencionado.

Por otra parte, los resultados obtenidos en los análisis SEM muestran una baja cantidad de oxígeno en la parte densificada y una alta cantidad de titanio, mientras que en la parte porosa una baja cantidad de titanio y una gran cantidad de oxígeno. Esto se debe al escurrimiento que ocurrió debido a la fusión que afectó a la ferro aleación de titanio de la zona superior de la probeta, produciendo así la densificación de la zona inferior, lo cual se puede observar con mayor claridad en la Figura 4.8. Además, el análisis realizado no detectó níquel ni cobre en ningún área examinada, lo cual reafirma lo antes mencionado de que debido al escurrimiento de ferro aleaciones, el metal de aporte no pudo infiltrar el compacto debido a que los poros ya se encontraban llenos. Cabe señalar que en el análisis SEM no se observó la presencia de boro debido a que la energía que libera este elemento no pudo ser detectada por el equipo. Sin embargo, en el análisis de difracción de rayos X se observó la presencia de TiB_2 , además de la fase Fe_2B .

Por último, el análisis comparativo entre la porosidad del compacto de polvos en verde y la porosidad de la zona superior del material obtenido confirma el escurrimiento acontecido desde la zona superior a la zona inferior de las probetas, ya que como se observa en la Figura 4.10, la porosidad aumentó en la zona superior del material obtenido, además de que los canales de porosidad crecieron, permitiendo así el escurrimiento del material fundido antes mencionado.

Capítulo 6

Conclusiones y Recomendaciones

6.1. Conclusiones

En este Trabajo de Título se logró la sintetización de un compacto de polvos produciendo metalotermia de un material mediante síntesis por combustión volumétrica (VCS), a partir de una mezcla de polvos de aluminio, magnetita y ferro aleaciones de titanio y boro. La mezcla de polvos, el metal de aporte y el sustrato de acero fueron compactados en frío a una presión de 554 MPa, para luego ser sintetizados dentro de un horno eléctrico en una atmósfera de Argón, reaccionando a una temperatura promedio de 600 °C.

La conclusión principal de este trabajo de título es que es posible utilizar la energía liberada durante la metalotermia para ayudar a la síntesis por combustión. En este trabajo se utilizó aluminio para realizar la metalotermia, y producir la reacción termítica, ya que la energía liberada durante la síntesis por combustión de las ferro aleaciones de titanio y boro no era suficientemente alta para lograr una síntesis total del compacto de polvos. La finalidad de agregar aluminio y magnetita fue de aumentar la capacidad exotérmica de la mezcla de polvos para alcanzar mayores temperaturas en las reacciones. Si bien se logró un aumento de la temperatura de la reacción y algunas propiedades de las muestras mejoraron, se debe mencionar que la calidad de la sintetización de las probetas disminuyó considerablemente en su zona superior, ya que éstas se rompieron sin mayor esfuerzo debido a la poca consistencia en esta zona del compacto.

Se produjo una densificación dentro del material sintetizado en la zona inferior de la probeta, producto de la fusión de parte de las ferro aleaciones durante la reacción VCS, por lo que esto y la formación de fases finales indeseadas impidió la unión entre el sustrato de acero y el compacto de polvos.

Las micrografías ópticas de las probetas en su cara inferior (zona densificada) mostraron micro y macroporosidades en éstas, posiblemente debido a la precipitación de las fases líquidas de parte de las ferro aleaciones, provocando que la zona superior resultara muy porosa. Producto de la gran porosidad existente en las probetas, se decidió no estimar la porosidad cuantitativamente sino que se realizó un análisis comparativo entre la porosidad del compacto de polvos en verde y la porosidad de la zona superior del material obtenido, el cual comprobó el escurrimiento de las ferro aleaciones debido al crecimiento de los canales de porosidad observados en el material.

Los perfiles de microdureza realizados mostraron un aumento de la microdureza desde el centro de la probeta hacia la superficie, finalizando con un promedio de $1111 \pm 164 \text{ HV}_{0,1}$. Se detectó una desviación estándar considerable de las mediciones de microdureza, esto fue atribuido a una posible segregación en la distribución de partículas de TiB_2 y otros compuestos duros. Los ensayos de macrodureza Rockwell entregaron valores promedios de 29 y 40 HRA en centro y en la superficie de las probetas respectivamente. Por otra parte, el ensayo de desgaste presentó tasas de pérdida de material entre 0,20 - 1,21 [mg/m]. Cabe señalar que no se pudo medir en las partes porosas de las probetas (compuesto puro) debido a la gran porosidad y poca consistencia de esta zona.

Finalmente, el análisis de difracción de rayos X muestra la presencia de TiB_2 y Al_2O_3 en todas las probetas, donde también fue detectada la presencia de óxidos de titanio y fase frágil de Fe_2B sin reaccionar, además de SiO_2 , el cual se formó debido a la presencia de Si en la ferro aleación de boro.

6.2. Recomendaciones

Se recomienda para estudios posteriores, mejorar la calidad de sintetización de la mezcla de polvos, de forma de mantener las temperaturas alcanzadas durante las reacciones, facilitando así la sustentación de la síntesis por combustión y la posterior sintetización de los productos formados. Esto se puede lograr mediante la realización de la mezcla con óxidos de titanio (TiO_2) y boro (B_2O_3) y/o la introducción de aluminio en polvo en pequeñas proporciones sin magnetita, para que éste reaccione con el oxígeno remanente en las probetas luego de la compactación y no se produzca un exceso de óxidos. Asimismo, se pueden añadir elementos que permitan la purificación de los metales base como el magnesio, que junto al óxido de boro producen boro puro y óxido de magnesio por ejemplo. Es por esto, que se debe analizar y prestar especial atención a la selección de elementos reactivos, así como a la fracción de peso añadida a la mezcla, ya que es posible que se produzcan reacciones de algunos elementos mucho antes de que el compacto tenga la temperatura suficiente para permitir la autosustentación de la reacción de síntesis por combustión o la formación de fases entre los elementos reactantes no deseadas.

En particular, se recomienda presionar axialmente la probeta durante la síntesis por combustión con presiones de 3-50 MPa, realizando así una reacción con presión en caliente (RHP), ya esto podría aumentar la densificación del compuesto y mejorar el sintetizado entre los productos, mejorando las propiedades mecánicas tales como macrodureza y resistencia a la abrasión.

Bibliografía

- [1] Fabricación de un material compuesto rico en TiB_2 a partir de ferro-aleaciones - José Luis Fuenzalida Díaz, Departamento Ingeniería Mecánica, Universidad de Chile - Memoria para optar al título de Ingeniero Civil Mecánico
- [2] Factibilidad de recubrir aceros con un material compuesto rico en TiB_2 mediante síntesis por combustión - Hugo Nicolás Muñoz Opitz, Departamento Ingeniería Mecánica, Universidad de Chile - Memoria para optar al título de Ingeniero Civil Mecánico
- [3] Alman, David E. Shaping and Consolidation Technologies - Reactive Sintering ASM Metal Handbooks Vol.07: Powder Metal Technologies and Applications pp 1210-1227. (1990)
- [4] Varma, A. and Mukasyan, A.S. Shaping and Consolidation Technologies - Combustion Synthesis of Advanced Materials ASM Metal Handbooks Vol.07: Powder Metal Technologies and Applications pp 1227-1271. (1990)
- [5] L. Lü and M.O. Lai, *Mechanical Alloying*, Kluwer Academic Publishers, EE.UU., 1998, pp. 23-65.
- [6] http://soldadura.org.ar/index.php?option=com_content&view=article&id=40:aluminotermiasoldadurade-rieles&catid=21:procesos-de-soldadura&Itemid=69
- [7] <http://en.wikipedia.org/wiki/Alumina>
- [8] [http://es.wikipedia.org/wiki/%C3%93xido_de_hierro_\(II,_III\)](http://es.wikipedia.org/wiki/%C3%93xido_de_hierro_(II,_III))
- [9] Goetzel, Claus and Groza, Joanna Shaping and Consolidation Technologies - Combustion Synthesis of Advanced Materials ASM Metal Handbooks Vol.07: Powder Metal Technologies and Applications, 1990, pp. 1271-1325.
- [10] R.M. German, *Liquid Phase Sintering*, Plenum press, EE.UU., 1985, pp. 160-163.

- [11] R.M. German, *Powder Metallurgy Science*, Second Edition, Metal Powder Industries Federation, EE.UU., 1994, pp. 310-312.
- [12] Missico, Anthony Jr. *Make-up of U.S.A. coins (1997-2006)*, Disponible en: http://www.missico.com/personal/tidbits/us_coins.htm
- [13] Vander Voort, G.F *Hardness Testing - Microhardness Testing*. ASM Metal Handbooks Vol.08 - Mechanical Testing and Evaluation, pp 469-494. (2000)
- [14] ASTM-G65, *Standard Test Methods for Measuring Abrasing Using the Dry Sand/Rubber Wheel Aparatus*. American Society for Testing Materials. USA, 2001.
- [15] L. Lü, M.O. Lai and H.Y. Wang, *Synthesis of titanium diboride TiB₂ and Ti-Al-B metal matrix composites*, Journal of Materials Science 35, 2000, pp. 241-248.
- [16] C.L. Yeh and S.H. Su, *In situ formation of TiAl-TiB₂ composite by SHS*, Journal of Alloys and Compounds, 407, 2006, pp. 150-156.
- [17] Wang, Zheng-ting. et al. *Microstructure and formation mechanism of in-situ TiC-TiB₂-Fe composite coating*, Transactions of Nonferrous Metal Society of China 18, 2008, pp 831-835.
- [18] Q.C. Jiang et al. *Effect of Fe content in Fe-Ti-B system on fabricating TiB₂ particulate locally reinforced steel matrix composites*, Materials Science and Engineering 422, 2006, pp 339-345.

Anexo A

Calores de Formación

Tabla IV.5.- Calores estándar de formación de la sustancia formada a 25°C en, Joules/mol

Componente químico		Estado	$\Delta_i^{\circ}_{f298}$	Componente químico		Estado	$\Delta_i^{\circ}_{f298}$
Metano	CH ₄	g	-74.520	Amoniaco	NH ₃	g	-46.110
Etano	C ₂ H ₆	g	-83.820	Carbonato de calcio	CaCO ₃	s	-1.206.920
Propano	C ₃ H ₈	g	104.680	Cloruro de calcio	CaCl ₂	s	-795.800
n-Butano	C ₄ H ₁₀	g	-125.790	Cloruro de calcio	CaCl ₂ -6H ₂ O	s	-2.607.900
n-Pentano	C ₅ H ₁₂	g	-146.760	Hidróxido de calcio	Ca(OH) ₂	s	-986.090
n-Hexano	C ₆ H ₁₄	g	-166.920	Oxido de calcio	FeO	s	-635.090
n-Heptano	C ₇ H ₁₆	g	-187.780	Dióxido de carbono	CO ₂	g	-393.509
n-Octano	C ₈ H ₁₈	g	-208.750	Monóxido de carbono	CO	g	-110.525
Etileno	C ₂ H ₄	g	52.510	Ácido clorhídrico	HCl	g	-92.307
Propileno	C ₃ H ₆	g	19.710	Ácido cianhídrico	HCN	g	135.100
1-Buteno	C ₄ H ₈	g	-540	Ácido sulfhídrico	H ₂ S	g	-20.630
1-Penteno	C ₅ H ₁₀	g	-21.280	Oxido de hierro	FeO	s	-272.000
1-Hexeno	C ₆ H ₁₂	g	-41.950	Oxido de hierro (hematita)	Fe ₂ O ₃	s	-824.200
1-Hepteno	C ₇ H ₁₄	g	-62.760	Oxido de hierro (magnetita)	Fe ₃ O ₄	s	-1.118.400
Acetaldeído	C ₂ H ₄ O	g	-166.190	Sulfuro de hierro	FeS ₂	s	-178.200
Ácido Acético	C ₂ H ₄ O ₂	l	-484.500	Cloruro de litio	LiCl	s	-408.610
Acetileno	C ₂ H ₂	g	227.480	Cloruro de litio	LiCl-H ₂ O	s	-712.580
Benceno	C ₆ H ₆	g	82.930	Cloruro de litio	LiCl-2H ₂ O	s	-1.012.650
Benceno	C ₆ H ₆	l	49.080	Cloruro de litio	LiCl-3H ₂ O	s	-1.311.300
1,3-Butadieno	C ₄ H ₆	g	109.240	Ácido nítrico	HNO ₃	l	-174.100
Ciclohexano	C ₆ H ₁₂	g	-123.140	Oxido de nitrógeno	NO	g	90.250
Ciclohexano	C ₆ H ₁₂	l	-156.230	Carbonato de sodio	Na ₂ CO ₃	s	-1.130.680
Etilbenceno	C ₈ H ₁₀	g	29.920	Carbonato de sodio	Na ₂ CO ₃ -10H ₂ O	s	-4.081.320
Oxido de etileno	C ₂ H ₄ O	g	-52.630	Cloruro de sodio	NaCl	s	-411.153
Formaldeído	CH ₂ O	g	-108.570	Hidróxido de sodio	NaOH	s	-425.609
Metanol	CH ₄ O	g	-200.660	Dióxido de azufre	SO ₂	g	-296.830
Metanol	CH ₄ O	l	-238.660	Trióxido de azufre	SO ₃	g	-395.720
Metilciclohexano	C ₇ H ₁₄	g	-154.770	Trióxido de azufre	SO ₃	l	-441.040
Metilciclohexano	C ₇ H ₁₄	l	-190.160	Ácido sulfúrico	H ₂ SO ₄	l	-813.989
Estireno	C ₈ H ₈	g	147.360	Agua	H ₂ O	g	-241.818
Tolueno	C ₇ H ₈	g	50.170	Agua	H ₂ O	l	-285.830
Tolueno	C ₇ H ₈	l	12.180				

Anexo B

Información del Aluminio en polvo



Vigente desde: Agosto de 2008	Hoja de Seguridad ALUMINIO EN POLVO	Reemplaza a: HDS Mayo 2008
---	--	--------------------------------------

Sección 1: Identificación del producto y del proveedor	
Nombre del Producto	Aluminio en polvo estabilizado
Proveedor	Albo Schlenk a.s República Checa
Importador	Degesch de Chile Ltda. Camino Antiguo Valparaíso 1321 Padre Hurtado - Talagante
Teléfonos de Emergencia	Degesch Fono : 02-731 91 00 Fax : 02-811 15 53 CITUC QUIMICO : 02-247 36 00 RITA : 02-777 19 94

Sección 2: Composición / Ingredientes	
Tipo de producto	Materia prima para la producción de fosfuro de aluminio.
Formulación	Polvo
Naturaleza química	Inorgánico
Ingrediente activo	Aluminio
Nº CAS	7429-90-5
Nº NU	1309
Concentración	98 %

Sección 3: Identificación de los riesgos	
Marca en etiqueta	
Clasificación de riesgos del producto químico	
a) Peligro para la salud de las personas	
<ul style="list-style-type: none"> Efecto de una sobre exposición aguda (por una vez) 	Los síntomas a la exposición a Aluminio pueden manifestarse luego de varias horas (incluso uno o dos días), y son sensación a metal en la boca, dolor de cabeza, fiebre y escalofrío, dolor de pecho y ansiedad.
Inhalación	Tóxico
Contacto con la piel	No Irritante
Contacto con los ojos	No Irritante
Ingestión	Tóxico
<ul style="list-style-type: none"> Efectos de una sobre-exposición crónica 	Los trabajadores expuestos a polvo de aluminio



(largo plazo)	en la industria, pueden desarrollar fibrosis pulmonar.
<ul style="list-style-type: none"> • Condiciones médicas que se verán agravadas con la exposición al producto 	No presenta ninguna en particular, si se siguen las recomendaciones de uso y normas de seguridad.
b) Peligros para el medio ambiente	Tóxico para peces y aves.
C) Peligros especiales del producto.	Emite gases tóxicos e irritantes al calentarse o arder.

Sección 4: Medidas de Primeros Auxilios

En caso de contacto accidental con el producto, proceder de acuerdo a:	En caso de malestar, obtener atención médica inmediata y mostrar etiqueta u hoja de seguridad del producto. Mantener al afectado bajo vigilancia médica.
Inhalación	Traslade a la persona afectada al aire fresco. Dar asistencia médica
Contacto con la piel	El producto no es irritante para la piel. Lavar con abundante agua.
Contacto con los ojos	Lavar con abundante agua por un periodo prolongado. Si molestias persisten solicitar asistencia de un especialista.
Ingestión	Solicitar en forma inmediata asistencia médica
Nota para el médico tratante	

Síntomas:

Los síntomas a la exposición a Aluminio pueden manifestarse luego de varias horas (incluso uno o dos días), y son sensación a metal en la boca, dolor de cabeza, fiebre y escalofrío, dolor de pecho y ansiedad.

Sección 5: Medidas para luchar contra el fuego

Agentes de extinción	Mantener el / los recipientes refrigerados con agua. Extinguir con un agente seco. No utilizar agua, espuma o dióxido de carbono para la extinción.
Riesgos específicos	Emite emanaciones tóxicas e irritantes al calentarse o arder. El calentamiento de los recipientes provoca aumento de presión con riesgo de estallido.
Procedimientos especiales para combatir el fuego	Peligroso para los ojos y vías respiratorias. Puede autocalentarse. Mantenerse en el lado desde donde sopla el viento.
Equipos de protección personal para el combate del fuego	Aparato de respiración autónomo. Ropa de protección no inflamable, antiestática.



Sección 6: Medidas para controlar derrames	
Medidas de emergencia	<p>Eliminar todas las fuentes de ignición (no fumar, no usar bengalas, chispas o flamas en el área. No tocar ni caminar sobre el material derramado.</p> <p>Detener la fuga en caso de poder hacerlo sin riesgo.</p> <p>No derramar agua dentro de las sustancia esparcida o dentro de los contenedores.</p> <p><u>Derrames pequeños:</u> El material recién derramado y que no ha sido contaminado por humedad u otras materias extrañas puede ser devuelto a sus envases.</p>
Equipos de protección personal	Ropa de protección no inflamable, antiestática.
Precauciones para evitar daños al medio ambiente	Evitar la contaminación de cursos o fuentes de agua y red de alcantarillado.
Métodos de limpieza	Recoger el producto mecánicamente, por medio de palas y colocarlo en un recipiente limpio y seco y fuertemente cerrado.
Métodos de eliminación de desechos.	Su eliminación se realizará de acuerdo a normas establecidas por el fabricante

Sección 7: Manipulación y almacenamiento	
Recomendaciones técnicas	<p>Conectar electro- estáticamente a tierra todos los equipos.</p> <p>Usar equipo blindado a prueba de explosión.</p> <p>Almacenar en un lugar seco y cerrado a temperatura ambiente.</p> <p>Evite chispas de fricción. Utilice palas de metales no ferrosos que no originen chispas.</p> <p>No fumar o manipular materiales que originen chispas.</p> <p>Mantener todos los baldes o tambores sellados. Los tambores y baldes en uso deben ser mantenidos cerrados después de retirar parte del material.</p> <p>No almacene productos halógenos, peróxidos, álcalis, ácidos con el aluminio.</p>
Precauciones	Evitar cualquier proceso que mantenga en suspensión elevadas concentraciones de polvo en el aire.
Medidas específicas para manipulación segura	Evite chispas de fricción. Utilice palas de



	metales no ferrosos que no originen chispas. No fumar o manipular materiales que originen chispas. Mantener todos los baldes o tambores sellados.
Condiciones de almacenamiento	Almacenar en un lugar seco y cerrado a temperatura ambiente. No almacene productos halógenos, peróxidos, álcalis, ácidos con el aluminio. Los tambores y baldes en uso deben ser mantenidos cerrados después de retirar parte del material.
Embalaje recomendado	Contenedores metálicos (acero o aluminio), hermético.

Sección 8: Control de exposición / protección personal

Medidas para reducir una eventual exposición	No respira los gases . Evitar el contacto con los ojos y la piel. Asegurar ventilación general adecuada en el área de trabajo. No comer, beber ni fumar durante la manipulación o aplicación, o en los lugares de almacenamiento.
Parámetros de control específicos	Limite Permissible Ponderado Decreto 594/01: 8 mg/ m³ Limite permisible temporal OSHA.:10 mg/m³
Equipos de protección personal	
Protección respiratoria	Protección respiratoria con filtro para polvos metálicos.
Protección de manos	Guantes de cuero
Protección de vista	Gafas de seguridad
Otros equipos de protección.	No requeridos
Medidas de higiene específica	Lavarse manos al ingerir alimento y al término de su jornada de trabajo.
Precauciones especiales	No requeridas

Sección 9: Propiedades físicas y químicas

Estado físico	Polvo
Apariencia, color y olor	Plateado
PH	No aplicable
Punto de inflamación (flash point)	No aplicable
Autoignición	650-760 °C
Propiedades explosivas	L.E.L = 40 mg/l El polvo de Aluminio puede explosionar violentamente disperso en el aire.
Densidad relativa	0.15 – 0.25 g/m ³



Solubilidad en agua	insoluble
Coef. Partición octano/agua	No aplicable
Corrosividad	No es corrosivo

Sección 10: Estabilidad y reactividad

Estabilidad	No se descompone si es utilizado de acuerdo a especificaciones
Materiales que deben evitarse (incompatibilidad)	En contacto con el agua libera gases inflamable
Productos peligrosos de la descomposición	No especificados
Productos peligrosos de la combustión	Humos tóxicos de óxidos de aluminio
Polimerización peligrosa	No presenta

Sección 11: información toxicológica

Toxicidad aguda	No irritante para la piel y ojos.
Toxicidad crónica o largo plazo	Los trabajadores expuestos a polvos de aluminio en la industria pueden desarrollar fibrosis pulmonar.
Efectos locales o sistémicos	Una enfermedad al riñón puede tener varias complicaciones por un envenamiento con aluminio, ya que los riñones remueven todo el aluminio absorbido a través del tracto digestivo, pero esta función disminuye cuando existen enfermedades al riñón.
Sensibilización alérgica	No se dispone de estudios publicados

Sección 12: información ecológica

Inestabilidad	Estable
Persistencia / degradabilidad	No se dispone información
Bio - acumulación	
Comportamiento / impacto sobre el medio ambiente	Los altos niveles de aluminio, junto con la acidez, producto de la lluvia ácida, han producido masiva desaparición de peces.
Ecotoxicidad	El aluminio actúa en los peces obtaculizando las branquias y desorganizando el metabolismo mineral.

Sección 13: consideraciones sobre disposición final

Método de eliminación del producto	Disponer de acuerdo a las leyes locales.
Eliminación de embalaje y envases contaminados	El envase debe estar completamente vacío para su eliminación. Disponer de acuerdo a normativa vigente.



Sección 14: información sobre el transporte	
Nch 2190, marcas aplicables	4.1 “Sólido Inflamable”
Vía terrestre	No restringido para el transporte. Debe realizarse en contenedores herméticos
Vía fluvial/ lacustre	No restringido para el transporte. Debe realizarse en contenedores herméticos.
Vía marítima	No restringido para el transporte. Debe transportarse en contenedores herméticos
Vía aérea	Restringido.
Nº UN	1309

Sección 15: Normas vigentes	
Información reglamentaria	Instituto Nacional de Normalización, Reglamento para el transporte de sustancias tóxicas y peligrosas, Normativa Ministerio de Salud y Ministerio de Agricultura.

Sección 16: otras informaciones
<p>La información que se entrega en este formulario es la conocida actualmente sobre la materia y fue obtenida de fuentes confiables por profesionales capacitados. sin embargo, se entrega sin garantía expresa o implícita respecto de su exactitud o corrección.</p> <p>Considerando que el uso de esta información y de los productos está fuera del control de Degesch de Chile Ltda. , la empresa no asume responsabilidad alguna por este concepto.</p> <p>Determinar las condiciones seguras para el uso del producto es responsabilidad del usuario.</p>

Anexo C

Información PIMASA

ANÁLISIS

FERRO TITANIO

Descripción: FERRO TITANIO

Análisis:	TI	69.85	%
	Si	0.05	%
	C	0.10	%
	P	0.01	%
	S	0.005	%
	AL	0.81	%
	MN	0.07	%

Size 10 – 50 (90% min.)

P – 3496

PROVEEDORA INDUSTRIAL
MINERA ANDINA S.A.
Calle Nueva 1725
Huechuraba
Santiago, Chile
Fono: (56-2) 499 10 00
Fax : (56-2) 499 10 10
info@pimasa.com
www.pimasa.com

ANÁLISIS

FERROBORO

Descripción	Ferroboro
Boro	15.37%
Aluminio	0.23%
Silicio	2.03%
Carbono	1.60%
Molibdeno	0.013%
Cromo	0.048%
Fósforo	0.031%
Cobalto	0.010%
Vanadio	0.089%
Níquel	0.048%
Manganeso	0.44%
Azufre	0.009%
Cobre	0.108%
Titanio	0.074%

PROVEEDORA INDUSTRIAL
MINERA ANDINA S.A.
Calle Nueva 1725
Huechuraba
Santiago, Chile
Fono: (56-2) 499 10 00
Fax : (56-2) 499 10 10
info@pimasa.com
www.pimasa.com

Anexo D

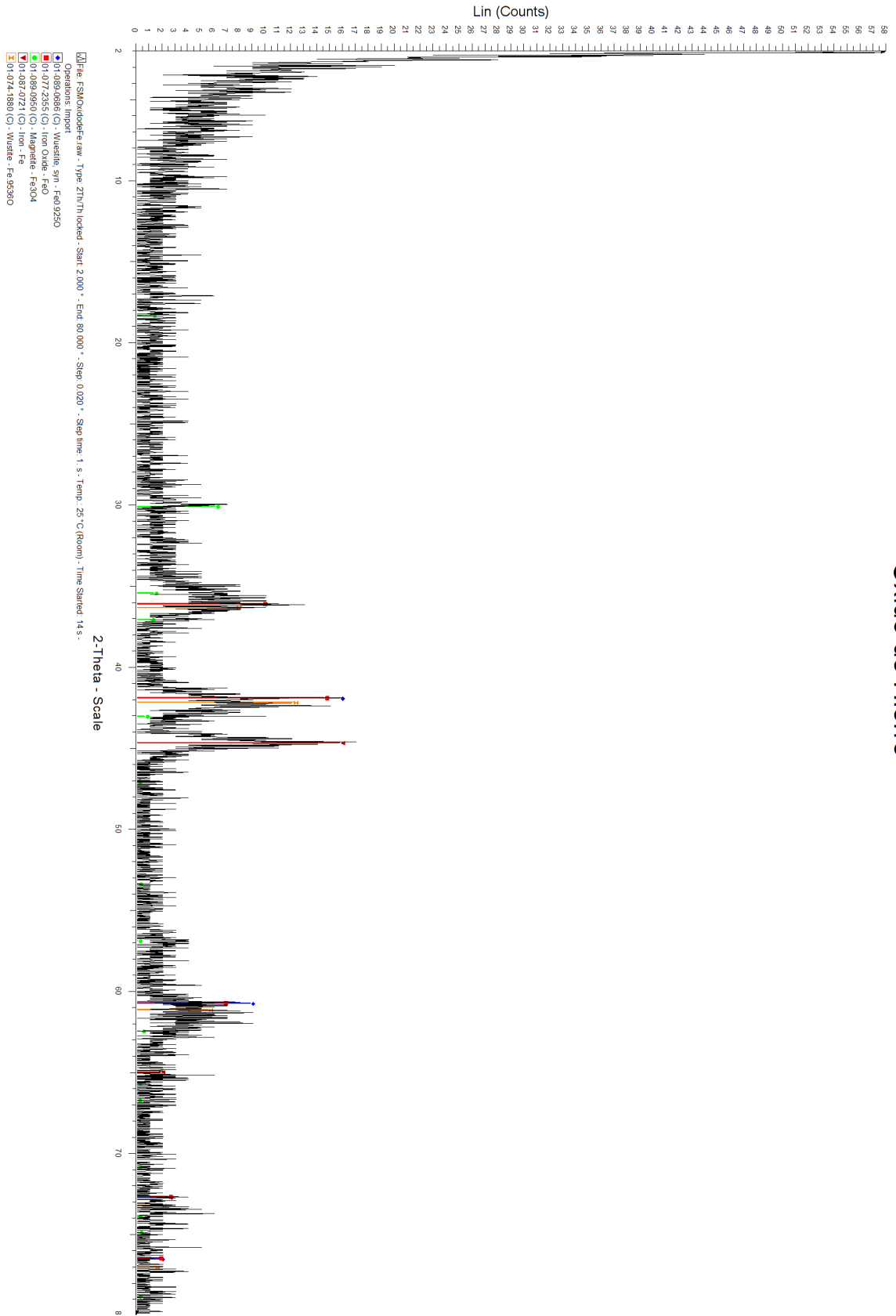
Difracción de Rayos X

Se presentan a continuación los análisis de difracción de rayos X que fueron realizados durante este trabajo de título.

D.1. Óxido de Hierro

- Polvos de óxido de hierro luego de molienda en molino Spex.

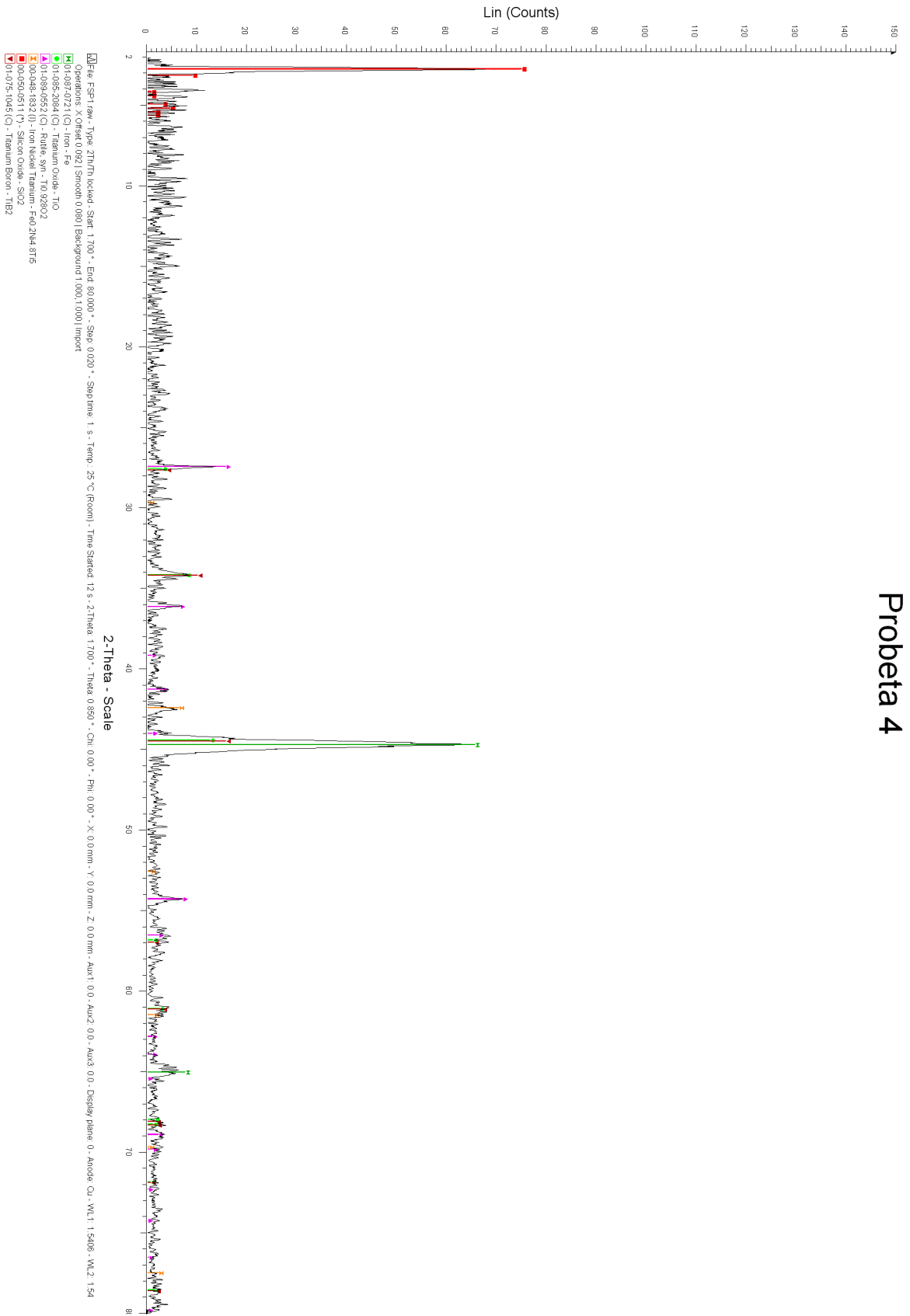
Oxido de Hierro



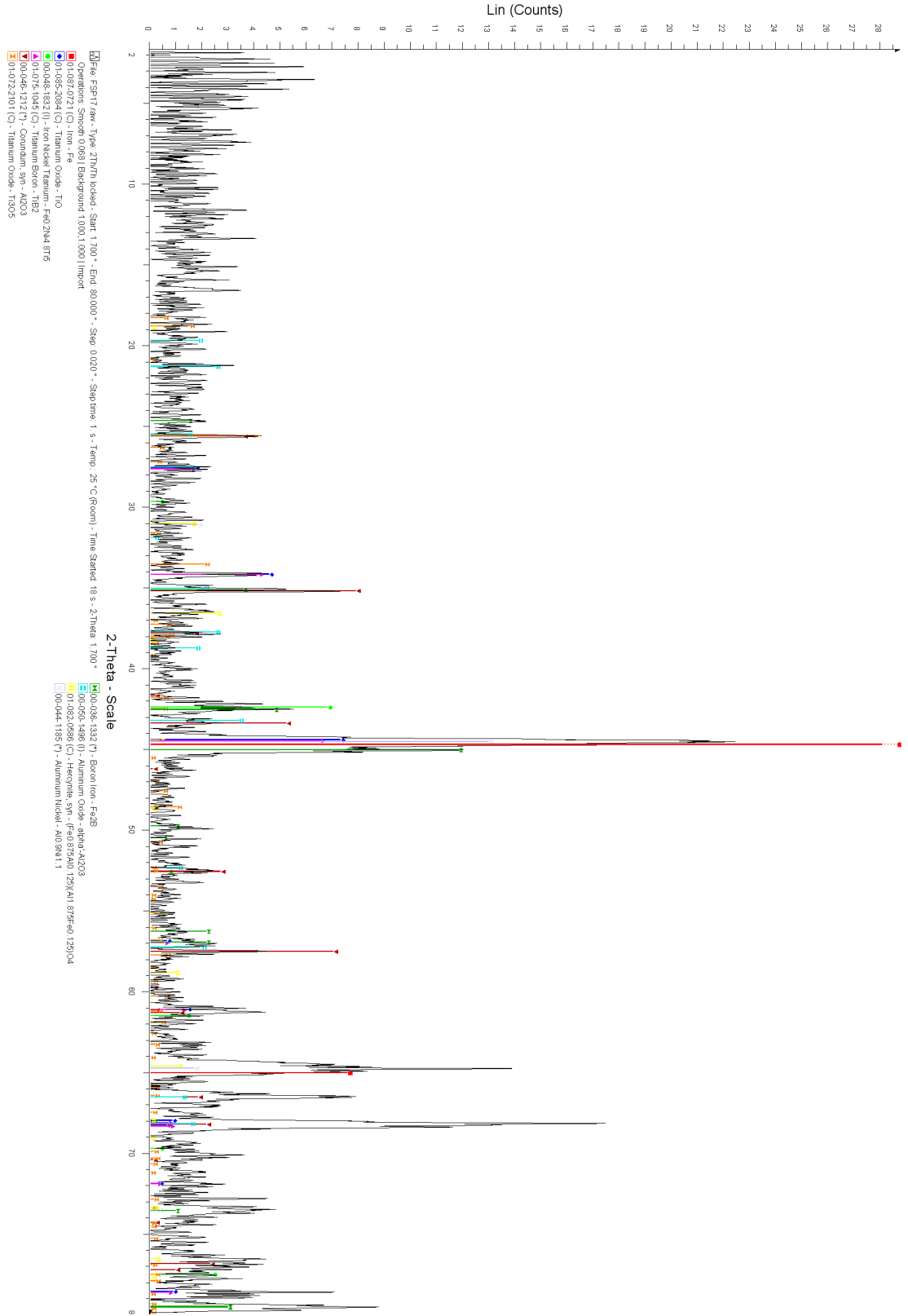
D.2. Materiales producidos por VCS

- Polvos de Probeta 4 luego de VCS.
- Polvos de Probeta 17 luego de VCS.
- Polvos de Probeta 20 luego de VCS.
- Polvos de Probeta 21 luego de VCS.

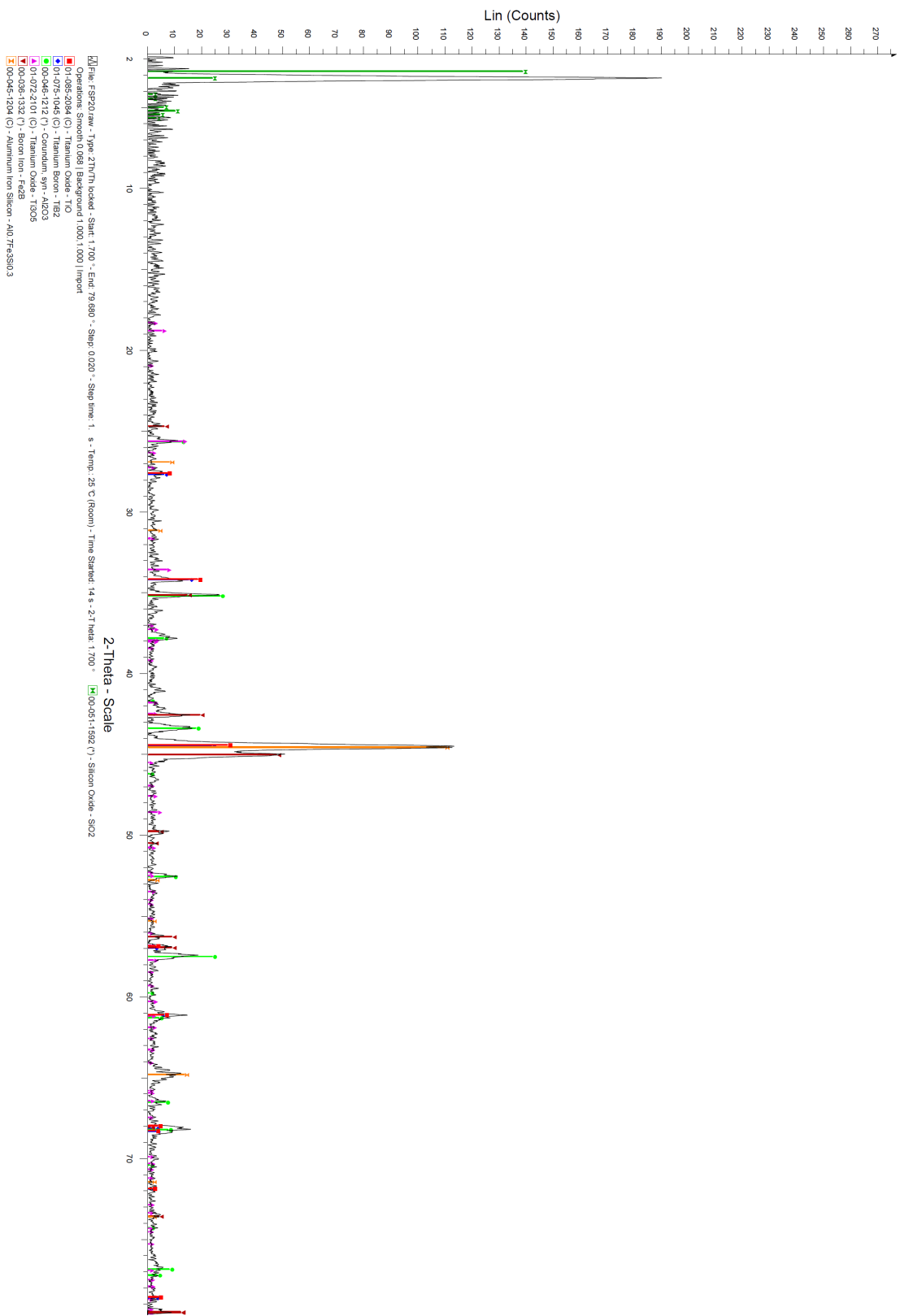
Probeta 4



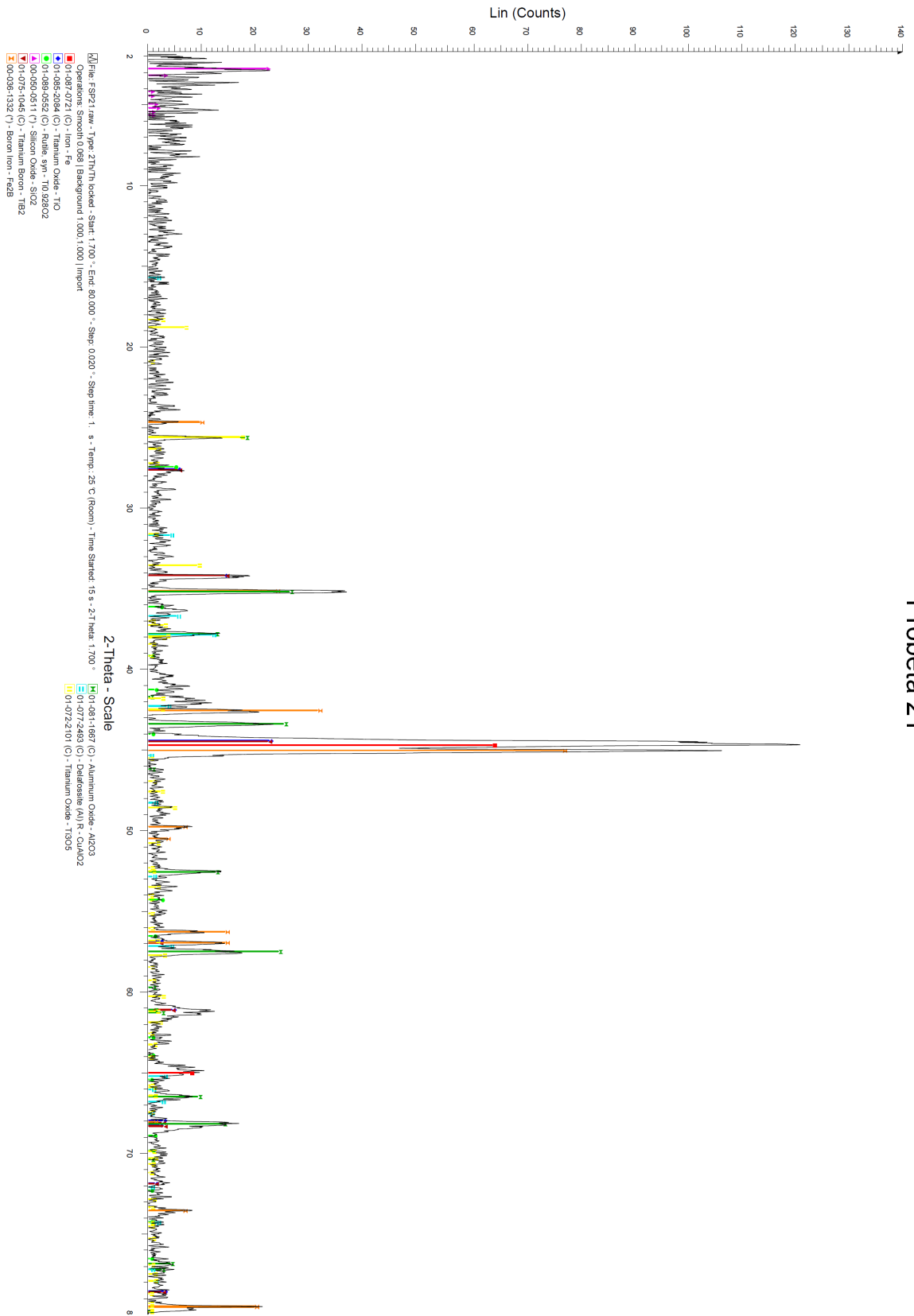
Probeta 17



Probeta 20



Probeta 21



Anexo E

Memoria de Cálculo

E.1. Cálculo y puesta a punto de prensa hidráulica

La prensa hidráulica utilizada para efectuar la compresión de la mezcla de polvos tiene una capacidad máxima de levante de 5 toneladas. El manómetro integrado a la prensa mide la presión en la cámara o botella de aceite, la cual tiene una capacidad máxima de medición de 600 bar. El diámetro exterior de la cámara de aceite es de 76,7 [mm] con un espesor de pared de 2 [mm]. A partir de esto, el diámetro del pistón empujado por la columna de aceite, como se observa en la Figura E.1, es de $D_r = 72,7$ [mm].

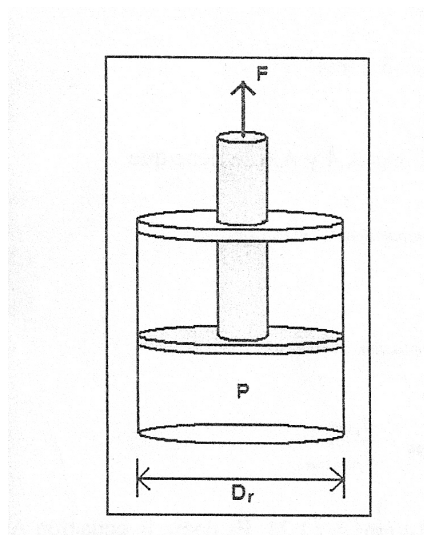


Figura E.1: Esquema de carga en prensa hidráulica de compresión.

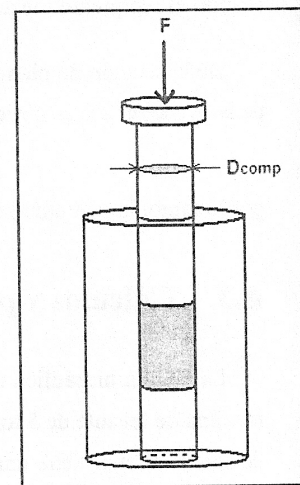


Figura E.2: Esquema de carga en matriz de compactación.

En base a lo anterior, el siguiente cálculo permite obtener el valor aproximado real de presión sobre el compacto de polvos. La presión en la cámara de aceite se considera constante, por lo que la fuerza aplicada por el pistón de compresión F es igual a

$$F = P_{prensa} \cdot A_{pistn} \quad (E.1)$$

donde P_{prensa} es la presión de aceite en la cámara y A_{pistn} es el área del pistón de carga tal que

$$A_{pistn} = \frac{\pi D_r^2}{4} = \frac{\pi(7,27)^2}{4} = 41,51 \text{ cm}^2 \quad (E.2)$$

Las dimensiones de F y A_{pistn} para éste cálculo son [kgf] y [cm^2] respectivamente. Mientras que la dimension de P_{prensa} depende del valor entregado por el manómetro de la prensa hidráulica, [bar], [psi] o [kgf/cm^2].

Producto de la acción y reacción luego del contacto entre el pistón de carga y el punzón de compactación, la fuerza aplicada sobre el punzón es igual a F de la ecuación E.1, que para el caso del punzón de compactación es igual a

$$F = P_{compactacin} \cdot A_{punzn} \quad (E.3)$$

donde $P_{compactacin}$ es la presión de compactación y A_{punzn} es el área transversal del punzón de compactación tal que

$$A_{punzn} = \frac{\pi D_{comp}^2}{4} \quad (E.4)$$

donde D_{comp} es el diámetro de la sección transversal del punzón como se observa en la Figura E.2, el cual es de 2 [cm]. Las dimensiones de F y A_{punzn} para éste cálculo son [kgf] y [cm^2] respectivamente. Por lo cual, el valor del A_{punzn} es

$$A_{punzn} = \frac{\pi D_{comp}^2}{4} = \frac{\pi(2)^2}{4} = 3,14 \text{ cm}^2 \quad (E.5)$$

Entonces, por efecto de acción y reacción, de las ecuaciones E.1 y E.3 se tiene que

$$F = P_{prensa} \cdot A_{pistn} = P_{compactacin} \cdot A_{punzn} \Rightarrow P_{compactacin} = P_{prensa} \frac{A_{pistn}}{A_{punzn}} \quad (\text{E.6})$$

donde para éste caso, la razón $A_{pistn}/A_{punzn} = 41,51/3,14 = 13,21$. Es decir, la ecuación E.6 queda

$$P_{compactacin} = 13,21 \cdot P_{prensa} \quad (\text{E.7})$$

Por último, se realizó la compactación a una presión de manómetro de 420 [bar] aproximadamente, por lo que la presión de compactación fue de

$$P_{compactacin} = 5548[\text{bar}] = 554,8[\text{MPa}] \quad (\text{E.8})$$

E.2. Cálculo del método de abrasión para el ensayo de desgaste

La carga aplicada al brazo que soporta la probeta en el equipo de abrasión depende de la fuerza requerida y aplicada en el punto de contacto entre la probeta y el disco de abrasión. En la Figura E.3 se pueden observar las dimensiones del equipo que se utilizó.

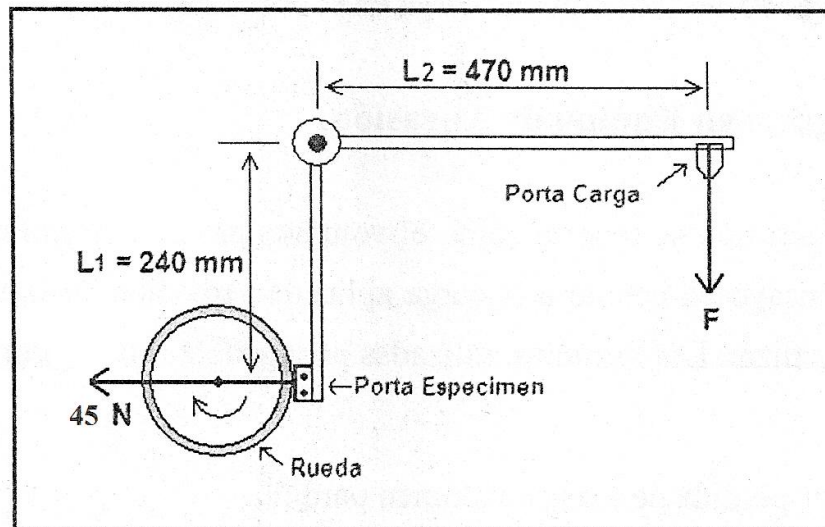


Figura E.3: Esquema de carga para equipo de abrasión.

Aplicando un equilibrio de torques se obtiene que

$$45[N] \cdot L_1 = F \cdot L_2 \Rightarrow F = \frac{45[N] \cdot L_1}{L_2} = \frac{45[N] \cdot 0,240[m]}{0,470[m]} \quad (\text{E.9})$$

por lo tanto, la carga aplicada sobre el brazo es de 2,34 [kgf].

Anexo F

Probetas resultantes



Figura F.1: Probeta 4.



Figura F.2: Probeta 17



Figura F.3: Probeta 18.



Figura F.4: Probeta 19



Figura F.5: Probeta 20.



Figura F.6: Probeta 21



Figura F.7: Probeta 22.



Figura F.8: Probeta 26



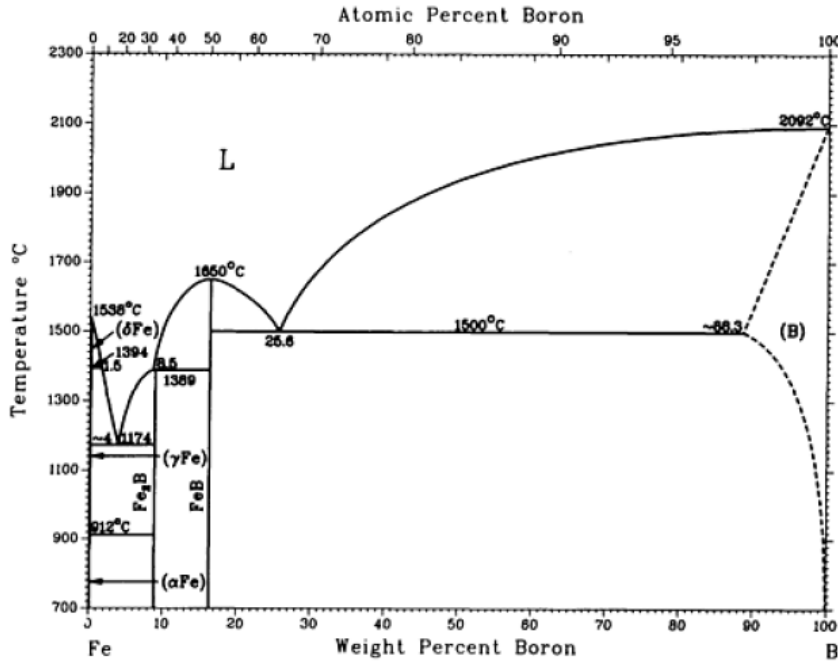
Figura F.9: Probeta 27.



Figura F.10: Probeta 28

Anexo G

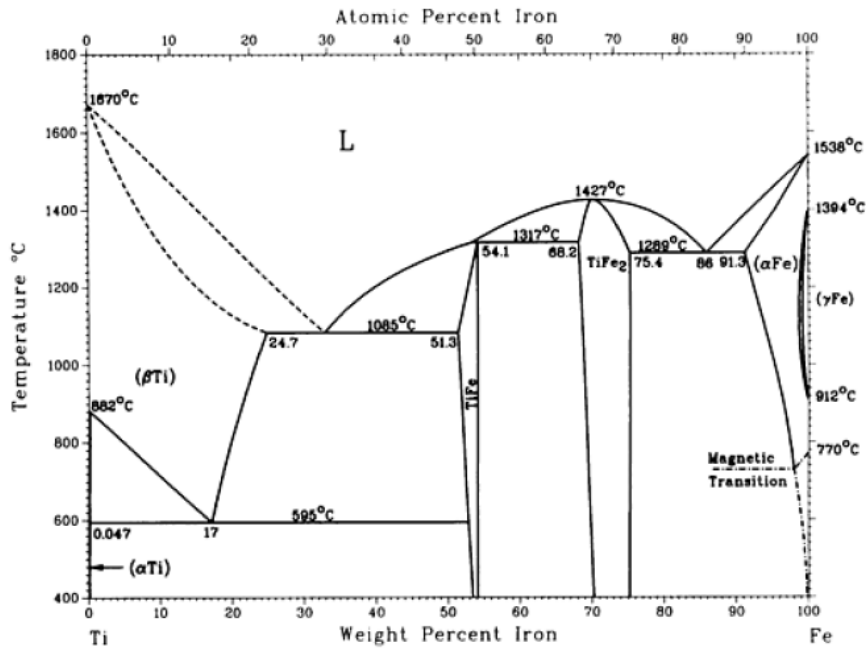
Diagramas de Fases



B-Fe crystallographic data

Phase	Composition, wt% Fe	Pearson symbol	Space group
(α Fe)	0	<i>cI2</i>	$Im\bar{3}m$
Fe ₃ B	8.8	<i>tI12</i>	<i>I4/mcm</i>
FeB	16.0 to 16.2	<i>oP8</i>	<i>Pbmn</i>
(β _B)	100	<i>hR108</i>	$R\bar{3}m$
Metastable phases			
Fe ₃ B	~6	<i>oP16</i>	<i>Pnma</i>
Fe ₃ B(HI)	~6	(^a)	...
Fe ₃ B(LI)	~6	(^b)	...

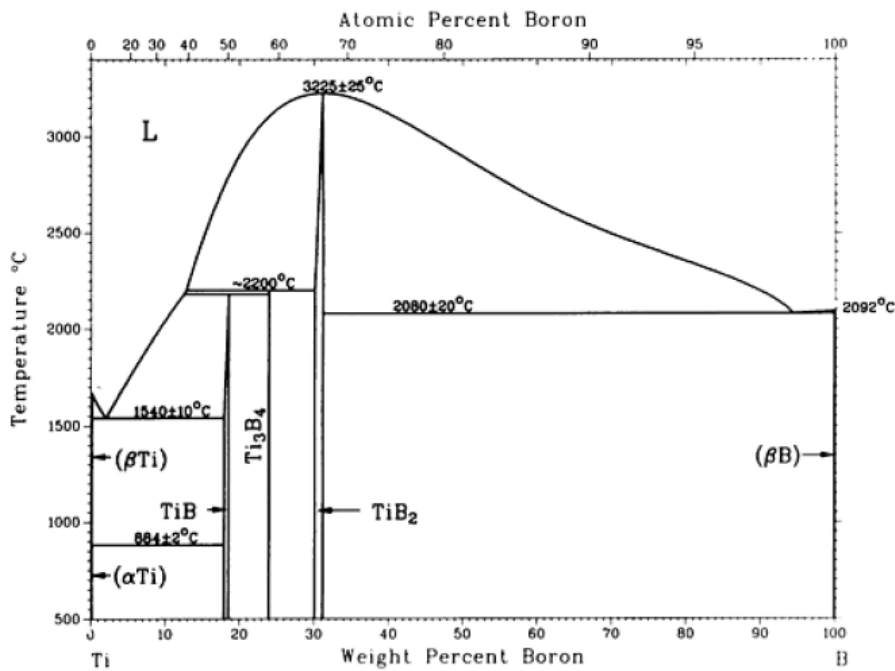
Figura G.1: Diagrama de fases Fe-B.



Fe-Ti crystallographic data

Phase	Composition, wt% Fe	Pearson symbol	Space group
(α Ti)	0 to 0.047	<i>hP2</i>	<i>P6₃/mmc</i>
(β Ti)	0 to 24.7	<i>cI2</i>	<i>Im$\bar{3}m$</i>
TiFe	51.3 to 54.1	<i>cP2</i>	<i>Fm$\bar{3}m$</i>
TiFe ₂	68.2 to 75.4	<i>hP12</i>	<i>P6₃/mmc</i>
(α Fe)	91.3 to 100	<i>cI2</i>	<i>Im$\bar{3}m$</i>
(γ Fe)	99.5 to 100	<i>cF4</i>	<i>Fm$\bar{3}m$</i>
ω	^(a)	<i>hP3</i>	<i>P6/mmm</i>

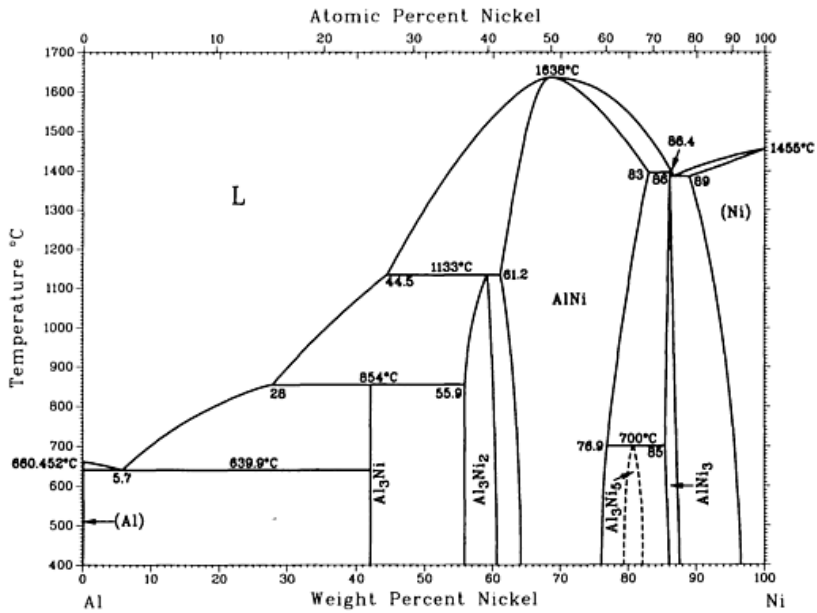
Figura G.2: Diagrama de fases Ti-Fe.



B-Ti crystallographic data

Phase	Composition, wt% B	Pearson symbol	Space group
(α Ti)	0 to <0.05	<i>hP2</i>	<i>P6₃/mmc</i>
(β Ti)	0 to <0.05	<i>cI2</i>	<i>Im$\bar{3}m$</i>
TiB	18 to 18.4	<i>oP8</i>	<i>Pnma</i>
Ti ₃ B ₄	22.4	<i>oI14</i>	<i>Immm</i>
TiB ₂	30.1 to 31.1	<i>hP3</i>	<i>P6/mmm</i>
(β B)	~100	<i>hR108</i>	<i>R$\bar{3}m$</i>

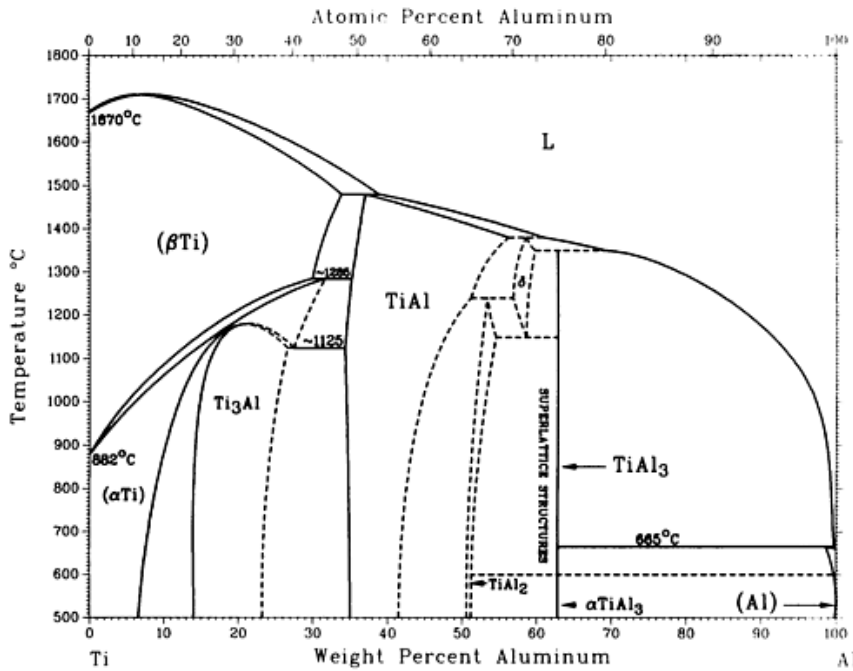
Figura G.3: Diagrama de fases Ti-B.



Al-Ni crystallographic data

Phase	Composition, wt% Ni	Pearson symbol	Space group
(Al)	0 to 0.24	<i>cF4</i>	$Fm\bar{3}m$
Al ₃ Ni	42	<i>oP16</i>	<i>Pnma</i>
Al ₃ Ni ₂	55.9 to 60.7	<i>hP5</i>	$P\bar{3}m1$

Figura G.4: Diagrama de fases Al-Ni.



Phase	Composition, wt% Al	Pearson symbol	Space group
(βTi)	0 to 33.8	<i>cI2</i>	$Im\bar{3}m$
(γTi)	0 to 32	<i>hP2</i>	$P6_3/mmc$
Ti ₃ Al	14 to 26	<i>hP8</i>	$P6_3/mmc$
TiAl	34 to 56.2	<i>tP4</i>	$P4/mmm$
Ti ₃ Al ₅ ⁽⁶⁾	44 to 49	<i>tP32</i>	$I4/m\bar{2}m$
TiAl ₂	51 to 54	<i>tI24</i>	$I4_1/amd$
(1)TiAl ₃ ⁽⁶⁾	...	<i>oC12</i>	$Cmmm$
δ	57 to 59.8	⁽⁶⁾	...
TiAl ₃	63	<i>tI8</i>	$I4/mmm$
(2)TiAl ₃	63	⁽⁶⁾	...
(Al)	98.8 to 100	<i>cF4</i>	$Fm\bar{3}m$

Figura G.5: Diagrama de fases Al-Ti.

Anexo H

Micrografías

H.1. Micrografías sin ataque químico

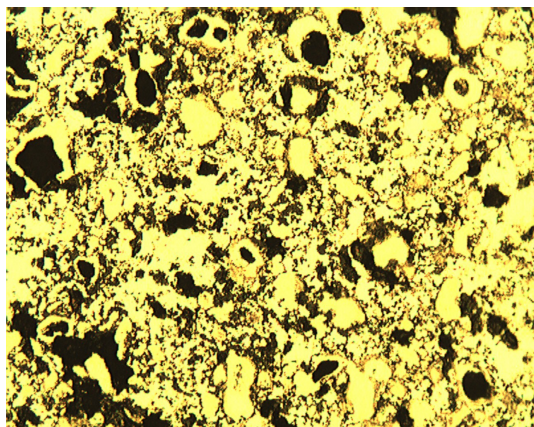


Figura H.1: Probeta 4 con 100x de aumento.

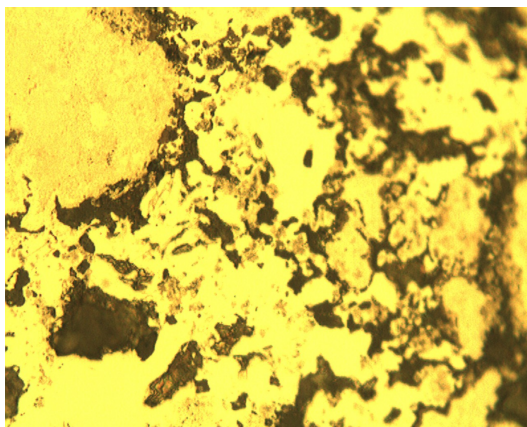


Figura H.2: Probeta 4 con 500x de aumento.

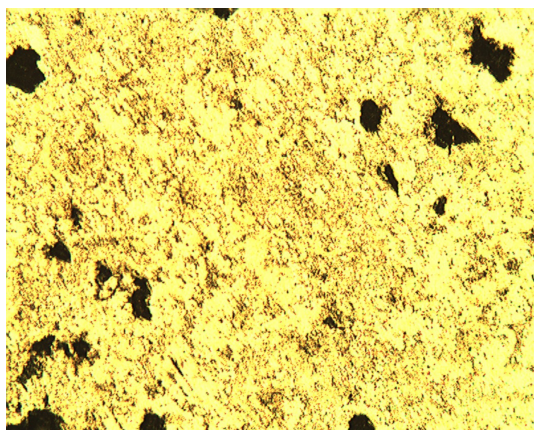


Figura H.3: Probeta 17 con 100x de aumento.

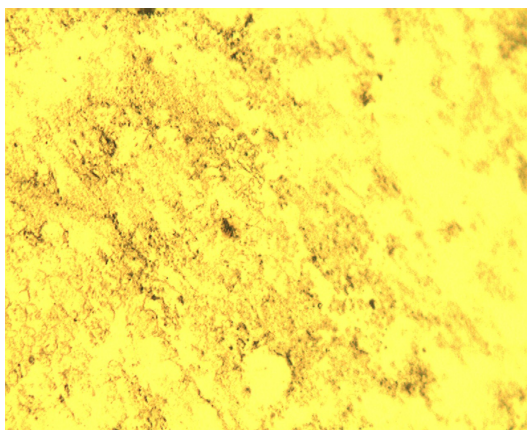


Figura H.4: Probeta 17 con 500x de aumento.

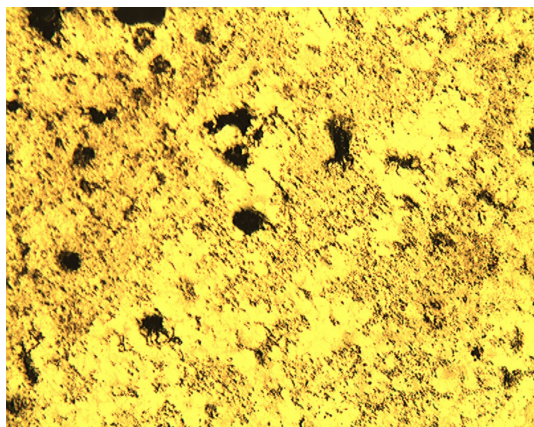


Figura H.5: Probeta 20 con 100x de aumento.

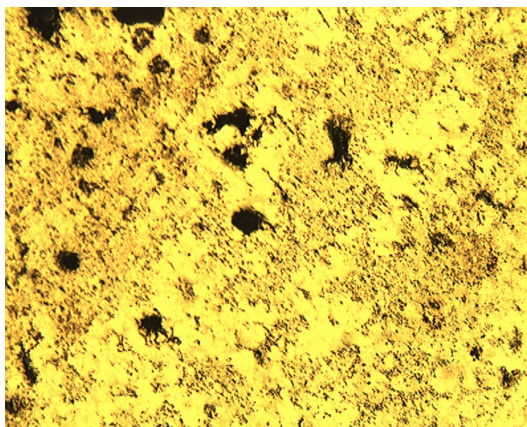


Figura H.6: Probeta 20 con 500x de aumento.

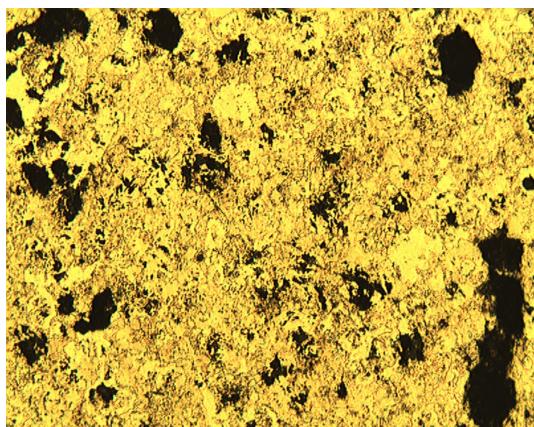


Figura H.7: Probeta 21 con 100x de aumento.

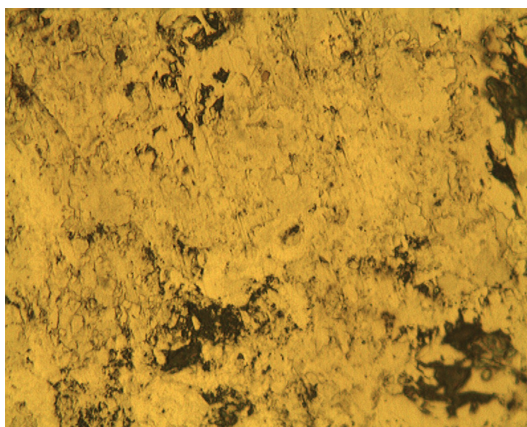


Figura H.8: Probeta 21 con 500x de aumento.

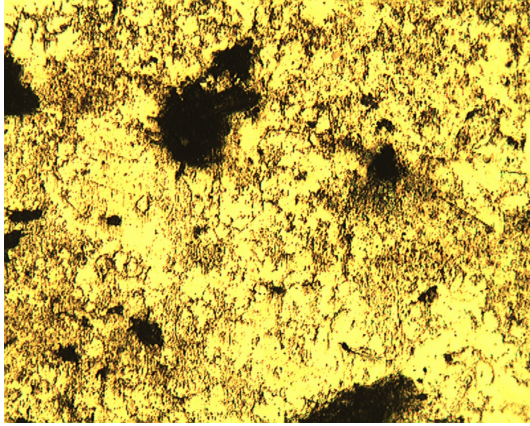


Figura H.9: Probeta 22 con 100x de aumento.

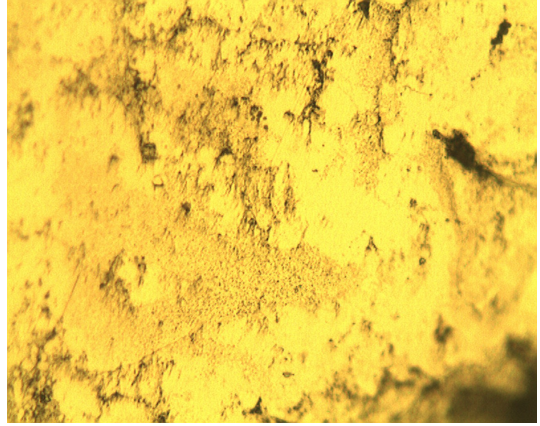


Figura H.10: Probeta 22 con 500x de aumento.

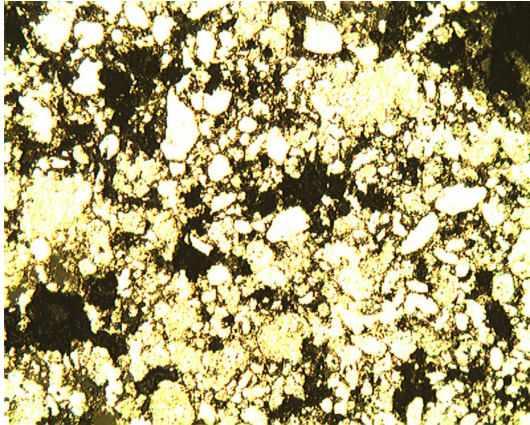


Figura H.11: Probeta 26 con 100x de aumento.

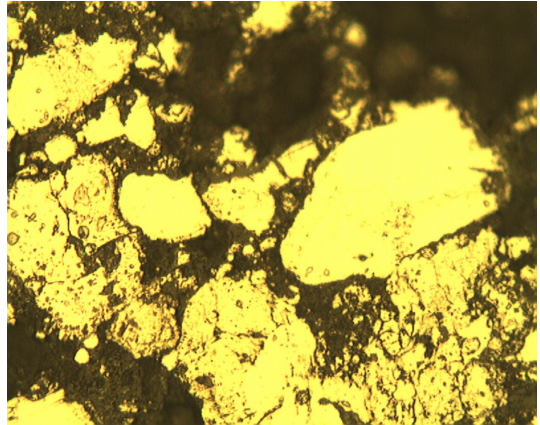


Figura H.12: Probeta 26 con 500x de aumento.

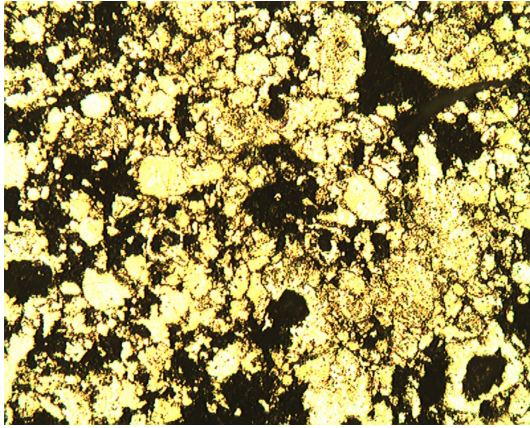


Figura H.13: Probeta 27 con 100x de aumento.

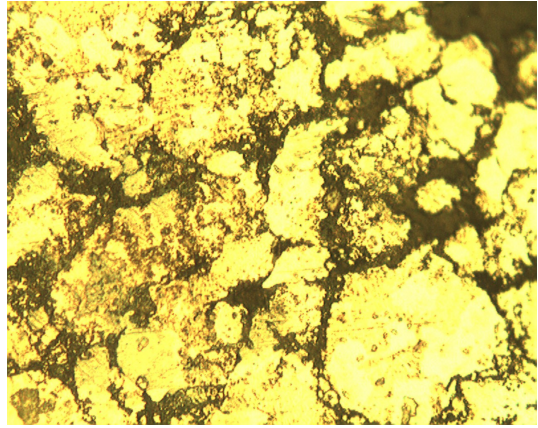


Figura H.14: Probeta 27 con 500x de aumento.

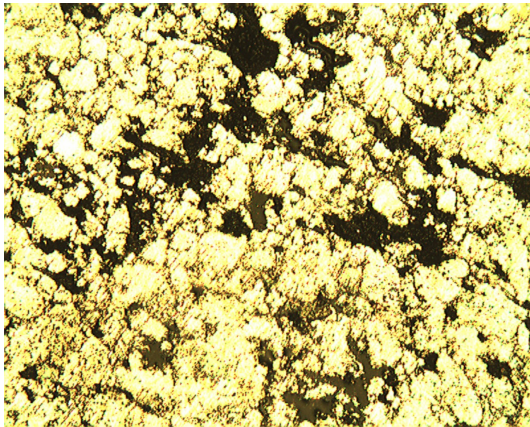


Figura H.15: Probeta 28 con 100x de aumento.

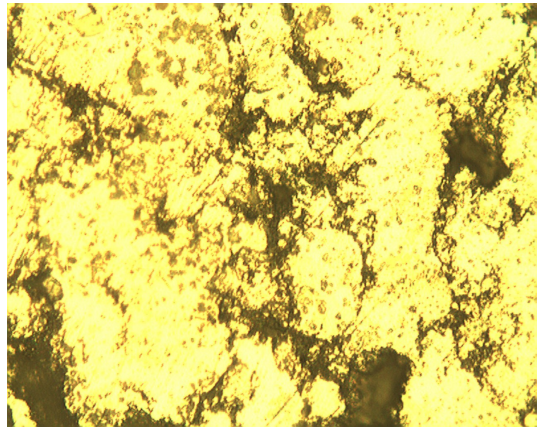


Figura H.16: Probeta 28 con 500x de aumento.

H.2. Micrografías con ataque químico

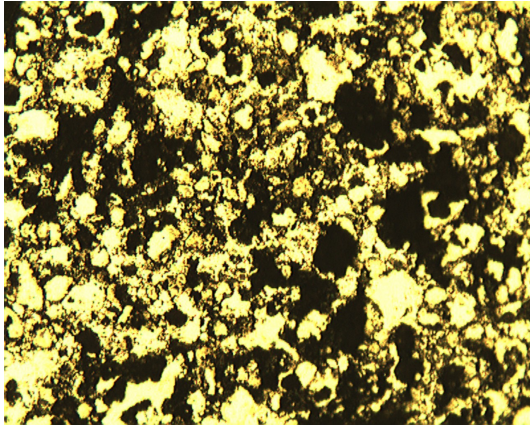


Figura H.17: Probeta 4 con 100x de aumento.

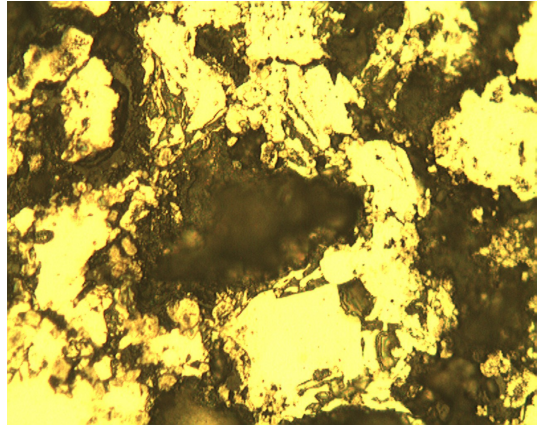


Figura H.18: Probeta 4 con 500x de aumento.

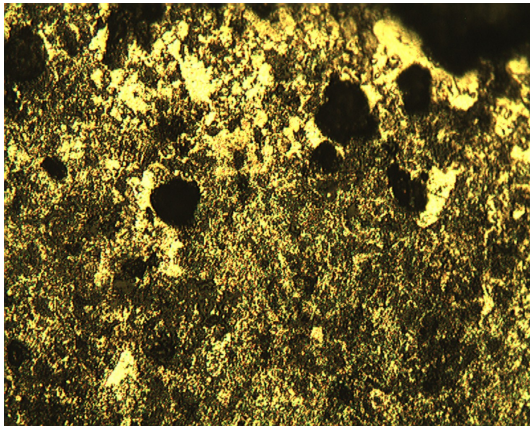


Figura H.19: Probeta 17 con 100x de aumento.

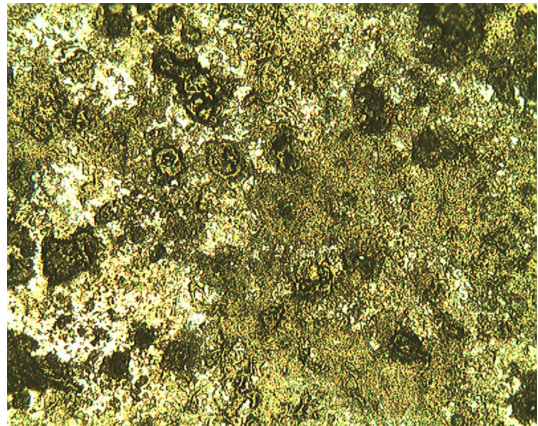


Figura H.20: Probeta 17 con 500x de aumento.

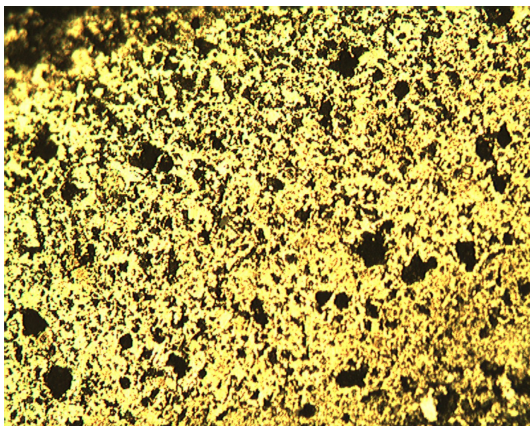


Figura H.21: Probeta 20 con 100x de aumento.

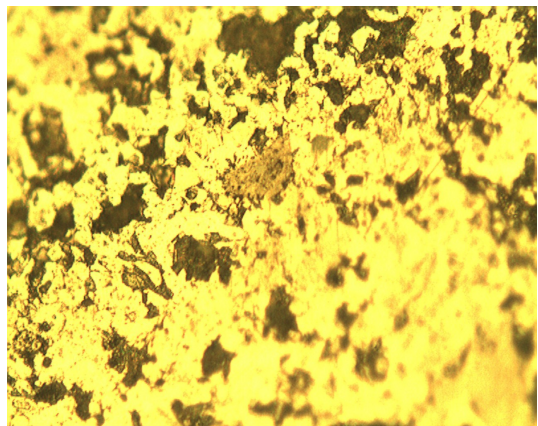


Figura H.22: Probeta 20 con 500x de aumento.

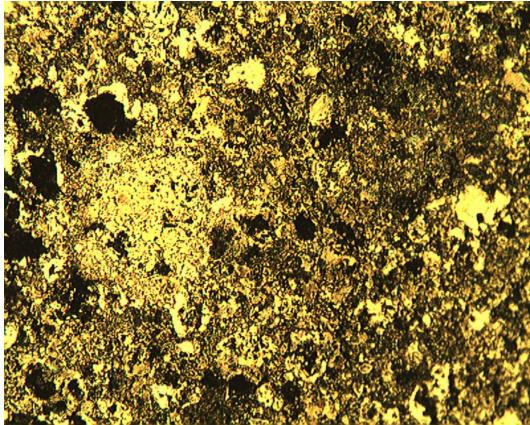


Figura H.23: Probeta 21 con 100x de aumento.

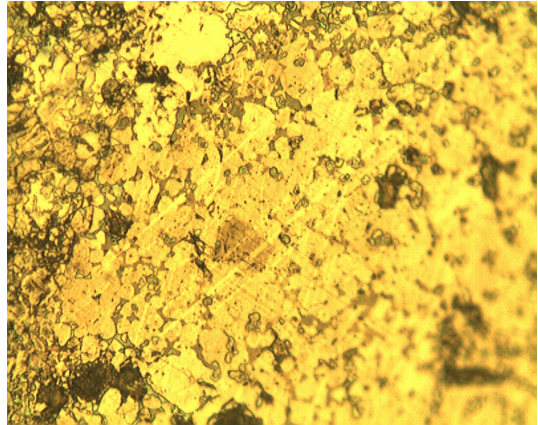


Figura H.24: Probeta 21 con 500x de aumento.

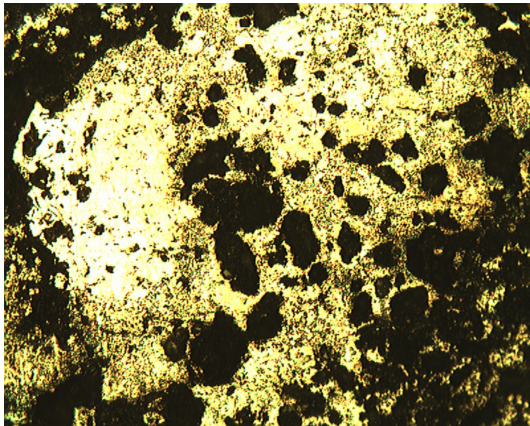


Figura H.25: Probeta 22 con 100x de aumento.

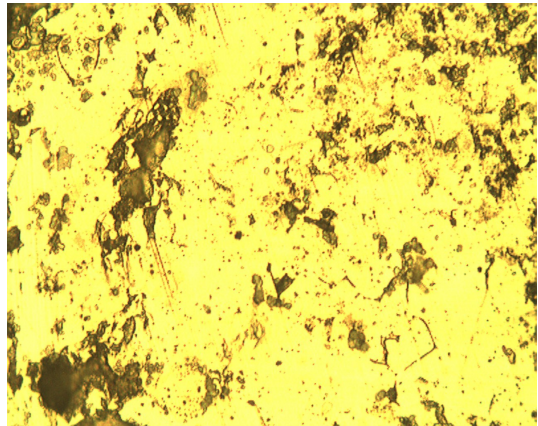


Figura H.26: Probeta 22 con 500x de aumento.

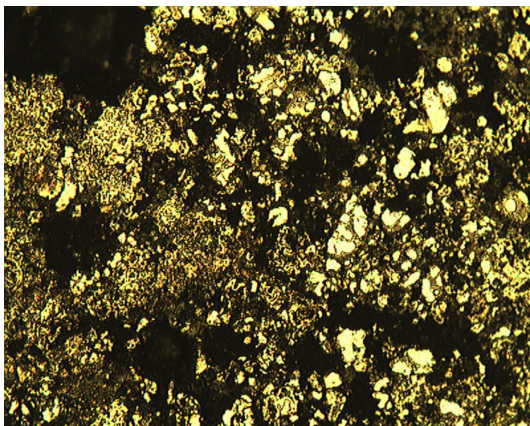


Figura H.27: Probeta 26 con 100x de aumento.

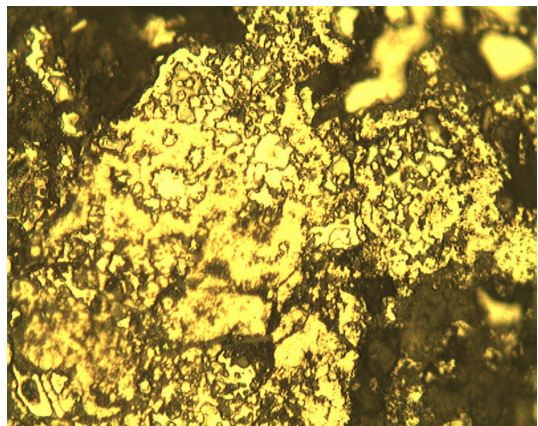


Figura H.28: Probeta 26 con 500x de aumento.

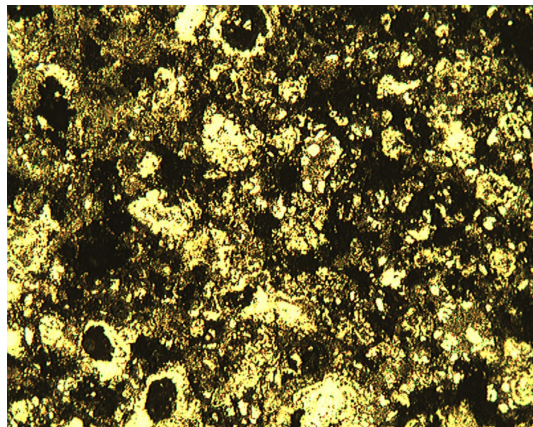


Figura H.29: Probeta 27 con 100x de aumento.

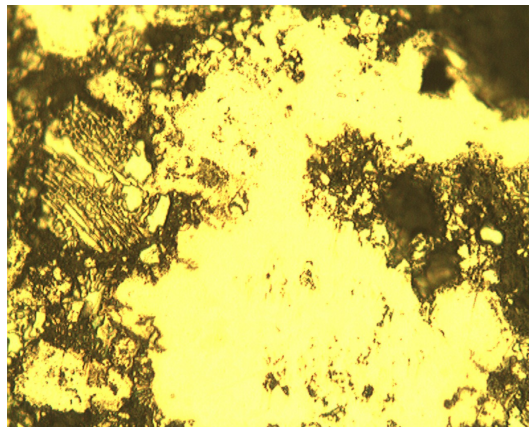


Figura H.30: Probeta 27 con 500x de aumento.

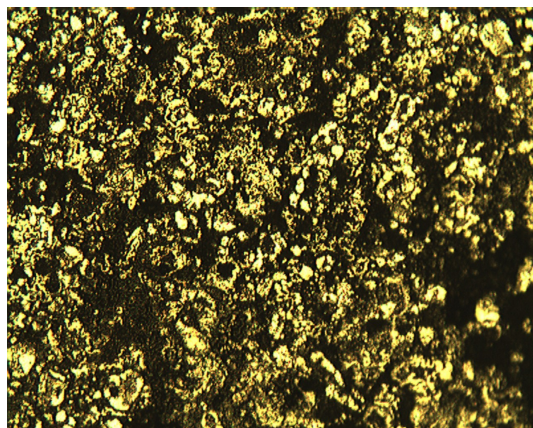


Figura H.31: Probeta 28 con 100x de aumento.

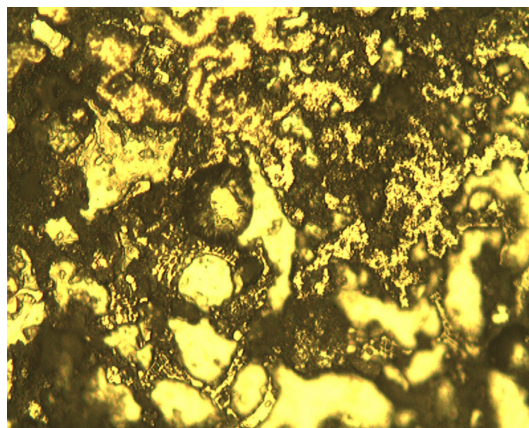


Figura H.32: Probeta 28 con 500x de aumento.

Anexo I

Microscopía Electrónica de Barrido

I.1. Resultado área 1

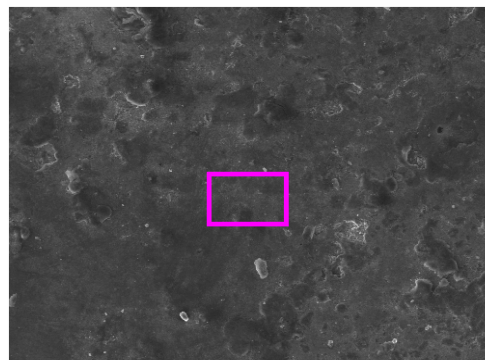


Project 1 - 21 area 1

3/10/2010 3:15:17 PM

Project: Project 1
 Owner: Fisica PUC
 Site: Site of Interest 2

Comment:



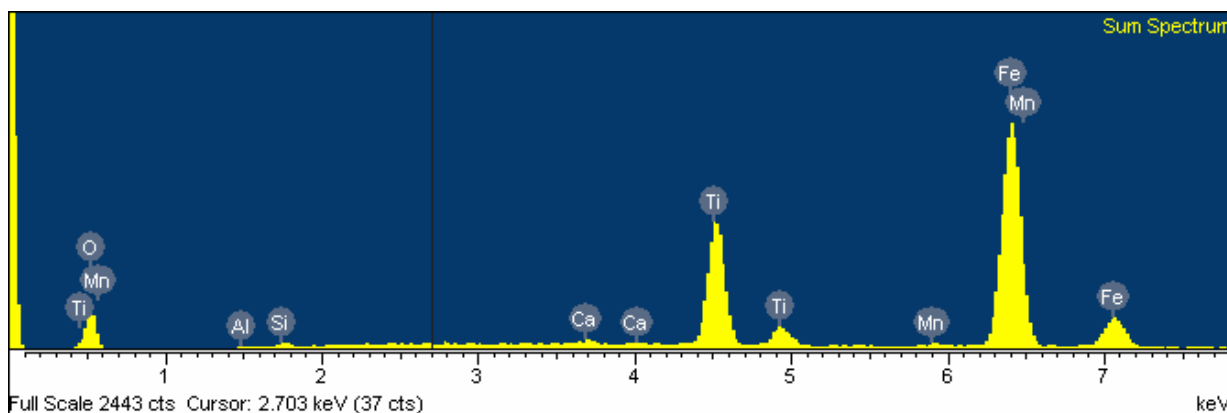
400µm Electron Image 1

Spectrum processing :
 Peak possibly omitted : 10.160 keV

Processing option : All elements analyzed (Normalised)
 Number of iterations = 2

Standard :
 O SiO2 1-Jun-1999 12:00 AM
 Al Al2O3 1-Jun-1999 12:00 AM
 Si SiO2 1-Jun-1999 12:00 AM
 Ca Wollastonite 1-Jun-1999 12:00 AM
 Ti Ti 1-Jun-1999 12:00 AM
 Mn Mn 1-Jun-1999 12:00 AM
 Fe Fe 1-Jun-1999 12:00 AM

Element	Weight%	Atomic%
O K	24.42	51.73
Al K	0.32	0.40
Si K	0.56	0.67
Ca K	0.45	0.38
Ti K	17.46	12.35
Mn K	0.37	0.23
Fe K	56.42	34.23
Totals	100.00	



I.2. Resultado área 2

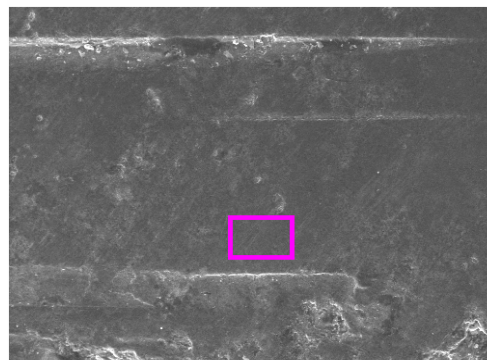


Project 1 - 21 area 2

3/10/2010 3:25:54 PM

Project: Project 1
Owner: Fisica PUC
Site: Site of Interest 2

Comment:



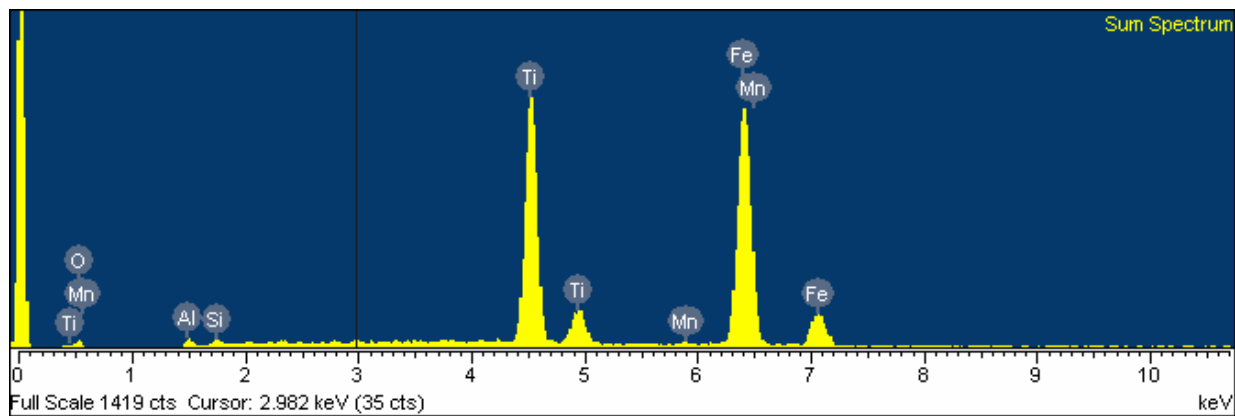
400µm Electron Image 1

Spectrum processing :
No peaks omitted

Processing option : All elements analyzed (Normalised)
Number of iterations = 1

Standard :
O SiO2 1-Jun-1999 12:00 AM
Al Al2O3 1-Jun-1999 12:00 AM
Si SiO2 1-Jun-1999 12:00 AM
Ti Ti 1-Jun-1999 12:00 AM
Mn Mn 1-Jun-1999 12:00 AM
Fe Fe 1-Jun-1999 12:00 AM

Element	Weight%	Atomic%
O K	6.76	18.99
Al K	1.34	2.22
Si K	0.76	1.22
Ti K	31.93	29.94
Mn K	0.38	0.31
Fe K	58.82	47.31
Totals	100.00	



I.3. Resultado área 3

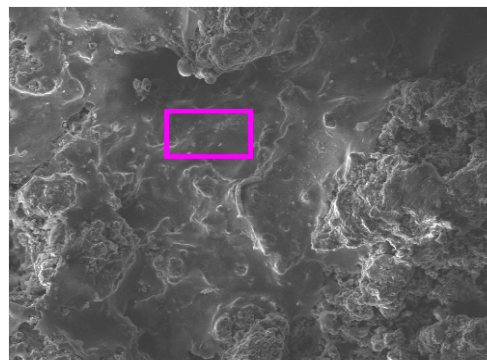


Project 1 - 21 area 3

3/10/2010 3:39:10 PM

Project: Project 1
Owner: Fisica PUC
Site: Site of Interest 2

Comment:



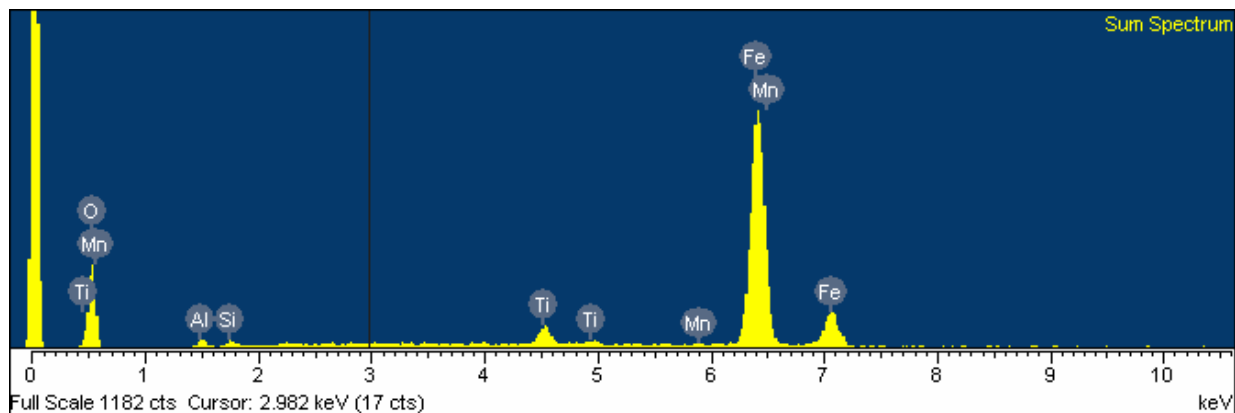
400µm Electron Image 1

Spectrum processing :
No peaks omitted

Processing option : All elements analyzed (Normalised)
Number of iterations = 1

Standard :
O SiO2 1-Jun-1999 12:00 AM
Al Al2O3 1-Jun-1999 12:00 AM
Si SiO2 1-Jun-1999 12:00 AM
Ti Ti 1-Jun-1999 12:00 AM
Mn Mn 1-Jun-1999 12:00 AM
Fe Fe 1-Jun-1999 12:00 AM

Element	Weight%	Atomic%
O K	28.10	56.75
Al K	1.61	1.93
Si K	0.70	0.80
Ti K	2.70	1.82
Mn K	0.42	0.25
Fe K	66.47	38.45
Totals	100.00	



I.4. Resultado área 4

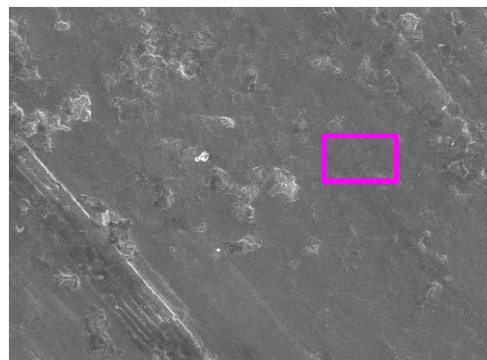


Project 1 - 21 area 4

3/10/2010 3:52:35 PM

Project: Project 1
Owner: Fisica PUC
Site: Site of Interest 2

Comment:



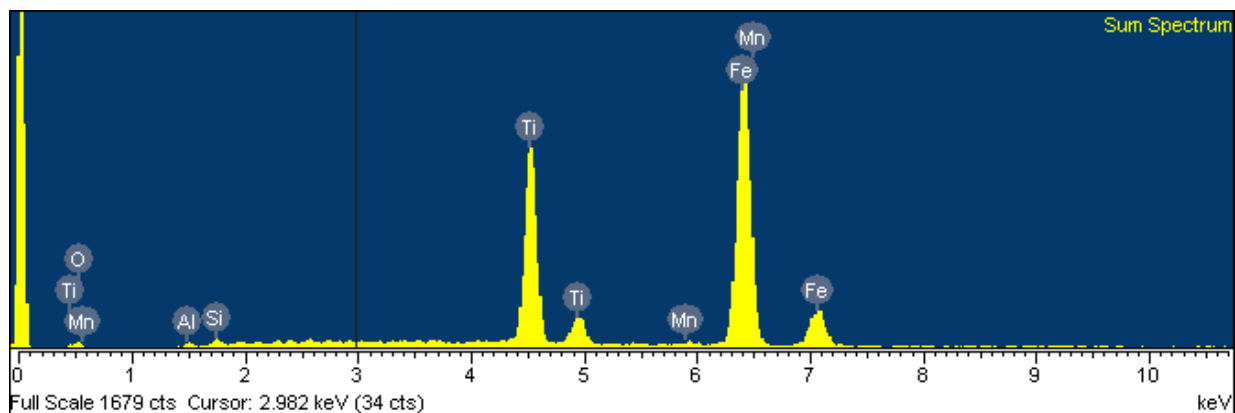
400µm Electron Image 1

Spectrum processing :
No peaks omitted

Processing option : All elements analyzed (Normalised)
Number of iterations = 1

Standard :
O SiO2 1-Jun-1999 12:00 AM
Al Al2O3 1-Jun-1999 12:00 AM
Si SiO2 1-Jun-1999 12:00 AM
Ti Ti 1-Jun-1999 12:00 AM
Mn Mn 1-Jun-1999 12:00 AM
Fe Fe 1-Jun-1999 12:00 AM

Element	Weight%	Atomic%
O K	3.42	10.43
Al K	0.64	1.16
Si K	0.84	1.46
Ti K	25.91	26.42
Mn K	0.60	0.54
Fe K	68.60	60.00
Totals	100.00	



I.5. Resultado área 5

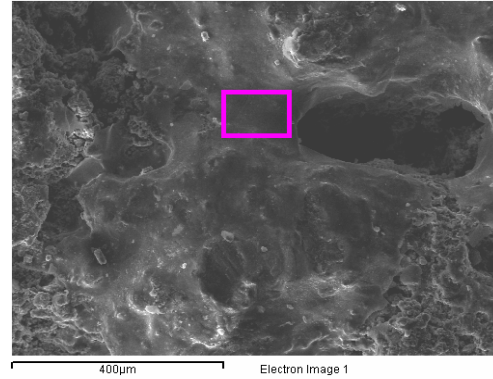


Project 1 - 21 area 5

3/10/2010 3:59:34 PM

Project: Project 1
Owner: Fisica PUC
Site: Site of Interest 1

Comment:



Spectrum processing :
No peaks omitted

Processing option : All elements analyzed (Normalised)
Number of iterations = 1

Standard :
O SiO2 1-Jun-1999 12:00 AM
Si SiO2 1-Jun-1999 12:00 AM
Ti Ti 1-Jun-1999 12:00 AM
Mn Mn 1-Jun-1999 12:00 AM
Fe Fe 1-Jun-1999 12:00 AM

Element	Weight%	Atomic%
O K	32.07	61.89
Si K	0.70	0.77
Ti K	1.77	1.14
Mn K	0.81	0.46
Fe K	64.65	35.74
Totals	100.00	

