



**UNIVERSIDAD MICHOACANA
DE SAN NICOLÁS DE HIDALGO**



Facultad de Ingeniería Química

*“Fabricación de materiales porosos de Ti-6Al-4V mediante
dilatometría in-situ para aplicaciones biomédicas”.*

**TESIS PARA OBTENER EL GRADO DE:
LICENCIATURA EN INGENIERÍA QUÍMICA**

PRESENTA:

Rogelio Jr. Macias Ambriz

ASESORES:

DR. RAFAEL HUIRACHE ACUÑA (FIQ-UMSNH)

DR. LUIS RAFAEL OLMOS NAVARRETE (INICIT-UMSNH)

MORELIA, MICHOACÁN

JULIO DE 2016

ÍNDICE

ÍNDICE	II
Lista de Figuras	V
Lista de tablas	VIII
Resumen	IX
ABSTRACT	X
INTRODUCCION	1
CAPITULO I	5
1.1 Objetivo	5
1.1.1 Objetivos particulares.....	5
1.2 Hipótesis	5
1.3 Justificación	5
1.4 Marco teórico	6
1.4.1 Metalurgia polvos.....	7
1.4.2 Producción de polvo metálico	8
1.4.3 Métodos Mecánicos	13
1.5 Sinterizado	15
1.5.1 Teoría del sinterizado	15
1.5.2 Características del sinterizado	15
1.5.3 Sinterizado en estado sólido y Etapas del sinterizado.....	17
1.5.4 Esfuerzo de sinterizado.....	18
1.6 Mecanismos de difusión	19
1.6.1 Definición.....	19
1.6.2 Mecanismos de difusión	20
1.7 Difusión entre dos partículas	21
1.8 Difusión superficial	23
1.9 Materiales porosos	24

1.9.1	Porosidad	24
1.10	Introducción a los implantes	24
1.10.1	El hueso	24
1.10.2	Técnicas de regeneración y reparación ósea	27
1.10.3	Reparación de fracturas	27
1.11	Propiedades generales del Titanio.....	29
1.12	Procesos de extracción del titanio	31
1.13	Aleaciones de titanio	32
1.14	Propiedades de las aleaciones del titanio	34
1.14.1	Las aleaciones α	35
1.14.2	Aleaciones $\alpha + \beta$	35
1.14.3	Aleaciones β	36
1.15	Aleación Ti-6Al-4V	37
Capítulo II.....		38
2.1	Desarrollo experimental	38
2.2	Caracterización de los polvos	38
2.2.1	Separación de polvos.....	38
2.2.2	Preparación de las muestras	39
2.3	Sinterizado	39
2.4	Caracterización micro-estructural de las muestras sinterizadas	41
2.4.1	Medición de densidad	41
2.4.2	Análisis de difracción de rayos X (DRX).....	41
2.4.3	Preparación metalográfica	42
2.4.4	Análisis mediante microscopía electrónica de barrido (MEB)	43
2.5	Propiedades mecánicas	43
2.5.1	Ensayos de compresión	43
Capítulo III.....		45
3.1	Resultados	45
3.2	Comportamiento del sinterizado mediante dilatometría.....	45

3.3	Comportamiento de la densidad durante el proceso de sinterizado	48
3.4	Velocidad de densificación.....	51
3.5	Energía de activación	54
3.6	Ensayos de compresión.....	57
3.7	Análisis Micro estructural	62
3.7.1	Microscopía electrónica de barrido (MEB)	62
3.7.2	Difracción de los rayos X de los polvos iniciales	74
3.7.3	Difracción de rayos X de las muestras sinterizadas	75
	Conclusiones	79
	Referencias	80
	Anexo.....	83

Lista de Figuras

Figura 0:1 Población de México según la edad y la proyección a años futuros.	2
Figura 0:2 índice de fracturas registrado de acuerdo al género y a la edad.	2
Figura 0:3 a) prevalencia de fracturas en porcentaje de acuerdo a la edad y género, b) cantidad de fracturas de acuerdo con el género y tipo.	3
Figura 1:1 Esquema del Proceso metalúrgico de polvos.	8
Figura 1:2 Distintas formas de los polvos metálicos: a) Esférica; b) Redondeada; c) Angular; d) Acicular; e) Dendrítica; f) Irregular; g) Micro-porosa; h) Fragmentada.	9
Figura 1:3 Micrografía electrónica de barrido de una superficie de alta área de polvo de Paladio el cual se observa que se esponja por el gran cambio de volumen del óxido del metal.	10
Figura 1:4 Método de atomización con gas para obtener polvos	11
Figura 1:5 Método de atomización con agua para la obtención de polvos metálicos	12
Figura 1:6 Método de atomización centrífuga para la obtención de polvos	12
Figura 1:7 MEB de polvos fabricados por atomización centrífuga.	13
Figura 1:8 Modelo de 2 esferas en contacto: a) Contacto puntual inicial; b) Formación del cuello y creación del límite de grano; c) Crecimiento del cuello y acercamiento de los centros; d) Condición final	15
Figura 1:9 Dos de los caminos posibles por los que un conjunto de partículas puede disminuir su energía.	16
Figura 1:10 Sinterizado a escala microscópica: 1) la unión de las partículas se inicia en los puntos de contacto, 2) los puntos de contacto crecen para convertirse en "cuellos", 3) los poros entre las partículas reducen su tamaño y 4) se desarrollan límites de grano entre las partículas, en las regiones donde había	18
Figura 1:11 Curvatura en cualquier punto de una superficie curvada dada en términos de dos radios	19
Figura 1:12 Mecanismos de difusión a) Difusión por vacantes, b) Difusión intersticial.	21
Figura 1:13 los cuatro tipos de flujo disfuncional, en dos esferas unidas por un cuello y borde de grano	22
Figura 1:14 Esquema de una superficie libre, que muestra vacantes entre pliegues y salientes que proporcionan las versatilidades más activas para el desprendimiento de la superficie de la difusión atómica.	23
Figura 1:15 a) Distribución del tejido óseo en un hueso de fémur; b) Estructura interna del hueso esponjoso; c) Estructura interna del hueso compacto.	26
Figura 1:16 Fijador de tipo Externo	28
Figura 1:17 Fijador inter o intramedular	28
Figura 1:18 Diferentes placas de osteosíntesis	28
Figura 1:19 Prótesis de sustitución de la esfera del fémur para cadera	29
Figura 1:20 Prótesis de sustitución de rodilla	29
Figura 1:21 Proceso Kroll de obtención del titanio	32

Figura 1:22 Estructura cristalina del Titanio: a) Fase α Hexagonal compacta; b) Fase β Cubica centrada en las caras [23]	33
Figura 1:23 Diagrama de fases Ti-Al Estabilizador de la fase α .	34
Figura 1:24 Diagrama de fases Ti-6Al-4V estabilizador de la fase β	35
Figura 1:25 Aumento en las propiedades según el tipo de aleación.	36
Figura 2:1 a) Diferentes tipos de tamices para polvos metálicos; b) Torre de Tamices en acomodo para la separación de los tamaños de partícula de polvo metálico	38
Figura 2:2 Crisol de Zirconia utilizado para pre-sinterizar las pastillas de Ti-64	39
Figura 2:3 Dilatómetro Vertical Linseis L75 Laser y sistema computarizado.	40
Figura 2:4 Ciclos térmicos utilizados para sinterizar las pastillas de Ti-64	40
Figura 2:5 Pulidora eléctrica con paño, para pulir a espejo	43
Figura 2:6 a) Vista de la colocación de la muestra b) Equipo utilizado para realizar ensayos de compresión	44
Figura 3:1 Deformación axial en función del tiempo, de partículas con diámetro mayor a 75 μm	46
Figura 3:3 Deformación axial en función del tiempo, de partículas con diámetro entre 20-45 μm	47
Figura 3:2 Deformación axial en función del tiempo, de partículas con diámetro entre 45-75 μm	47
Figura 3:4 Deformación axial en función del tiempo, de partículas con diámetro menor a 20 μm	48
Figura 3:5 Por ciento de porosidad en función de la temperatura, de partículas con diámetro entre 45-75 μm	49
Figura 3:6 Por ciento de porosidad en función de la temperatura, de partículas con diámetro mayor a 75 μm	50
Figura 3:7 Por ciento de porosidad en función de la temperatura, de partículas con diámetro entre 20-45 μm	50
Figura 3:8 Por ciento de porosidad en función de la temperatura, de partículas con diámetro menor a 20 μm	51
Figura 3:10 Velocidad de densificación en función de la densidad relativa, de las partículas con diámetro entre 45-75 μm	52
Figura 3:9 Velocidad de densificación en función de la densidad relativa, de las partículas con diámetro mayor a 75 μm	52
Figura 3:12 Velocidad de densificación en función de la densidad relativa, de las partículas con diámetro menor a 20 μm	53
Figura 3:11 Velocidad de densificación en función de la densidad relativa, de las partículas con diámetro entre 20-45 μm	53
Figura 3:13 Logaritmo de la deformación en función del tiempo para 900°C	55
Figura 3:14 Logaritmo de la deformación en función del tiempo para 950°C	55
Figura 3:15 Logaritmo de la deformación en función del tiempo para 1000°C	56
Figura 3:16 Logaritmo de la deformación en función del inverso de la temperatura para para todos los diámetros de partícula utilizados.	56
Figura 3:18 Modulo de Young en función del diámetro de partícula promedio.	58

Figura 3:17 Modulo de Young en función de la densidad relativa, para todos los diámetros de partícula utilizados.	58
Figura 3:19 Resistencia a la compresión en función de la densidad relativa, para todos los diámetros de partícula utilizados.	59
Figura 3:20 Resistencia a la compresión en función del diámetro de partícula promedio.	60
Figura 3:21 Micrografía electrónica de barrido (MEB) de los polvos de aleación de Ti64:	62
Figura 3:22 MEB de las muestras sinterizadas deTi64 con tamaño de partícula menor a 20 μm a 900°C	63
Figura 3:23 MEB de las muestras sinterizadas deTi64 con tamaño de partícula menor a 20 μm a 950°C	64
Figura 3:24 MEB de las muestras sinterizadas deTi64 con tamaño de partícula menor a 20 μm a 1000°C	65
Figura 3:25 MEB de las muestras sinterizadas deTi64 con tamaño de partícula entre 20 y 45 μm a 900°C	66
Figura 3:26 MEB de las muestras sinterizadas deTi64 con tamaño de partícula entre 20 y 45 μm a 950°C	67
Figura 3:27 MEB de las muestras sinterizadas deTi64 con tamaño de partícula entre 20 y 45 μm a 1000°C	68
Figura 3:28 MEB de las muestras sinterizadas deTi64 con tamaño de partícula entre 45 y 75 μm a 900°C	69
Figura 3:29 MEB de las muestras sinterizadas deTi64 con tamaño de partícula entre 45 y 75 μm a 950°C	70
Figura 3:30 MEB de las muestras sinterizadas deTi64 con tamaño de partícula entre 45 y 75 μm a 1000°C	71
Figura 3:31 MEB de las muestras sinterizadas deTi64 con tamaño de partícula mayor a 75 μm a 900°C	71
Figura 3:32 MEB de las muestras sinterizadas deTi64 con tamaño de partícula mayor a 75 μm a 950°C	72
Figura 3:33 MEB de las muestras sinterizadas deTi64 con tamaño de partícula mayor a 75 μm a 1000°C	73
Figura 3:34 Difractograma de los polvos de Ti64 con diámetro desde menos a 20 hasta 45 μm	74
Figura 3:35 Difractograma de los polvos de Ti64 con diámetro desde menos a 20 hasta 45 μm	75
Figura 3:36 Difractograma de los polvos sinterizados de Ti64 con diámetro menor a 20 μm para el ciclo térmico de 900°C	76
Figura 3:37 Difractograma de los polvos sinterizados de Ti64 con diámetro desde menos a 20 hasta 45 μm para el ciclo térmico de 900°C	76
Figura 3:38 Difractograma de los polvos sinterizados de Ti64 con diámetro menor a 20 μm para el ciclo térmico de 950°C	77
Figura 3:39 Difractograma de los polvos sinterizados de Ti64 con diámetro desde menos a 20 hasta 45 μm para el ciclo térmico de 950°C	77
Figura 3:40 Difractograma de los polvos sinterizados de Ti64 con diámetro desde menos a 20 hasta 45 μm para el ciclo térmico de 1000°C	78
Figura 3:41 Difractograma de los polvos sinterizados de Ti64 con diámetro menor a 20 μm para el ciclo térmico de 1000°C	78

Lista de tablas

Tabla 1:1 Propiedades mecánicas del hueso cortical [17]	27
Tabla 1:2 Propiedades del Titanio elemental	30
Tabla 1:3 Efecto del contenido porcentual de los elementos de aleación en las fases del titanio [19]	33
Tabla 2:1 Angulo de difracción de las diferentes posibles fases presentes en la aleación de Ti-6Al-4V [21]	42
Tabla 3:1 Energía de activación calculada para todos los diámetros de partícula utilizados.	57
Tabla 3:2 Valores de las propiedades mecánicas del Ti64 según el tamaño de partícula del Ti64	61

Resumen

Fabricación de materiales porosos de Ti-6Al-4V mediante dilatometría in-situ para aplicaciones biomédicas.

Rogelio Jr. Macias Ambriz.

Asesores: Dr. Rafael Huirache Acuña; Dr. Luis Rafael Navarrete Olmos

El principal objetivo de la implantación de un biomaterial en el interior del cuerpo humano es para reemplazar y / o para restaurar los tejidos vivos y sus funciones, esto incluye cuando una parte del cuerpo que ha perdido su función por un traumatismo o enfermedad está sustituido con el fin de promover la regeneración, o para corregir cualquier tipo de anomalía, y ayuda en la misma función que la parte sustituido.

Hoy en día, los materiales utilizados como implantes tienen que ser más fiable con el fin de satisfacer los requisitos más exigentes de los implantes quirúrgicos. Por lo tanto, la investigación de nuevos y mejores materiales ha sido especialmente dirigida en la forma de producir biomateriales con propiedades mecánicas similares de los huesos, así como materiales con mejores características de biocompatibilidad, estabilidad química y propiedades adecuadas para un mejor rendimiento en el largo plazo. Los materiales más utilizados son aceros inoxidables, aleaciones de cobalto-cromo y algunas aleaciones de titanio, entre las que destaca la aleación Ti6Al4V.

El objetivo de este trabajo es el estudio de los parámetros de sinterización, así como el efecto del tamaño de partícula de los polvos para producir materiales porosos mediante metalurgia de polvos y para evaluar sus propiedades mecánicas con el fin de obtener propiedades similares a las del hueso cortical. Para lograr nuestro objetivo, la sinterización de polvos sueltos Ti6Al4V se realizó en un dilatómetro vertical. La distribución del tamaño de partícula se varió de 20 a 120 micras y la temperatura de sinterización entre 900 a 1000 ° C. La cinética de sinterización de las muestras se calculó y se siguió la densificación durante todo el ciclo térmico. La fracción final del volumen de poros obtenida va de 32 a 41%. Además, el módulo de Young y el límite elástico se evaluaron a partir de ensayos de compresión. Los valores obtenidos son similares a los reportados para el hueso cortical. La conclusión de este trabajo es que la porosidad se puede controlar por tanto; temperatura y tamaño de partícula de polvos, por lo

tanto, las propiedades mecánicas pueden también ser predichos con el fin de obtener las propiedades mecánicas deseadas. (**Porosas, Huesos, Implantes, Sinterizado, Biomaterial**)

ABSTRACT

Fabrication of Ti-6Al-4V porous materials by dilatometry on-site for biomedical applications.

The main objective of implanting a biomaterial inside the human body is to replace and/or to restore the living tissues and their functions, this includes when a part of the body that has lost its function by trauma or disease is substituted in order to promote the regeneration, or to correct any kind of anomaly, and it helps in the same function as the substituted part.

Nowadays, materials used as implants have to be more reliable in order to satisfy the highest requirements of surgical implants. Thus, the research for new and better materials has been especially directed in the way to produce *biomaterials* with similar mechanical properties of the bones, as well as materials with best features of biocompatibility, chemical stability and properties suitable for better performance in the long term. The most commonly used materials include stainless steels, cobalt-chromium alloys and some alloys of titanium, among which highlights the Ti6Al4V alloy.

The aim of this work is to study the sintering parameters as well as the effect of particle size of powders to produce porous materials through powder metallurgy route and to evaluate their mechanical properties in order to obtain similar properties to the cortical bone. To accomplish our goal, sintering of loose Ti6Al4V powders was performed in a vertical dilatometer. The particle size distribution was varied from 20 to 120 μm and the sintering temperature between 900 to 1000 $^{\circ}\text{C}$. The sintering kinetics of the samples was estimated and the densification during the whole thermal cycle was followed. The final pore volume fraction obtained ranged from 32 to 41 %. Additionally, the Young's modulus and the yield strength were assessed from compression tests. The values obtained are similar to those reported for the cortical bone. The conclusion of this work is that porosity can be controlled by both; temperature and particle size of powders, thus, the mechanical properties can also be predicted in order to obtain the mechanical properties desired.

INTRODUCCION

En la actualidad la creciente población mundial exige la necesidad de obtener materiales más confiables para su uso como biomaterial, especialmente por la numerosa incidencia de fracturas óseas en el cuerpo humano, esto conlleva a utilizar materiales con mejores características de *biocompatibilidad*, estabilidad química y propiedades adecuadas para un mejor desempeño a largo plazo, también debido a que la esperanza de vida ha aumentado. Dentro de los materiales más utilizados se encuentran los aceros inoxidable, las aleaciones de cobalto-cromo y algunas aleaciones del titanio, dentro de las cuales se destaca la aleación de Ti64, en la que se enfoca este trabajo.

La población mundial actual es de alrededor de 7.5 mil millones de personas y se estima que para el 2050 llegue a ser de 10.5 mil millones. Donde América latina y el caribe representará alrededor del 9% del total. En donde la población cada vez se envejece más debido a que la esperanza de vida crece y con esto la incidencia de enfermedades por envejecimiento (crónicas degenerativas).

- Enfermedades cardíacas
- Cáncer
- Diabetes
- Cirrosis
- Osteoporosis
- Artritis

En México al igual que la población mundial la expectativa de vida aumento de 36.2 a 75 años en promedio durante los últimos 70 años. La población de México en personas de 60 años o más asciende a 10.7 millones y se estima que aumentara a 36.4 millones en 2050. Hoy en día la expectativa de vida es de 82 años en promedio. Y una de las enfermedades más habituales a esta edad es la osteoporosis, lo cual incide en fracturas de huesos. [1]

Estadísticas de crecimiento demográfico en México

La población mexicana es de 113 millones de habitantes aproximadamente. De los cuales el 18% son personas de 50 años o más y el 4.3% por personas de 70 años o más. Para el año 2050 se estima que el 37% de la población superará los 50 años y el 14% tendrá 70 años o más mientras que la población crecerá hasta 148 millones de habitantes Figura 0:1.

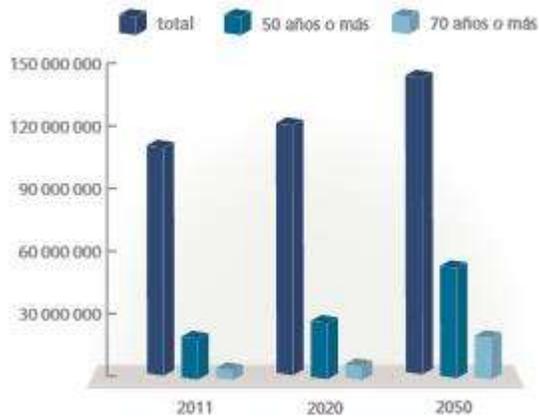


Figura 0:1 Población de México según la edad y la proyección a años futuros.

densitometría, de acuerdo con los criterios de clasificación de la Organización Mundial de la Salud (OMS), resultó que tenían osteoporosis en la columna lumbar el 9% y el 17% de hombres y mujeres, y que el 30% y el 43% tenían osteopenia. Así mismo, un estudio del fémur reveló que tenían osteoporosis el 6% y el 16% y osteopenia el 56% y el 41%, para hombres y mujeres, respectivamente. [2]

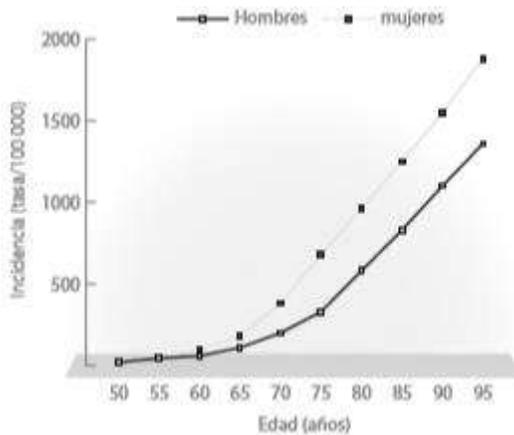


Figura 0:2 índice de fracturas registrado de acuerdo al género y a la edad.

cada 100.000 individuos sufren fracturas de cadera todos los años y estas cifras aumentan en forma exponencial con la edad en ambos sexos Figura 0:2. En México, el riesgo de sufrir una fractura de cadera a los 50 años fue de 8,5% en las mujeres y el 3,8% en los hombres. [1, 2]

Epidemiología

Durante los últimos años las enfermedades crónicas degenerativas han tenido una transición al alza, donde los principales factores que influyen a esta son principalmente el aumento en la expectativa de vida, la disminución de la mortalidad y el aumento en la población de personas con edades mayores a 65 años.

Estudios recientes hechos mediante

Fracturas de cadera

Los casos de fractura de cadera registrados en el año 2000, se recabaron en todos los hospitales de atención terciaria más importantes de los dos principales sistemas de salud de la ciudad de México: el Instituto Mexicano del Seguro Social (IMSS) y la Secretaría de Salud (SS). En todos los casos, los diagnósticos fueron validados a través de la revisión de casos. 169 mujeres y 98 hombres de

Fractura vertebral, otras fracturas por fragilidad

Una de las principales preocupaciones es que las fracturas vertebrales son subestimadas en gran medida y de acuerdo con la información bibliográfica, las fracturas de muñeca son el tipo de fracturas comunicadas con más frecuencia seguida por las fracturas de cadera, húmero y pelvis Figura 0:3.

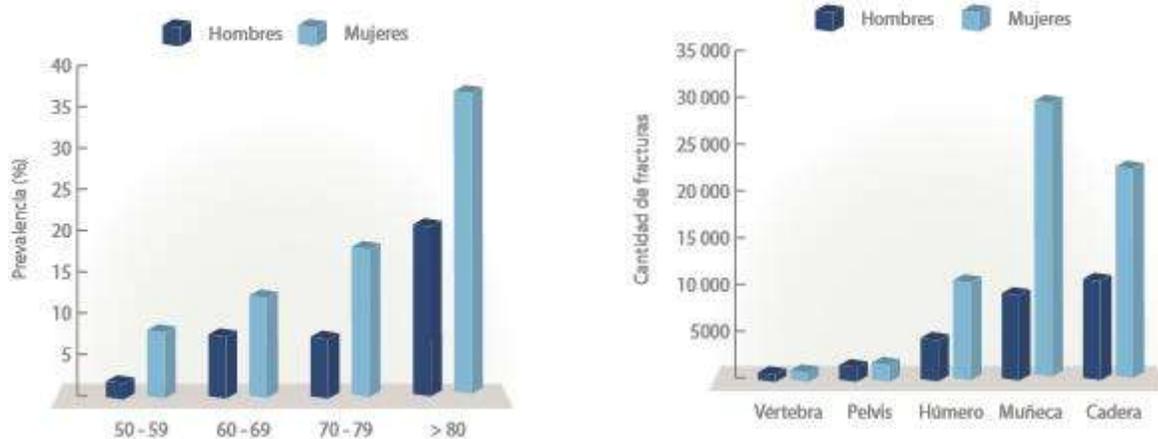


Figura 0:3 a) prevalencia de fracturas en porcentaje de acuerdo a la edad y género, b) cantidad de fracturas de acuerdo con el género y tipo.

Existen numerosas compañías que se dedican a la manufactura de prótesis e implantes médicos que ayudan a sobrellevar esta enfermedad (osteoporosis) y sus numerosas complicaciones como se mencionó anteriormente, pero todas estas piezas fabricadas no siempre tienen una buena respuesta hacia el paciente, y como están hechas de materiales metálicos fundidos o moldeados, por lo regular tienden a ser muy densos y a su vez muy duros, las características de estos materiales conllevan a que a largo plazo el paciente tenga complicaciones en el mismo sistema óseo para el cual están diseñadas, ya que el hueso en si es mucho menos denso y más frágil que estos materiales que se ponen en contacto con el mismo y lo desgasta de forma significativa. [2]

Este trabajo se centra en el estudio para obtener un material con características similares a las del sistema óseo humano como la estructura y la resistencia mecánica. Se pretende lograr mediante el estudio del sinterizado de polvos de la aleación Ti-64 que es un fenómeno que gobierna los procesos con materiales en polvo y que comprende desde la unión o coalescencia de las partículas, cuando se exponen a altas temperaturas pasando por la etapa de densificación hasta la consolidación de un producto.

El sinterizado de polvos ha sido ampliamente estudiado por diferentes investigadores y los mecanismos mediante de difusión de materia a través de los contactos inter-particulares han sido descritos para algunos materiales, sin embargo, estos pueden sufrir modificaciones de acuerdo a las características de los polvos, por lo que, en este trabajo se realizó un estudio de la cinética de sinterizado mediante dilatometría para obtener los mecanismos predominantes de la aleación Ti-64.

Durante la descripción del primer capítulo nos enfocamos principalmente en la parte teórica, donde hablamos sobre la metalurgia de polvos como y para que nos sirve estudiar el comportamiento de los materiales desde esta forma física en específico, de las generalidades y especificaciones del proceso de sinterizado de polvos bajo qué condiciones y que resultados se esperan. Así mismo, como mencionamos los diferentes mecanismos de difusión presentes en el mismo proceso, también hablamos sobre los materiales porosos, esta característica es muy especial para este proyecto, porque el sistema óseo tiene ciertas características estructurales muy específicas como la porosidad misma, lo cual, es mencionado en el tema *“introducción a los implantes”*.

Durante el segundo capítulo de esta investigación hablamos de la metodología usada para obtener muestras de estudio que nos indicarán el comportamiento del material durante el proceso del sinterizado.

En el capítulo final tenemos la fase de resultados, en esta indicamos, graficamos, tabulamos y comparamos los resultados obtenidos durante las diferentes pruebas realizadas para la caracterización y comportamiento del material estudiado.

CAPITULO I

1.1 Objetivo

Desarrollar materiales porosos a partir del sinterizado de polvos de la aleación Ti-6Al-4V para aplicaciones biomédicas.

1.1.1 Objetivos particulares

- a) Estudiar el efecto del tamaño de partícula de polvos de la aleación de Ti-6Al-4V en las propiedades mecánicas de los materiales obtenidos mediante el proceso de sinterizado.
- b) Evaluar y analizar las fases presentes después del sinterizado a diferentes temperaturas.
- c) Obtener información de las propiedades mecánicas través de ensayos metalográficos.

1.2 Hipótesis

Mediante la técnica de metalurgia de polvos se puede controlar el tamaño y fracción en volumen de poros internos en un material a partir del tamaño de partícula y los parámetros de sinterizado, tales como, temperatura y tiempo. El sinterizado de polvos de Ti-6Al-4V con distintos tamaños de partícula y a diferentes temperaturas permite consolidar materiales con propiedades mecánicas diferentes a las de la aleación fundida, debido a que la presencia de la porosidad reduce las propiedades mecánicas y por lo tanto, éstas pueden ser comparadas con las de los huesos humanos. Adicionalmente a las propiedades mecánicas, la microestructura porosa interna que permite el paso de fluidos corporales es una característica muy específica del sistema óseo, por lo cual, los materiales utilizados como reemplazos deben tener esas características físicas y mecánicas lo más similar a la del hueso para cumplir de mejor manera su función y adaptación en el cuerpo humano.

1.3 Justificación

Hoy en día la necesidad de crear nuevos materiales que realicen las mismas funciones con menores requerimientos de energía, eliminando o reduciendo la generación de desechos y mejorando sus propiedades mecánicas ha ido en aumento debido a la creciente demanda de crear materiales sustentables. Las aleaciones que se utilizan hoy en día para la fabricación de prótesis biomédicas obtenidas por fundición son más frágiles y a la vez más duras que el sistema óseo, lo que las hace poco eficientes para cumplir funciones en donde se requieren formas complejas,

por lo cual se hace necesario ampliar el estudio para el desarrollo de nuevas aleaciones con menor resistencia mecánica y con similitud estructural que cumplan con estas necesidades. [3] Debido a lo anterior, el estudio del sinterizado de polvos de aleaciones biocompatibles obtenidas por diferentes procesos y su posterior consolidación mediante el proceso de sinterizado se ha vuelto un tema de interés. El estudio del sinterizado de polvos nos permite sentar las bases para el desarrollo de un proceso capaz de fabricar un material que pueda satisfacer las necesidades actuales y futuras en la industria metalmecánica, permitiendo una mayor producción de materiales con mejores propiedades específicas, tanto de forma exterior como microestructura interna, lo cual nos permite la fabricación de materiales porosos con mayores ahorros de energía.

1.4 Marco teórico

La metalurgia de polvos es una ciencia muy importante, ya que otorga grandes beneficios a los materiales, tales que los componentes o artículos manufacturados se pueden producir directamente transformando un polvo del material en la forma final deseada y hace posible producir económicamente partes estructurales de forma neta con contorno relativamente complejo y con alta precisión.

Un proceso importante en la metalurgia de polvos es el sinterizado, el cual, es el proceso de calentar los comprimidos en verde en un horno con atmósfera controlada, hasta una temperatura menor al punto de fusión, pero lo suficientemente alta para permitir la adhesión (unión) de las partículas individuales donde la rapidez de sinterización es inverso al tamaño de partícula y proporcional con la temperatura. [4]

En el proceso de sinterización se busca la eliminación de poros, y así mismo controlar la cantidad de porosidad requerida en el material, y para ello se restringe el crecimiento de grano hasta que la mayor parte de la contracción del material haya ocurrido y así formar poros en el interior de los granos pues una vez formados estos son difíciles de eliminar. En esta parte se empleara un concepto de sinterización en donde se supone una condición idealizada, con un solo tamaño de esferas, con un punto de contacto inicial, donde la sinterización se encuentra en condiciones isotérmicas. Al compactarse las partículas, los poros grandes desaparecen y aumenta el contacto entre las partículas, pero puede introducir nuevos defectos. [5]

El interés de las aleaciones biomédicas ha ido en aumento en los últimos años, debido a que se pueden obtener formas complejas requeridas y así mismo controlar la densidad relativa

o la cantidad de poros necesaria para simular los diferentes tipos de estructuras que se presentan en el sistema óseo.

Las aleaciones de Ti-6Al-4V, Ti-8Al-1Mo-1V, Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo, Ti-6Al-6V-2Sn, Ti-3Al-2.5V, Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo, Ti-5Al-2Sn-2Zr-4Cr-4Mo, Ti-10V-2Fe-3Al han sido objetivo de grandes investigaciones para la aplicación biomédica y la aeroespacial por sus propiedades mecánicas y estructurales durante las diferentes transiciones de fases presentadas por dichas aleaciones. [6]

En general, las aleaciones que presentan la fase β se caracterizan por su excelente capacidad de deformación. Al someterlas a tratamiento térmico, muestran una elevada relación resistencia a la tracción/peso, pero su ductilidad baja y la fractura que presentan es de carácter tenaz. Sus características, en lo que se refiere al endurecimiento por deformación, son buenas, por lo que se utilizan en la fabricación de muelles y resortes.

1.4.1 Metalurgia polvos

La metalurgia de polvos o Pulvimetalurgia, **PM**, es una técnica que permite obtener piezas a partir de polvos finos y tras un proceso de compactación para darles formas determinadas, calentarlos hasta una temperatura menor a la de fusión en una atmósfera controlada para la obtención de la pieza en la forma requerida. [5]

El procesado PM es considerado un método de fabricación muy competitivo frente a métodos comunes de fabricación de piezas, dado que representa un supuesto ahorro energético cercano al 60% respecto a procesos como la forja y el mecanizado y que el número de etapas de fabricación se reduce a la mitad, dando lugar a compactos que no necesitan de operaciones de mecanizado. [6]

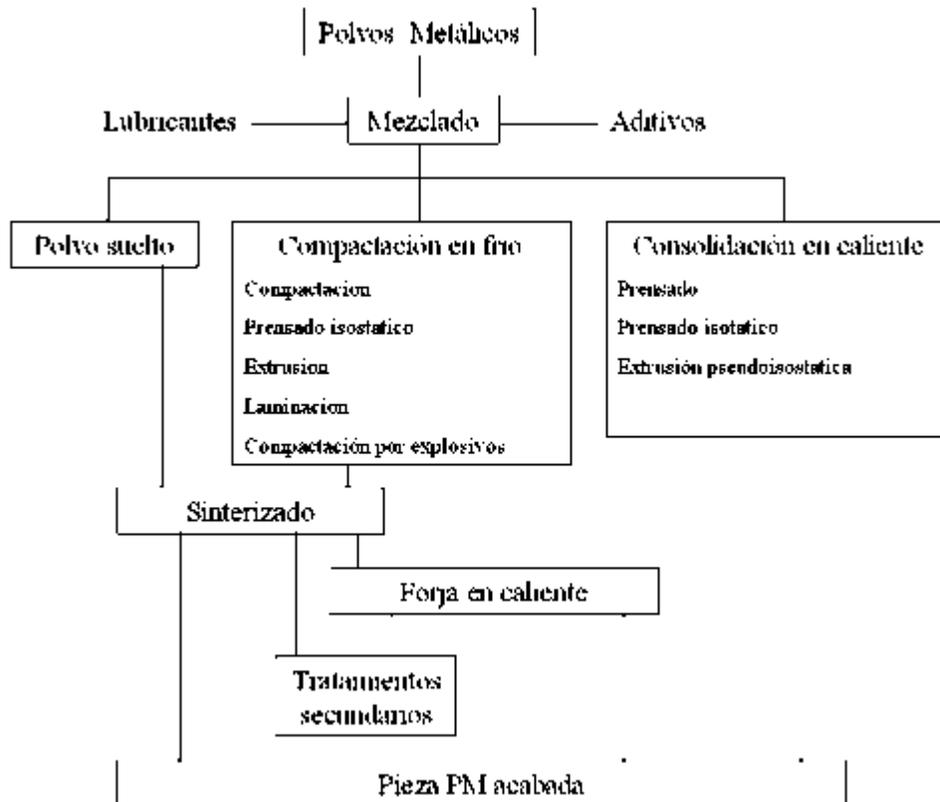


Figura 1.1 Esquema del Proceso metalúrgico de polvos.

1.4.2 Producción de polvo metálico

El objetivo de la metalurgia de polvos es la obtención del producto terminado a partir de los polvos de diferentes materiales cerámicos, metales y aleaciones. Este proceso es importante ya que las características de estos polvos determinan la calidad del producto y la economía de su proceso de fabricación.

Aunque prácticamente cualquier material puede ser transformado en polvo por la aplicación de uno o más de estos métodos. El método escogido para la obtención de los polvos debe estar relacionado con el tipo de aplicación y con las propiedades y estructura deseada para el producto final.

Para seleccionar el método adecuado se deben de tener en cuenta, tanto el costo como las características requeridas de los polvos. Donde de acuerdo al método seleccionado se pueden obtener partículas de diversas formas. Las diferentes formas reportadas se muestran en forma esquemática en 2D en la Figura 1:2. [7]

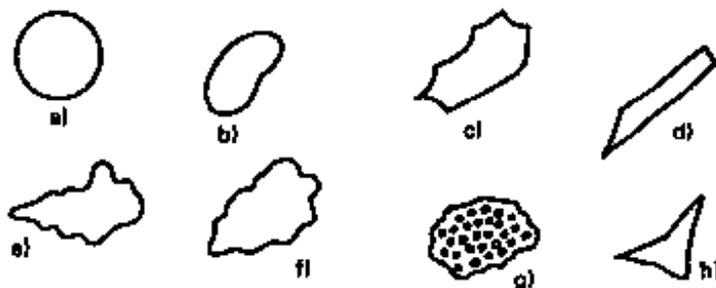


Figura 1:2 Distintas formas de los polvos metálicos: a) Esférica; b) Redondeada; c) Angular; d) Acicular; e) Dendrítica; f) Irregular; g) Micro-porosa; h) Fragmentada.

Los métodos de producción de polvos se clasifican en los siguientes tres:

1. Métodos químicos
2. Métodos físicos
3. Métodos mecánicos

1.4.2.1 Métodos químicos

Estos métodos a su vez se clasifican como reducción y descomposición química.

- **Reducción química.** Implican compuestos químicos con mayor frecuencia un óxido y otras veces haluros o sales de metal y puede llevarse a cabo:
 - a) Desde el estado sólido: con hidrogeno.
 - b) Desde el estado gaseoso: proceso Kroll.
 - c) Desde una solución acuosa: Con una reducción de una solución salina de níquel amoniacal con hidrogeno bajo presión

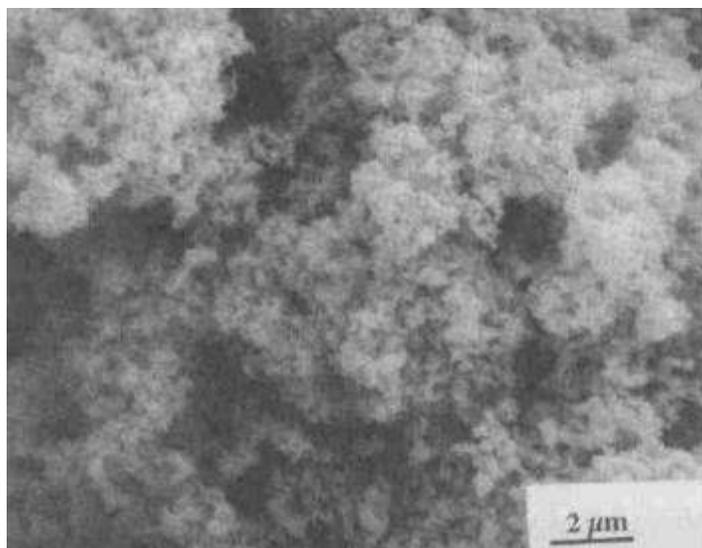


Figura 1:3 Micrografía electrónica de barrido de una superficie de alta área de polvo de Paladio el cual se observa que se esponja por el gran cambio de volumen del óxido del metal.

Este proceso comienza con la oxidación del material, se lleva a cabo a temperaturas muy bajas, a las cuales se pueda conseguir con éxito la reducción, esas temperaturas son inferiores a las del punto de fusión del óxido y del metal, para asegurar los tamaños finos de las partículas y bajo nivel de cohesión entre las partículas. El agente reductor es un gas tal como el hidrogeno, monóxido de carbono, gas de hulla, vapores de metales alcalinos, carbón o metales.

El polvo obtenido es esponjoso debido al gran cambio de volumen del óxido al metal y sus partículas son de forma esférica irregular, como se muestra en la Figura 1:3. Las características del polvo pueden controlarse variando la forma del óxido, su tamaño y su naturaleza, o la temperatura de reacción, la naturaleza del agente reductor, la presión y el régimen del flujo del gas. Por lo cual, el tamaño y forma del polvo metálico dependerán del tamaño del óxido, su forma y la temperatura de reducción.

1.4.2.2 Métodos físicos

Los métodos más extendidos son el método electroquímico y la atomización.

- **Método electroquímico:** El ajuste de las condiciones físicas y químicas durante la electrodeposición, hacen posible la deposición del metal en el cátodo en forma de escamas. Este método proporciona polvo metalúrgico de alta pureza y con excelentes propiedades para su procesado. Esta técnica implica el control y la manipulación de muchas variables por lo que en algunos casos resulta más costosa que otras técnicas. Así

por ejemplo, el polvo de hierro electroquímico es más caro que el polvo reducido o atomizado teniendo propiedades similares.

- **Atomización:** Está basado en el hecho de que cualquier material fundido puede formar polvo por desintegración del líquido. Aparte de la reactividad química, la cual puede necesitar una atmósfera específica, el proceso es independiente de las propiedades físicas y químicas asociadas con el material sólido. Este método está siendo ampliamente adoptado, ya que permite obtener directamente polvos con alta pureza del fundido de metales y polvos de fundiciones pre-aleadas. El procedimiento básico empleado consiste en hacer pasar a través de un orificio al fondo de un crisol un líquido e incidir un chorro de gas o líquido al fundido emergente.

- a) **Atomización con gas:** generalmente los gases empleados son nitrógeno, argón y aire. En la práctica se utilizan dos tipos de geometrías de atomización. En la conocida como mezclado externo el contacto entre el medio de atomización y el fundido tiene lugar fuera de la boquilla. El mezclado externo es ampliamente utilizado para la atomización de metales. El mezclado interno es bastante común para la atomización de materiales que son líquidos a temperatura ambiente. En la Figura 1:4 se muestra un esquema de la metodología seguida en la atomización con gas.

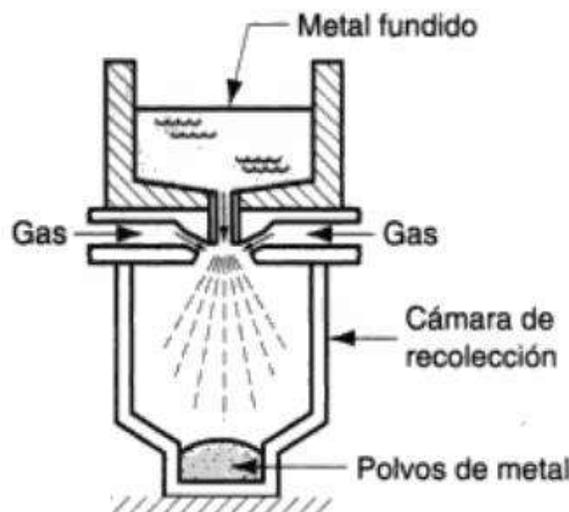


Figura 1:4 Método de atomización con gas para obtener polvos

- b) **Atomización con agua:** un chorro de agua a alta presión es forzado a través de una boquilla que forma una fase dispersa de gotas pequeñas las cuales impactan con un chorro de metal fundido. Este método requiere grandes cantidades de energía para proporcionar el agua a alta presión. Debido a la formación de óxidos esta técnica no es apropiada para metales con alto índice de reactividad como el Titanio. En general esta técnica obtiene polvos irregulares con superficies oxidadas o rugosas. En la Figura 1:5 se muestra un esquema de la metodología seguida en la atomización con agua.

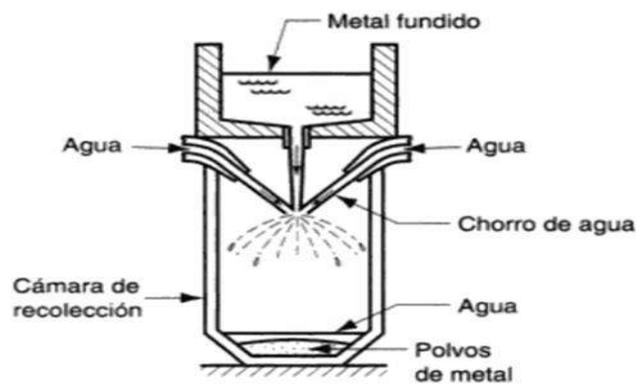


Figura 1:5 Método de atomización con agua para la obtención de polvos metálicos

- c) **Atomización Centrifuga:** Este método se basa en un disco rotatorio que gira rápidamente, en el cual se vacía un chorro de metal líquido para así ser lanzado en todas direcciones para obtener el polvo. Figura 1:6 se muestra un esquema de la metodología seguida en la atomización centrifuga.

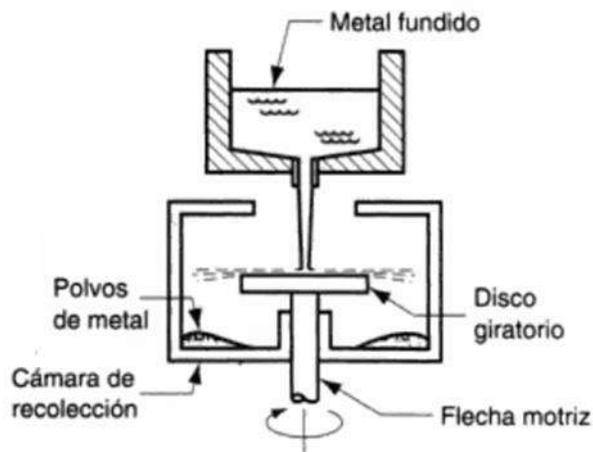


Figura 1:6 Método de atomización centrifuga para la obtención de polvos

Este proceso tiene la gran ventaja como, la creación de formas más esféricas con alta densidad aparente y fluidez, donde el tamaño de partícula del polvo es más uniforme y existe una baja contaminación. En la Figura 1:7 se muestran el tipo de partículas que se obtienen mediante atomización centrifuga, y se puede observar una gran esfericidad de las mismas. [7]

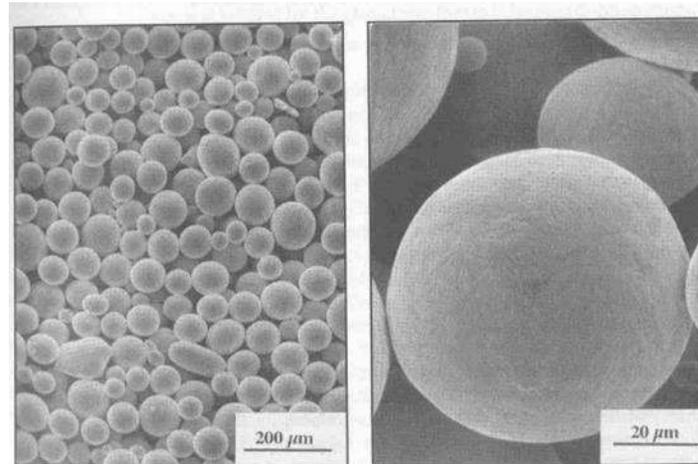


Figura 1:7 MEB de polvos fabricados por atomización centrifuga.

1.4.3 Métodos Mecánicos

Estos métodos no son muy utilizados como procesos primarios de obtención de polvos metálicos. Este método es útil en metales frágiles y es generalmente usado para producir partículas más pequeñas a partir de partículas de mayor tamaño, las cuales son sometidas a colisiones dentro de un molino.

Este proceso es realizado en estado sólido, teniendo como ventajas fundamentales que no está limitado por la solubilidad y la temperatura de fusión ya que el material es un sólido. Es muy útil para polvos metálicos y elimina los problemas de segregación y formación de aglomerados, generalmente asociados a las mezclas pulvimetalúrgicas convencionales.

Las características fundamentales de los polvos metálicos producidos por molienda es que están endurecidos, el tamaño de partícula puede ser muy pequeño, del orden de los nanómetros y las formas de los polvos obtenidos por lo regular son irregulares.

Las variables principales que intervienen en el método de molienda mecánica y que por lo tanto condicionan la evolución de la molienda y las características del polvo son las siguientes:

- **Tipo de molino:** El tipo de molino establece la energía mecánica transferida al polvo en cada impacto determinando el tiempo de proceso requerido para finalizar la molienda. Son numerosos los tipos de molinos disponibles actualmente para la realización del proceso: molinos horizontales convencionales, molinos controlados por fuerzas magnéticas, molinos de impacto o excéntricos, destacando entre todos, los molinos planetarios y los molinos de alta energía.
- **Relación de carga:** Relación de las masas del polvo y las bolas molidoras introducidas en el recipiente de molienda. Influye, principalmente, en el tiempo requerido para completar el proceso de molienda. Además, esta relación permite controlar el tamaño medio de las partículas de polvo requeridas.
- **Velocidad de giro y tiempo de molienda:** Estos afectan a la energía de la molienda, así como la deformación de los polvos. Están reportadas en la bibliografía en tiempo y velocidades de giro desde pocos minutos hasta días y desde bajas revoluciones por minuto hasta el máximo de potencia del rotor, respectivamente, dependiendo de las características requeridas del material.
- **Temperatura de refrigeración:** Controlar esta variable permite a su vez controlar la energía de activación que se requeriría en ciertos materiales para posibles o no reacciones que se tuvieran durante el proceso de molienda.
- **Tamaño y densidad de las bolas molidoras:** Al aumentar el tamaño de las bolas se incrementa la cantidad de choques entre el polvo mismo, y por consiguiente se observa una disminución del tiempo de molienda. En cuanto a la densidad, estas afectan a la energía de impacto, lo cual puede elevar la energía de activación y favoreciendo ciertas reacciones.
- **Carga total del molino:** Sobre todo esto afecta a la velocidad de engrosamiento de las partículas, de modo que se aumenta al haber demasiada carga de polvo y bolas en el molino. Si el llenado del tanque es excesivo se disminuye el camino medio que pudieran recorrer las bolas sin chocar entre si y en consecuencia reducir la energía del impacto.
- **Atmósfera de molienda:** En función de las características deseadas se puede optar por mantener una atmosfera inerte o compuesta por diversos gases que puedan reaccionar con el material durante el proceso de molienda. [5, 6, 7]

1.5 Sinterizado

1.5.1 Teoría del sinterizado

La teoría del sinterizado se basa en la consideración de 2 esferas perfectas e iguales en contacto Figura 1:8. En un empaquetamiento de polvos cualquiera, cada partícula tendrá varios puntos en contacto como este. A medida que el proceso avanza, cada punto de contacto se agranda, dando origen a un límite de grano que reemplaza la interfaz solido-gas. La sinterización prolongada de 2 esferas da como resultado final, una única esfera con un diámetro igual a 1.26 veces el diámetro original de ambas partículas. En esta configuración, la energía de superficie es la mínima posible. [5, 7]

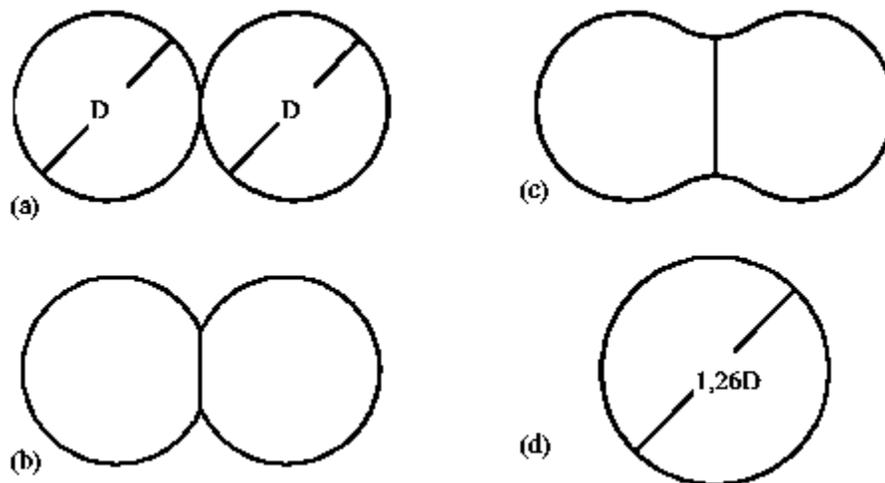


Figura 1:8 Modelo de 2 esferas en contacto: a) Contacto puntual inicial; b) Formación del cuello y creación del límite de grano; c) Crecimiento del cuello y acercamiento de los centros; d) Condición final

1.5.2 Características del sinterizado

La etapa del sinterizado es clave para el proceso de PM. Es una operación de tratamiento térmico que consiste en someter a un polvo previamente compactado a una temperatura inferior a la de fusión del constituyente principal, incrementando de esta manera su fuerza y resistencia, debido a la reducción del área superficial. [5]

Para describir este proceso basta con decir que ocurre una difusión atómica y las partes unidas durante el proceso de compactación se fortalecen y crecen hasta formar una pieza uniforme. Esto puede inducir a un proceso de recristalización y a un incremento en el tamaño de los granos. Esta operación, casi siempre, se lleva a cabo dentro de un ambiente de atmósfera

controlada que es una parte esencial en casi cualquier proceso de sinterización ya que previenen la oxidación y otras reacciones que no conviene al proceso. La fuerza básica que mueve el sinterizado es la reducción de energía superficial.

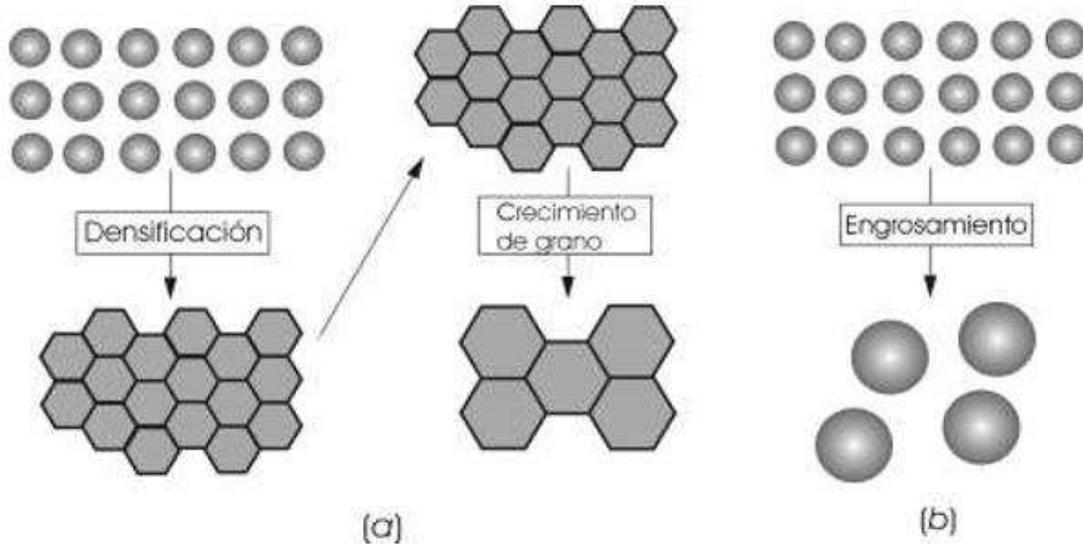


Figura 1:9 Dos de los caminos posibles por los que un conjunto de partículas puede disminuir su energía:

- a) Densificación seguida de crecimiento de grano. En este caso ocurre contracción.*
- b) Engrosamiento, donde los granos crecen a expensas de los más pequeños.*

El proceso en si está gobernado por los siguientes parámetros:

- **Temperatura y tiempo:** A mayor temperatura menor tiempo de sinterizado, lo cual es considerado un parámetro óptimo, pero esto conlleva un consumo de energía mayor. El inicio del proceso de sinterizado depende del punto de fusión y tamaño de los polvos, suele comenzar al 20-40% del punto de fusión; además las altas temperaturas permiten obtener una microestructura más fina y una mejor geometría de los poros del polvo prealeado.
- **Estructura geométrica de los polvos:** Los polvos finos o con elevada porosidad sinterizan más rápido e igual el resto de los parámetros, esto debido a que a un tamaño de partícula pequeño mayor es la energía asociada a su superficie que se va reduciendo mediante la formación de cuellos entre las partículas, aunque por otro lado estos presentan una mayor dificultad para compactarse apropiadamente. Si bien, la temperatura final del sinterizado depende del tamaño de partícula, es la forma de las mismas la que determina la temperatura de arranque, por ello las partículas más finas e irregulares tienden a densificar a temperaturas más bajas, en cambio con partículas finas

y más esféricas la temperatura final es mínima por ello se tiende a trabajar con las partículas más pequeñas y regulares posibles que cumpla con las características requeridas. Además un factor muy importante es que las partículas finas, al tener mayor superficie de contacto o reacción son más susceptibles a la oxidación por ello se pone especial atención en el control de la atmosfera en la cual se llevara a cabo el sinterizado.

- **Composición de la mezcla de polvos:** En general el sinterizado de mezclas de polvos es más lento y no se consigue una completa homogenización.
- **Densidad de los polvos compactados:** Cuando se tiene una mayor densidad tiende a haber mayor número de contactos entre las partículas y más eficiente será la aleación durante el sinterizado.
- **Composición de la atmosfera protectora:** Su función es por lo general evitar la reacción de los materiales durante el proceso de sinterización.
- **Formación y crecimiento de cuellos:** Durante el proceso de compactación los contactos formados entre partículas tienden a aumentar, tanto el número como el área, dando comienzo a formación de cuellos mediante mecanismos de transporte de masa, este proceso provoca que los polvos se rodeen entre si aumentando la densidad del compacto. A pesar de ello las partículas permanecen definidas.
- **Densificación:** Al sinterizarse el material o los polvos, durante la difusión superficial como volumétrica y de grano, los cuellos crecen, contrayendo así la pieza y densificando la misma. En esta fase la forma de las partículas y el poro formado varia dejando poros más pequeños y redondos. Dejando así menos porosidad.
- **Coalescencia:** Esta es una tercera fase donde se producen cambios estructurales, son procesos de esferoidización y cierre de poros que a su vez van acompañados por un pequeño crecimiento de grano y de otras fases presentes. Estos cambios no implican variación en las dimensiones ni en la densidad del material al termino del proceso de sinterizado.

1.5.3 Sinterizado en estado sólido y Etapas del sinterizado

Se compone básicamente de tres etapas:

1. **Etapa inicial:** O etapa de compactación, donde los polvos crean contactos entre las partículas, cuyo número y tamaño depende de la presión de compactación utilizada,

dichos contactos crecen formando puentes o cuellos entre las partículas lo cual produce una pequeña densificación.

2. **Etapla intermedia:** Esta etapa es la más importante del proceso de sinterizado, ya que en esta se producen los niveles de densificación y se establecen las propiedades del material trabajado. Durante esta fase los cuellos crecen de tal forma que, las partículas comienzan a perder su forma individual, creciendo en tamaño y formando una red de poros entre ellas.
3. **Etapla final:** Comparada con las etapas anteriores, esta se lleva a cabo de una manera muy lenta en la cual los procesos simultáneos de coalescencia impiden la densificación. Donde una vez alcanzado el 90% de densidad teórica, la porosidad es muy cerrada y los poros tienden a ser geoméricamente esféricos y, en caso de que se generen gases o la atmósfera haya sido adsorbida durante las etapas anteriores, dichos gases no tendrán una difusión a través del compacto quedando así atrapados en los poros e impidiendo la densificación del mismo. En sinterizados al vacío se ha demostrado que la difusión de los gases es más eficiente a través de la matriz solida lo cual puede producir una densificación adicional. [7]

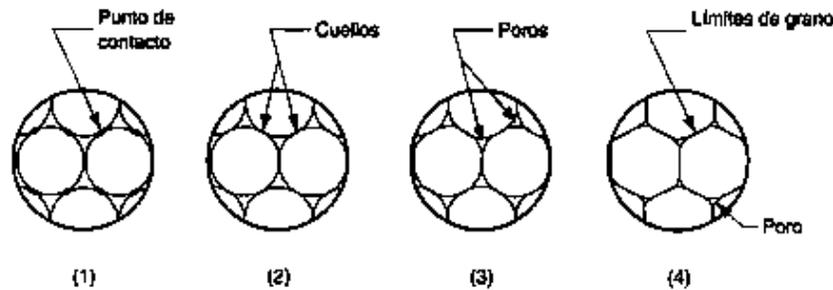


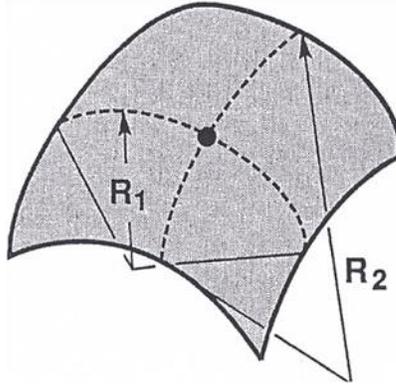
Figura 1:10 Sinterizado a escala microscópica: 1) la unión de las partículas se inicia en los puntos de contacto, 2) los puntos de contacto crecen para convertirse en “cuellos”, 3) los poros entre las partículas reducen su tamaño y 4) se desarrollan límites de grano entre las partículas, en las regiones donde había

1.5.4 Esfuerzo de sinterizado

El esfuerzo o fuerza motriz para la sinterización, en ausencia de fuerzas externas, es la tensión superficial. Las fuerzas inducidas por la tensión superficial provocan un transporte de materia desde las superficies con menor curvatura hacia las superficies más curvas, ocasionando esferoidización de las superficies y poros. La ecuación de Laplace entrega el esfuerzo asociado a una superficie curva. Donde γ es la energía superficial y R_1 y R_2 , son los radios de curvatura principales de la superficie.

$$\sigma = \gamma \left(\frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \right)$$

Superficie Curva



R_1 y R_2 = Radios de curvatura principales

Figura 1:11 Curvatura en cualquier punto de una superficie curvada dada en términos de dos radios

Por convención, si el centro de curvatura se encuentra dentro de la masa, el radio es positivo, por ende, las superficies cóncavas tienen signo negativo (una superficie plana está libre de esfuerzos). Donde existen gradientes de esfuerzo, se promueve el transporte de masa de tal forma que los gradientes de curvatura se relajen, y el proceso se frena. Por esta razón, las superficies con protuberancias o cavidades se aplanan con el tiempo durante la sinterización. Estas fuerzas también provocan una reducción de la superficie total de los poros, provocando una reducción de tamaño o “encogimiento” del material (*Figura 1:11*). [5, 7]

1.6 Mecanismos de difusión

1.6.1 Definición

La difusión puede ser considerada como el mecanismo mediante el cual la materia puede ser transportada a través de la misma. En gases y líquidos, debido a la alta energía y la debilidad de los enlaces entre partículas, los átomos se mueven con gran libertad y la difusión entre ellos es rápida y sencilla. Sin embargo, en los sólidos los mismos enlaces restringen fuertemente el movimiento de difusión, y las vibraciones térmicas permiten que pocos átomos se muevan, siendo siempre en cualquier caso un proceso lento. Pero es una evidencia que incluso en

materiales absolutamente puros se producen movimientos atómicos que provocan una difusión continua. Este fenómeno se conoce como autodifusión y se produce continuamente, aunque su importancia en el comportamiento de los materiales es poca.

Más interesante es la difusión entre materiales diferentes. Si se unen por la superficie dos láminas de diferentes materiales, y se calientan a altas temperaturas sin rebasar el punto de fusión, durante un periodo largo de tiempo y después se enfrían a temperatura ambiente, se observa una unión entre las regiones de contacto de los materiales, es decir, que los átomos de un material se difundieron en la lámina del otro y viceversa. Este fenómeno es conocido como inter-difusión.

La difusión en sólidos es de gran importancia para muchos procesos como la preparación de aleaciones y cerámicas con determinadas propiedades. Por este motivo, es de gran importancia conocer cómo se produce este fenómeno para poder desarrollar métodos y técnicas que permitan mejorar o adaptarlo a cada caso. [5, 8]

1.6.2 Mecanismos de difusión

Es obvio que la primera condición que necesita un átomo para moverse es tener un sitio vacante a donde moverse. Además de la energía necesaria para hacerlo, esto para romper los enlaces a los que está sometido y desplazarse. Esta energía es de naturaleza vibratoria y por tanto crecerá en función de la temperatura de acuerdo a la teoría de Boltzman, y lo mismo para la velocidad de difusión con la teoría de Arrhenius. [8]

Existen dos mecanismos mediante los cuales los átomos se difunden a través de una red cristalina Figura 1:12 Mecanismos de difusión a) Difusión por vacantes, b) Difusión intersticial:

- **Difusión por vacantes:** Cuando un átomo tiene a sus alrededores próximos una posición vacante y la suficiente energía para moverse, se desplazara hacia esta. Dejará a su vez una nueva vacante que podrá ser ocupada por otro átomo y así consecutivamente. Las posibilidades de que este mecanismo se lleve de manera eficiente dependerá del número de vacantes existentes que al mismo tiempo aumentan conforme a la temperatura, como se mencionó anteriormente y, también en función de la misma, las vibraciones y la movilidad de los átomos, por lo cual se produce la autodifusión y la interdifusión.

- **Difusión intersticial:** Este proceso tiene lugar cuando los átomos se mueven a una posición vecina que esta desocupada sin que desplace a otro átomo. Para que este movimiento sea efectivo es necesario que los átomos que se desplazan sean más pequeños que los otros que ocupan las posiciones originales. Este mecanismo es muy habitual para difundir átomos de Hidrógeno, carbono, nitrógeno y oxígeno, ya que por ser átomos pequeños su energía vibratoria es mucho mayor y esto provoca una difusión más rápida.

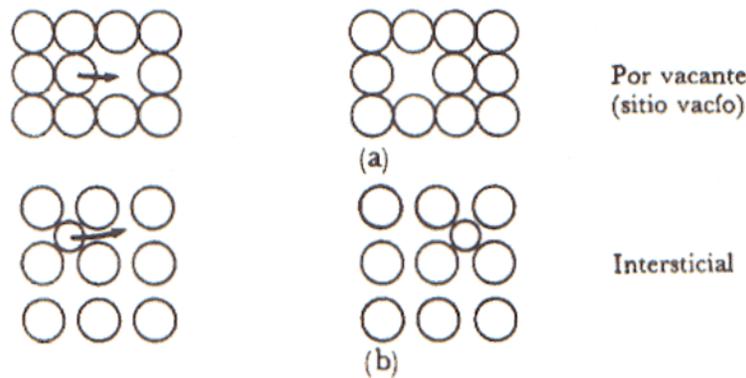


Figura 1:12 Mecanismos de difusión a) Difusión por vacantes, b) Difusión intersticial.

Sea cual sea el mecanismo a emplear, un átomo para cambiar de posición necesita romper algunos enlaces y modificar el entorno de la red para poder pasar entre los átomos que le rodean. Esto supone un consumo de energía de difusión más elevada.

1.7 Difusión entre dos partículas

Al inicio de la sinterización, la deformación plástica por movimiento y generación de dislocaciones contribuye al transporte de materia. En los materiales con una alta presión de vapor a la temperatura de sinterización, también se produce transporte de masa por evaporación y condensación.

Hay cuatro tipos de flujo difusional (*Figura 1:13*) en todos ellos, el material fluye hacia el cuello, que es una zona altamente cóncava. La diferencia radica en el lugar desde donde proviene la materia, y el mecanismo mediante el cual se mueve. [5]

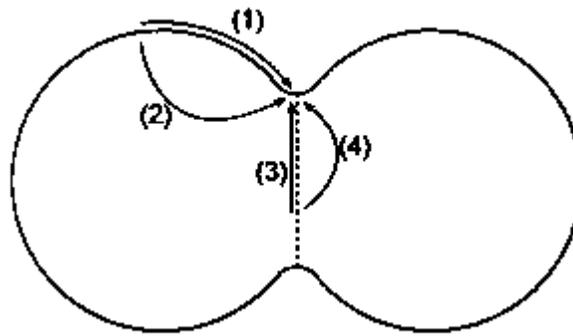


Figura 1:13 los cuatro tipos de flujo disfuncional, en dos esferas unidas por un cuello y borde de grano

En (1) los átomos provienen de una superficie relativamente lisa, lejana al cuello, y se mueven por difusión superficial. En (2) provienen del mismo sitio, pero se trasladan por difusión a través del volumen. En (3) los átomos provienen del borde de grano, pero se trasladan por difusión a través del límite de grano. En (4) también provienen del borde de grano, pero se trasladan por difusión a través del volumen.

En los tipos (1) y (2) el material fluye desde las superficies internas de los poros hacia los cuellos, haciendo más redondeados los poros, pero sin aumentar la densidad del material, ya que el volumen encerrado por el poro no cambia. Por otro lado, los tipos de flujo (3) y (4) no sólo producen esferoidización de los poros y engrosamiento de cuellos, sino que además agregan materia al interior de los poros, lo cual reduce su tamaño y eleva la densidad del material durante la sinterización.

La difusión del límite de grano, es relativamente importante para la densificación, en la sinterización de la mayoría de los metales y muchos compuestos. Los límites de grano se forman, en la unión de las partículas sinterizadas, entre las partículas individuales, debido a los cristales no alineados. Si el límite de grano tiene una energía alta, la sinterización no puede avanzar tanto. Más bien, el límite de grano es estrecho, pero sigue siendo una vía de transporte activo. Sin embargo, el impacto sobre la sinterización depende, del tamaño del grano o del número de los límites de grano por unidad de volumen. Como la superficie se va perdiendo y la difusión de la superficie disminuye, ocurre la aparición simultánea de los nuevos límites de grano, con lo cual aumenta la difusión del límite de grano.

1.8 Difusión superficial

Las superficies de sólidos cristalinos no son usualmente planas o lisas, pero consisten de defectos que incluyen, salientes, pliegues, vacantes, y átomos en posiciones salientes, como se muestra en la Figura 1:14. La difusión superficial implica el movimiento de los átomos entre estos sitios.

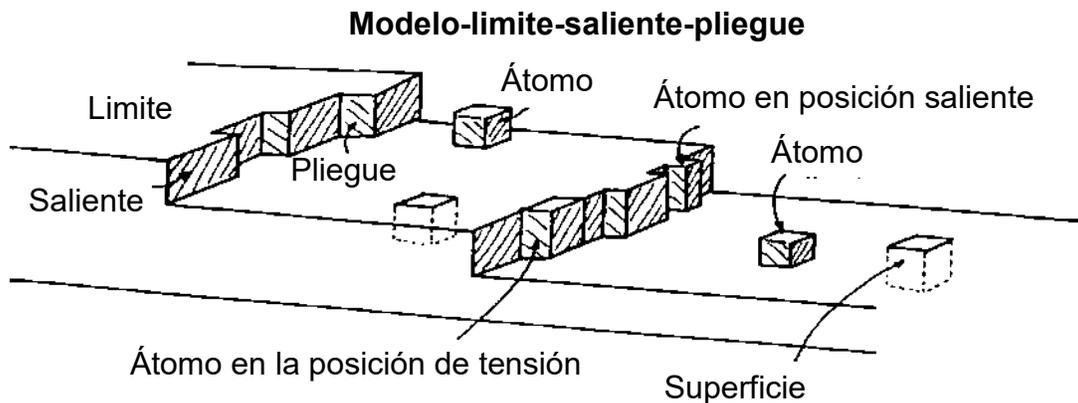


Figura 1:14 Esquema de una superficie libre, que muestra vacantes entre pliegues y salientes que proporcionan las versatilidades más activas para el desprendimiento de la superficie de la difusión atómica.

La temperatura tiene una influencia significativa en la difusión superficial. La difusión superficial se convierte en un proceso activo durante el calentamiento, a la temperatura de sinterización, con lo que se disminuye la estructura de defectos en la superficie. Por lo general, la energía de activación para la difusión superficial es menor, que la de otros procesos de transporte de masa. En consecuencia, la difusión superficial se inicia a temperaturas bajas, en comparación con otros mecanismos de sinterización. La difusión superficial disminuye a medida que los defectos de la estructura superficial se van perdiendo. Así mismo, el área superficial disponible se pierde para los enlaces de sinterización. El calentamiento rápido es apropiado para disminuir la acción de la temperatura baja de la difusión en superficie, cuando se desea la densificación. La difusión superficial es un mecanismo presente en casi todos los materiales al inicio de la sinterización. [5, 7]

1.9 Materiales porosos

Un material poroso es aquel que posee una red de poros conectados. Materiales naturales como las arcillas, tejidos biológicos (estructura ósea), rocas, entre otros materiales sintéticos. Estos se caracterizan por la porosidad (macro-, meso- y/o microporosidad o combinaciones entre ellas) así como sus propiedades fisicoquímicas, que dependen principalmente de sus constituyentes. [9, 10]

1.9.1 Porosidad.

Quizás esta sea la propiedad más simple de un sistema poroso, la cual se define como la fracción de volumen ocupada por los poros o la medida de espacios vacíos dentro de un material.

La densidad relativa es la principal medida de la porosidad, y representa la fracción del volumen total que se encuentra efectivamente ocupada por el material en cuestión. Para geometrías simples, la densidad relativa se determina midiendo las dimensiones y el peso de la pieza, con lo cual se calcula su densidad, y se compara ésta con la densidad del material sólido. Para una densidad relativa dada, existen muchos tamaños y formas de poros posibles, con diferentes grados de interconexión. Por ejemplo, una densidad de 80% puede deberse a la presencia de cientos de poros pequeños, o a un único poro grande. Esto puede examinarse en mayor detalle a través de micrografía óptica en la mayoría de los materiales [11, 12]

1.10 Introducción a los implantes

Hoy en día, las enfermedades relacionadas con el sistema musco-esquelético representan una de las causas más comunes de la incapacidad física y afectan a cientos de millones de personas en el mundo. Estos problemas plantean la necesidad de desarrollar diferentes sistemas para la regeneración y reparación de los defectos óseos. Dentro de este contexto la medicina regenerativa juega un papel fundamental en el desarrollo de nuevos materiales para la elaboración de implantes y para la regeneración de tejidos. [13, 14]

1.10.1 El hueso

El hueso constituye el primer elemento estructural del cuerpo, sirve como protección de los órganos internos vitales. El sistema óseo soporta cargas de diferente naturaleza durante las diversas actividades de un individuo tanto compresivas como de tracción o cizalladura.

El hueso es un tejido vivo compuesto por numerosos minerales, proteínas, agua, células entre otras macromoléculas. Aunque las propiedades de los huesos varían punto a punto y por la proporción de diversas sustancias de acuerdo a las partes del esqueleto, edad del individuo o presencia de alguna enfermedad.

De acuerdo con la localización de hueso dentro del esqueleto y el grado de madures del mismo hace que la proporción y distribución de fibras y la fase mineral sea más compleja dentro de la matriz de tejido y su estructura interna también, por lo tanto, el tamaño y la densidad del mismo cambia. [13, 15]

Lo anterior provoca que el hueso contenga dos tipos de fase o zonas con características diferentes en cuanto a resistencia mecánica se refiere Figura 1:15.

- **Tejido esponjoso:** Constituye la mayor parte del tejido óseo de los huesos cortos, planos y de forma irregular y de la epífisis de los huesos largos. Está formado por laminillas dispuestas en un encaje irregular. El interior como su nombre lo dice parece una esponja llena de huecos los cuales están llenos de medula ósea roja Figura 1:15 b).
- **ejido compacto o denso:** Constituye la parte exterior de los huesos largos formando la diáfisis, en el exterior y en el interior de los huesos planos y en distintas formas de los huesos cortos. Este es un tejido duro denso y frágil Figura 1:15 c).

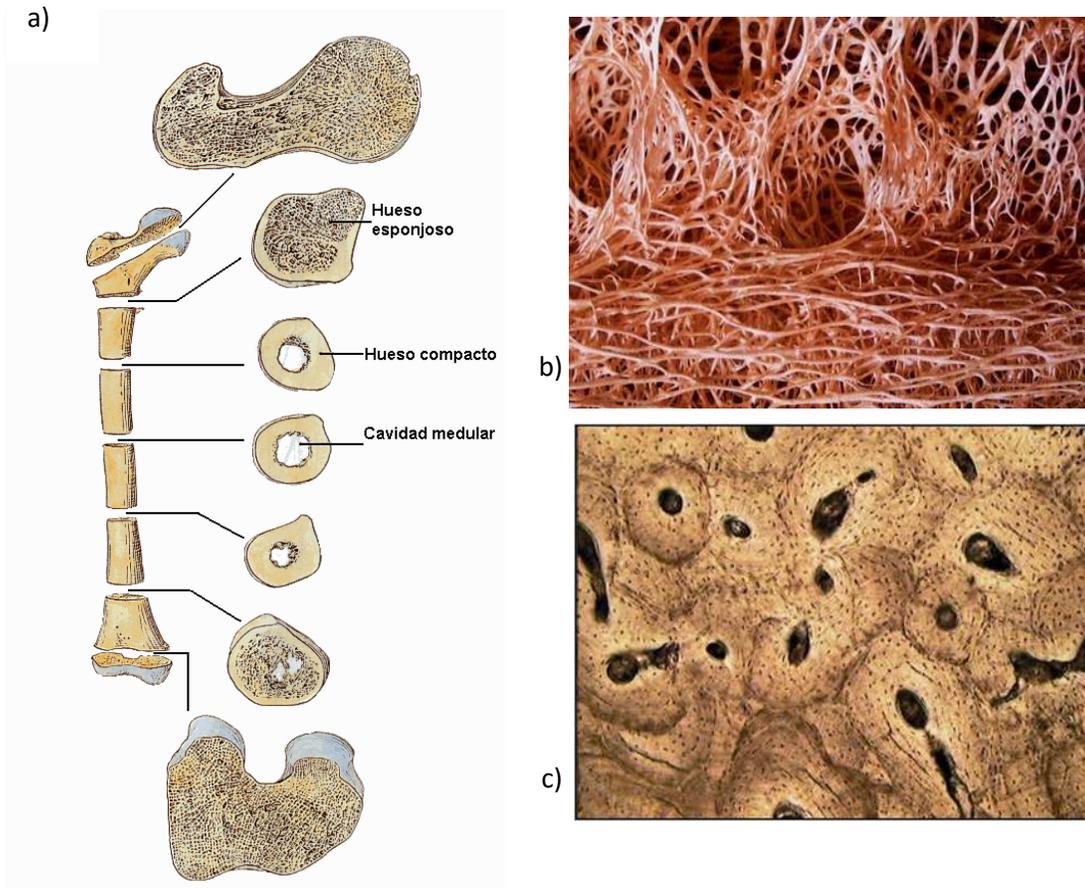


Figura 1:15 a) Distribución del tejido óseo en un hueso de fémur; b) Estructura interna del hueso esponjoso; c) Estructura interna del hueso compacto.

Las características de ambos tejidos difieren en su morfología y comportamiento, como ya lo mencionamos, pero las diferencias estructurales que poseen se explican a través de su función mecánica. El hueso compacto o denso está diseñado para soportar las cargas de flexión y torsión, mientras que el hueso esponjoso absorbe los efectos de cargas repetitivas.

En el caso de la resistencia mecánica, esta depende de la dirección en la cual es cargado el hueso, así como de si es cargado a flexión, compresión o tracción.

Además el hueso presenta un comportamiento viscoelástico, ya que sus propiedades mecánicas son sensibles tanto a la velocidad de deformación como al tiempo de aplicación de la carga. [16]

PROPIEDADES MECÁNICAS DEL HUESO			
LONGITUDINAL		Transversal	
RESISTENCIA A LA TRACCIÓN (MPA)	78.8-151	Resistencia a la tracción (mpa)	51-56
RESISTENCIA A LA COMPRESIÓN (MPA)	131-224	Resistencia a la compresión (mpa)	106-133
MÓDULO DE YOUNG (GPA)	17-20	Módulo de young (gpa)	6-13
RESISTENCIA A CIZALLADURA (MPA)			53.1-70
MÓDULO DE CIZALLADURA (GPA)			3.3

Tabla 1:1 Propiedades mecánicas del hueso cortical [17]

1.10.2 Técnicas de regeneración y reparación ósea

El objetivo de regenerar o reparar los defectos óseos es la regeneración y consolidación de las mismas, respetando la anatomía original lo más posible y recuperando al mismo tiempo el máximo de funcionalidad de los huesos.

Las técnicas más utilizadas para la regeneración ósea abarcan desde injertos de tejido de origen animal o humano, como de materiales sintéticos (polímeros y cerámicos los más utilizados) en forma de cementos, gránulos o estructuras tridimensionales en la ingeniería de tejidos.

Por otro lado, los defectos debido a fracturas del sistema óseo requieren de dispositivos de fijación complejos a partir de materiales cuyas características presentan mejoras mecánicas capaces de soportar cargas elevadas durante el periodo de consolidación o reparación del hueso. [13, 14]

1.10.3 Reparación de fracturas

En el caso de las fracturas es muy común utilizar diversos dispositivos especiales para la fijación y ayuda de la consolidación del hueso. Estos dispositivos tienen desde el punto de

vista biomecánica dos funciones fundamentales: El mantenimiento de la continuidad y de la alineación de las partes fracturadas, y la transmisión de fuerza durante la formación del callo óseo. [13, 17]

Existen diversos tipos de osteosíntesis y pueden dividirse en dispositivos de fijación interna y externa:

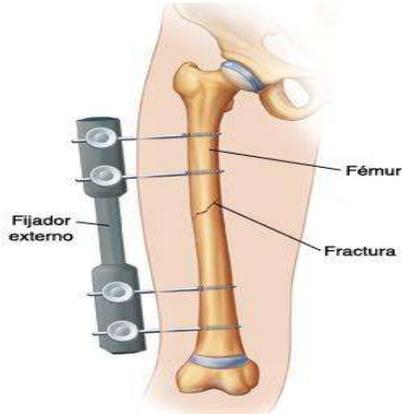


Figura 1:16 Fijador de tipo Externo

- **Fijadores externos:** Consisten generalmente en clavos o tornillos, de una longitud tal que puedan atravesar el hueso fracturado o los tejidos muscular y cutáneo Figura 1:16. Sin embargo, esta técnica requiere el mantenimiento de un acceso a través de la piel, lo cual contrae el riesgo de infecciones.



Figura 1:17 Fijador inter o intramedular

- **Fijadores internos o intramedulares:** Esta técnica consiste en la unión de los fragmentos de hueso fracturado con un clavo introducido en el canal medular Figura 1:17. Esta técnica favorece la regeneración ósea, haciéndola más rápida y una ventaja extra es que disminuye las posibilidades de contraer infecciones



Figura 1:18 Diferentes placas de osteosíntesis

Placas de osteosíntesis: Este método desarrollado para la fijación quirúrgica de fracturas son los más utilizados en la actualidad. Consiste en utilizar placas y tornillos para la fijación de la misma en el hueso con la finalidad de que sirva como una guía para alinear la fractura durante su periodo de consolidación o regeneración Figura 1:18. Las placas tienen diferentes diseños, esto depende de la zona de la fractura y el hueso fracturado.

Otro tipo de aplicaciones con los biomateriales son las prótesis, lo cual consiste en el reemplazo de una sección de hueso o el hueso completo, ya sea para mejorarlo o por una necesidad física de pérdida de algún miembro Figura 1:19 y Figura 1:20.

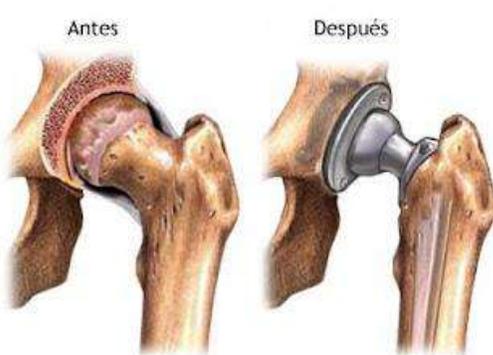


Figura 1:19 Prótesis de sustitución de la esfera del fémur para cadera

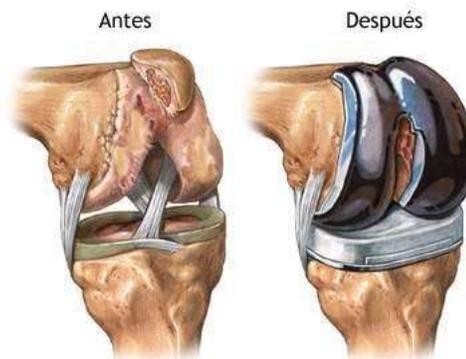


Figura 1:20 Prótesis de sustitución de rodilla

1.11 Propiedades generales del Titanio

El titanio es un metal de transición con buenas características estructurales Tabla 1:2. Si bien es costosa su extracción por no existir en grandes concentraciones, lo cual limita sus aplicaciones industriales. Es considerado el noveno elemento más abundante en la tierra de la gama de los metales industriales. Aunque es un metal muypreciado por la industria aeroespacial por la gran resistencia a las condiciones extremas de calor y frío que existen en el espacio, y por la industria química, por ser resistente al ataque de muchos ácidos, también, es un material con excelente *Biocompatibilidad* ya que los tejidos del organismo humano toleran su presencia, por lo que es posible la fabricación de prótesis e implantes de este metal. [4]

El titanio y sus aleaciones son materiales de ingeniería relativamente nuevos. Aunque el titanio fue identificado como elemento químico en 1071 por William Gregor, debido a sus características la utilización industrial del titanio y sus aleaciones no comenzó hasta casi mediados del siglo XIX cuando tanto la Unión Soviética como los Estados Unidos de América, lo considerasen un material con gran importancia estratégica.

El titanio se encuentra en muchos minerales principalmente los que tienen hierro y todos los organismos vegetales y animales también contienen titanio. El titanio se extrae principalmente de su forma de óxido TiO_2 (óxido de titanio), aunque en la actualidad se utiliza

el método *Kroll*, utilizado y llamado así por William Justin Kroll, el cual se lleva a cabo con la reducción de TiCl_4 (tetracloruro de titanio) con Mg (magnesio) bajo una atmósfera inerte de argón o helio para impedir su reacción con otros elementos. [6]

La temperatura de fusión del Ti (1668°C) es más elevada que la del aluminio, sus competidores donde se requiere ligereza. Esto es una ventaja cuando se trabaja a temperaturas mayores a 150°C . Pero la alta reactividad de Ti con el Oxígeno limita su uso a temperaturas máximas de entre $600\text{--}700^\circ\text{C}$ aproximadamente ya que a mayores temperaturas la difusión del oxígeno a través de la capa de óxido protectora es muy rápida lo cual causa un excesivo crecimiento en la capa de óxido y así mismo provoca que el material se torne más frágil.

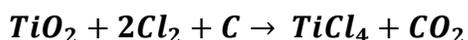
PROPIEDADES FÍSICAS DEL TITANIO	
PUNTO DE FUSIÓN	$1670 \pm 5^\circ\text{C}$
PUNTO DE EBULLICIÓN	3260°C
ESTRUCTURA CRISTALINA	α (HCP) para $T < 882^\circ\text{C}$ β (BCC) para $T > 882^\circ\text{C}$
PARAMETROS DE RED CRISTALINA	α : $a = 0.295\text{ nm}$; $c = 0.468\text{ nm}$ β : $a = 0.332\text{ nm}$; ($a\ 900^\circ\text{C}$)
DENSIDAD	Fase α (20°C): 4.51 g/cm^3 Fase β (885°C): 4.35 g/cm^3
CAPACIDAD CALORÍFICA	$523\text{ J/Kg }^\circ\text{C}$
CONDUCTIVIDAD TÉRMICA	$17\text{ W/m }^\circ\text{C}$
COEFICIENTE DE EXPANSIÓN TÉRMICA (20°C)	$8.41 \times 10^{-6}/^\circ\text{C}$
CONDUCTIVIDAD ELÉCTRICA (REL AL CU)	0.031
RESISTIVIDAD ELÉCTRICA	$0.0026\ \Omega\text{ m}$
MODULO DE ELASTICIDAD (T. AMB.)	115 GPa
LIMITE ELÁSTICO	1000 MPa

Tabla 1:2 Propiedades del Titanio elemental

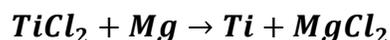
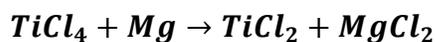
1.12 Procesos de extracción del titanio

Al no encontrarse puro en la naturaleza, el titanio se tiene que extraer a partir de otros minerales que pueden ser el rutilo, la ilmenita, la anatasa o la brokita. El método de Kroll es como ya mencionamos el método más utilizado en la actualidad y consiste en:

1. **Cloración:** Proceso que consiste en calentar el titanio para añadirle carbón mientras cloro circula por el mineral con titanio y así se obtiene tetracloruro de titanio. Esto sucede mediante la siguiente reacción química:



2. **Transformación:** Se produce la adición de magnesio en el interior de un horno en una atmósfera inerte para la obtención de titanio esponjoso. Estos se produce mediante la reacción de reducción de tetracloruro de titanio indicada a continuación:



El titanio obtenido se denomina esponjoso debido a su porosidad. Este es uno de los dos factores que incrementan el precio del titanio, el uso de la atmósfera inerte debido a la alta reactividad del titanio para formar óxidos.

Para separar el titanio del cloruro de magnesio en la esponja se recurre a los métodos como:

- *Lixiviación acida:* Se utilizan ácidos para separar los componentes (no es un método muy utilizado industrialmente)
- *Destilación en vacío:* La ventaja de este proceso es que se puede llevar a cabo en la misma vasija donde se realizó el método Kroll. Utiliza vapor de alta presión para remover el cloruro de magnesio mediante evaporación y una posterior condensación.
- *Permeabilidad de un gas inerte:* Se trabaja con Argón para apartar el cloruro de magnesio.

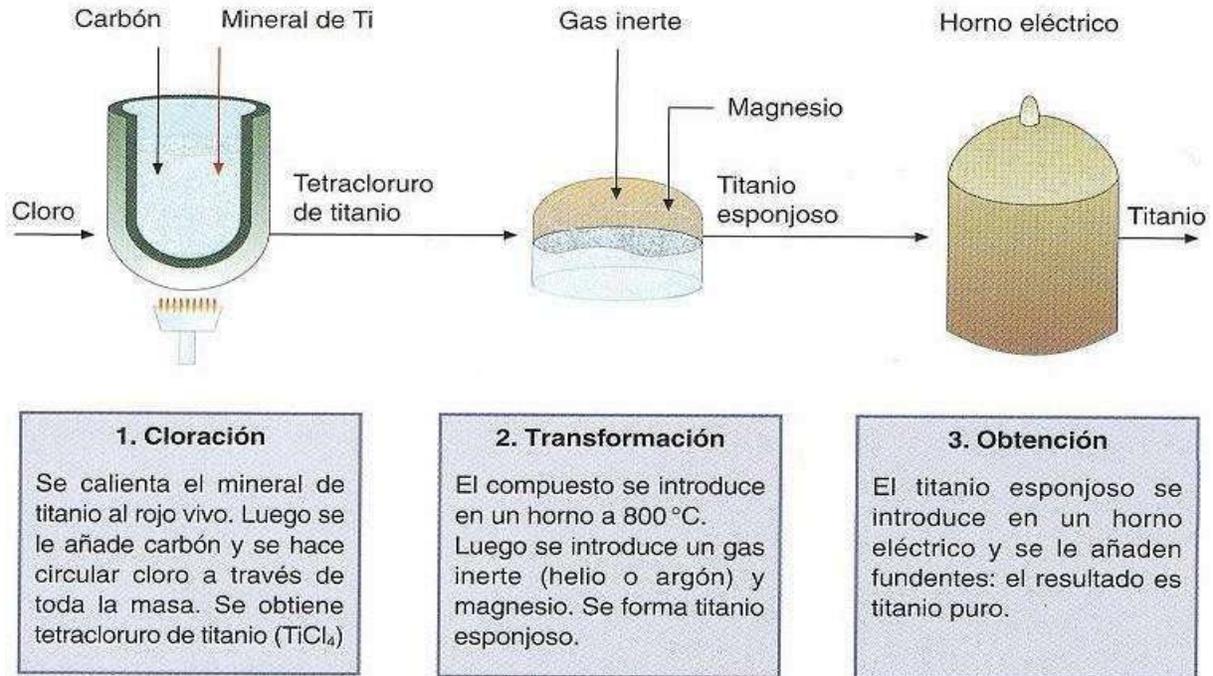


Figura 1:21 Proceso Kroll de obtención dl titanio

Luego el titanio esponjoso se funde para así obtener titanio de alta pureza o puro [18]

1.13 Aleaciones de titanio

El titanio puro presenta un punto de transformación alotrópica a $882^\circ C$ en el que se transforma de titanio α con estructura Hexagonal compacta a una fase β con forma cúbica centrada en las caras Figura 1:22.

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

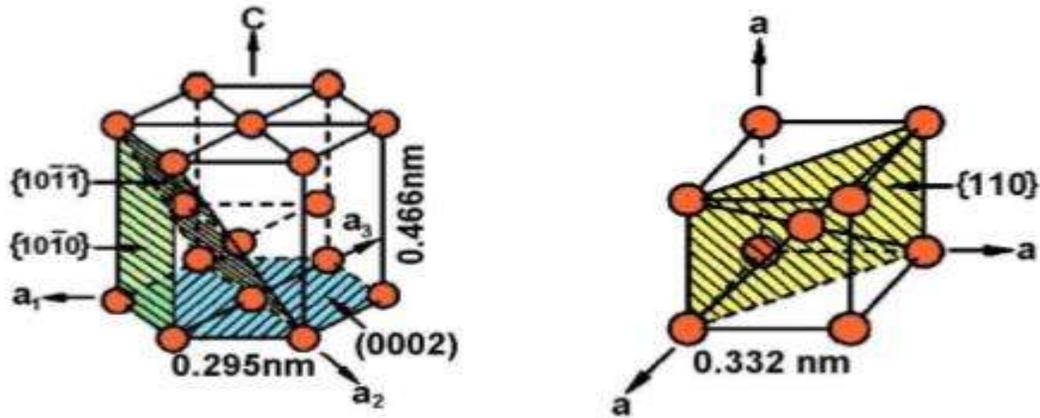


Figura 1:22 Estructura cristalina del Titanio: a) Fase α Hexagonal compacta; b) Fase β Cubica centrada en las caras [23]

El principal efecto de los elementos de aleación en las aleaciones de titanio, es la modificación de la temperatura de transición de fases (Tabla 1:3). De esta manera se clasifican:

- α Estabilizadores: los cuales elevan la temperatura de transición.
- β Estabilizadores: los cuales defienden la temperatura de transición.

ELEMENTO DE ALEACION	% EN PESO (APROX)	EFECTO
ALUMINIO	2-7	α -estabilizador
ESTAÑO	2-6	α -estabilizador
VANADIO	2-20	β -estabilizador
MOLIBDENO	2-20	β –estabilizador
CROMO	2-12	β –estabilizador
COBRE	2-6	β –estabilizador
CIRCONIO	2-8	Fortalece α y β
SILICIO	0.05-1	Mejora resistencia a fluencia

Tabla 1:3 Efecto del contenido porcentual de los elementos de aleación en las fases del titanio [19]

1.14 Propiedades de las aleaciones del titanio

Las propiedades del titanio α comparadas con los titanios $\alpha + \beta$ dependen mayoritariamente de su composición y seguidamente de los mecanismos de procesado.

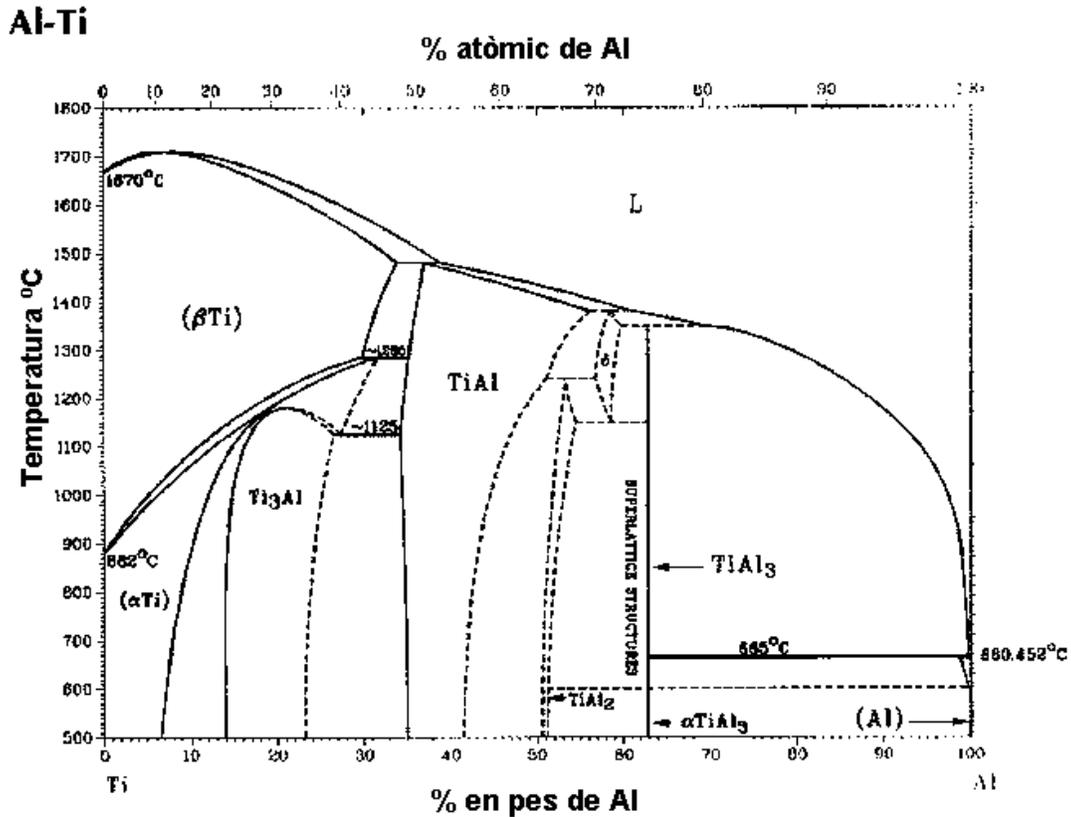


Figura 1:23 Diagrama de fases Ti-Al Estabilizador de la fase α .

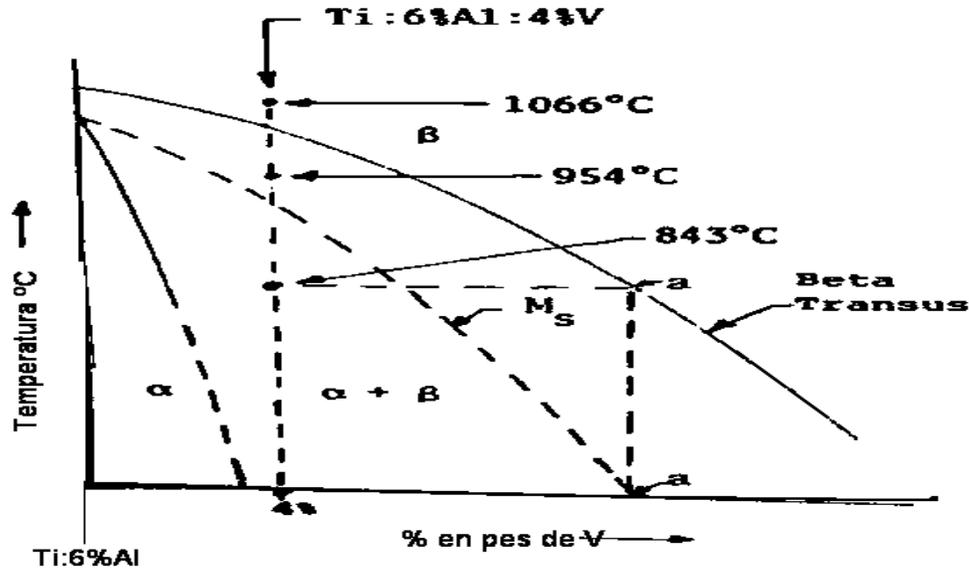


Figura 1:24 Diagrama de fases Ti-6Al-4V estabilizador de la fase β

1.14.1 Las aleaciones α

Las aleaciones α de titanio están entre los materiales estructurales más resistentes, si se trabajan en ambientes corrosivos sobre todo en ambientes oxidantes ya que crea una capa resistente al ambiente. Contienen principalmente Aluminio, Estaño y/o Circonio, el Aluminio es el principal α -estabilizador ya que tiene una gran solubilidad en el titanio y provoca el aumento de la resistencia de la fase α .

Estas aleaciones no son endurecibles mediante tratamientos térmicos y son utilizadas normalmente en estado de recocido, con el fin de eliminar las tensiones residuales originadas por su uso. De este modo, la principal variable de estas aleaciones es el tamaño de grano.

Entre las propiedades más destacables de las aleaciones α se debe señalar una resistencia a la tracción a temperatura ambiente entre 540 y 930 MPa, una resistencia mecánica aceptable a altas temperaturas, buen comportamiento frente a fluencia, buena estabilidad térmica hasta temperaturas alrededor de los 550 °C y una facilidad para la soldadura satisfactorias. [6]

1.14.2 Aleaciones $\alpha + \beta$

En este tipo de aleaciones contienen elementos estabilizadores de las dos fases α y β . Estas aleaciones pueden mejorar sus características mecánicas mediante tratamientos térmicos

1.15 Aleación Ti-6Al-4V

La Aleación **Ti-6Al-4V** (Ti-64) Tiene un porcentaje del 6% de aluminio y un 4% de vanadio. Es la aleación de titanio más utilizada, sobre todo, en el campo de la aeronáutica, en el de la *biomedicina o la estomatología*. Tiene una resistencia a la tracción de 896 MPa, un límite elástico de 827 MPa, una ductilidad del 10% una dureza de 33 HRB una soldabilidad muy buena y una resistividad eléctrica de 1,67 ($\mu\Omega$). Sus aplicaciones son donde se requiera alta resistencia mecánica y altas temperaturas como en (tornillería y piezas forjadas).

Dadas las excelentes características de biocompatibilidad, propiedades mecánicas, baja densidad, resistencia a la corrosión, así como propiedades de oseointegración, la aleación **Ti-64** sobresale de entre las más populares para ser usada en la fabricación de implantes médicos; sin embargo, la implementación de dicha aleación como una pieza sólida aún genera problemas de sujeción a largo plazo debido a la diferencia de rigidez entre el implante y el tejido óseo. Lo cual implica desarrollar nuevos procesos de conformado que permitan la generación de piezas complejas con las cuales se pueden explotar plenamente las propiedades de un material determinado. [4, 8, 19, 20]

Capítulo II

2.1 Desarrollo experimental

En esta investigación se utilizaron polvos de la aleación de Ti-6Al-4V Producidos por la técnica de atomización. Los polvos fueron separados para obtener diferentes tamaños de partícula, menores a 20 μm , entre 20 a 45 μm , entre 45 a 75 μm , y mayores a 75 μm respectivamente.

2.2.1 Caracterización de los polvos

2.2.1 Separación de polvos

Los polvos fueron separados por la técnica de tamizado, la cual consiste en colocar el polvo en recipientes con una malla con dimensiones determinadas y específicas (Figura 2:1). Se apilan los diferentes recipientes y se pone a vibrar la torre de los mismos para así facilitar el paso del polvo a través de las mallas y obtener los intervalos de diámetro requeridos para esta investigación, los cuales fueron mencionados anteriormente.

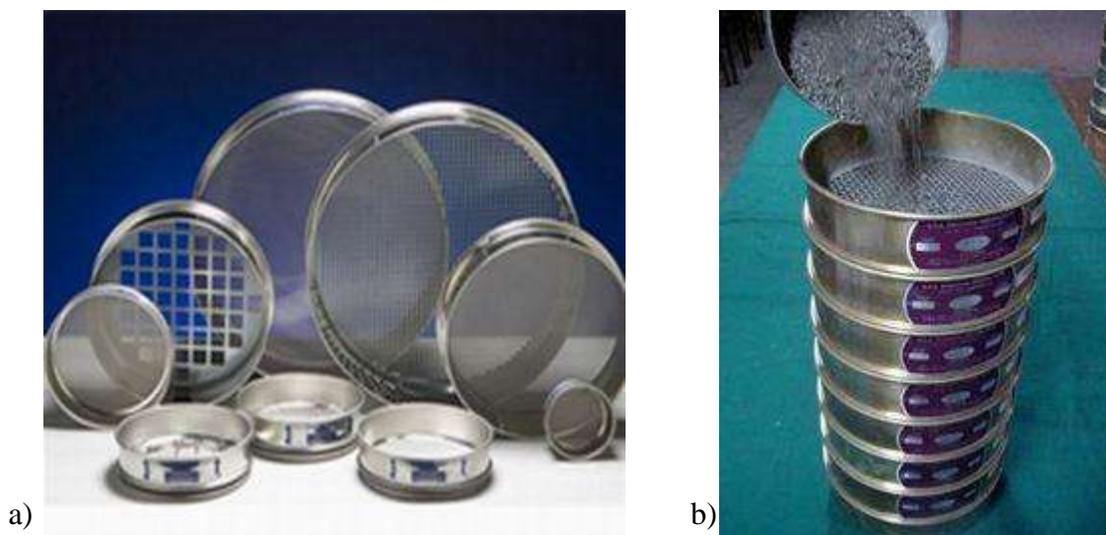


Figura 2:1 a) Diferentes tipos de tamices para polvos metálicos; b) Torre de Tamices en acomodo para la separación de los tamaños de partícula de polvo metálico

2.2.2 Preparación de las muestras

Una vez obtenidos los diferentes tamaños de partículas se procede a la preparación de las muestras. Los diferentes polvos fueron vaciados en pequeños crisoles cilíndricos con fondo plano (*Figura 2:2*), con un previo cálculo de masa para obtener pastillas de aproximadamente 5 mm de altura por 10 mm de diámetro (Diámetro interno del crisol).

Enseguida los polvos dentro de los crisoles se sometieron a un proceso de adhesión a una temperatura de 700°C, bajo atmósfera de Argón. Este proceso permite que los polvos logren una unión entre las partículas brindándole una resistencia mecánica al compacto, que es lo suficientemente fuerte para poder extraélos del crisol sin dañarlos y poder introducirlos en el dilatómetro.

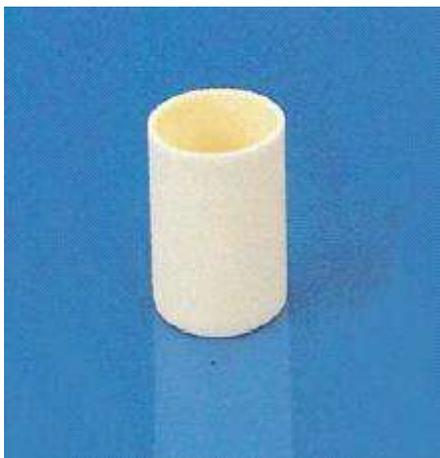


Figura 2:2 Crisol de Zirconia utilizado para pre-sinterizar las pastillas de Ti-64

2.3 Sinterizado

Las pastillas obtenidas en el paso anterior, se introdujeron en un dilatómetro Vertical Linseis L75 (*Figura 2:3*), para realizar el sinterizado de las muestras en verde. Este equipo permite controlar la velocidad de calentamiento desde 1 hasta 50 °C/min, la temperatura de sinterizado hasta 1260 °C y el tiempo de residencia a cualquier temperatura. El equipo mide el desplazamiento axial de la muestra durante todo el ciclo térmico, lo que permite medir diferentes coeficientes de expansión térmica y los cambios en volumen con respecto a la temperatura, durante todo el ciclo térmico. Los datos del cambio lineal de la muestra nos permitieron calcular y determinar de la cinética de difusión durante el sinterizado de esta aleación a las temperaturas usadas en este trabajo.

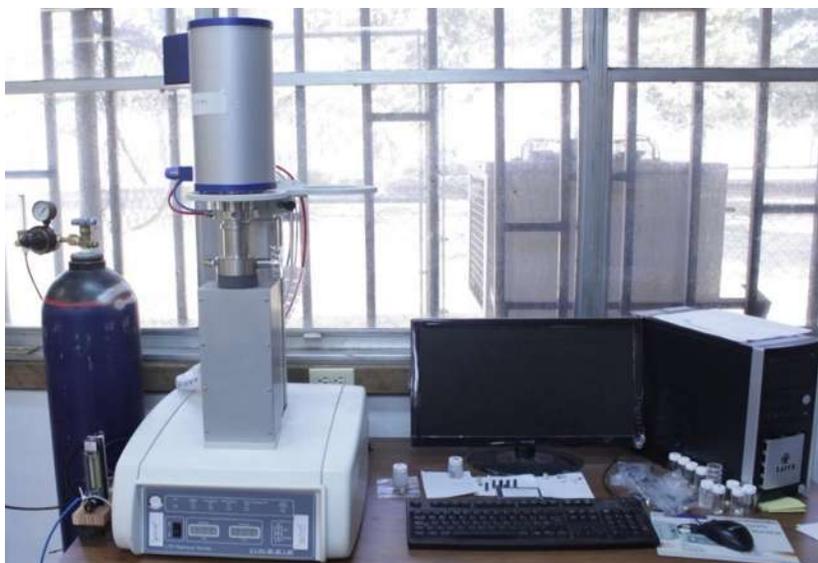


Figura 2:3 Dilatómetro Vertical Linseis L75 Laser y sistema computarizado.

Los ciclos térmicos utilizados para el proceso de sinterizado son mostrados en el Figura 2:4 las temperaturas de sinterizado isotérmico utilizadas fueron 900, 950 y 1000 °C a una velocidad de calentamiento de 25°C/min para cada intervalo de partícula donde se mantuvieron durante una hora. Y el enfriamiento fue de acuerdo a lo más rápido que permite el equipo que es de 25°C/min aproximadamente.

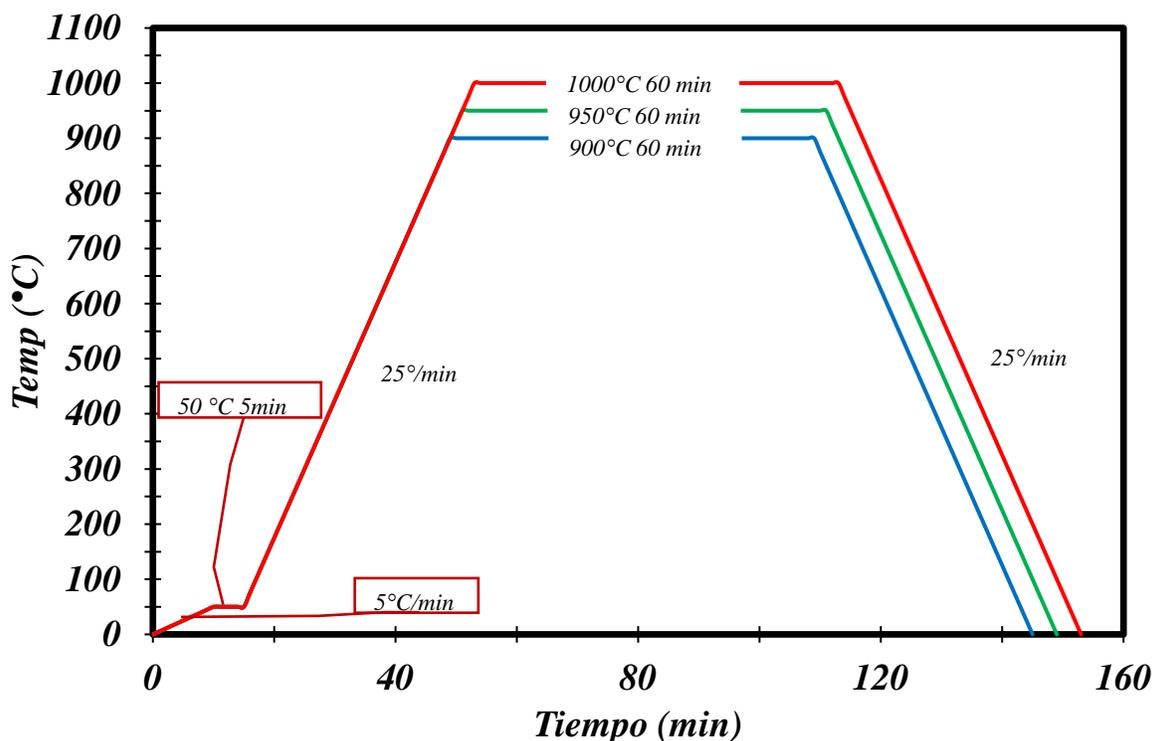


Figura 2:4 Ciclos térmicos utilizados para sinterizar las pastillas de Ti-64

2.4 Caracterización micro-estructural de las muestras sinterizadas

Una vez sinterizadas las muestras se realizó la caracterización de las mismas, mediante un análisis micro-estructural en MEB, mediciones de densidad, y evaluación de difracción de rayos X.

2.4.1 Medición de densidad

La densidad de las muestras fue determinada mediante la medición del volumen, por método geométrico, y del peso de cada una, pesándolas y midiéndolas antes y después del sinterizado. La densidad relativa fue calculada dividiendo la densidad obtenida entre la densidad teórica de la aleación (4.45 g/cm^3).

2.4.2 Análisis de difracción de rayos X (DRX)

Para determinar si el proceso de sinterizado modifico la estructura de la aleación, es decir, si la transformación de fase α a fase β se llevó a cabo a las temperaturas de sinterizado, se realizó un estudio de difracción de rayos X, y así poder comparar los picos característicos obtenidos en las muestras sinterizadas con los reportados en la literatura para las fases α y β , respectivamente (*Tabla 2:1*).

La prueba de difracción de rayos X se basa en el fenómeno físico de difracción que consiste en estudiar el impacto de un rayo X a una cierta longitud de onda sobre la superficie cristalina. Donde en el momento del impacto el haz de rayo X se dispersa de una determinada forma según el ángulo de incidencia del rayo (Ley de Bragg).

Cada difractograma es único para cada material por lo que al realizar una prueba de esta naturaleza se puede determinar el compuesto y el tipo de estructura de la muestra analizada.

Este fenómeno físico sirve para cuantificar la composición de la muestra.

Para realizar esta prueba se utilizó un difractómetro D8 ADVANCE marca BRUKER, con una tensión de 30 V y un amperaje de 30 mA en un rango de 2θ de 20 a 90° .

ANGULO 2θ	FASE
35.4	α
38.5	α
39.45	β
40.45	α
53.3	α
57	β
63.55	α
71	$\alpha+\beta$
74.9	α
76.8	α
78.1	α
82.5	$\alpha+\beta$
84.95	α
87.5	α

Tabla 2:1 Angulo de difracción de las diferentes posibles fases presentes en la aleación de Ti-6Al-4V [21]

2.4.3 Preparación metalográfica

Para poder realizar un estudio estructural de las muestras en MEB, éstas fueron cortadas por la mitad con un disco de diamante y devastándolas hasta conseguir un pulido tipo espejo con una pulidora.

La técnica de pulido a espejo que fue utilizada en las muestras sinterizadas y cortadas de Ti64 es la siguiente, se procedió a lijar con papeles abrasivos de SiC de diferentes calibres de grano, desde el número 240 avanzando progresivamente a una más fina usando los papeles con la numeración siguiente 300, 400, 600, 800, 1000, 1200, 1500, 1800, 2000.

Una vez terminadas de pulir con los papeles abrasivos, se procedió a pulirlas con un paño usando como abrasivo polvo de alúmina de 3 y 1 μm , respectivamente, con la ayuda de una pulidora eléctrica Figura 2:5.



Figura 2:5 Pulidora eléctrica con paño, para pulir a espejo

2.4.4 Análisis mediante microscopia electrónica de barrido (MEB)

Para la microscopia se utilizó un microscopio electrónico de barrido modelo JEOL JSM-6066 LV.

Este utiliza un haz de electrones para formar una fotografía. Para utilizar esta técnica se requiere que la muestra sea conductora, como lo son nuestras piezas a analizar, este permite obtener imágenes de las muestras metálicas en las que se podrá observar si existe o no un cambio de fase de la aleación de titanio así como las composiciones en diversos puntos de la muestra.

2.5 Propiedades mecánicas

2.5.1 Ensayos de compresión

Se realizó el ensayo con una Máquina de ensayos universales INSTRON 1195 (Figura 2:6) colocando probetas de la aleación sinterizadas de 9 mm de longitud y 9 mm de diámetro pulidas para obtener caras paralelas y reducir la fricción con el dispositivo de carga a una velocidad de desplazamiento de 0.1 mm/ min, de acuerdo a lo realizado por diferentes autores para ensayos similares.

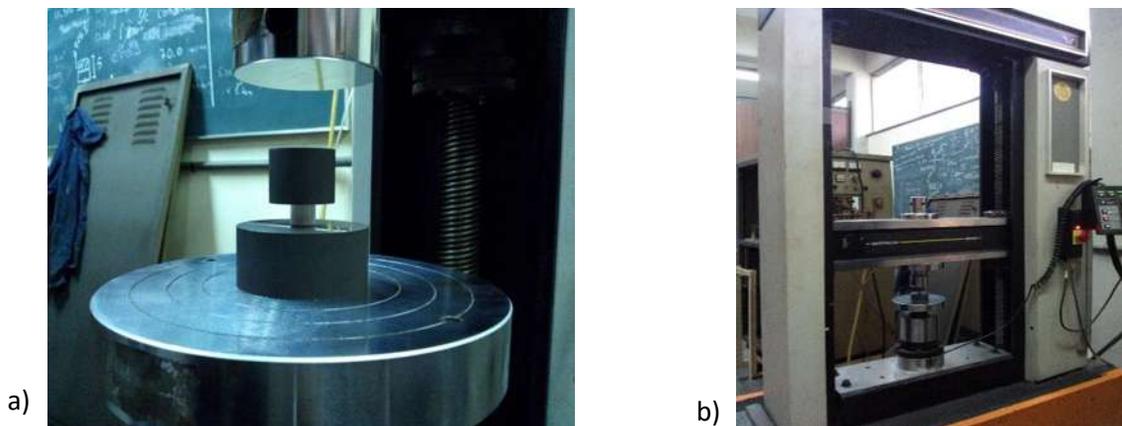


Figura 2:6 a) Vista de la colocación de la muestra b) Equipo utilizado para realizar ensayos de compresión

Capítulo III

3.1 Resultados

Los resultados obtenidos a partir del sinterizado de los polvos de la aleación de Ti64 se presentaran a continuación, donde, se realizaron ensayos de dilatometría, lo que permitió obtener la cinética de sinterización y posteriormente se realizaron evaluaciones micro estructural mediante DRX y MEB así como ensayos de compresión mecánica.

3.2 Comportamiento del sinterizado mediante dilatometria

Las pastillas fueron sinterizadas utilizando 3 diferentes ciclos de temperatura. Para mostrar los resultados del comportamiento de dilatación y compactación se graficó la deformación axial en función del tiempo (*Figura 3:1, 3:2 3:3 y 3:4*), durante todo el ciclo térmico para los polvos de diferentes tamaños de partícula. Donde se puede observar que la deformación axial primero tiende a aumentar ya que las partículas se encuentran en su proceso de dilatación térmica y después las mismas empiezan a unirse (sinterizado), lo cual hace que el volumen disminuya, observando así un valor negativo en la escala de deformación, este se debe al proceso de densificación del material, este comportamiento tiende a ser general para todas las muestras. También se observa que a mayor temperatura de sinterizado mayor es la deformación durante el sinterizado, o sea, que las muestras tienden a densificar en mayor proporción, esto también es un comportamiento esperado de los materiales en polvos.

En la Figura 3:1 existe un comportamiento similar en cuanto a las muestras con los ciclos térmicos de 950°C y 1000°C, se debe principalmente a que las muestras contienen partículas más finas, es decir, que la muestra tiene más partículas de un diámetro cercano a 75 μm , en comparación con la muestra de 900°C que tiene una distribución de partículas con diámetro superior.

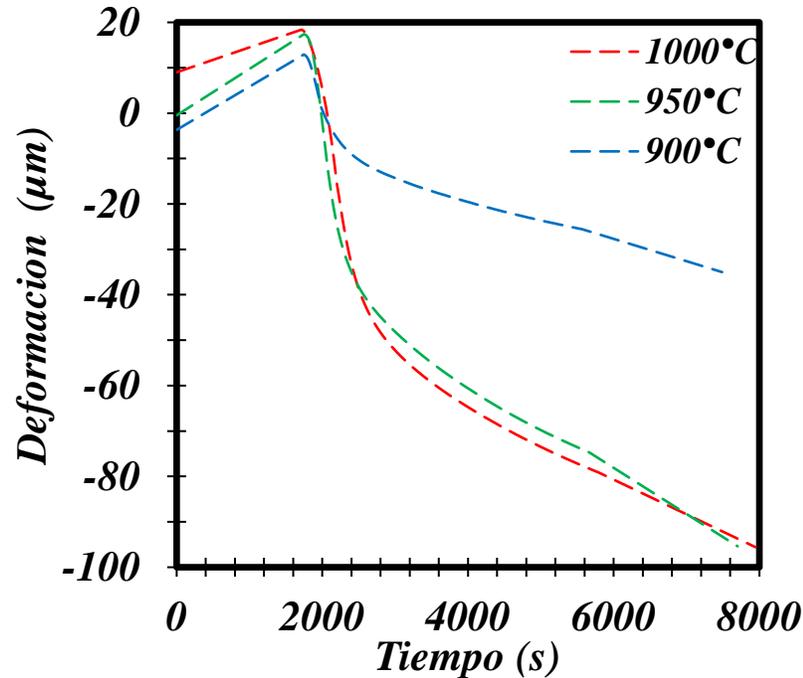


Figura 3:1 Deformación axial en función del tiempo, de partículas con diámetro mayor a $75 \mu\text{m}$

Se puede observar en las Figuras 3:2 y 3:3, que la dilatación al inicio el ciclo térmico es muy parecida al igual que con las Figuras 3:1 y 3:4. Este comportamiento se debe probablemente a que la distribución de las partículas es más uniforme, o sea, que tienden a tener un mejor acomodo entre las mismas lo cual nos indica que las partículas más pequeñas de estos intervalos están dentro de los huecos o poros dejados por las partículas más grandes y por consiguiente no tienen un efecto directo en la dilatación de las partículas más grandes.

También se observa en el Figura 3:2 que la muestra sometida al ciclo de 950°C se deforma un 15% más que la muestra sometida a 1000°C , esto se debe a que existen más partículas cercanas a $45 \mu\text{m}$ (finas) y por lo tanto existe más área de contacto y tienden a densificar más.

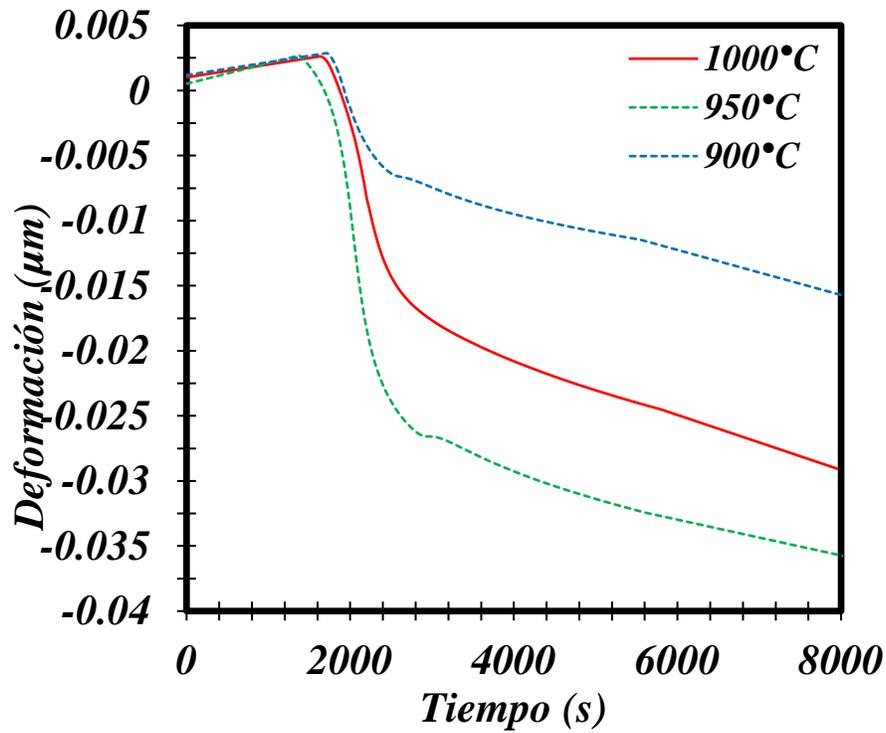


Figura 3:2 Deformación axial en función del tiempo, de partículas con diámetro entre 45-75 μm

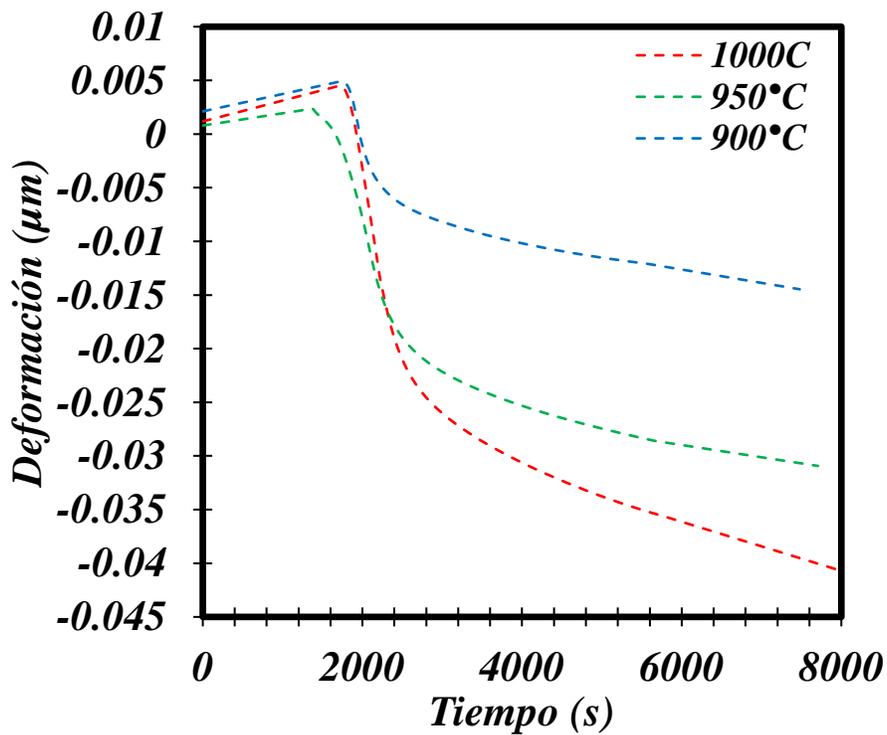


Figura 3:3 Deformación axial en función del tiempo, de partículas con diámetro entre 20-45 μm

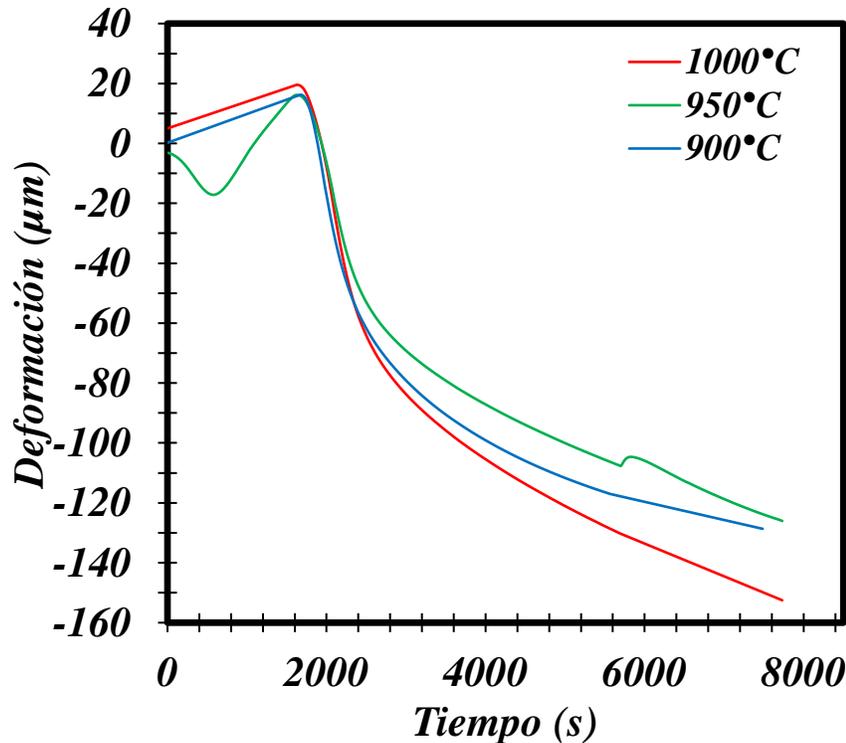


Figura 3:4 Deformación axial en función del tiempo, de partículas con diámetro menor a 20 μm

3.3 Comportamiento de la densidad durante el proceso de sinterizado

De acuerdo con el proceso de sinterizado, los polvos dejan pequeños espacios vacíos entre los contactos de las partículas (Poros) los cuales se eliminan a medida que el proceso avanza, esto se debe a que la muestra empieza a densificar. Donde se obtuvieron resultados esperados de acuerdo con la teoría mencionada para cada tamaño de partícula

Se puede observar que la porosidad depende tanto del tamaño de partícula como de la temperatura utilizada (Figuras 3:5, 3:6, 3:7 y 3:8). Donde a mayor temperatura obviamente la densificación será mayor, o sea, que la porosidad tiende a disminuir, aunque se llega a observar un pequeño aumento en la porosidad al principio del ciclo, este, se debe a la dilatación de las partículas como se mencionó en el apartado anterior.

En las Figuras 3:5y 3:6, donde las partícula de Ti64 son de diámetro más grandes se observa que solo se reduce la porosidad a un valor de 36% en los ciclos térmicos de 1000°C, en comparación con los tamaños de partícula de 20-45 y <20 μm que reduce su porosidad al 35 % y 33 %, respectivamente.

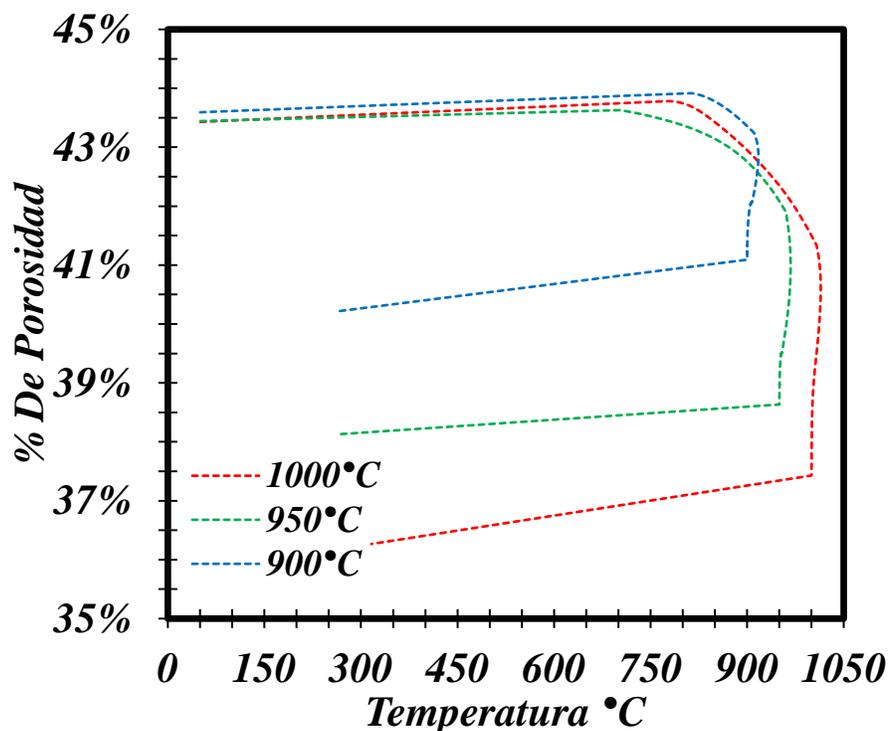


Figura 3:5 Por ciento de porosidad en función de la temperatura, de partículas con diámetro entre 45-75 μm

Aunque el comportamiento de la porosidad inicial es muy similar en todas las muestras para todos los ciclos térmicos, y que para las muestras respectivas a los ciclos de 900°C su disminución de porosidad es de alrededor del 3 al 4 % en los 4 tamaños de partícula, pero no sucede lo mismo para los ciclos de 950°C y 1000°C, donde si existe una diferencia de disminución de la porosidad muy significativa, este comportamiento se debe a que la energía superficial del sistema se incrementa a medida que las partículas son más pequeñas, lo que genera una mayor densificación y por lo tanto menor porosidad residual entre ellas, como se muestra en la Figura 3:8 donde la porosidad alcanza una disminución de 10% en comparación con su estado inicial en el ciclo de la temperatura más elevada.

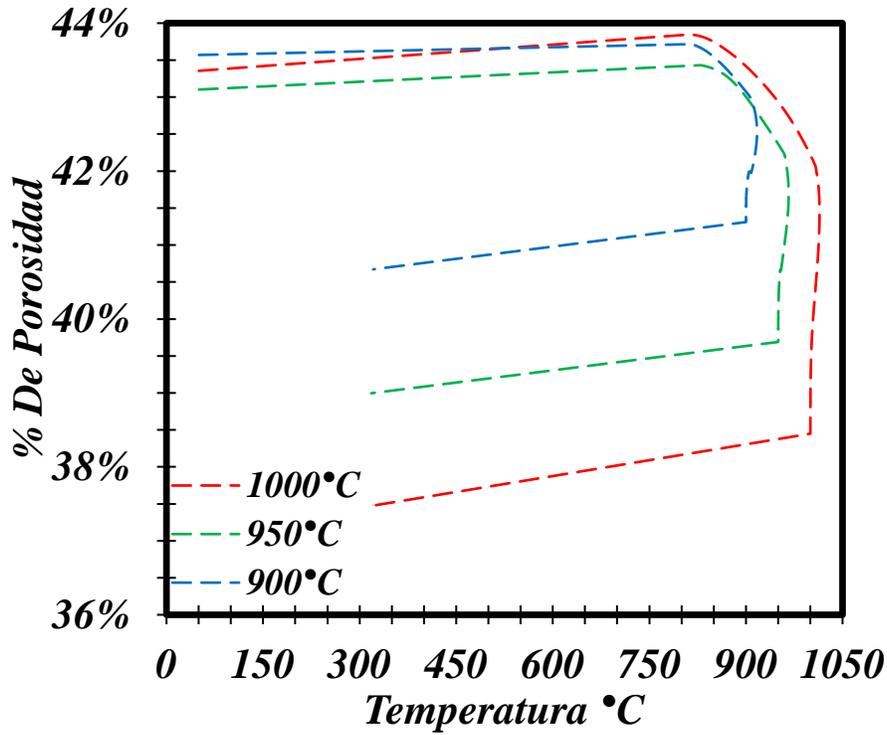


Figura 3:6 Por ciento de porosidad en función de la temperatura, de partículas con diámetro mayor a 75 μm

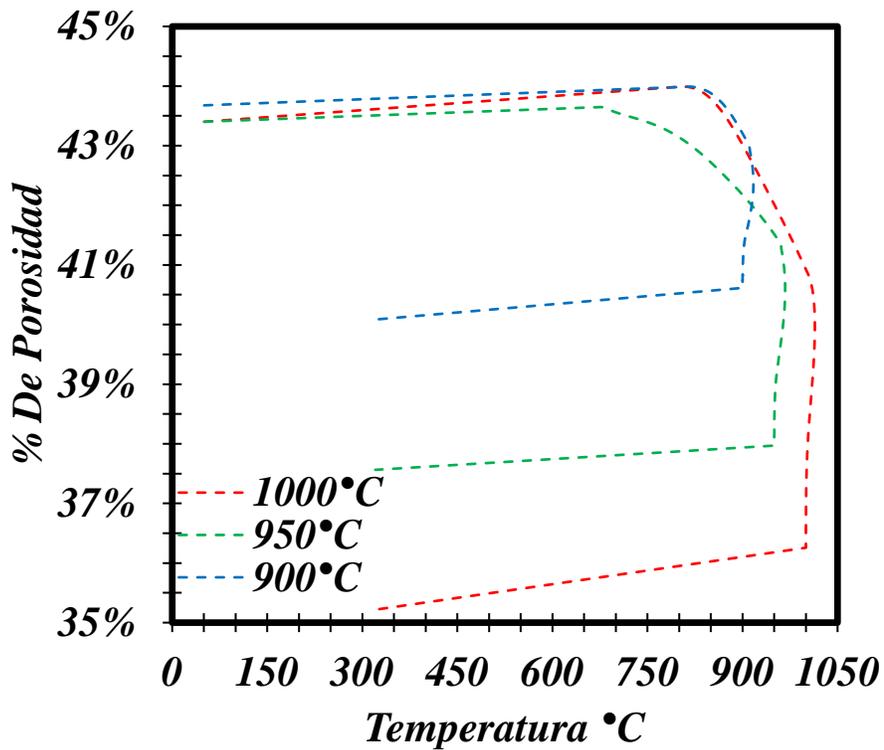


Figura 3:7 Por ciento de porosidad en función de la temperatura, de partículas con diámetro entre 20-45 μm

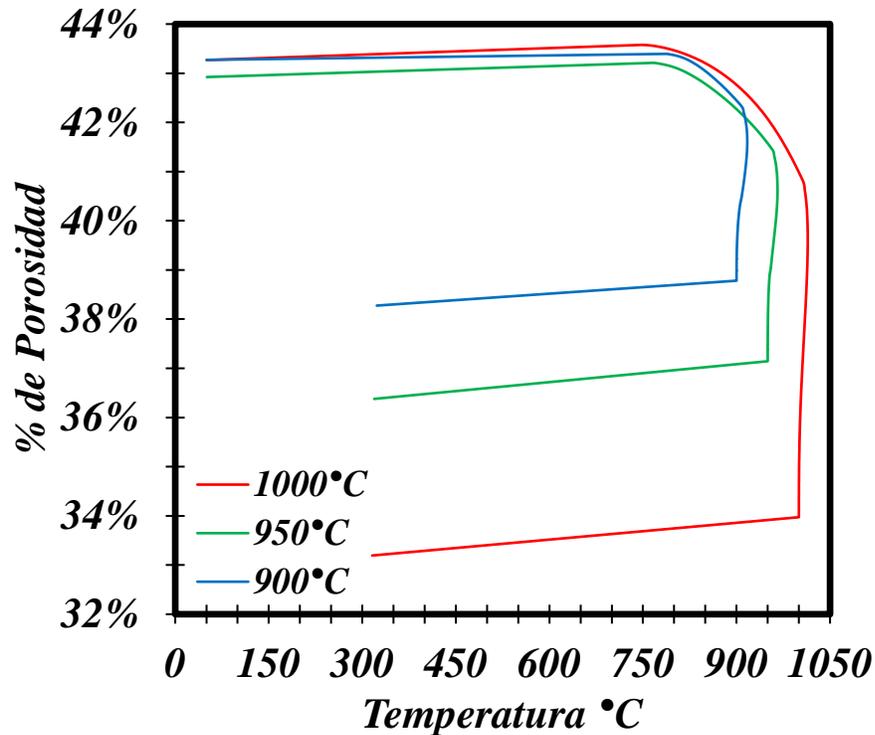


Figura 3:8 Por ciento de porosidad en función de la temperatura, de partículas con diámetro menor a 20 μ m

3.4 Velocidad de densificación

Para poder comparar el comportamiento del sinterizado graficamos la velocidad de densificación en función de la densidad relativa durante el proceso isotérmico (Figura 3:10, 3:11 y 3:12). Podemos observar que la velocidad de densificación alcanza su punto máximo más rápido para las muestras de polvos más gruesos (Figura 3:10). Esto es propiciado por el área de contacto de las partículas que es menor. Entonces esto provoca que la velocidad llegue a su máximo en una menor densidad relativa por lo ya mencionad.

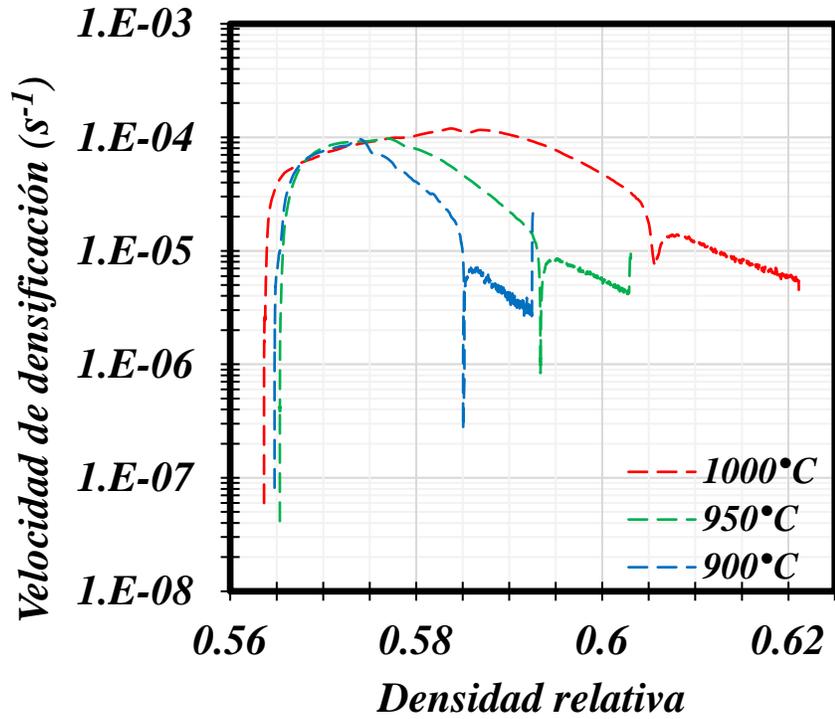


Figura 3:9 Velocidad de densificación en función de la densidad relativa, de las partículas con diámetro mayor a $75\mu m$

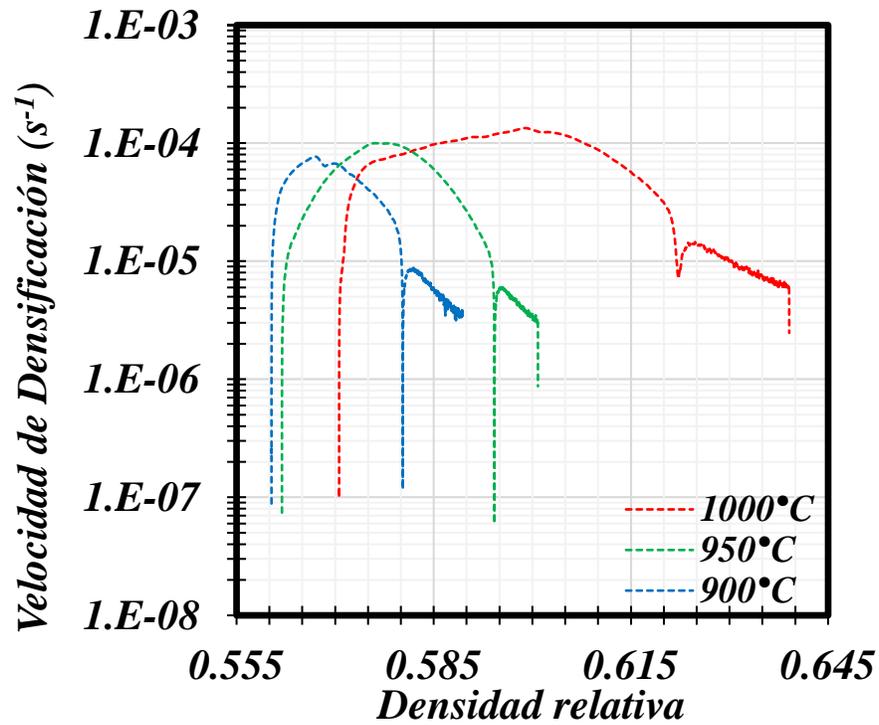


Figura 3:10 Velocidad de densificación en función de la densidad relativa, de las partículas con diámetro entre $45-75\mu m$

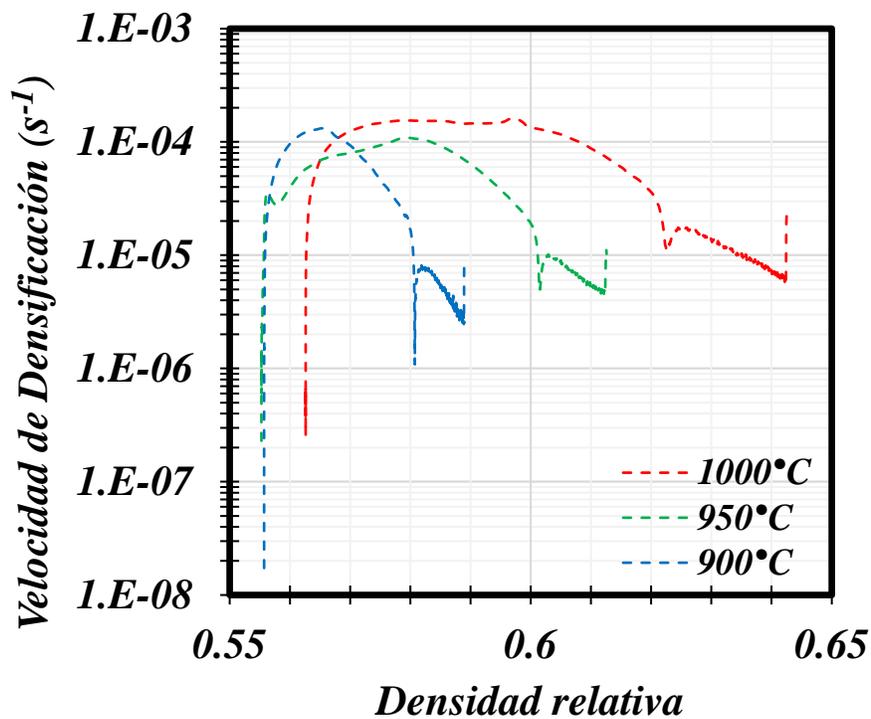


Figura 3:11 Velocidad de densificación en función de la densidad relativa, de las partículas con diámetro entre 20-45μm

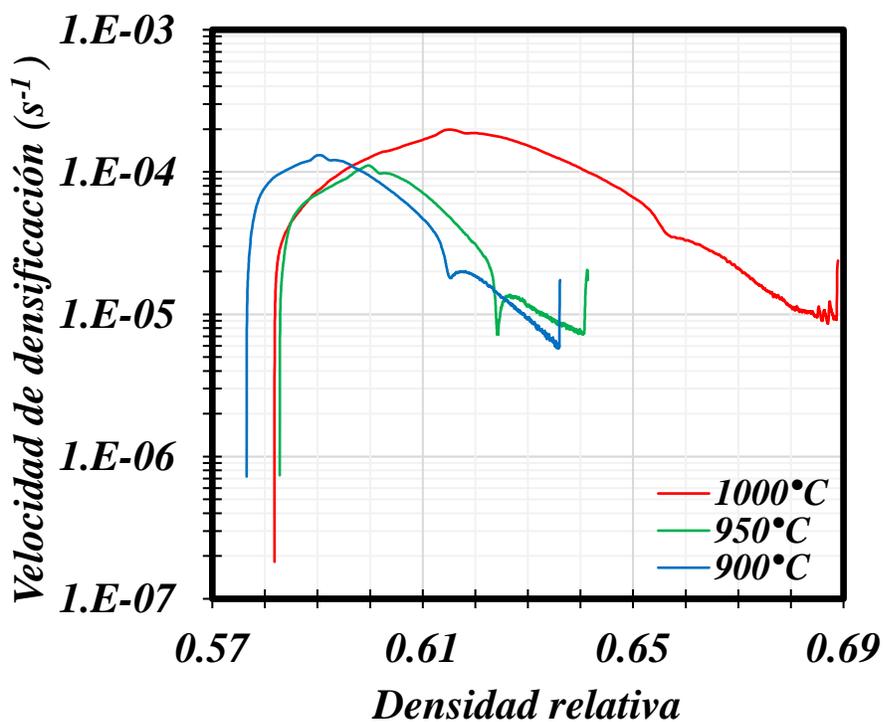


Figura 3:12 Velocidad de densificación en función de la densidad relativa, de las partículas con diámetro menor a 20μm

3.5 Energía de activación

Para determinar la energía de activación se utilizó una ecuación derivada por Panigrahi y basada en la gráfica de Arrhenius [22]:

$$\ln r = n \ln C - \frac{nQ}{RT} + n \ln t$$

Donde:

r = La tasa de contracción

n = Tiempo de exposición

Q = Energía de activación

R = Constante de los gases

T = Temperatura

t = Tiempo

C = Constante

El método consiste en graficar el miembro izquierdo de la ecuación en función del logaritmo natural del tiempo para los diferentes tamaños de partícula y las diferentes temperaturas, para poder determinar “n” con un ajuste lineal, el cual es el valor de la pendiente (Figuras 3:13, 3:14 y 3:15). Después se grafica nuevamente el miembro izquierdo pero ahora en función del inverso de la temperatura y también con un ajuste lineal, se obtiene la pendiente que es igual a nQ/R (Figura 3:16), donde Q se obtiene multiplicando la pendiente por la constante universal de los gases y dividiéndola entre n obtenida de los gráficos Figuras 3:13, 3:14 y 3:15.

A continuación se muestran las gráficas obtenidas con sus respectivas tendencias lineales utilizadas para la resolución de la ecuación anterior y obtener la energía de activación.

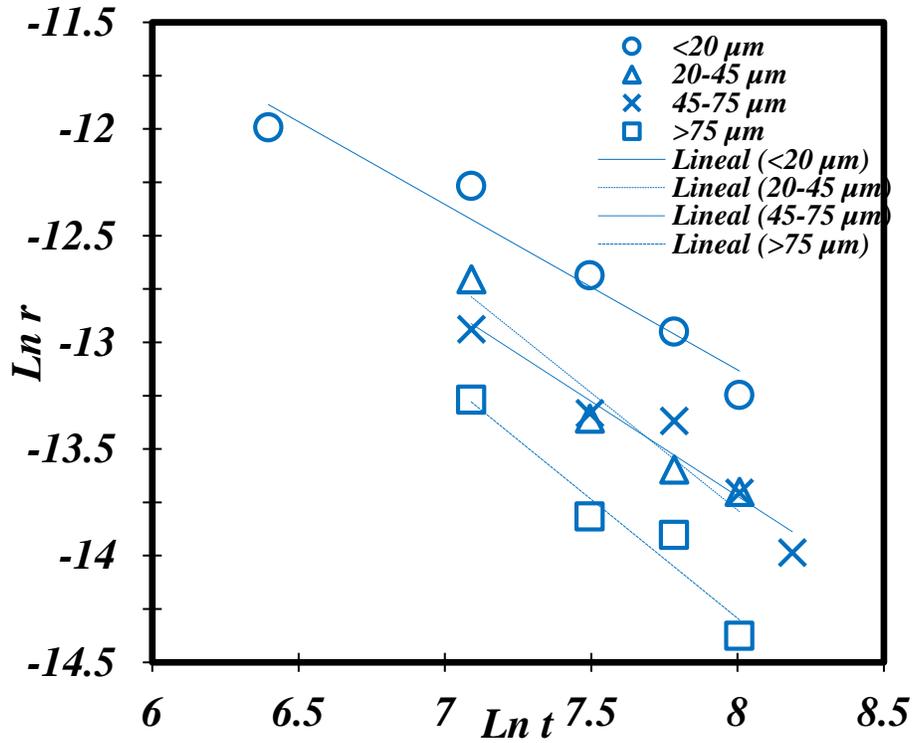


Figura 3:13 Logaritmo de la deformación en función del tiempo para 900°C

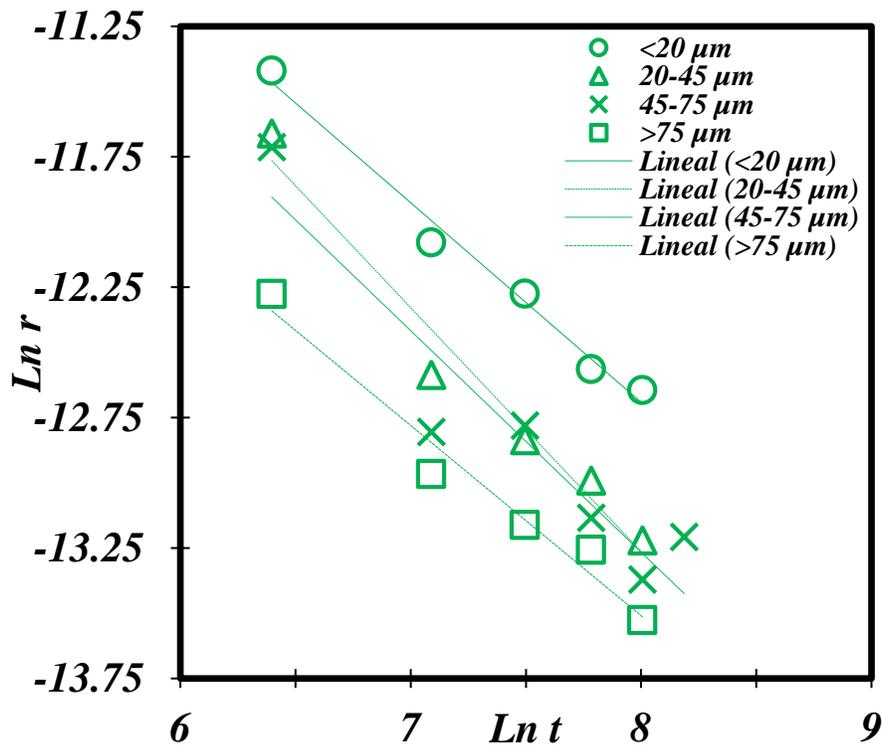


Figura 3:14 Logaritmo de la deformación en función del tiempo para 950°C

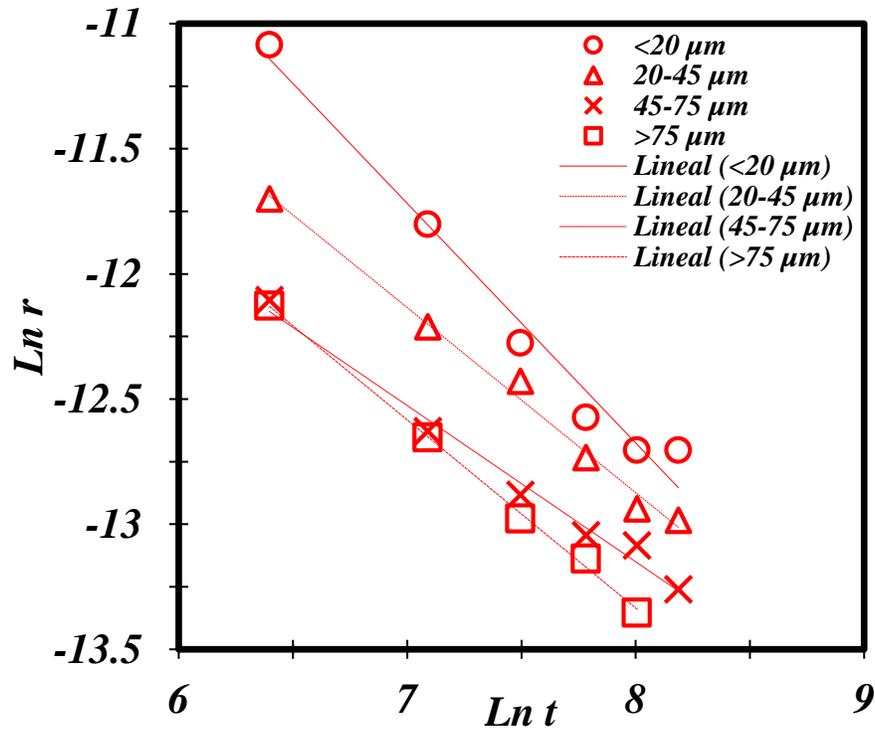


Figura 3:15 Logaritmo de la deformación en función del tiempo para 1000°C

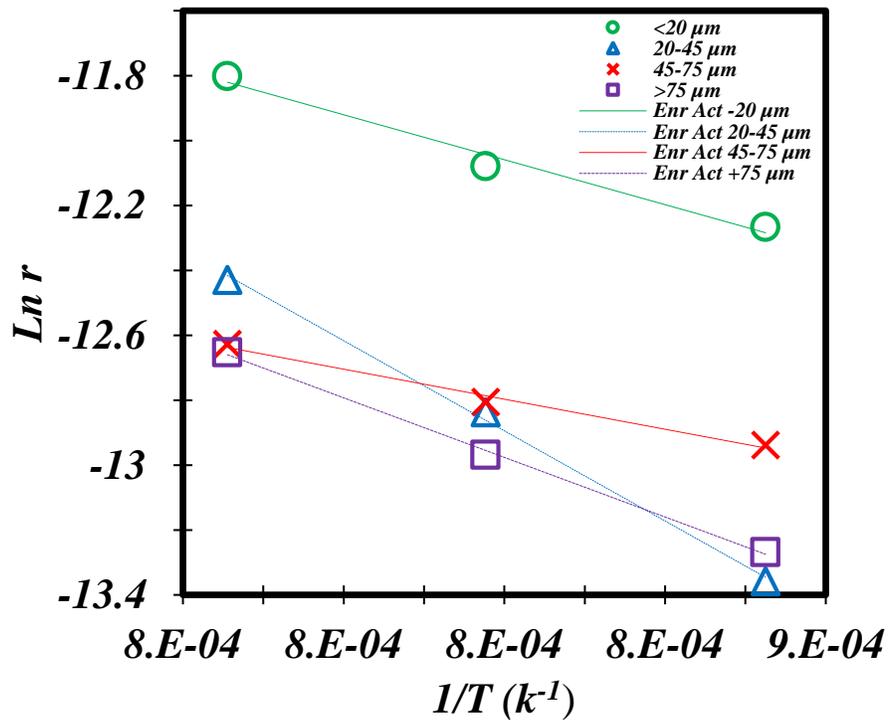


Figura 3:16 Logaritmo de la deformación en función del inverso de la temperatura para para todos los diámetros de partícula utilizados.

A continuación se presenta una tabla que contiene los valores de la energía de activación calculada para cada tamaño de partícula.

ENERGIA DE ACTIVACION		
TAMAÑO DE PARTICULA	Q (kJ/mol)	(kJ/mol)
<20 μM	69.133	± 1.277
20-45 μM	124.871	± 0.2638
45-75 μM	48.860	± 0.55
>75 μM	88.212	± 0.1203

Tabla 3:1 Energía de activación calculada para todos los diámetros de partícula utilizados.

3.6 Ensayos de compresión

Se realizaron ensayos de compresión con la finalidad de cuantificar el esfuerzo que resiste el material para poderlo comparar con el del sistema óseo (*Tabla 1:1*). El cual se muestra a continuación. El valor del módulo de Young se obtuvo de la pendiente de la curva esfuerzo deformación en la zona elástica del material mediante un ajuste lineal de los puntos en la gráfica. Con el fin de ilustrar el efecto de la densidad relativa sobre las propiedades mecánicas se graficó el módulo de Young y la resistencia a la cedencia a la compresión en función de la densidad relativa respectivamente. Donde se puede observar que tanto el módulo de Young como la resistencia aumentan en función del aumento de densidad, la cual también aumenta a medida que aumenta la temperatura a la cual se trabajó y disminuye el tamaño de partícula (*Figuras 3:17 y 3:19; Figuras 3:18 y 3:20 respectivamente*).

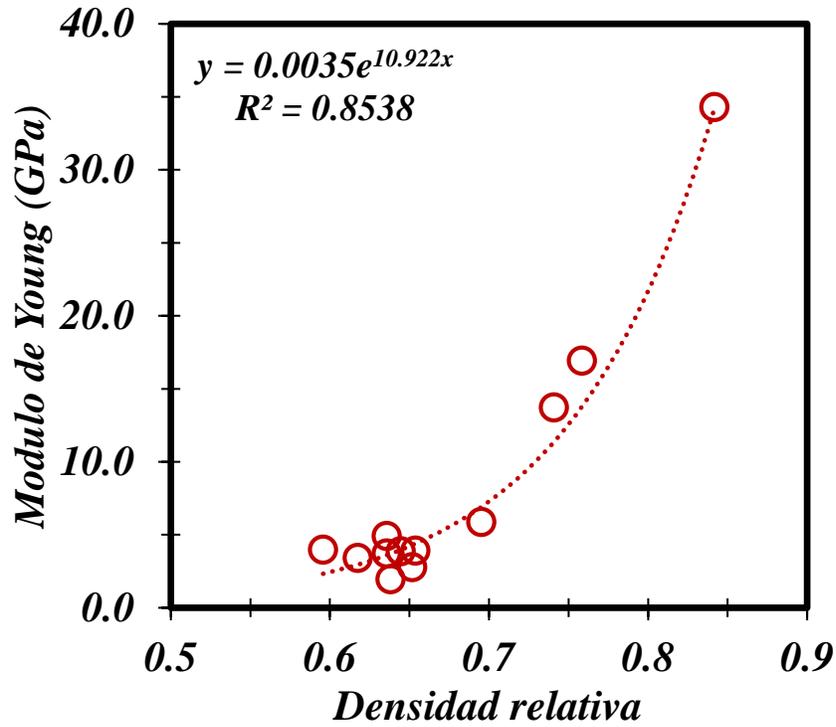


Figura 3:17 Modulo de Young en función de la densidad relativa, para todos los diámetros de partícula utilizados.

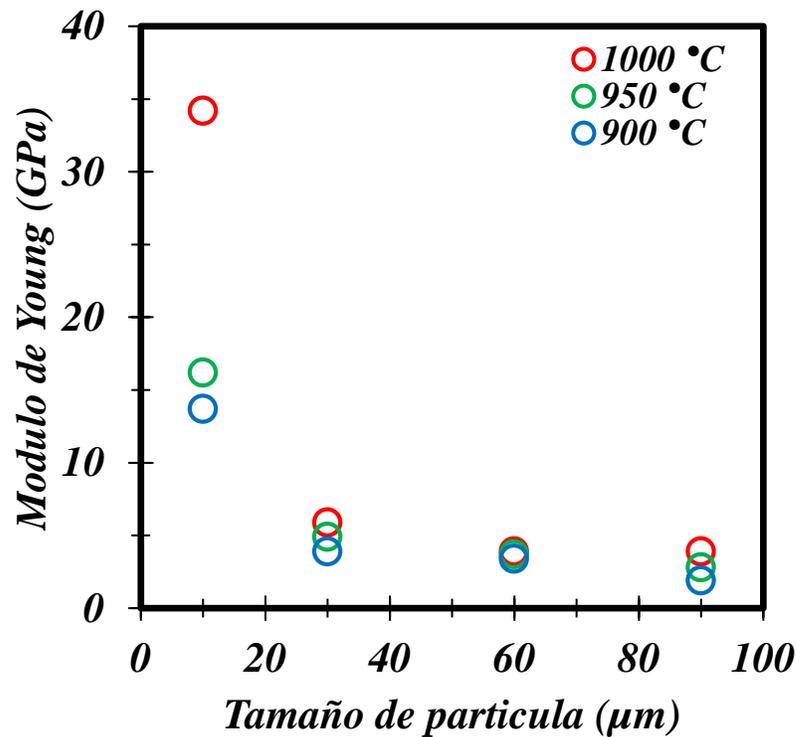


Figura 3:18 Modulo de Young en función del diámetro de partícula promedio.

Para discutir lo sucedido en las Figuras 3:18 y 3:20, a partir de lo que ya mencionamos, que a medida que el tamaño de partícula decae y la temperatura aumenta, así mismo las propiedades mecánicas aumentan (módulo de Young y la resistencia a la compresión), entonces se muestra un comportamiento esperado en función de la temperatura para ambos casos, como vemos para todos los tamaños la tendencia es muy parecida y no hay un gran incremento de las propiedades mecánicas respecto de la temperatura, excepto para las partículas más pequeñas donde existe un incremento del 100% para el módulo de Young y del 50% aproximadamente para la resistencia a la compresión, comparando las temperaturas de 1000°C y 950°C, respectivamente.

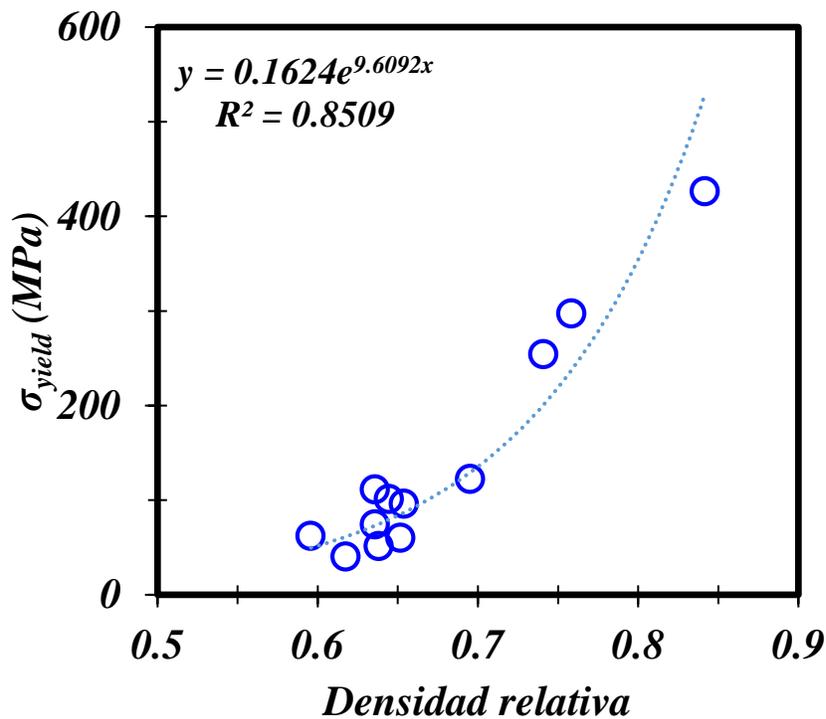


Figura 3:19 Resistencia a la compresión en función de la densidad relativa, para todos los diámetros de partícula utilizados.

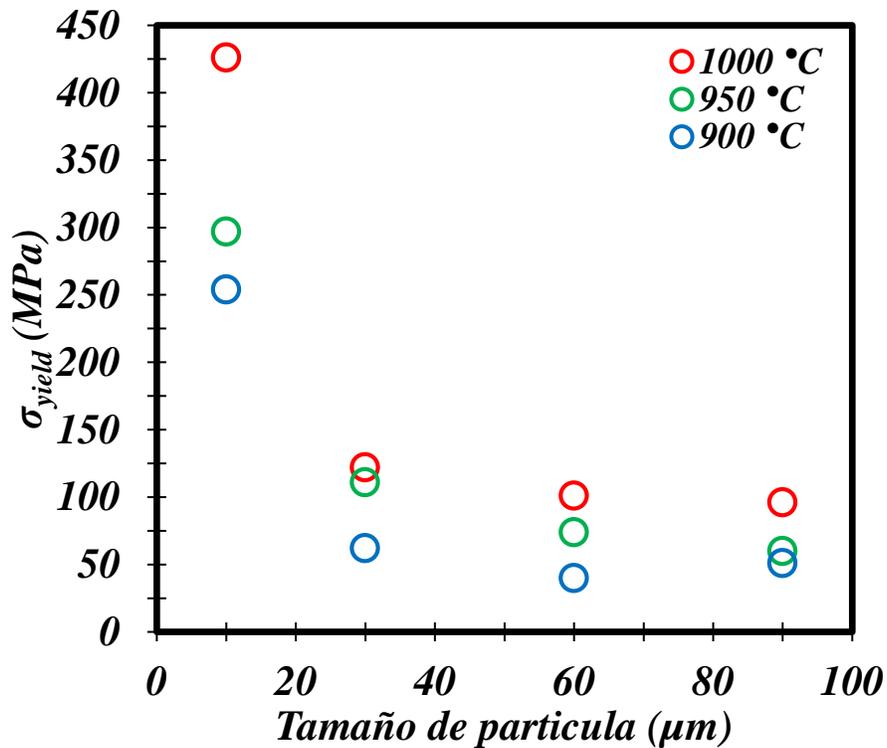


Figura 3:20 Resistencia a la compresión en función del diámetro de partícula promedio.

En la siguiente Tabla (3:2) se muestra los valores obtenidos para las propiedades mecánicas de las muestras de Ti64.

Estos valores se pueden comparar con los de la Tabla 1:1, en donde las muestras con diámetros de partícula menores a 20 y de entre 20-45 μm tienen semejanza con los valores reportados con los de la bibliografía.

TAMAÑO DE PARTICULA μM	MATERIAL			
	Ti64			
	Temp °C	Dens Rel	σ_{yield} MPa	E GPa
>75	900	0.638	51	1.94
	950	0.652	60	2.77
	1000	0.654	96	3.91
45-75	900	0.618	40	3.41
	950	0.636	74	3.70
	1000	0.645	101	3.86
20-45	900	0.596	62	3.97
	950	0.636	111	4.92
	1000	0.695	122	5.87
<20	900	0.741	254	13.71
	950	0.759	297	16.91
	1000	0.842	426	34.28

Tabla 3:2 Valores de las propiedades mecánicas del Ti64 según el tamaño de partícula del Ti64

3.7 Análisis Micro estructural

En las siguiente Figura 3:21 se muestra la distribución de las partículas en los polvos de la aleación de Ti64 separados, a la misma amplitud de 500x para observar las diferencias de tamaño, utilizados para esta investigación de acuerdo con el diámetro buscado.

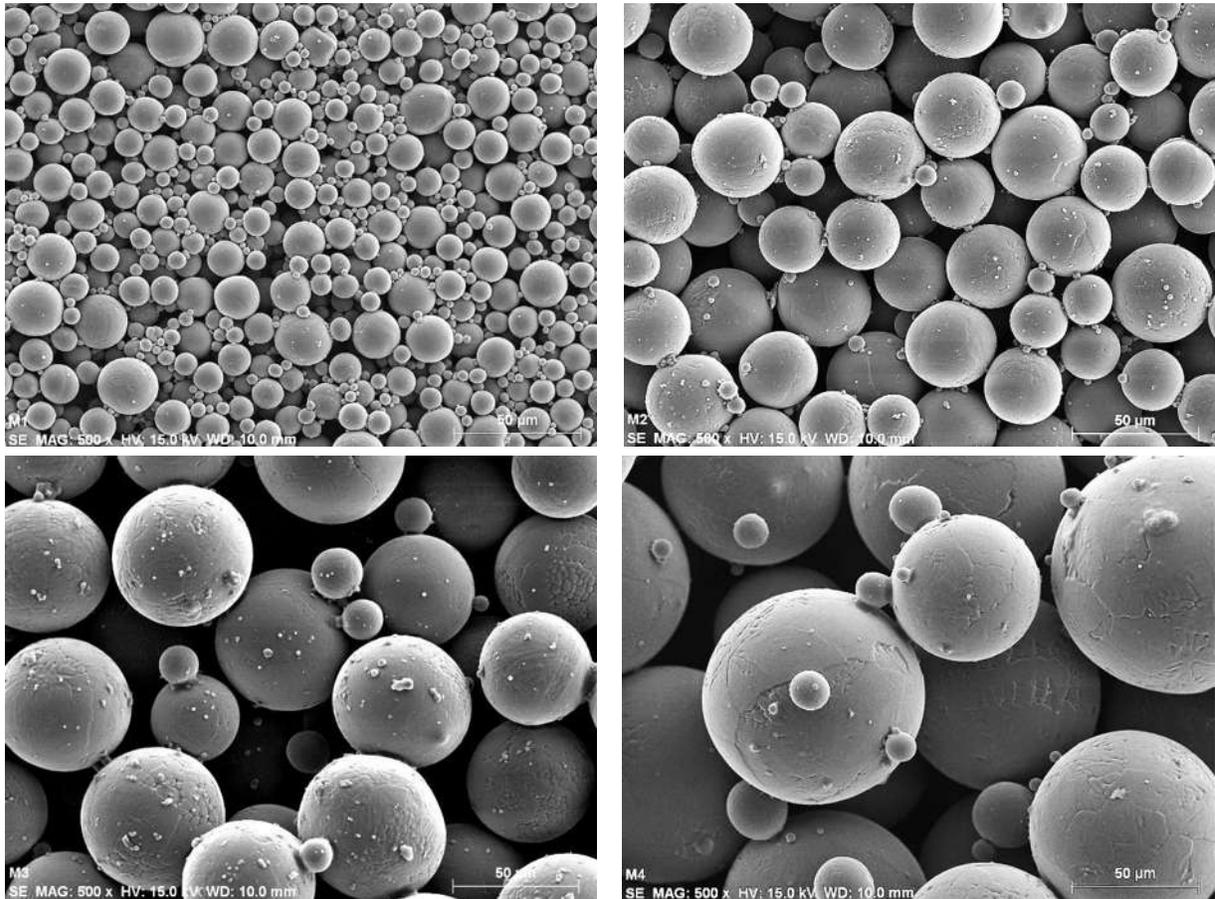


Figura 3:21 Micrografía electrónica de barrido (MEB) de los polvos de aleación de Ti64:
M1) Polvos con diámetro menor a 20 μm ; M2) Polvos con diámetro entre 20-45 μm ; M3) Polvos con diámetro entre 45-75 μm ; M4) Polvos con diámetro mayor a 75 μm

3.7.1 Microscopía electrónica de barrido (MEB)

Se realizaron ensayos de micrografías de barrido con la finalidad de observar el comportamiento del sinterizado así como la porosidad creada por el proceso, ya que se esperan comportamientos diferentes de acuerdo con los tamaños de partículas y los ciclos térmicos utilizados.

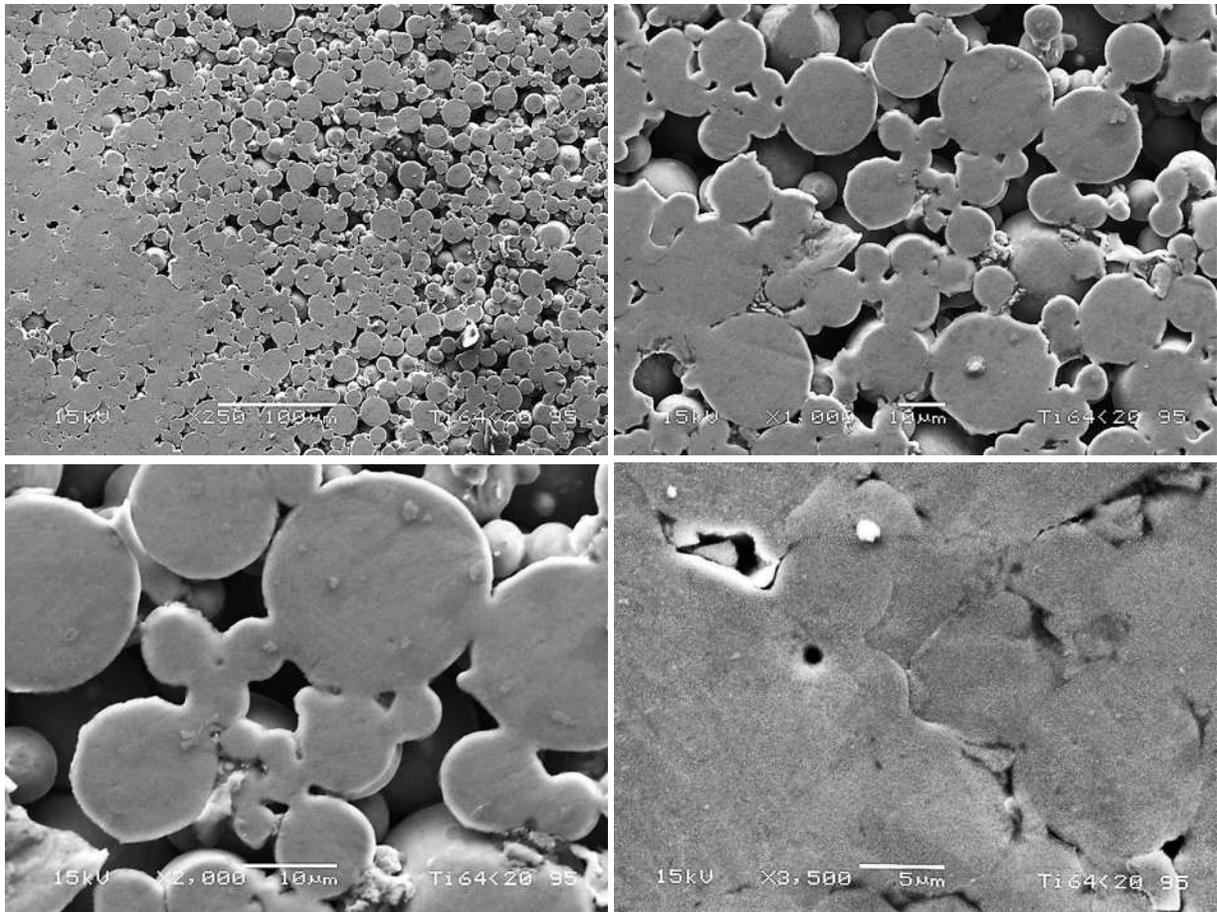


Figura 3:22 MEB de las muestras sinterizadas deTi64 con tamaño de partícula menor a 20 μm a 900°C

En la Figura 3:22 en a) se tiene el sinterizado en 2 formas diferentes una zona densa (parte izquierda) y otra más porosa (parte derecha), este comportamiento es debido a la gravedad y aplastamiento de la misma muestra hacia su interior. En b) y c), se muestra el proceso de sinterizado, como los cuellos crecen y la adhesión de las partículas, también se observan los poros interparticulares y su conectividad con la visión de campo que permite el microscopio electrónico de barrido. En la figura c) vemos el comportamiento de como la muestra se densifica y dejó solo algunos poros, en donde se observa claramente como termino quedando un poro con forma circular muy definida.

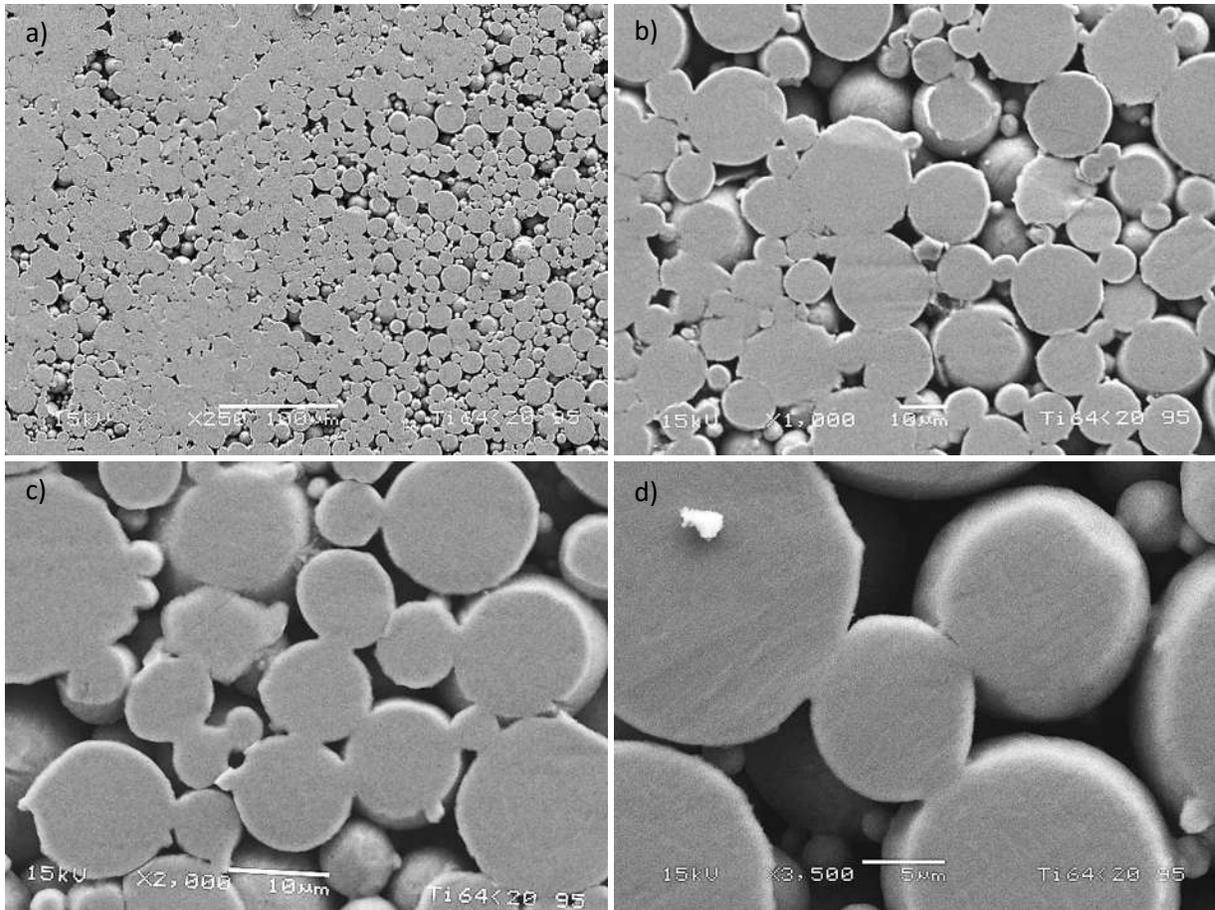


Figura 3:23 MEB de las muestras sinterizadas deTi64 con tamaño de partícula menor a 20 μm a 950°C

En la Figura 3:23 en a) se tiene una muestra más densa debido a la temperatura. En b) y c), tenemos el comportamiento del crecimiento de los cuellos interparticulares así como los poros que quedaron entre las partículas. También en c) podemos observar la unión de 3 partículas de similar tamaño y como se está comportando el espacio entre la unión de estas (Poros). Y en d) tenemos la unión de 3 partículas unidas a una más pequeña que se encuentra entre estas.

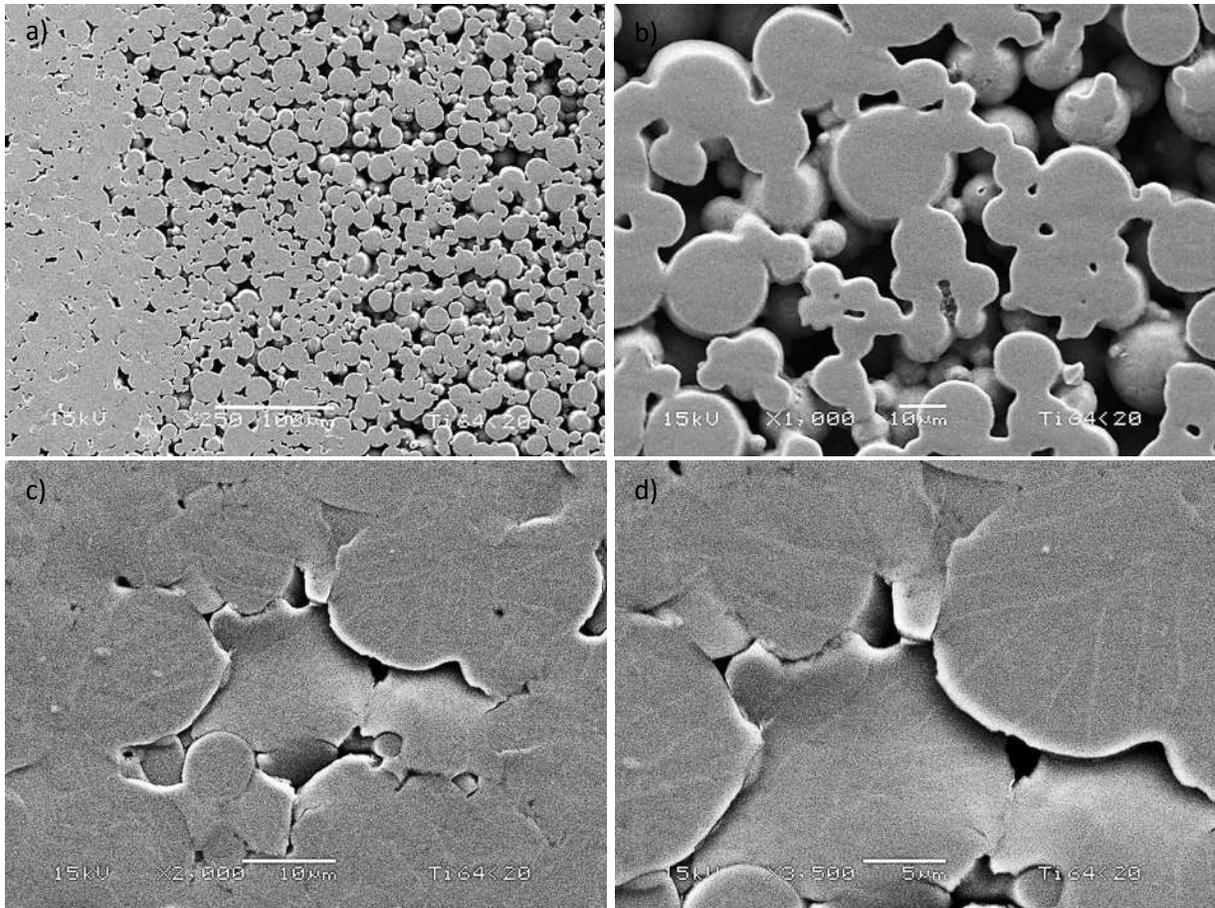


Figura 3:24 MEB de las muestras sinterizadas deTi64 con tamaño de partícula menor a 20 μm a 1000°C

En la Figura 3:24 al igual que en las muestras de 900°C y 950°C se puede observar dos zonas una más densa que otra, debido a la temperatura utilizada como lo hemos mencionado, en b) se muestra como la formación y el crecimiento de los cuellos es más avanzado, lo cual permite la fusión de las partículas de Ti64 como se puede observar entre el I y IV cuadrante de la imagen. En c) y d) son imágenes de una área más densa de la muestra y como es de esperarse, por la temperatura utilizada, la unión de partículas es más evidente, dejando menos espacio vacío entre ellas.

Recordemos que estas muestras son las de las partículas más finas 20 μm o menos, lo cual determina el grado de densificación, como lo hemos estado mostrando. Entonces en las siguientes imágenes presentadas de las partículas con diámetros superiores a 20 μm se espera un mayor número de espacios vacíos.

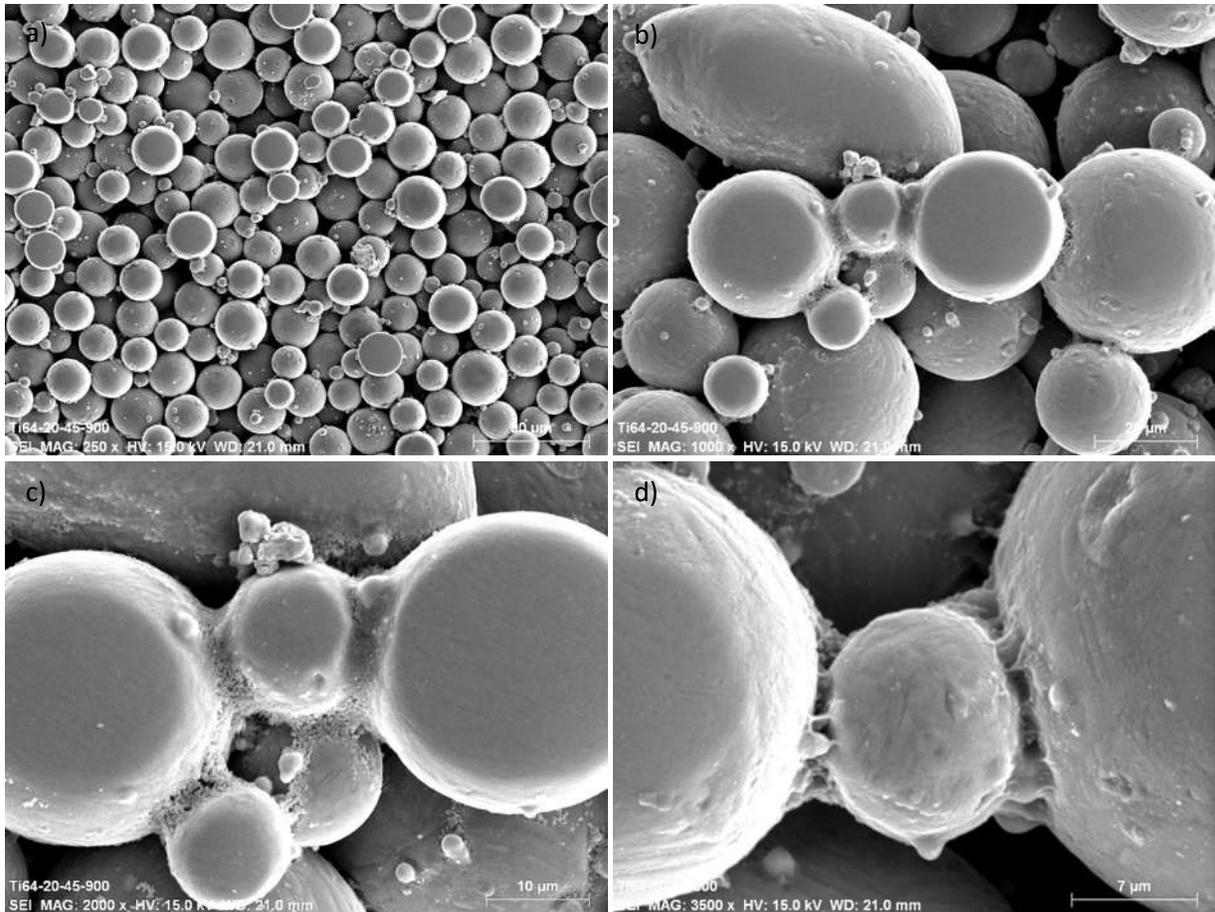


Figura 3:25 MEB de las muestras sinterizadas deTi64 con tamaño de partícula entre 20 y 45 μm a 900°C

En la Figura 3:25 en a) se muestra como las partículas no densificaron lo suficiente, pero en b), c) y d), se muestra como los cuellos entre partículas se van formando y empieza el ciclo de sinterizado así como las pequeñas partículas que se pegan a las más grandes.

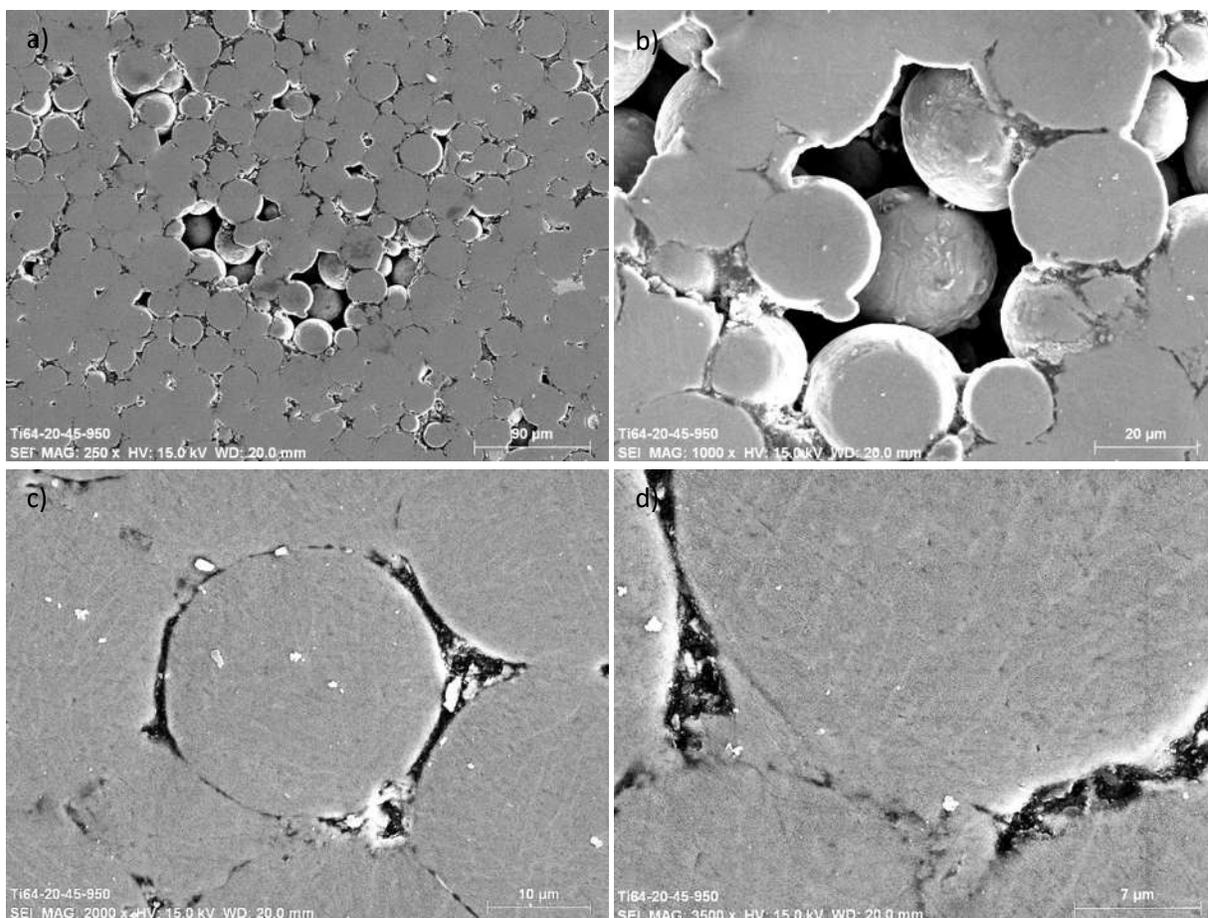


Figura 3:26 MEB de las muestras sinterizadas deTi64 con tamaño de partícula entre 20 y 45 μm a 950°C

En la Figura 3:26 se observa como el sinterizado en a) y b) dejan ciertos espacios vacíos, aunque no tantos como en la muestra a 900°C, y en c) y d), se observa como el sinterizado está en su fase de densificación dejando poros interparticulares.

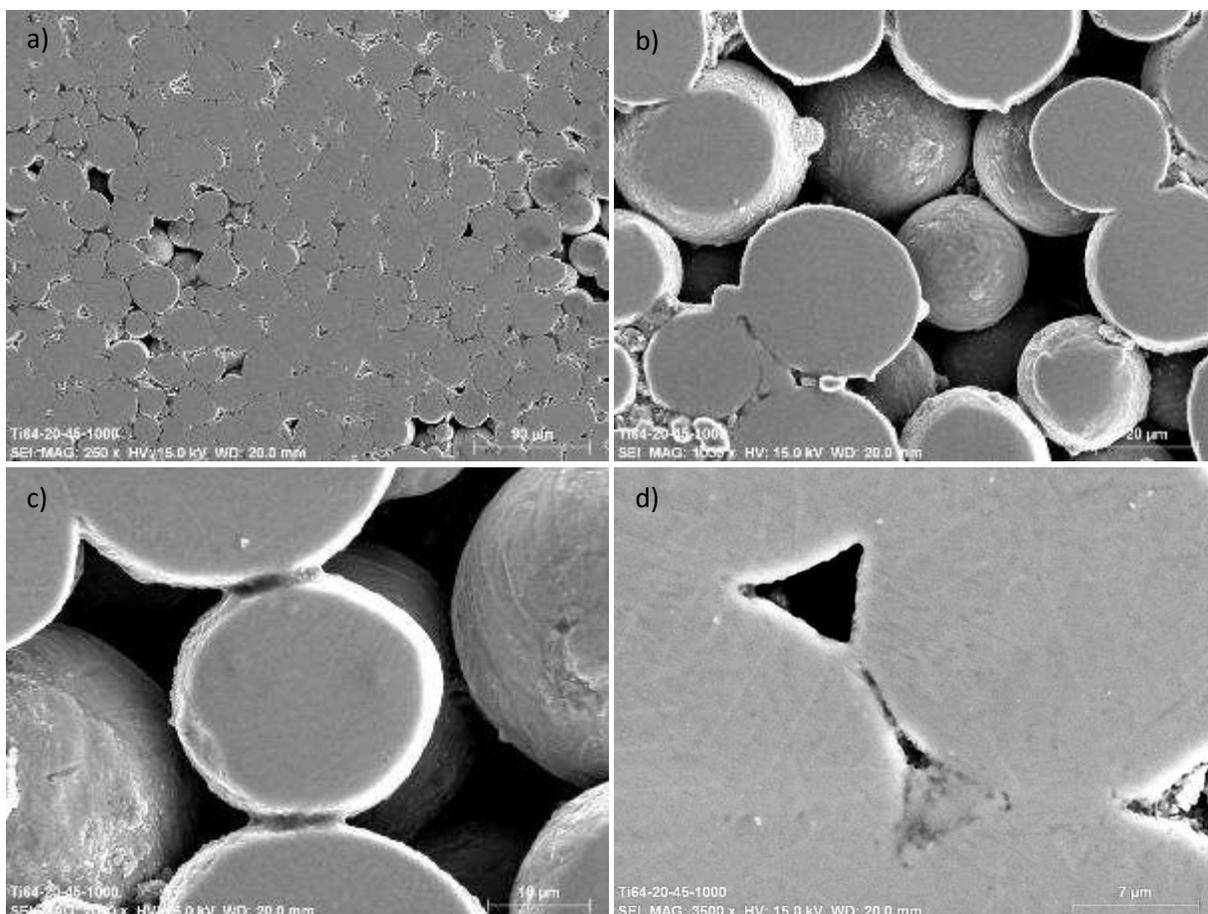


Figura 3:27 MEB de las muestras sinterizadas deTi64 con tamaño de partícula entre 20 y 45 μm a 1000°C

En la Figura 3:27 se observa una mayor densificación en a), y para b) notamos que hay existencia de un espacio vacío pero las partículas están unidas por cuellos muy bien formados, ahora en c) se muestra la unión 2 partículas a una intermedia con sus respectivos cuellos de unión y en d) se observa como las partículas están formando los poros y redondeándolos a la vez, dando así el comportamiento básico de las últimas fases del sinterizado.

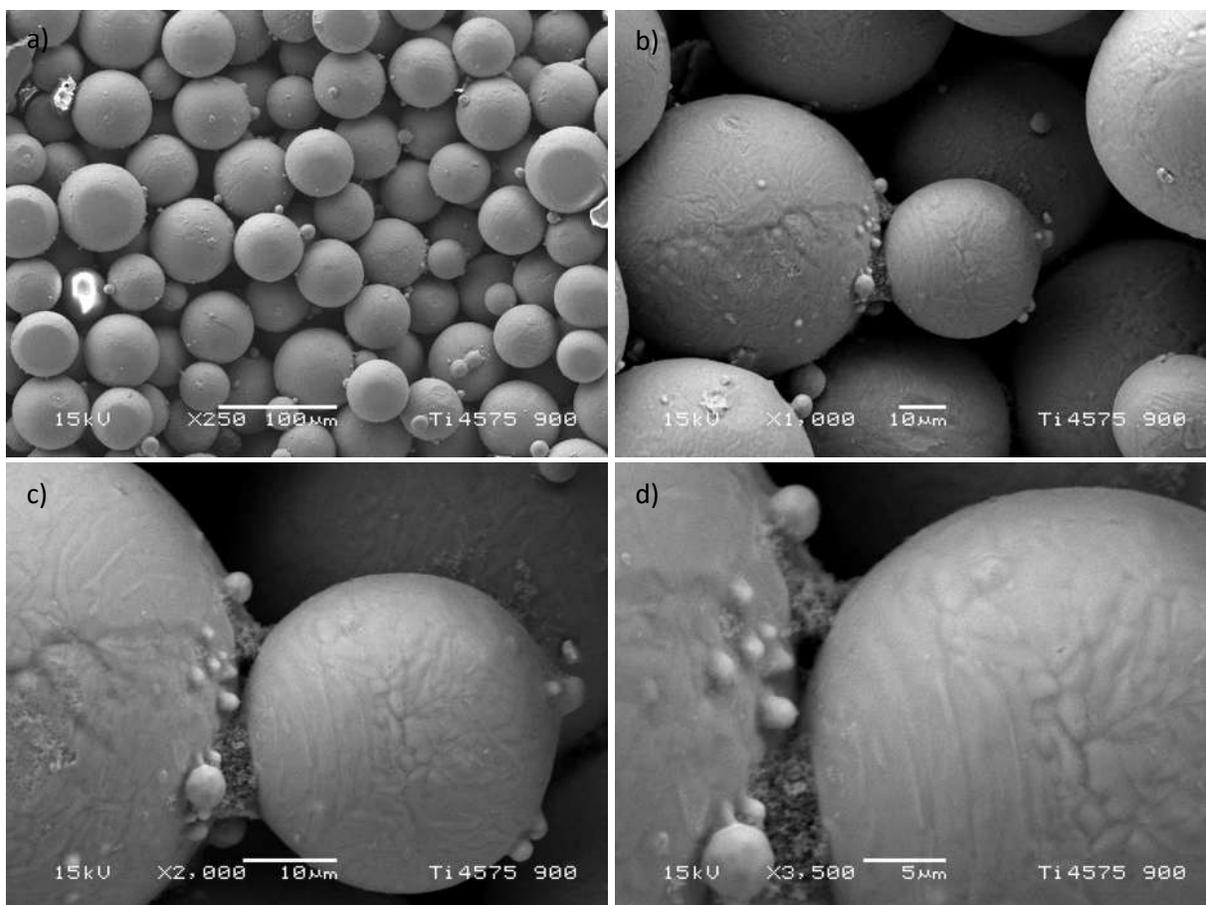


Figura 3:28 MEB de las muestras sinterizadas deTi64 con tamaño de partícula entre 45 y 75 μm a 900°C

Ahora pasamos a las partículas con diámetros más grandes de nuestros intervalos a partir de 45 μm en adelante. En la Figura 3:28 ya no se observa uniones entre partículas, los cuellos de unión aparentes, a) solo se ve como si las partículas estuviesen amontonadas pero conforme nos acercamos, en b), c) y d), se alcanza a tener una imagen de una partícula más pequeña que si se alcanza a unir, esto se debe a la baja energía de activación necesaria para los diámetros más pequeños como ya se mencionó con anterioridad.

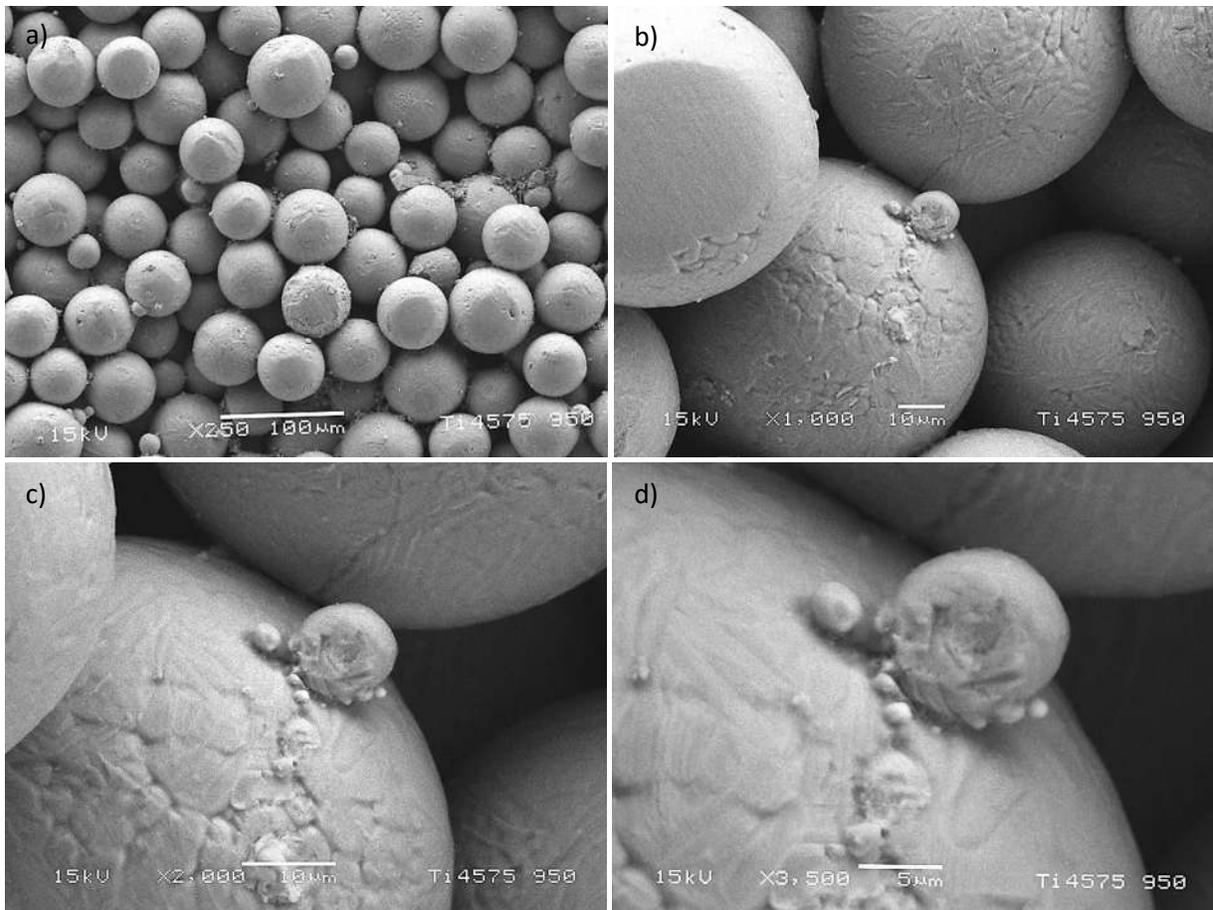


Figura 3:29 MEB de las muestras sinterizadas deTi64 con tamaño de partícula entre 45 y 75 μm a 950°C

Durante la observación de la Figura 3:29 y comparándola con la anterior Figura 3:28 se observa en esencia el mismo fenómeno, que las partículas no están unidas entre sí a simple vista debido al diámetro de estas y la temperatura de sinterizado que no favorece el crecimiento de cuellos interparticulares.

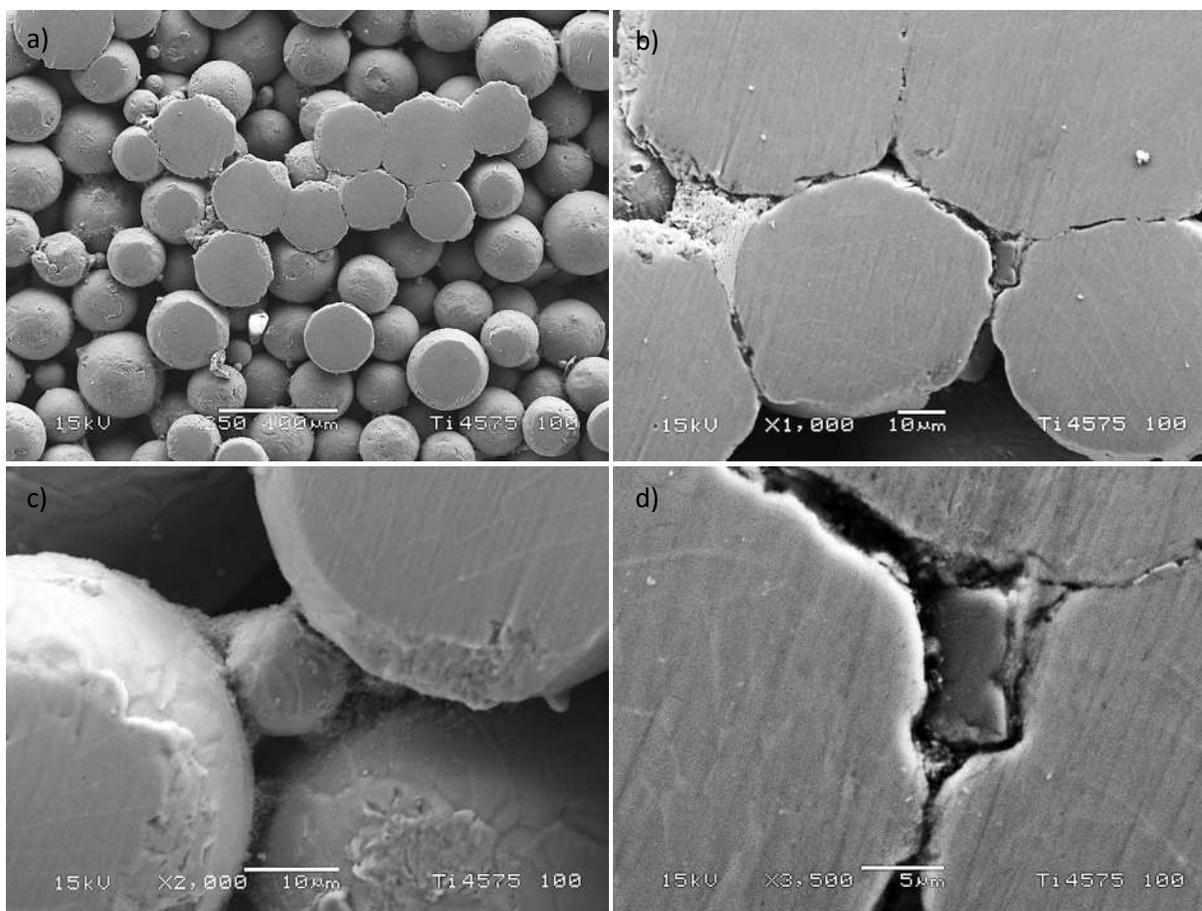


Figura 3:30 MEB de las muestras sinterizadas deTi64 con tamaño de partícula entre 45 y 75 μm a 1000°C

Para la Figura 3:30 el fenómeno que se mencionó para los ciclos de 900°C y 950°C ya no ocurre solamente para uniones con partículas de diferentes tamaños, en cambio en esta se observa como el proceso del sinterizado se lleva a cabo de mejor manera, como lo observamos en a), b) y d), donde se ve claramente como este proceso se encuentra en plena transición.

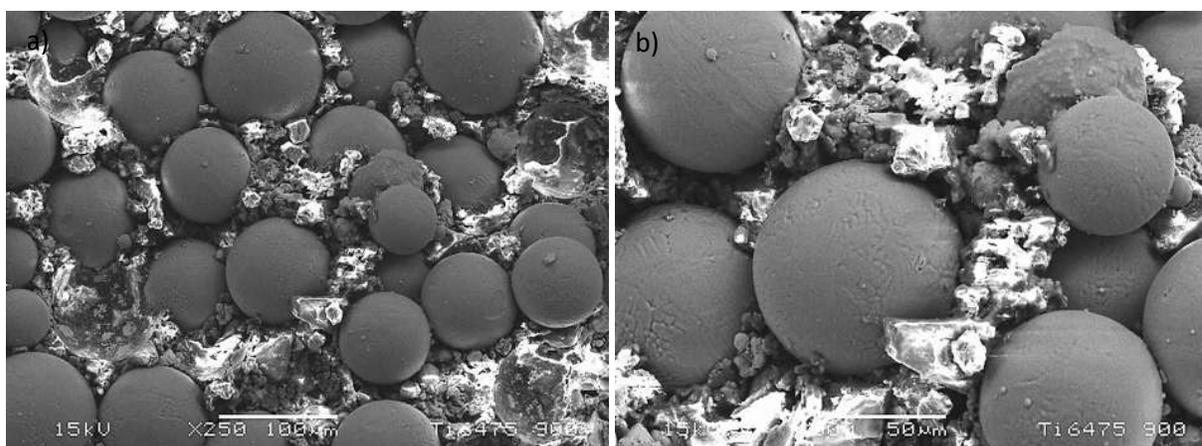


Figura 3:31 MEB de las muestras sinterizadas deTi64 con tamaño de partícula mayor a 75 μm a 900°C

Para la Figura 3:31 se observa como en ambos acercamientos las partículas solo están unidas al portador de la muestra (Baquelita), siendo en este caso nula la unión entre partículas, lo cual es explicable simplemente por el tamaño de partícula y el ciclo térmico de baja temperatura.

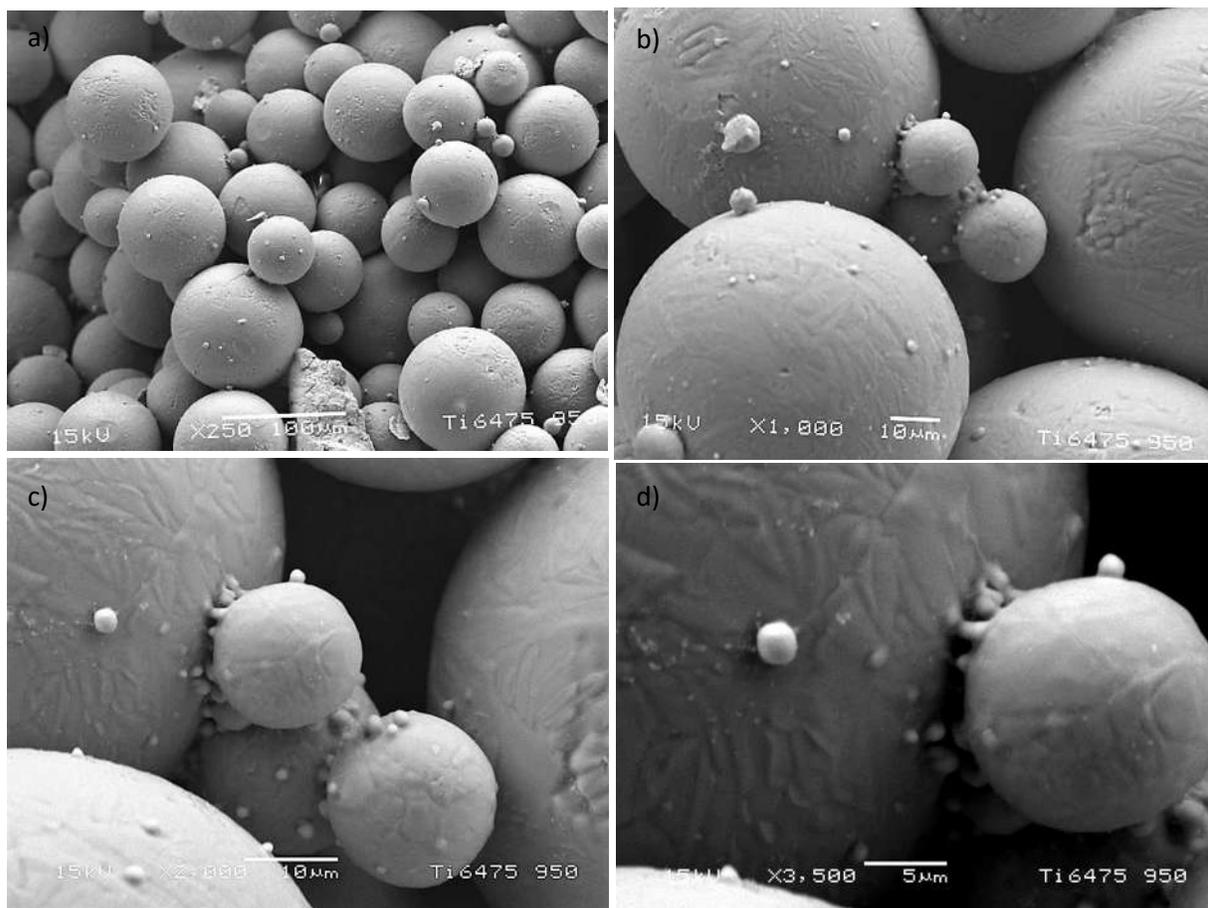


Figura 3:32 MEB de las muestras sinterizadas deTi64 con tamaño de partícula mayor a $75\ \mu\text{m}$ a 950°C

En la Figura 3:32 observamos el mismo fenómeno explicado en la Figura 3:28 donde las partículas más pequeñas se unen con más facilidad a las más grandes.

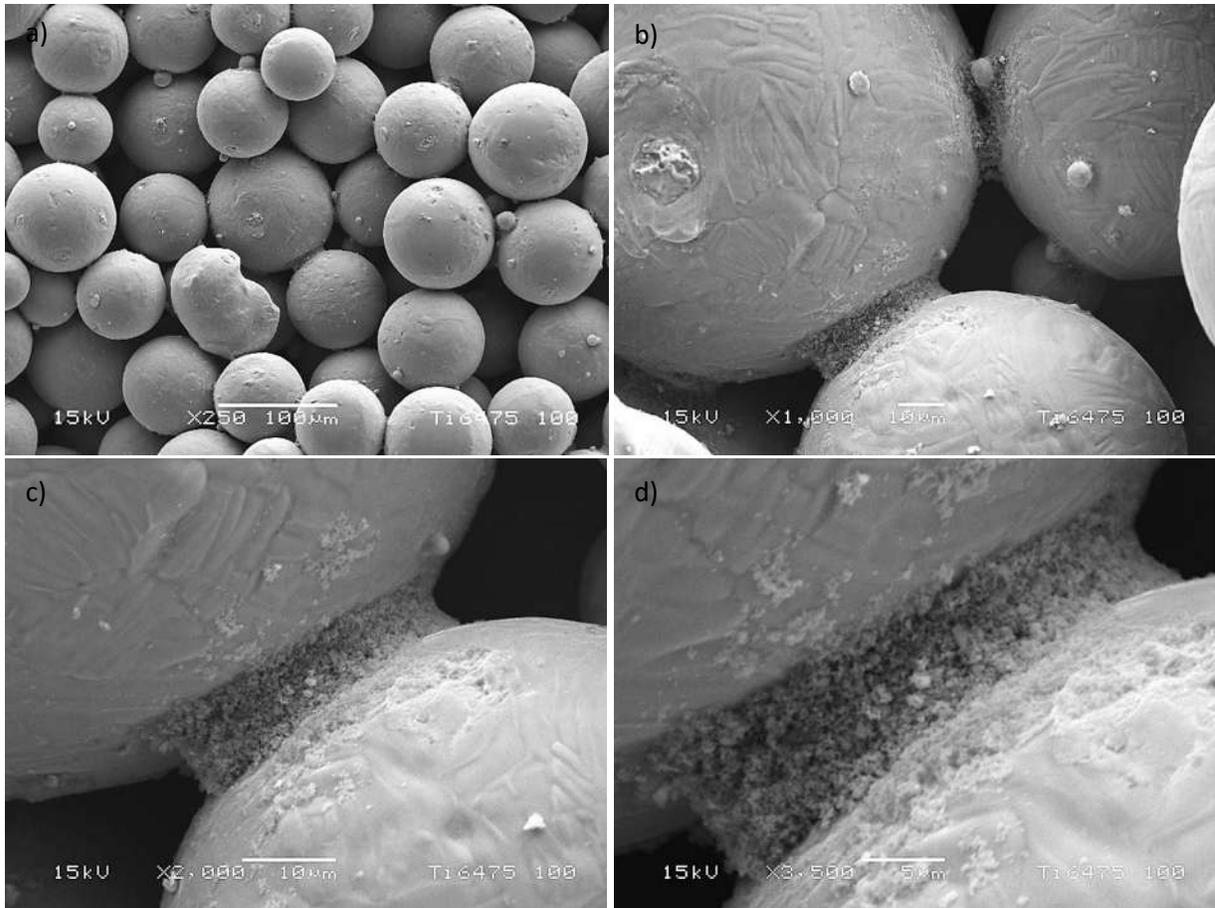


Figura 3:33 MEB de las muestras sinterizadas deTi64 con tamaño de partícula mayor a 75 μm a 1000°C

Ahora que llegamos al tamaño de partícula más grande y al ciclo térmico con la temperatura más elevada Figura 3:33, tenemos una unión entre partículas con inicios de crecimiento de cuello, observado en b), c) y d), entre partículas de semejante diámetro pero con contactos muy pequeños, esto nos indica que el sinterizado se llevó a cabo pero, como era de esperarse, necesita más energía para consolidarse de mejor manera, lo cual conllevaría a aumentar la temperatura o mantener el ciclo térmico durante más tiempo.

3.7.2 Difracción de los rayos X de los polvos iniciales

En los siguientes difractogramas (*Figuras 3:34 y 35*) se muestran el análisis de los polvos sueltos y separados desde menos de 20 hasta 45 μm y de 45 hasta 106 μm respectivamente donde se puede observar los diferentes tipos de fases presentes en la aleación (α , $\alpha + \beta$ y β) que en teoría no debería de aparecer algún conteo para la fase β ya que esta se forma a altas temperaturas.

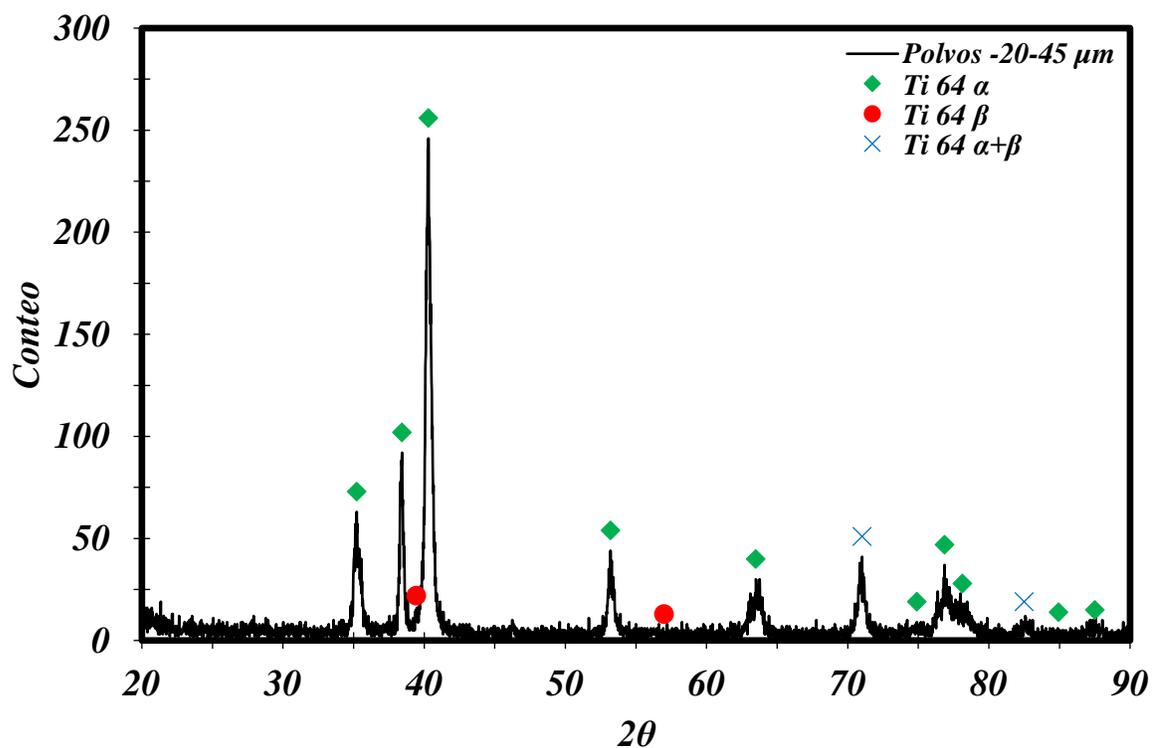


Figura 3:34 Difractograma de los polvos de Ti64 con diámetro desde menos a 20 hasta 45 μm

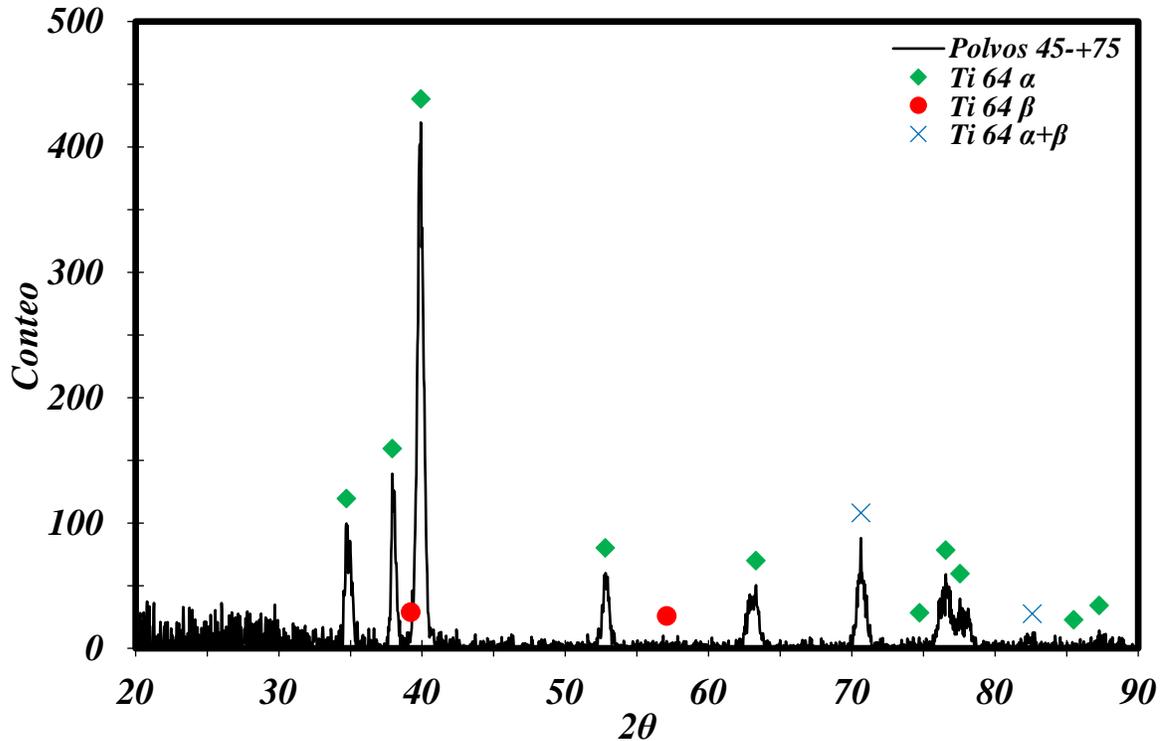


Figura 3:35 Difractograma de los polvos de Ti64 con diámetro desde menos a 20 hasta 45 μm

3.7.3 Difracción de rayos X de las muestras sinterizadas

A continuación se presentan los difractogramas correspondientes a las muestras sinterizadas compuestas de partículas con diámetro menor a 20 μm y 45-75 μm para los diferentes ciclos térmicos utilizados (Figuras 3:36-3:41). Donde en el caso de las muestras compuestas por las partículas más finas y debido a que estas densifican más existe mayor posibilidad de que se presente la fase β lo cual ocurre y para las muestras con tamaño de partícula de entre 45-75 μm se observa que también se presenta la fase β pero en menor proporción como es de esperarse. Buscamos la fase β , porque, esta fase presenta mayor fragilidad y dureza propiedades que no benefician la finalidad de emular las características del sistema óseo.

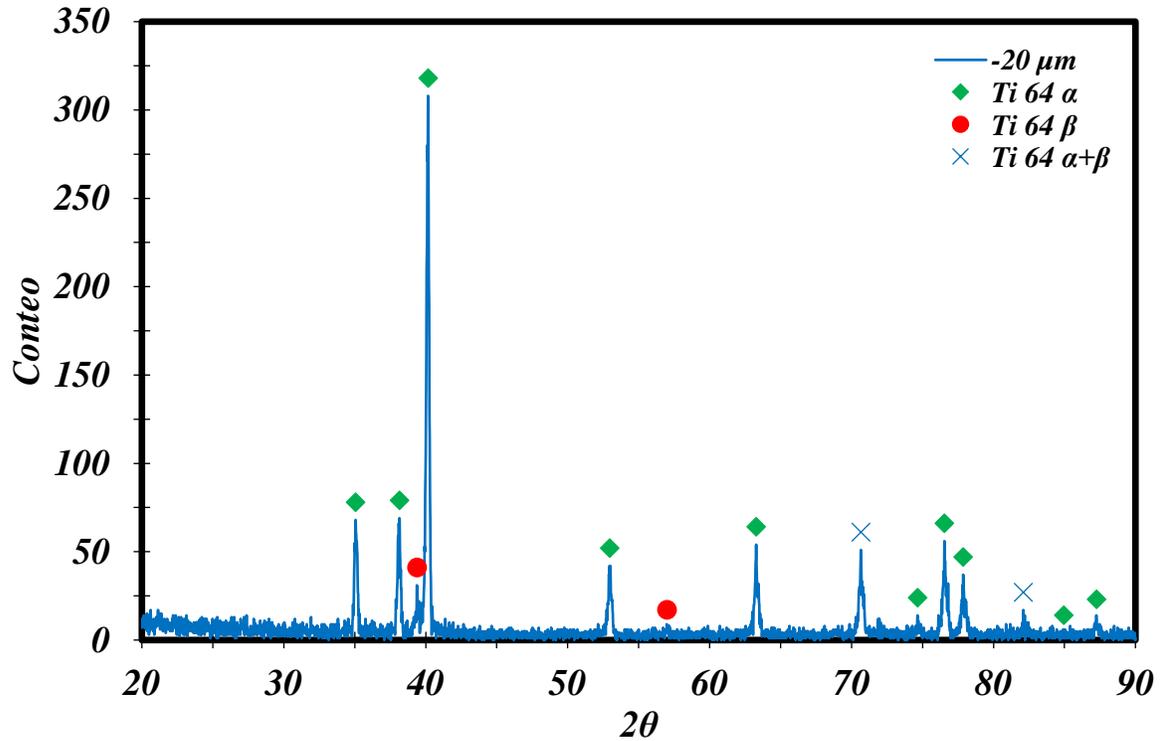


Figura 3:36 Difractograma de los polvos sinterizados de Ti64 con diámetro menor a 20 μm para el ciclo térmico de 900°C

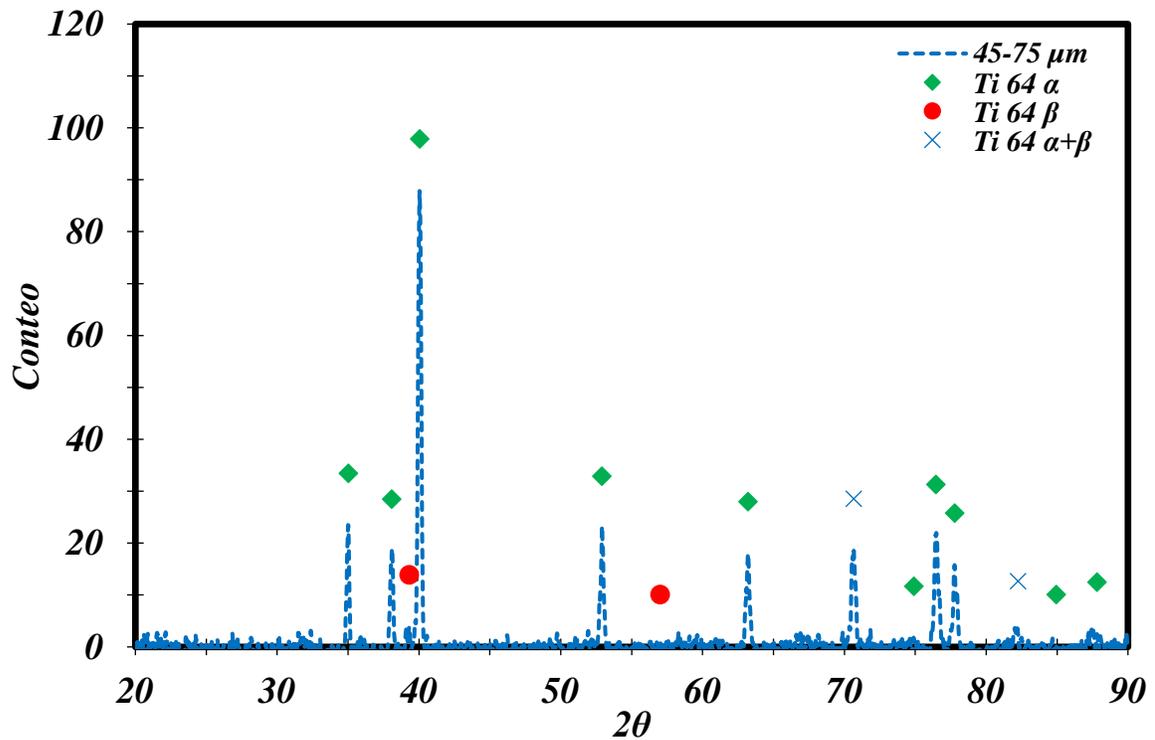


Figura 3:37 Difractograma de los polvos sinterizados de Ti64 con diámetro desde menos a 20 hasta 45 μm para el ciclo térmico de 900°C

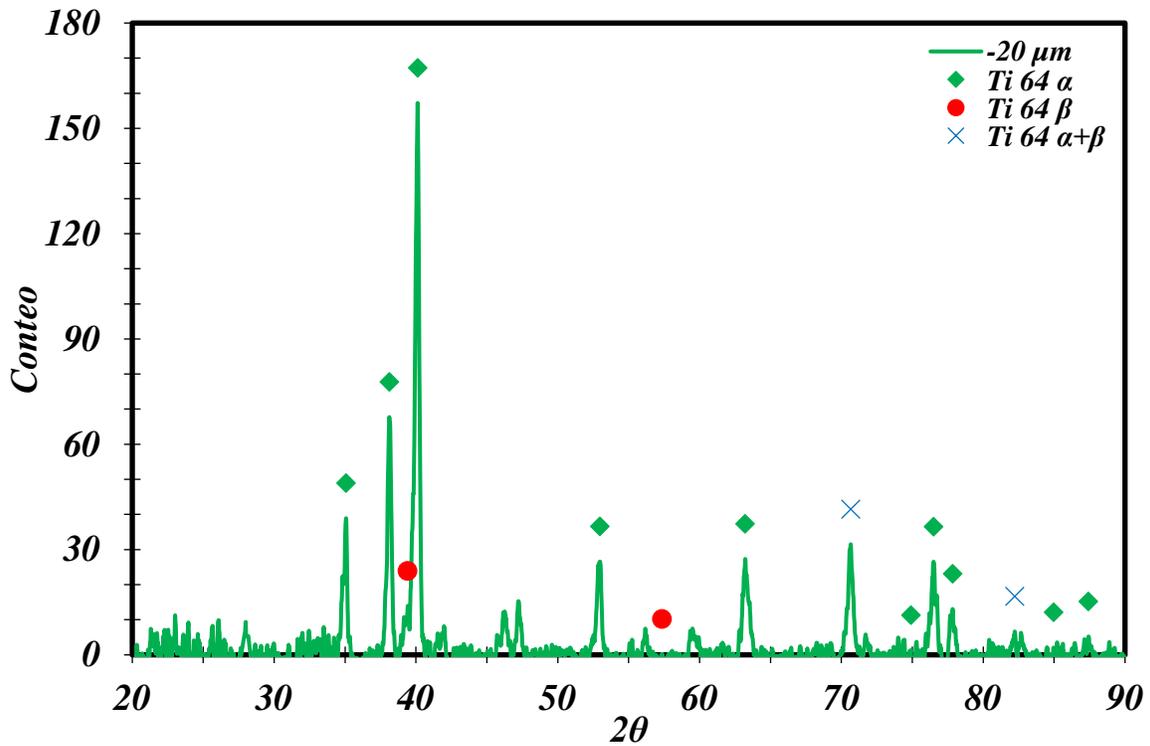


Figura 3:38 Difractograma de los polvos sinterizados de Ti64 con diámetro menor a 20 μm para el ciclo térmico de 950°C

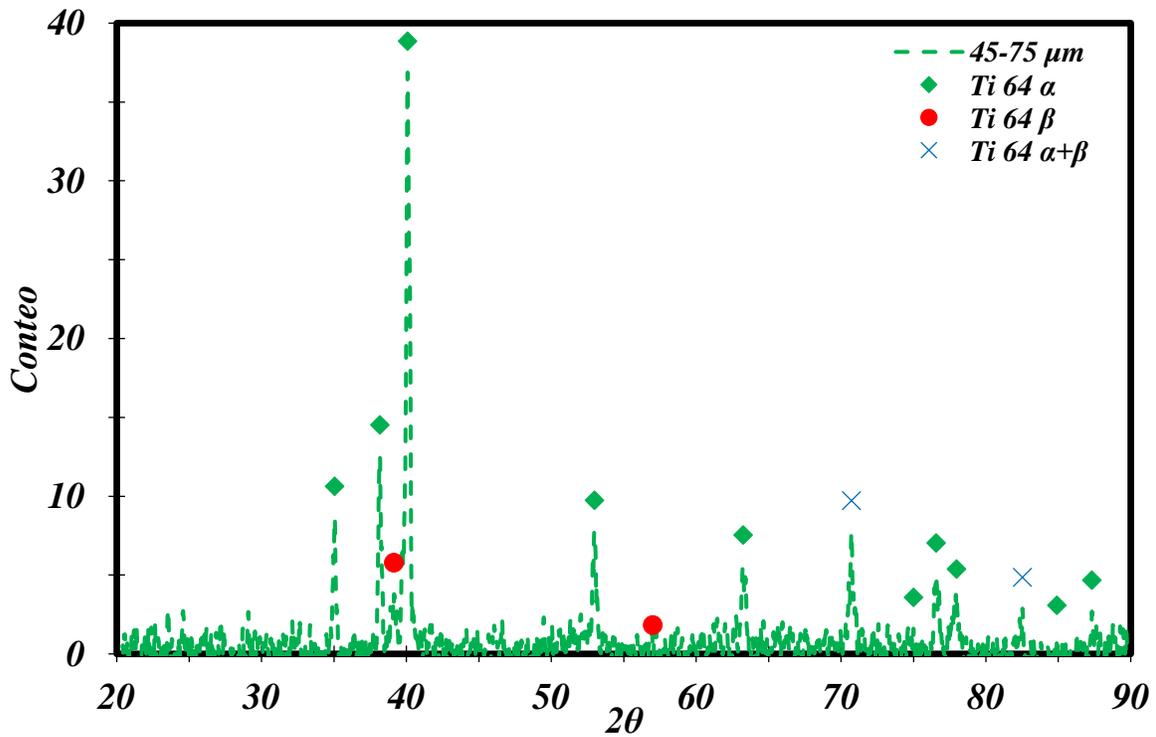


Figura 3:39 Difractograma de los polvos sinterizados de Ti64 con diámetro desde menos a 20 hasta 45 μm para el ciclo térmico de 950°C

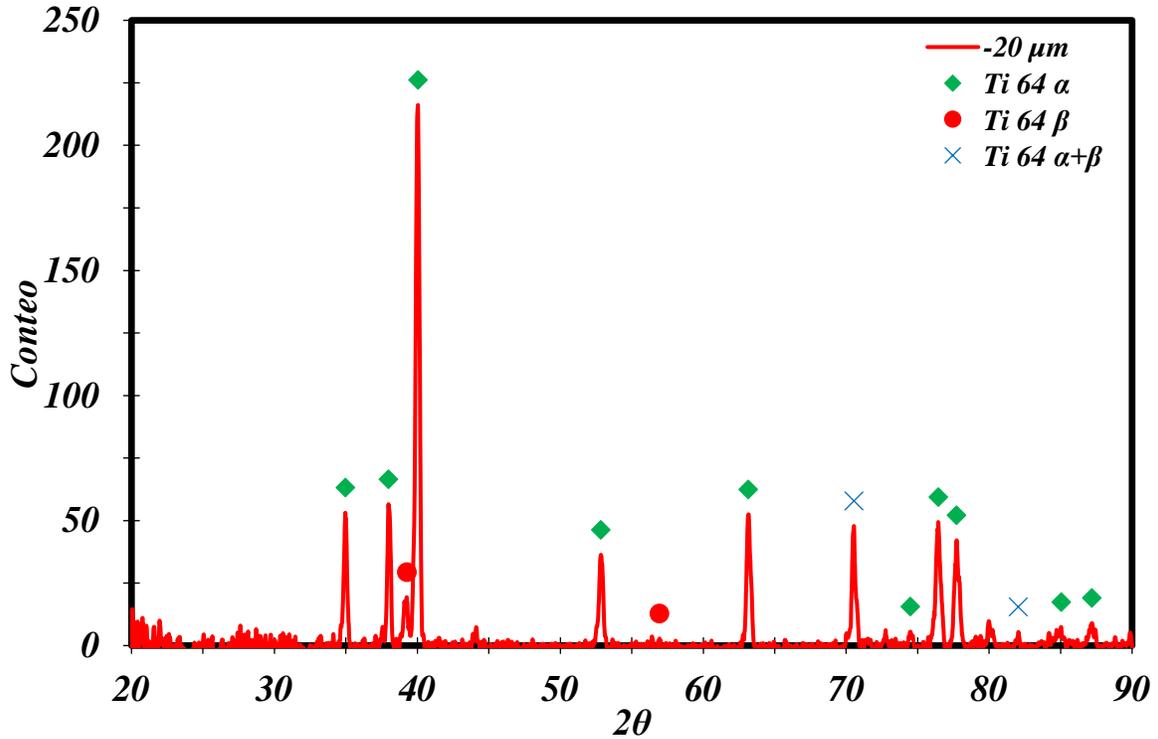


Figura 3:40 Difractograma de los polvos sinterizados de Ti64 con diámetro menor a $20 \mu\text{m}$ para el ciclo térmico de 1000°C

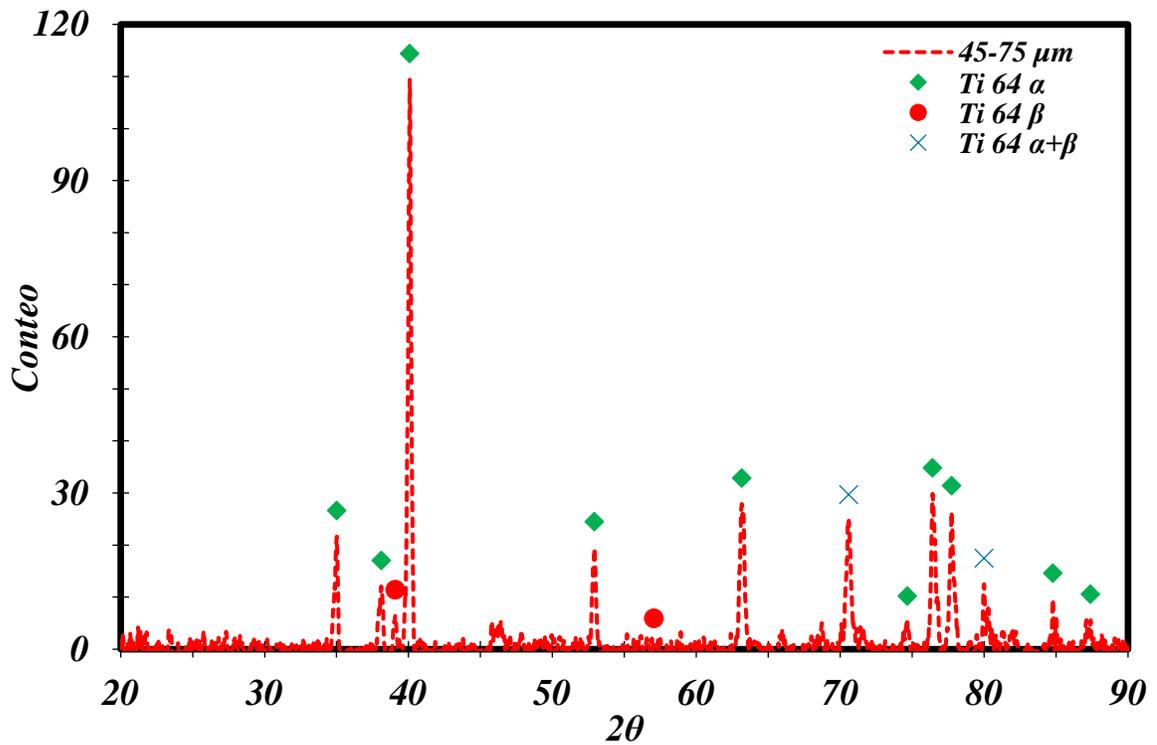


Figura 3:41 Difractograma de los polvos sinterizados de Ti64 con diámetro desde menos a 20 hasta $45 \mu\text{m}$ para el ciclo térmico de 1000°C

Conclusiones

Los resultados obtenidos demuestran que el tamaño de partícula, del polvo de la aleación de Ti64, afecta directamente las propiedades físicas y mecánicas de las muestras obtenidas Tabla 3:2 Demostrando así que, conforme el tamaño de partícula es más pequeño la resistencia mecánica tiende a ser mayor.

La temperatura también demuestra ser un factor muy importante, en cuanto a las propiedades mecánicas se refiere, dando así valores más grandes de resistencia a temperaturas más elevadas.

Para la propiedad física de porosidad, evaluada, tanto el tamaño de partícula como la temperatura demuestra que, a mayor tamaño de partícula y menor temperatura de sinterizado mayor es la cantidad, en volumen, de poros interparticulares que las de menor tamaño de partícula y mayores temperaturas. O sea, que las partículas de mayor diámetro necesitan una mayor cantidad de energía de activación para poder tener unión de las mismas, por lo tanto para estos diámetros de partículas, a mayor temperatura mejor unión de partículas y menor volumen de poros en la muestra y con las partículas de diámetros más pequeños la energía de activación se disminuye, al ser mayor el área de contacto entre partículas, por lo tanto con temperaturas no muy grandes se tienen uniones de partículas con relativa facilidad y a temperaturas mucho más altas la densidad aumenta lo cual disminuye la cantidad, en volumen, de poros.

Durante las observaciones de microscopía electrónica de barrido (MEB) se observó durante las numerosas figuras presentadas, que el sinterizado es exacto al demostrado por la teoría del mismo.

Las pruebas de Difracción de Rayos X nos demuestran que a las temperaturas trabajadas de 900, 950 y 1000°C, la fase α y $\alpha+\beta$ están presentes en todas las muestras lo cual es un resultado deseable ya que presentan características similares con las del hueso humano, y muestran que la fase β es nula o casi nula y estas, lo cual es también deseable, ya que esta fase presenta resulta en piezas más plásticas y flexibles, que no emularían el hueso humano con buenos resultados.

Referencias

- [1] OMS, «Organización mundial de la salud,» [En línea]. Available: <http://www.who.int/es/>. [Último acceso: Diciembre 2015].
- [2] W. Aguirre, Osteoporosis 2015, Quito: SECUAMEM, 2015.
- [3] J. Zanchetta, Epidemiología, Costos e impacto de la osteoporosis, EUA: International Osteoporosis Foundation, 2012, pp. 45-52.
- [4] J. William D. Callister, de *Introducción a la ciencia e ingeniería de los materiales*.
- [5] J. L. Cabezas villa, Estudio mediante dilatometría in situ del sinterizado restringido de polvos, Morelia, 2014.
- [6] B. M. d. H. Iglesias, Molibdenizado-Auminizado de sustratos de Ti y Ti6Al4V pulvimetalúrgico y laminado mediante pack cementation, Madrid, 2011.
- [7] A. L. Paz ponce de leon, Estudio del Sinterizado de Polvos de Ni-Fe-Sb con Memoria de Forma, Morelia, 2015.
- [8] E. G. Trigeros, Artist, *Estudio de la modificación superficial de aleaciones de titanio por procesos de difusión*. [Art]. Universidad Carlos III Madrid, 2013.
- [9] O. A. Garcia, Estudio de las propiedades texturales y estructurales de la titania mesoporosa, Morelia, 2013.
- [10] H. Jin, Q. Wu y C. Chen, Microporous and Mesoporous Materials, 2006.
- [11] R. H. Lopez, Artist, *Caracterización de Medios Porosos y Procesos Percolativos y de transporte..* [Art]. Universidad Nacional de San Luis, 2004.
- [12] D. C. D. Daniel J. Jorgensen, «Ti-6Al-4V with micro- and macropores produced by powder sintering and electrochemical dissolution of steel wires,» *Materials Science and Engineering*, pp. 849-853, 2010.
- [13] V. B. WC y C. SC, Handbook of Bioengineering, Mc Graw Hill, 1987.
- [14] J. M. R. Lopez, Artist, *Obtención y Caracterización de titanio poroso para implantes dentales*. [Art]. Escuela Técnica Superior de Ingenieros, 2009.

- [15] C. E. M. Arenas, Artist, *Biología Celular e Histología médica TEJIDO OSEO*. [Art]. Universidad Nacional Autónoma de México, 2010.
- [16] A. A. M. G., «Estudio de las propiedades mecánicas del sistema óseo,» *Ingeniería e Investigación*, pp. 14-19.
- [17] C. M y P. J.L., «Comportamiento mecánico del sistema óseo,» Valencia, 1999.
- [18] P. M. L. C., «Structure and properties of titanium and titanium alloys,» 2005.
- [19] F. D. Albeza, Artist, *Estudio de las propiedades microestructurales y mecánicas de aleaciones de Ti-Mo obtenidas por pulvimetalurgia*. [Art]. Universidad Politécnica de Valencia, 2011.
- [20] M. d. I. M. C. Bautista, Artist, *Efecto de la modificación superficial de la aleación Ti6Al4V en condición de contacto lubricado con polietileno de ultra alto peso molecular*. [Art]. Universidad Nacional de Colombia, 2013.
- [21] L. K. L. A. C. d. S. S.L.R. da Silva, «X-Ray diffraction measurements of plasma-nitrided Ti-6Al-4V,» *Surface and Coatings Technology*, pp. 342-346, 1999.
- [22] M. G. K. P. M. P. R. B.B. Panigrahi, «Sintering kinetics of micrometric titanium powder,» *Materials Science and Engineering*, pp. 255-262, 2005.
- [23] J. A. A. E. A. M. O. M., «Osteointegración: Una cascada de eventos,» *Revista Facultad de Odontología U. de A.*, vol. 12, n° 1, pp. 27-34, 2000.
- [24] B. B. Panigrahi, «Sintering behaviour of Ti-2Ni and Ti-5Ni elemental powders,» *Science Direct*, pp. 152-155, 2006.
- [25] L. C. C. Roman, Artist, *Relación entre microestructura y resistencia a la corrosión de la aleación biocompatible Ti6Al4V en caliente*. [Art]. Universidad Nacional de Colombia, 2009.
- [26] A. M. Sanchez, Artist, *Desarrollo de Aceros Sinterizados con Nanofibras de Carbono*. [Art]. Universidad Carlos III, 2011.
- [27] S. L. G. S. M. Q. Y.F. Ymag, «Sintering of Ti-10V2Fe-3Al and mechanical properties,» *Materials Science and Engineering*, pp. 6719-6726, 2011.

- [28] S. L. X. W. G. S. M. Q. Y. Xia, «The sintering densification, microstructure and mechanical properties of gamma Ti-48Al-2Cr-2Nb alloy with a small addition of copper,» *Materials Science And Engineering*, vol. 300, p. 293, 2013.

Anexo

Glosario

Aleación: La aleación es una combinación de propiedades metálicas, que está compuesta por dos o más elementos metálicos. Mayoritariamente las aleaciones son consideradas mezclas, al no producirse enlaces estables entre los átomos de los elementos involucrados.

Área superficial: Es una propiedad de fundamental importancia ya que controla la interacción química entre sólidos y líquidos o gases. Determina, por ejemplo, la rapidez con la que un sólido se quema, como una sustancia en polvo se disuelve en un solvente, de qué manera los materiales de construcción resisten el clima, en qué grado un catalizador promueve una reacción química, o con qué efectividad un adsorbente remueve una sustancia contaminante.

Biocompatibilidad: Es un término derivado del griego *BIOS* “vida” y *compatibilidad* “capacidad de estar con”. Es la capacidad de un material para no interferir ni degradar el medio biológico en el cual son utilizados. Este término es utilizado principalmente para los materiales médicos en contacto directo, breve o prolongado, con los tejidos y fluidos del cuerpo humano.

Biomaterial: Es un material que puede ser utilizado en algún implante o prótesis. En términos médicos un biomaterial es un compuesto que farmacológicamente es inerte diseñado para ser implantado o incorporado dentro de un sistema vivo. En este sentido el biomaterial se implanta con el objetivo de sustituir o regenerar tejidos vivos y sus funciones.

El hueso cortical: Forma la diáfisis (la porción alargada de los huesos largos que queda en el medio de las epífisis o porciones distales de los mismos). Aparecen como una masa sólida y continua cuya estructura solo se ve al microscopio óptico. Y constituye el 80% de esqueleto.

Energía de activación: En química y biología es la energía mínima que necesita un sistema antes de poder iniciar un determinado proceso. La energía de activación suele utilizarse para denominar la energía mínima necesaria para que se produzca una reacción química dada. Para que ocurra una reacción entre dos moléculas, éstas deben colisionar en la orientación correcta y poseer una cantidad de energía mínima. A medida que las moléculas se aproximan, sus nubes de electrones se repelen. Esto requiere energía (energía de activación) y proviene de la energía térmica del sistema, es decir la suma de la energía traslacional, vibracional, etcétera de cada molécula. Si la energía es suficiente, se vence la repulsión y las moléculas se aproximan

lo suficiente para que se produzca una reordenación de los enlaces de las moléculas. La ecuación de Arrhenius proporciona la base cuantitativa de la relación entre la energía de activación y la velocidad a la que se produce la reacción.

Forja: Es un proceso de fabricación de objetos conformado por la deformación plástica que puede realizarse en caliente o frío y que en la deformación del material se produce la aplicación de fuerzas de compresión.

Implante: Los implantes son dispositivos médicos creados para mejorar alguna estructura biológica faltante. Los implantes quirúrgicos están hechos para el hombre, en contraste a un trasplante, en el cual se trasplanta tejido biomédico. La superficie de los implantes que llegan a tener algún tipo de contacto con el cuerpo pueden estar hechos de biomateriales, como: titanio, silicona, o apatito dependiendo de qué sea más funcional. En algunos casos los implantes poseen materiales electrónicos, como por ejemplo un marcapasos y un implante coclear. Algunos implantes son bioactivos, tales como los dispositivos de administración de fármacos subcutáneos in forma de pastillas implantables o un Estent.

Injerto: En medicina es un procedimiento quirúrgico que traslada una parte del cuerpo a otra, existen 3 tipos: a) Injertos de piel (es normalmente usado para el tratamiento de pérdidas de piel debidas a heridas, quemaduras, infección, o cirugía) b) Injerto de hueso (e usa en implantes dentales, así como en otros procedimientos. El hueso puede ser auto trasplantado, normalmente obtenido de la cresta ilíaca de la pelvis, o de un banco de huesos) c) Injerto vascular (es el uso de vasos sanguíneos trasplantados o protésicos en procedimientos quirúrgicos).

Macroporos: Poros o espacios vacíos que comprenden tener un diámetro mayor a 50 nm.

Mecanizado: Es un proceso de fabricación que comprende un conjunto de operaciones de conformación de piezas mediante la eliminación de material ya sea por arranque de viruta o por abrasión. Se lleva a partir de materiales semielaborados como lingotes u otras piezas previamente conformadas por otros procesos como moldeo o forja.

Mesoporos: poros o espacios vacíos que comprenden tener un diámetro de entre 2-50 nm.