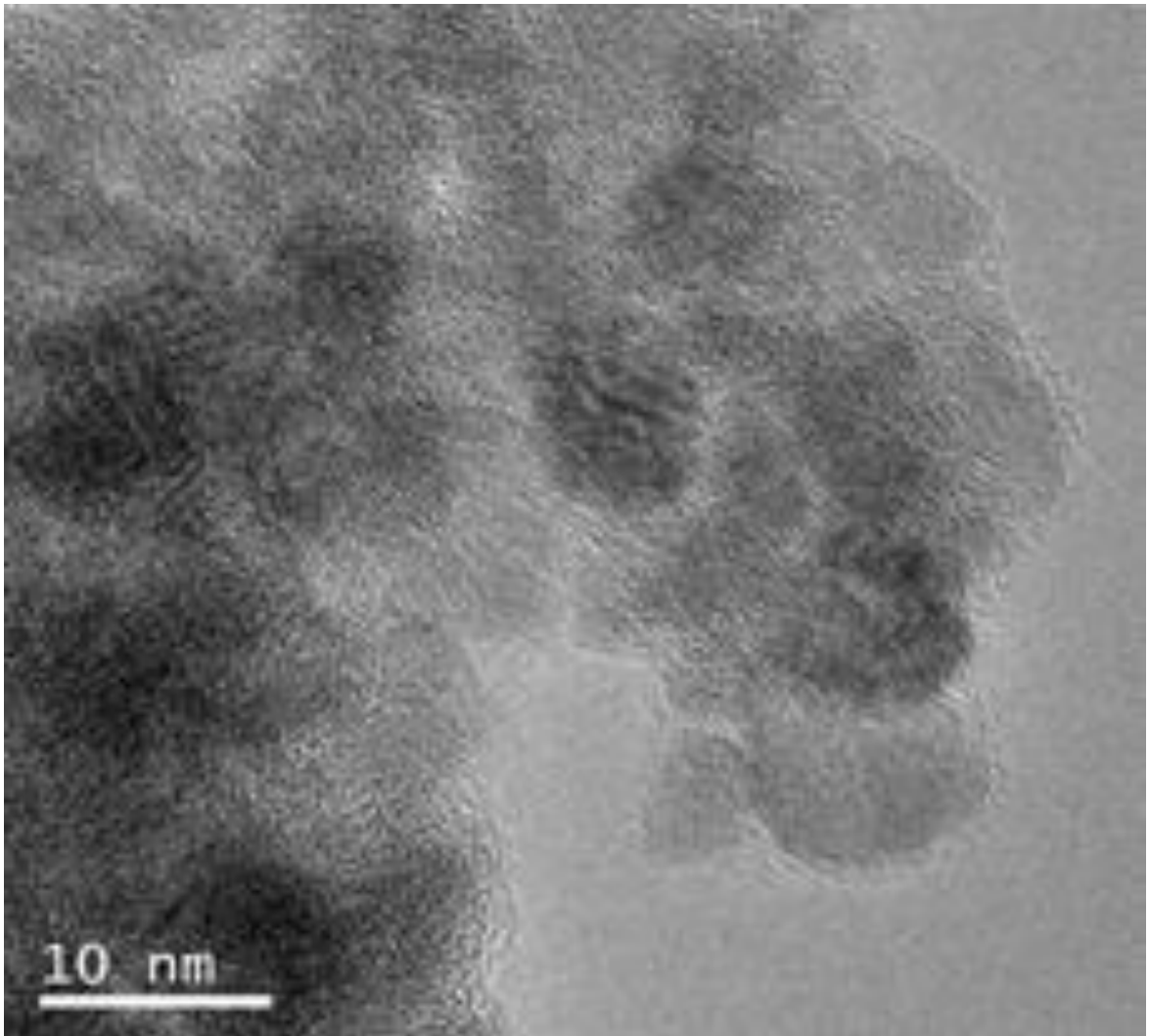
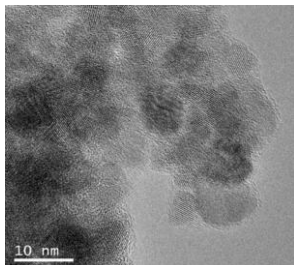


# Material-ES

REVISTA DE LA SOCIEDAD ESPAÑOLA DE MATERIALES





### *Imagen de Portada:*

Microestructura obtenida por HRTEM de polvos de circonita estabilizada con ceria obtenidas mediante síntesis asistida por microondas.

SÍNTESIS HIDROTHERMAL ASISTIDA POR MICROONDAS DE NANOPARTÍCULAS DE CIRCONA ESTABILIZADA CON CERIA  
C.M. Zoilo, R. Moreno, J.C. Fariñas

### **Editor**

Rodrigo Moreno. *Instituto de Cerámica y Vidrio, CSIC. Madrid. España.*

### **Secretaría**

Anna Muesmann. *SOCIEMAT. Madrid. España.*

### **Junta Directiva de SOCIEMAT**

#### **Presidente:**

Juan José de Damborenea González

#### **Vicepresidente:**

Rodrigo Moreno Botella

#### **Secretaria:**

Gloria Patricia Rodríguez Donoso

#### **Tesorera:**

Anna M<sup>a</sup> Muesmann Torres

#### **Presidente Saliente:**

Paloma Fernández Sánchez

#### **Vocales:**

M<sup>a</sup> Victoria Biezma Moraleda

Jose Ygnacio Pastor Caño

M<sup>a</sup> Teresa Pérez Prado

José Luis Plaza Canga-Argüelles

Daniel Sola Martínez

---

URL: <http://sociemat.es>

Correo electrónico: [info@sociemat.es](mailto:info@sociemat.es) / [sociemat1996@gmail.com](mailto:sociemat1996@gmail.com)

Tel.: 618 170 493

Sociedad Española de Materiales SOCIEMAT

Entidad inscrita en el R<sup>o</sup> Nacional de Asociaciones del

Ministerio del Interior, Grupo 1, Sección 1, Número Nacional 161428

### ÍNDICE

#### ARTÍCULOS

##### ARTÍCULO INVITADO

La importancia de la divulgación y la comunicación científica en materiales:  
¿SOCIEMAT, te apuntas?

J. Díaz-Marcos ..... 45

##### Finalista Premio SOCIEMAT Caja de Ingenieros Mejor Trabajo de Fin de Grado en Ingeniería en Materiales

Electric current activated / assisted sintering (ECAS): an innovative process  
in metal forming

A. Dolz Ripollés, J. A. Calero Martínez, M. N. Salán Ballesteros ..... 49

Estudio de la influencia de los parámetros de fabricación en el agrietamiento de la  
superalación IN738LC

M. Vilanova, M. San Sebastian, T. Guraya ..... 53

Síntesis hidrotermal asistida por microondas de nanopartículas de circonita  
estabilizada con ceria

C.M. Zoilo, R. Moreno, J.C. Fariñas ..... 57

### **EDITORIAL**

Desde SOCIEMAT agradecemos una vez más a todas las personas que ha hecho posible cerrar un nuevo número de nuestra revista Material-ES, que cierra su tercer año de vida con un artículo invitado a cargo de J. Díaz-Marcos en el que no solo se incide en la importancia de la divulgación científica sino que se nos invita a SOCIEMAT de forma expresa, es decir, a todos sus integrantes, a participar de forma activa en el creciente interés por fomentar y liderar las tareas de divulgación en ciencia de materiales en España. Asimismo, se publica el trabajo de A. Dolz Ripollés, que quedó finalista en la convocatoria al Premio Caja de Ingenieros al Mejor Trabajo de Fin de Grado en Ingeniería de Materiales 2019. Se incluye también un estudio sobre los parámetros de fabricación en el agrietamiento de la superaleación IN738LC y un trabajo de síntesis de circona estabilizada con ceria usando tecnología de microondas.

Tras el reciente éxito alcanzado por SOCIEMAT con la organización del congreso EUROCORN 2019 en Sevilla, cuyo máximo responsable fue nuestro Presidente, Prof. Juan José de Damborenea, al que felicitamos fervientemente por el notorio éxito conseguido, la Junta Directiva de SOCIEMAT está ya plenamente involucrada en la organización de dos eventos este año, el Congreso Nacional de Materiales CNMAT2020 en Málaga del 23 al 26 de junio (la información relevante se encuentra disponible en la página web <https://cnmat2020.com/>), y el Junior EUROMAT 2020, que se celebra en Granada del 12 al 16 de julio (más información en <https://junioeuromat2020.com/>).

En relación al CNMAT2020 ya se ha abierto el plazo de inscripción así como el plazo para la presentación de resúmenes. Este año contamos con varias novedades, como la creación de un Concurso de Estudiantes en el que pretendemos fomentar la participación de los jóvenes investigadores que están realizando sus estudios de máster y de doctorado, o doctores que hayan defendido su tesis doctoral durante el mismo año 2020. Esperamos que este concurso sea un aliciente para los jóvenes y apostamos por darle la máxima visibilidad dándoles un foro de presentación de sus ponencias que no solape con el resto de comunicaciones y sesiones, con lo que esperamos animar también a los investigadores senior a apoyar y atender las conferencias de los jóvenes investigadores.

Por otra parte, y siempre con el objetivo de potenciar la participación de nuestros jóvenes investigadores, os animamos fervientemente a aprovechar la celebración del Junior EUROMAT 2020 en España y apoyar esta nueva iniciativa de SOCIEMAT con la presencia de los investigadores noveles. Ya está abierto también tanto el plazo de inscripción como el plazo de envío de resúmenes.

Os animamos a consultar periódicamente las páginas web de ambos Congreso y a comenzar a hacer vuestros planes de participación en ellos.

Finalmente, aprovechamos estas fechas para desearos una Feliz Navidad y los mayores éxitos personales y profesionales en el Nuevo Año 2020.

**ARTÍCULO INVITADO****LA IMPORTANCIA DE LA DIVULGACIÓN Y LA COMUNICACIÓN CIENTÍFICA EN MATERIALES: ¿SOCIEMAT, TE APUNTAS?****J. Díaz-Marcos<sup>1</sup>**

<sup>1</sup>Centros Científicos y tecnológicos de la Universidad de Barcelona (CCiTUB). C/Lluís Solé i Sabaris,1. 08035, BCN, jdiaz@ccit.ub.edu

**Resumen:** En el siguiente texto se aborda la importancia de la divulgación científica para informar a la sociedad sobre la importancia de los materiales y para afrontar la batalla ideológica contra las *fake news* en este campo, que poco a poco van invadiendo la sociedad de la información. En paralelo, se muestra algún caso de éxito de proyectos de divulgación que están logrando aproximar a la sociedad el mundo de los nanomateriales y por último, se invita a la comunicación científica de SOCIEMAT a abordar este tipo de proyectos como soluciones útiles para su trabajo en el mundo de los materiales.

**Palabras clave:** Divulgación, comunicación científica, Fake News, Materiales, Nanotecnología

**1. INTRODUCCIÓN.**

El mundo de los materiales no es ajeno a las *fake news* o falsos mitos, siendo el mundo de los plásticos el paradigma de este hecho. Es más, no hace mucho se publicó una guía para contrarrestar muchos de estos falsos y erróneos mitos [1]. Este hecho no es baladí, porque según la consultora líder mundial en tecnologías de la información, Gartner, en el 2022 el público occidental consumirá más noticias falsas que verdaderas y que no habrá suficiente capacidad, ni material ni tecnológica, para contrarrestarlas. Se ha de remarcar que Gartner, con sede en Stamford, tuvo como mayor accionista a la compañía de capital riesgo Silver Lake; por lo tanto, no sabemos si esta noticia sobre *fake news* en realidad es una *fake news* o un vaticinio interesado.



**Figura 1.** Fake News (<https://bit.ly/2OFaqEB>)

Sinceramente creo, que desde la Sociedad de Materiales se ha de liderar la comunicación y divulgación científica en materiales en España, para así, como primer objetivo, acabar o al menos contrarrestar todos los errores y falsedades que a veces leemos o escuchamos sobre los

materiales y en paralelo, por otra serie de consecuencias y hechos importantes que, a continuación, mostrarán la importancia de este tipo de actividades.

**2. FOMENTANDO LA CURIOSIDAD, EL CONOCIMIENTO Y LA COMPRENSIÓN CIENTÍFICA.**

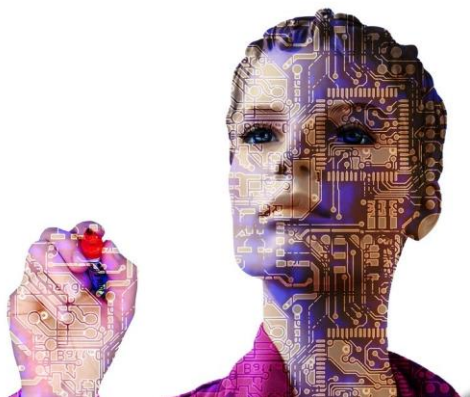
Vivimos una época dorada de la comunicación, la participación pública y la divulgación de la ciencia, áreas, por otra parte, que permiten fomentar la curiosidad, el acercamiento o la comprensión de los conceptos, procesos y aplicaciones de la ciencia.

El final del siglo XX y principios del XXI ha supuesto todo un hito para la comunicación científica, destacando las actuaciones en el campo de la genética, comenzando por las acciones para descifrar el genoma humano y continuando con la revolución actual de las nuevas técnicas de edición genética, como el CRISPR [2].

La comunicación científica es más compleja que simplemente traducir la jerga de la ciencia al lenguaje que el público comprende. Su complejidad se deriva de la diversidad e interconexión de sus muchos elementos, incluidos los objetivos de la comunicación, el contenido que se transmite, el formato en el que se presenta y las personas y organizaciones involucradas. Las personas abordan la comunicación científica desde sus propios puntos de partida: una combinación de expectativas, conocimientos, habilidades, creencias y valores que, a su vez, están conformados por influencias sociales, políticas y económicas más amplias. Las organizaciones e instituciones involucradas en la comunicación científica agregan sus propias preocupaciones e influencias. Además, el panorama de la comunicación está cambiando drásticamente en formas que ofrecen oportunidades sin precedentes para comunicarse y



conectarse con otros, pero también plantean muchos desafíos. Una tarea clave es identificar los factores claves y mejores prácticas para una comunicación científica efectiva que anticipe y responda adecuadamente a esta complejidad [3].



**Figura 2.** *Science Communication*  
(<https://bit.ly/37xuUI3>)

Aunque algunos objetivos de la comunicación científica pueden lograrse mediante la transmisión unidireccional de la información a un público objetivo, otros objetivos se logran mejor mediante el diálogo que se produce a través del compromiso público formal [4]. Objetivos como generar la emoción, el intercambio de información necesaria para una decisión y la búsqueda de puntos en común entre las diversas partes interesadas se prestan al compromiso público como estrategia de comunicación. Además, la participación pública puede ser una forma importante de conocer las inquietudes, preguntas y necesidades de la audiencia a la que se dirige la información. Un informe reciente de las Academias Nacionales de Ciencias, Ingeniería y Medicina [5] que incluye una recomendación sobre el compromiso público para la tecnología emergente de edición de genes proporciona un ejemplo útil de las razones para utilizar dicho enfoque. A medida que avanza la ciencia de edición de genes, genera muchas preguntas sobre la ciencia y sus aplicaciones, así como la ética y la gobernanza de su uso.

En términos más generales, la participación pública ofrece oportunidades para facilitar la transparencia y el consentimiento informado entre las partes interesadas y para que cada parte aprenda y enseñe a otras personas involucradas en el debate. Un componente esencial de la enseñanza y el aprendizaje mutuos, es la oportunidad de aclarar las creencias y la comprensión de uno, revisar sus opiniones, conocer el pensamiento de los demás y articular valores en medio de la incertidumbre sobre las implicaciones sociales de una decisión. Un beneficio clave de tales procesos es construir y mantener la confianza a través de un proceso justo, abierto y transparente. Cuando los científicos son transparentes sobre cualquier conflicto de intereses, fuentes de financiación o afiliaciones importantes relacionadas con su trabajo, se pueden mejorar las opiniones públicas sobre su integridad [6]. Sin embargo, cuando se trata de

cuestiones moralmente complejas, el resultado puede ser más importante para las personas que la imparcialidad del proceso [7]. En estas circunstancias, simplemente garantizar un proceso justo puede no ser suficiente para fomentar la confianza y la cooperación entre los distintos actores.

La participación pública es un reto mayúsculo. El proceso de reunir a muchas partes interesadas y públicos diferentes, es un desafío que requiere una preparación y apoyo sustanciales. Algunos críticos sugieren que los bajos niveles de conocimiento y atención de la ciencia por parte del público general y los bajos niveles de participación general, pueden hacer que el proceso sea improductivo o incluso contraproducente en algunos casos [8]. De todos modos, es innegable que la participación pública es una poderosa herramienta e incluso puede ser especialmente útil cuando la ciencia está involucrada en una controversia, por lo que es importante que la investigación preste atención al diseño de los procesos de participación y deliberación que involucren a la ciencia en una amplia gama de circunstancias.

Una herramienta de participación ciudadana muy poderosa, que poco a poco está comenzando a despuntar, es la llamada ciencia ciudadana [9]. La ciencia ciudadana crea un nexo entre ciencia y educación que, junto con las tecnologías emergentes, expande las fronteras de la investigación y el compromiso público.

Este tipo de proyectos de ciencia ciudadana suelen estar asociados a la ecología, biología, medio ambiente o medicina, pero el mundo de los materiales también se puede aprovechar de esta potente herramienta.

Por otra parte, existen otras posibilidades para comunicar ciencia, más allá de las asociadas a la participación ciudadana directa, proyectos donde los ciudadanos sean los receptores de la divulgación científica y puedan aprender de los avances y los resultados de la ciencia y las nuevas tecnologías. En el mundo de los materiales, sin duda alguna la revolución de la nanotecnología está marcando muchas de las acciones de comunicación científica que se están realizando a nivel mundial y que, indudablemente, están lideradas por los Estados Unidos, con iniciativas como la NNI [10] y la NISE network [11].

En el próximo punto, hablaremos de las acciones que se están realizando en nuestro país, y que pueden servir de ejemplo para coordinar acciones más amplias en el mundo de los materiales, donde SOCIEMAT se convierta en uno de los actores principales para liderarlas.

### 3. ESTADO DE LA NANODIVULGACIÓN EN ESPAÑA.

La nanociencia y la nanotecnología tienen un impacto creciente en nuestras vidas y es capital que la juventud

esté preparada para entender las oportunidades y los retos asociados a sus aplicaciones. La divulgación de estas disciplinas es complicada, tanto por el hecho de que se trata de ámbitos de conocimiento transversales y complejos como por la terminología altamente especializada que emplea la comunidad científica. A pesar de ello, son áreas de conocimiento clave en nuestras vidas por el impacto que tienen, tanto en el presente como en un futuro inmediato.

¿Qué se está haciendo en España por divulgar / formar en nanotecnología a los ciudadanos y a los futuros candidatos a “nanotecnol@”?

No hay ningún plan específico que intente abarcar diversos niveles educativos ni aglutine a las comunidades autónomas. Existe un marco relativamente aglutinador a través de las convocatorias de la fundación de ciencia y tecnología (fecyt)<sup>1</sup> a las que algunas iniciativas individuales solicitan ayudas sin que haya líneas prioritarias y existe un desajuste entre las líneas prioritarias del plan nacional y esta interesante iniciativa de fomento de la divulgación.

Existen diferentes hitos en la nanodivulgación en España, puede que uno de las primeras fuera la creación de la Unidad Didáctica “NANOCIENCIA Y NANOTECNOLOGIA (NyN): Entre la ciencia ficción del presente y la tecnología del futuro” [12] que se distribuye en España en Institutos y colegios desde el 2008. La existencia de experiencias más interactivas (como exposiciones, talleres, etc.) son también uno de los puntos que refuerzan la idea de la necesidad que tiene la sociedad de saber sobre NyN. Existen decenas de actividades más, que harían imposible resumirlas en este artículo, lo que si haremos será resumir alguna de las más destacadas, dando pequeñas pinceladas de las mismas, con la idea de poder explicarlas en profundidad en futuros artículos.

Así, por ejemplo, nos encontramos con las “Cajas didácticas sobre nano”, unos kits creados por la empresa ESCIENCIA y el Instituto de Nanociencia de Aragón, con material fácilmente manipulable en el aula sobre experimentos nano. A partir de aquí, consiguieron que el desconocimiento entre los padres de los alumnos sobre la nanociencia pasará de un 75% antes de tener el kit en el aula de sus hijos, a un 27%. Como último proyecto, presentaron el “Nanomartes”, un maletín con varios experimentos nanotecnológicos que cada martes cambia de instituto, llegando al máximo de alumnos posibles en Aragón, lugar dónde se ha desarrollado.

<sup>1</sup> La Fundación Española para la Ciencia y Tecnología, FECYT, es una fundación pública dependiente del Ministerio de Economía y Competitividad a través de la Secretaría de Estado de I+D+I (SEIDI) cuya misión es impulsar la ciencia e innovación, promoviendo su integración y acercamiento a la sociedad, apoyando en el ámbito de sus funciones las necesidades de los agentes del Sistema Español de Ciencia, Tecnología e Innovación.

Otro ejemplo, qué también combina educación y divulgación de las nanotecnologías lo encontramos en el proyecto **NanoEduca** [13]. Una iniciativa conjunta de la Universidad de Barcelona (UB), el Instituto Catalán de Nanociencia y Nanotecnología (ICN2), la Universidad Autónoma de Barcelona (UAB) y el Centro de Recursos Pedagógicos Específicos de Apoyo a la Innovación y la Investigación Educativa (CESIRE), del Departamento de Educación de la Generalitat de Cataluña. Este esfuerzo coral tiene por objetivo acercar las herramientas, el lenguaje y las aplicaciones de la nanociencia y la nanotecnología a los institutos de secundaria. Desde 2015, los contenidos de NanoEduca han llegado a más de 7.000 alumnos de más de 400 centros educativos, principalmente en Cataluña pero también en el País Vasco, la Comunidad de Madrid y la ciudad austriaca de Salzburgo.



**Figura 3.** Imagen de la jornada final NanoEduca desarrollada en el 2018 en la Universidad de Barcelona

NanoEduca es una iniciativa destacable tanto por la excelencia de las instituciones implicadas como por el volumen y la calidad de las aportaciones desarrolladas desde 2015. El proyecto se ha consolidado como una iniciativa pionera que ha sido capaz de trasladar a las aulas de secundaria la investigación más puntera con una propuesta didáctica transversal y competencial. NanoEduca acaba de recibir el Premio Nacional Catalán de Comunicación Científica [14], un reconocimiento a la labor de divulgación y al remarcable trabajo en equipo realizado por las cuatro instituciones que forman parte del programa, sus coordinadores, sus equipos de trabajo y una amplia red de colaboradores.

El nanómetro —10 a la menos 9 metros— es una unidad minúscula que representa el mundo de la nanociencia y la nanotecnología, un mundo a menudo desconocido pero con efectos y aplicaciones bien visibles para nosotros. Con el objetivo de dar a conocer lo que sucede en este nanomundo y descubrir qué se está haciendo desde la investigación y la tecnología a esta pequeña escala, se creó en el 2016 el **Festival de Nanociencia y Nanotecnología, 10almenos9** [15].

Este segundo ejemplo, supone la mayor red de divulgación de las nanotecnologías creada en España, y uno de los proyectos de comunicación científica más grande realizado en nuestro país. Para situarnos, se espera que en la V edición del Festival, en abril del

2020, participen cerca de 50 entidades entre universidades y centros de investigación, unas 20 ciudades situadas en 6 países iberoamericanos.

El festival, que coordina la Universidad de Barcelona en el marco del proyecto NanoDivulga, aborda la comunicación científica de las nanotecnologías desde diferentes aproximaciones. Aunque no olvida los seminarios como herramienta para transmitir ciencia, estos son una herramienta secundaria, ya que se potencian herramientas más interactivas y participativas, como retos científicos, talleres, exposiciones interactivas, etc. Cada edición del festival supera el centenar de actividades y el conjunto de asistentes en las 4 ediciones realizadas desde el 2016 supera las 50000 personas. En la organización participan más de 35 entidades, entre universidades e institutos de investigación, muchas de las cuales son referentes en España y Europa en el ámbito de la nanotecnología.



Figura 4. Logo del Festival 10alamos9.

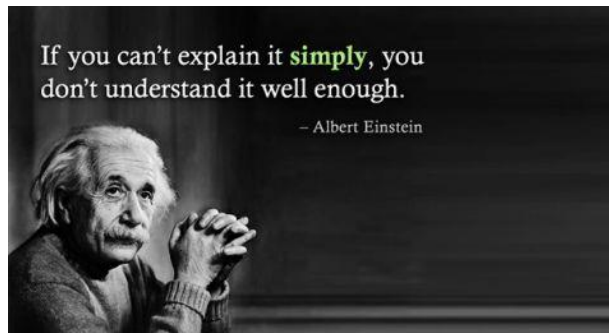
#### 4. EL BOOM DE LA COMUNICACIÓN CIENTÍFICA.

Sin duda alguna, estamos viviendo un “boom” en la comunicación científica. Programas de radio, televisión, revistas, monólogos científicos que llenan teatros, canales de youtube con miles de suscriptores, etc. Se vive un momento extraordinario donde la comunicación científica se muestra en una amplia “variedad de formas” ofreciéndonos un amplio abanico de herramientas para la divulgación y la comunicación.

Tampoco nos podemos olvidar que para comunicar ciencia necesitamos a los periodistas y los periodistas necesitan a los científicos para diseminar la ciencia, este binomio se convierte en otra herramienta necesaria.

Sociemat, tal y como se define, es una sociedad científica cuyo objetivo es promover el desarrollo, divulgación y comunicación de la Ciencia e Ingeniería de Materiales. En esta promoción, ha de estar la comunicación científica como una herramienta necesaria ¿Por qué no aprovecharla?

En resumen, este artículo busca hacer una breve aproximación a la comunicación científica acompañada de algunos ejemplos prácticos en el mundo de los nanomateriales, todo esto para despertar el interés de las investigadoras y los investigadores de SOCIEMAT para que vean la comunicación científica como una herramienta complementaria de su trabajo y que la conviertan en una herramienta necesaria, porque tal y como decía Albert Einstein:



#### 5. REFERENCIAS

- [1] Kamdar, M. H., “Embrittlement by Liquid and Solid Metals”, Ed. The Metallurgical Society, 1984.
- [2] <https://bit.ly/334Ym5K>
- [3] <https://bit.ly/2qEGlgk>
- [4] Communicating Science Effectively: A Research Agenda. National Academies of Sciences, Engineering, and Medicine; Division of Behavioral and Social Sciences and Education; Committee on the Science of Science Communication: A Research Agenda. Washington (DC): National Academies Press (US); 2017 Mar 8.
- [5] <http://oro.open.ac.uk/13050/> (escribir
- [6] National Academies of Sciences, Engineering, and Medicine; Committee on Gene Drive Research in Non-Human Organisms: Recommendations for Responsible Conduct, Board on Life Sciences, Division on Earth and Life Studies. Gene Drives on the Horizon: Advancing Science, Navigating Uncertainty, and Aligning Research with Public Values. Washington, DC: The National Academies Press; 2016b.
- [7] Earle TC, Siegrist M. On the relation between trust and fairness in environmental risk management. Risk Analysis. 2008;28(5):1395–1414.
- [8] Binder AR, Scheufele DA, Brossard D. Misguided science policy? The pitfalls of using public meetings as surrogate gauges of public opinion. The Scientist. 2012 April 10.
- [9] Newman, G., Wiggins, A., Crall A., Graham, E., Newman, S., Crowston, K. “The future of citizen science: emerging technologies and shifting paradigms”. 08 2012.
- [10] <https://www.nano.gov/about-nni>
- [11] <https://bit.ly/2pfTHiI>
- [12] <https://bit.ly/34jpfDt>
- [13] [www.nanoeduca.cat/es](http://www.nanoeduca.cat/es)
- [14] <https://bit.ly/2KTy3bl>
- [15] [www.10alamos9.es](http://www.10alamos9.es)



**Finalista Premio SOCIEMAT Caja de Ingenieros Mejor Trabajo de Fin de Grado en Ingeniería en Materiales**  
**ELECTRIC CURRENT ACTIVATED / ASSISTED SINTERING (ECAS): AN**  
**INNOVATIVE PROCESS IN METAL FORMING**

***Antoni Dolz Ripollés<sup>1</sup>, José Antonio Calero Martínez<sup>2</sup>, M. Núria Salán Ballesteros<sup>1</sup>***

<sup>1</sup> Universitat Politècnica de Catalunya, ESEIAAT (Colom 1-11, 08222-Terrassa), antonidripolles@gmail.com

<sup>2</sup> AMES PM Tech Center, (Camí de Can Ubach, 8, "Les Fallulles", 08620-Sant Vicenç dels Horts)

**Resumen:** *Electric Current Activated / Assisted Sintering (ECAS)* constituye un conjunto de procesos de sinterización de polvo no convencional en la que la densificación se mejora mediante la aplicación de una corriente eléctrica pulsada combinada con resistencia de calentamiento y la aplicación de presión mecánica. Dentro de la tecnología ECAS existen muchas variantes que pueden clasificarse según la duración del proceso, la naturaleza de la fuente de potencia y la naturaleza eléctrica de la matriz (conductora o aislante). Según el tiempo de procesamiento se puede dividir el proceso en procesamiento lentos (*fast*) o procesados rápidos (*ultrafast*). *Electrical Resistance Sintering (ERS)* es un proceso de sinterizado rápido por resistencia eléctrica (*ECAS ultrafast*) que efectúa una descarga de bajo voltaje y alta intensidad mediante distintos tipos de onda a fin de homogeneizar, densificar y sinterizar la pieza, a través de unos polvos conductores térmica y eléctricamente dentro de una matriz aislante.

**Palabras clave:** *Electric Current Assisted Sintering (ECAS)*, *Electrical Resistance Sintering (ERS)*, Metal duro, Densificación, Sinterizado rápido o *ultrafast*

## 1. INTRODUCCIÓN

En la industria de la fabricación de herramientas de corte el carburo cementado o metal duro (WC-Co) es el protagonista indiscutible y la pulvimetalurgia o metalurgia de polvos el proceso de conformado más habitual. Sin embargo, la tecnología actual presenta algunas deficiencias. Por este motivo se experimentan alternativas que optimicen alguna fase del proceso como el uso directo de la electricidad en lugar del horno en el proceso de consolidación de los polvos metálicos y cerámicos. Existe una gran diversidad de posibilidades y modalidades que se caracterizan por el uso de corriente eléctrica como medio de consolidación [1]–[4]. Se pueden agrupar bajo el nombre genérico *Electrical Current Activated / Assisted Sintering (ECAS)*. El uso de corriente eléctrica implica un aumento considerable en la velocidad del proceso y, por lo tanto, una reducción de los costes de fabricación, pero también se produce un aumento del consumo energético y un coste inicial mayor por la inversión en la maquinaria adecuada. Uno de los principales procesos ECAS es el *Electrical Resistance Sintering (ERS)*. El ERS es un proceso, en investigación, de sinterizado por resistencia eléctrica que efectúa una descarga de bajo voltaje y alta intensidad a través del polvo metálico, a la vez que este es sometido a una presión mecánica axial [1]–[3]. Este método pulvimetalúrgico no convencional está incluido dentro de los procesos ECAS *ultrafast*, es decir, proceso de sinterizado muy rápido mediante campos eléctricos. A diferencia del método convencional, el proceso ERS ofrece una elevada densificación y un tiempo breve de procesamiento sin necesidad de atmósfera inerte o cámaras de vacío.

Actualmente, la mayor parte de los esfuerzos se centran en la realización de piezas con diferentes tamaños y

configuraciones de proceso con el fin de ser analizadas y estudiadas. Este método de estudio de prueba/error implica la fabricación de muchas probetas si se desea entender el proceso y mejorarlo. Está abriéndose paso la línea de investigación que persigue teorizar y modelizar los procesos físicos que tienen lugar en las distintas situaciones. En las modalidades ECAS el proceso experimental aún no ha sido teorizado completamente pues los estudios existentes no abordan todos los aspectos relevantes. Las mayores carencias se encuentran en la modelación del proceso, muy breve, en ocasiones de unos microsegundos; y en la no existencia de ecuaciones que simplifiquen de forma correcta el comportamiento del polvo a nivel térmico, eléctrico o de densidad. Por lo que se refiere al modelado, las partículas metálicas presentan una delgada capa de óxido, de algunos nanómetros, a su alrededor. Esta capa dificulta en gran manera el modelado de las propiedades generales, especialmente las de naturaleza eléctrica, de los agregados de polvo. Un mayor avance en el modelado teórico y la posibilidad de simular el proceso sería muy deseable, pues permitiría un mayor control de las variables implicadas (campo de temperaturas, campo de porosidades, campo de tensiones...), así como la elección de los valores adecuados y óptimos para los parámetros de procesamiento (intensidades y tiempos de paso, fuerza de compresión...). Además de la ya mencionada simulación computacional para la optimización del proceso, otras de las principales líneas de investigación para el desarrollo e implementación de la tecnología ERS son la reducción del tiempo de sinterizado, la optimización de los materiales usados tanto en las matrices y punzones como en los polvos metálicos, el control del proceso mediante sondas y sensores, la realimentación de la fuente de suministro y la automatización del proceso y el procesamiento en serie.

## 2. METODOLOGÍA

En este trabajo se persigue simular y optimizar el proceso ERS mediante el estudio metalográfico y mecánico (dureza y tenacidad) en distintas condiciones de ensayo (ERS). Por otro lado, y con tal de optimizar el proceso, también se pretende realizar un conjunto de simulaciones computacionales con el programa *Matlab*. De esta manera se busca relacionar distintos parámetros clave del proceso como la porosidad, la presión o la conductividad, a la vez que se presentan gráficamente dichas relaciones.

De manera particular, este artículo pretende dar una nueva visión en el campo de la sinterización por descarga eléctrica en el proceso ERS, mediante la explicación de la metodología seguida en la fabricación de las probetas con la tecnología ERS y el posterior análisis metalográfico.

Tabla 1. Propiedades térmicas y eléctricas de distintas matrices

| Material | Formulación química                                                | Propiedades térmicas    |                              | Propiedades mecánicas |                                |
|----------|--------------------------------------------------------------------|-------------------------|------------------------------|-----------------------|--------------------------------|
|          |                                                                    | Temperatura fusión [°C] | Conductividad térmica [W/mK] | Módulo de Young [GPa] | Resistencia a compresión [GPa] |
| SYALON   | $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3$ | 2472 – 2537             | 18-23                        | 275 – 300             | 3,5 – 4,5                      |
| NZP      | Confidencial                                                       | > 1800                  | < 1                          | 70 – 80               | 0,6                            |
| Alúmina  | $\text{Al}_2\text{O}_3$                                            | 2050                    | 24                           | 300 – 400             | 2,2 – 2,6                      |
| Circonia | $\text{ZrO}_2$                                                     | 2715                    | 2,2 – 2,5                    | 200 – 210             | 2,2 – 2,5                      |

### 2.1. Materiales

En los procesos ERS, el aumento de la temperatura que permite la sinterización de la pieza viene dado, principalmente, por el efecto Joule. El corriente eléctrico circula a través de los punzones, mientras que el polvo metálico actúa como resistencia eléctrica. En estos procesos la matriz debe ser aislante térmica y eléctrica, a fin de optimizar el proceso y evitar pérdidas de corriente y de temperatura no deseadas, mientras que los polvos y los punzones deben ser conductores [5], [6].

#### 2.1.1. Punzones

Los punzones son responsables de transmitir tanto la fuerza de presión como la corriente eléctrica aplicada por la máquina de sinterización al agregado de polvo. También desempeñan la función de refrigerar la pieza. Por este hecho, es necesario que presenten unas ciertas garantías de conductividad térmica y eléctrica y resistencia a los esfuerzos mecánicos. Los punzones en la tecnología ERS se caracterizan por los diseños simples y las geometrías sencillas que presentan.

A fin de cumplir con la mayor exactitud posible las características de los punzones, se acostumbran a usar electrodos de dos materiales con distintas conductividades eléctricas. De esta manera se puede obligar a la corriente a circular por los extremos de la pieza y así homogeneizar el sinterizado. Dos de las aleaciones más comunes en la fabricación de punzones son el Cu-W y el Cu-Zr, sin embargo, para los ensayos realizados se han usado punzones de un solo material, Cu-W.

#### 2.1.2. Matriz

Las matrices y los punzones están estrechamente relacionados y caracterizan por los diseños y geometrías simples y sencillos, sin esquinas o vértices muy definidos, ni complejidades en la forma (principalmente formas cilíndricas). La razón de usar estas geometrías simples es la dificultad de asegurar un buen sinterizado de las zonas complejas, puntiagudas o esquinadas. En esas zonas la corriente eléctrica fluye con más dificultad y no permite una buena unión entre las partículas del polvo. Las propiedades principales que requieren las matrices son: aislantes térmicas y eléctricas, durabilidad aceptable, resistencia mecánica adecuada, buen acabado superficial, inertes químicamente y precio adecuado. Estas propiedades delimitan las opciones a un conjunto de cerámicas cuyas principales propiedades térmicas y mecánicas se recogen en la Tabla 1.

Para los distintos ensayos realizados se han usado matrices cerámicas de SYALON (Silicio-Aluminio-

Oxígeno-Nitrógeno). De un modo más concreto, las matrices de SYALON son una clase especializada de materiales refractarios de alta temperatura que presentan una elevada resistencia durante un amplio rango de altas temperaturas, una buena resistencia al choque térmico y una excepcional resistencia a la humectación o la corrosión por fundición de metales no ferrosos. Además, las matrices SYALON también ofrecen alta resistencia al desgaste, baja expansión térmica y buena resistencia a la oxidación hasta por encima de 1000 °C.

#### 2.1.3. Polvos metálicos

Los materiales más usados en la sinterización ERS acostumbran a ser los polvos de WC-Co con composiciones del 6% o del 10% Co. Estos materiales poseen características químicas y térmicas sobresalientes, así como propiedades de dureza y resistencia a la abrasión y erosión superiores a los materiales compuestos comunes. Las propiedades mecánicas, sin embargo, pueden ser modificadas dependiendo del contenido de cobalto o del tamaño de grano de los carburos de tungsteno. En los últimos años ha surgido el interés de las comunidades científicas e industriales por sustituir el carburo cementado (WC-Co). Las principales razones son: la toxicidad del cobalto y de su combinación con el carburo de wolframio, la inclusión del cobalto y el wolframio en el listado europeo de materias primas críticas, y el fluctuante y creciente precio del cobalto. El polvo metálico con el que se han realizado gran parte de los ensayos ha sido el WC-10Co, aunque el estudio ha ido derivando a otros materiales menos tóxicos y caros como el WC-CrC-Ni, con pocos ensayos, y el WC-12Ni, con bastantes ensayos. Las principales características se pueden observar en la Tabla 2.

## 2.2. Procedimiento experimental

Como se aprecia en la Figura 1, en los procesos ECAS, tanto *fast* como *ultrafast*, se aplica simultáneamente una corriente eléctrica y, normalmente, una presión mecánica a fin de consolidar, sinterizar y densificar el polvo hasta la configuración deseada. En los ensayos realizados, se procura que tanto la aplicación de la corriente como de la carga mecánica sea constante durante el ciclo de sinterizado o que varíe durante las fases de densificación. Para conseguirlo es necesario un ajuste de la corriente y de la carga mediante un control automático.

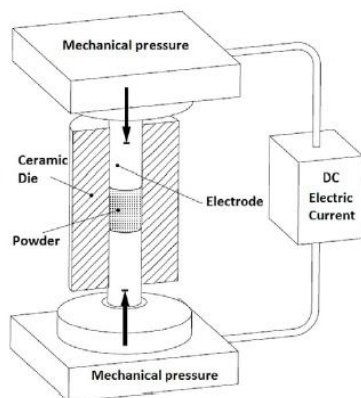


Figura 1. Procedimiento básico de los procesos ECAS [6]

A pesar de que el proceso de sinterizado de las tecnologías *ultrafast* es del orden de la fracción de segundo, el proceso entero ocupa alrededor de varios minutos, siendo la preparación de la máquina y del polvo metálico las fases más largas. La estructura o procedimiento básico para el uso de la máquina incluye: configuración de la máquina, medición y colocación de los polvos metálicos, sinterización y refrigeración y extracción de la pieza y limpieza de la zona de trabajo. La distribución de intensidad más comúnmente usada consta de un primer pulso de alta intensidad para activar el polvo e iniciar la ruptura de las capas de óxido, seguido de una segunda parte con el pulso de sinterizado y los pulsos menores para refrigerar progresivamente la pieza y así evitar el choque térmico.

La fase siguiente a la configuración y fabricación de la probeta es la preparación de la probeta para el análisis metalográfico, siguiendo un proceso tradicional de corte (disco de diamante), embutición y pulido (alúmina y diamante). Y la última fase del proceso consiste en el análisis metalográfico de las muestras ya pulidas. De entre todos los posibles análisis y estudios se han realizado ensayos de densidad tasada o de golpeo, de densificación y porosidad, de dureza Vickers (HV30) y de tenacidad ( $K_{IC}$ ).

## 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### 3.1. Densidad tasada

La densidad de golpeo o densidad tasada indica la máxima porosidad de equilibrio no distorsionada tras realizar el ensayo de vibración del polvo metálico y depende principalmente del tamaño y forma de la partícula y de la distribución de polvo. Dicha prueba se ha realizado con una máquina vibratoria o

Stampfvolumeter modelo Stav2003 de la marca JEL. El estudio consiste en llenar el interior de una probeta con 40 cm<sup>3</sup> de polvo metálico y observar tras 22 minutos de vibración el nuevo volumen ocupado para así calcular la

Tabla 3. Resultados densidad tasada

| Polvo metálico | Densidad teórica [g·cm <sup>3</sup> ] | Densidad tasada [g·cm <sup>3</sup> ] | Porosidad |
|----------------|---------------------------------------|--------------------------------------|-----------|
| WC-10Co        | 14,45                                 | 4,144                                | 0,713     |
| WC-CrC-Ni      | 14,35                                 | 4,922                                | 0,657     |
| WC-12Ni        | 14,30                                 | 6,23                                 | 0,564     |

densidad (ver Tabla 3).

### 3.2. Densificación y porosidad

Es posible efectuar una primera criba general de las piezas realizadas mediante la observación de grietas y poros. De este análisis visual es posible deducir los problemas relacionados con la excesiva o insuficiente intensidad o el excesivo o insuficiente tiempo de sinterizado o de refrigeración.

En general, todas las piezas realizadas presentan una misma microestructura básica que se puede ver en la Figura 2: una zona porosa en el borde, tocando los extremos y paredes de la pieza (zona 1), una zona muy densificada (zona 2), y una zona densificada al interior o núcleo de la pieza (zona 3). Por este hecho, el área

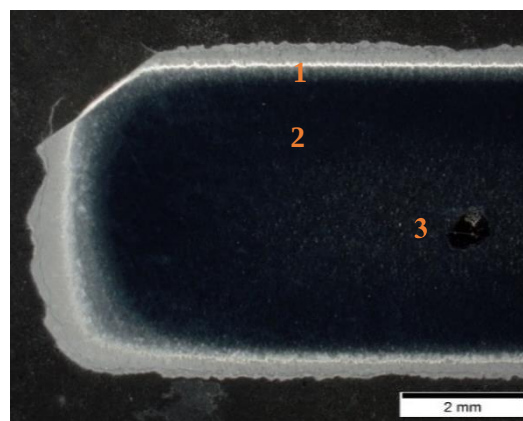


Figura 2. Diferenciación zonas porosas

efectiva real o área que cumple los requisitos es inferior al área total de la pieza.

Mientras que el microscopio permite observar y medir los posibles poros de la pieza, tanto en la zona densificada como en la zona porosa, la lupa permite observar la pieza de una manera más global y general. Con la lupa se diferencia, a grandes rasgos, la zona porosa de la zona densificada, además de poder asignar un valor de superficie.

### 3.3. Dureza Vickers

Para evaluar la dureza de los compactos se ha realizado el ensayo de dureza Vickers con una carga de 30 kg. Los resultados de dureza y tenacidad obtenidos se muestran en la Tabla 4 y la nomenclatura seguida puede apreciarse en la Figura 3.

### 3.4. Tenacidad

El estudio de la tenacidad consiste en medir las longitudes de las grietas formadas en las esquinas de los rombos producidos por las indentaciones y mediante unos cálculos obtener un valor de tenacidad. Se ha

Tabla 4. Resultados de dureza y tenacidad

| Referencia       | Dureza [kgf/mm <sup>2</sup> ] | K <sub>IC</sub> [MPa·m <sup>0,5</sup> ] |
|------------------|-------------------------------|-----------------------------------------|
| 1                | 2106                          | 10,26                                   |
| 2                | 1985                          | 9,97                                    |
| 3                | 2014                          | 8,46                                    |
| 4                | 1727                          | 9,46                                    |
| 5                | 1855                          | 9,79                                    |
| 6 <sup>I</sup>   | 1833                          | -----                                   |
| 7                | 1887                          | 9,73                                    |
| 8                | 1943                          | 9,44                                    |
| 9                | 2011                          | 9,46                                    |
| 10 <sup>II</sup> | 342,5                         | -----                                   |
| 11               | 2018                          | 9,82                                    |
| 12               | 1984                          | 8,95                                    |
| 13               | 1969                          | 7,14                                    |
| 14               | 2086                          | 9,65                                    |
| 15 <sup>II</sup> | 589,3                         | -----                                   |
| MEDIA            | 1955,23                       | 9,34                                    |

<sup>I</sup> Desestimado por no apreciarse las grietas

<sup>II</sup> Desestimado por hallarse en la zona porosa

decidido usar la misma ecuación que en el proyecto EFFIPRO (*Energy Efficient Manufacturing Process of Engineering Materials*) [7].

$$K_{IC} = \frac{0,0889}{\sqrt{1000}} \cdot \sqrt{\frac{HV_{30} \cdot F}{L_i}} \quad (1)$$

Donde  $K_{IC}$  es la tenacidad a la fractura [MPa·m<sup>1/2</sup>];  $HV_{30}$  es la dureza Vickers 30 kg [MPa];  $F$  la carga aplicada en el ensayo de dureza [N];  $L_i$  es la suma de las longitudes de las cuatro grietas obtenidas [mm].

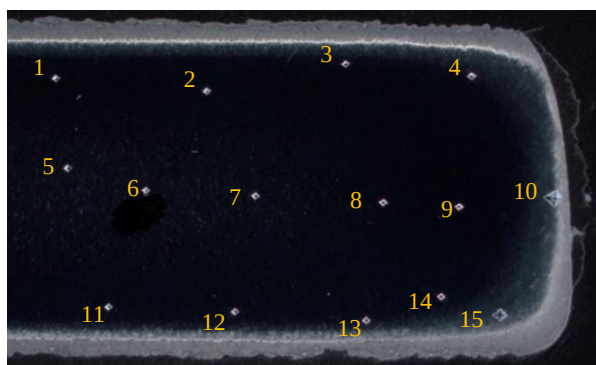


Figura 3. Posición de las distintas indentaciones

## 4. CONCLUSIONES

En el presente trabajo se ha llevado a cabo una aproximación a las tecnologías de sinterizado por descarga eléctrica y un análisis de las distintas probetas metalográficas realizadas por la tecnología ERS. A raíz de este trabajo se puede concluir que esta tecnología implica un avance significativo para la industria pulvimetalúrgica debido a la reducción del tiempo de procesado y a la elevada dureza y la alta densificación de

las piezas obtenidas. A pesar de las mencionadas ventajas hay ciertos inconvenientes que dificultan la industrialización del proceso: el área útil o efectiva (donde la pieza está suficientemente densificada y con dureza aceptable) es significativamente menor a las dimensiones de la pieza obtenida y el proceso de producción conlleva un elevado coste.

A fin de poder comparar los resultados se ha procurado definir una probeta referencia a partir de la cual se ha podido evaluar la calidad de las probetas: dureza media superior a 1200 HV30 y una altura de pieza de 10 mm. Las piezas realizadas con WC-10Co han ofrecido resultados excelentes de densidad, zona densificada, dureza (1900 HV30) y tenacidad, sin embargo, las dimensiones de la zona útil siguen siendo inferiores a las esperadas (6 mm). Las probetas de WC-CrC-Ni han ofrecido dimensiones mayores (8 mm), sin embargo, las prestaciones ofrecidas de porosidad y dureza están muy por debajo de los esperados (800 HV30). Además, las piezas realizadas con este material explotan al minuto de su extracción de la máquina debido a las tensiones residuales internas, por lo que es necesario un tratamiento térmico que aumenta el coste de producción. Las piezas realizadas con WC-12Ni han ofrecido la mejor relación calidad-dimensiones de todos los materiales. Se han obtenido durezas superiores 1300 HV30 y dimensiones útiles suficientes (11 mm).

## 5. BIBLIOGRAFÍA

- [1] J. M. Gallardo *et al.*, 'Electrical Resistance Sintering (ERS) SimulationTool. Application to Hardmetals.', *Powder Metall. World Congr. World PM 2016*, no. October, pp. 1–6, 2016.
- [2] S. Grasso, Y. Sakka, and G. Maizza, 'Electric current activated/assisted sintering (ECAS): A review of patents 1906-2008', *Sci. Technol. Adv. Mater.*, vol. 10, no. 5, 2009.
- [3] J. Zhang, A. Zavaliangos, and J. R. Groza, 'Field Activated Sintering Techniques: A Comparison and Contrast', *P/M Sci. Technol. Briefs*, vol. 5, no. 4, pp. 5–8, 2003.
- [4] J. Groza, 'Field-Activated Sintering', in *Powder Metal Technologies and Applications*, 1998, pp. 1372–1388.
- [5] J. Gallardo *et al.*, 'Hard Metal Production by ERS: Processing Parameter Roles in Final Properties', *Metals (Basel)*, vol. 9, no. 2, p. 172, 2019.
- [6] M. A. Lagos *et al.*, 'Development of electric resistance sintering process for the fabrication of hard metals: Processing, microstructure and mechanical properties', *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.*, vol. 66, pp. 88–94, 2017.
- [7] L. Espinosa Hernández, 'Influencia de inhibidores de crecimiento de grano en el comportamiento tribológico de carburos cementados WC-Co a partir de polvos nanométricos', 2013.



## ESTUDIO DE LA INFLUENCIA DE LOS PARÁMETROS DE FABRICACIÓN EN EL AGRIETAMIENTO DE LA SUPERALEACIÓN IN738LC

*M. Vilanova<sup>1</sup>, M. San Sebastian<sup>1</sup>, T. Guraya<sup>2</sup>*

<sup>1</sup>IK4 LORTEK, Arranomendia Kalea 4A, Ordizia, Spain, mvilanova@lortek.es

<sup>2</sup>University of the Basque Country UPV/EHU, Rafael Moreno “Pitxitxi”, 2, Bilbao, Spain

**Resumen:** En este trabajo se ha estudiado la procesabilidad de la superaleación base níquel IN738LC mediante la tecnología de fabricación aditiva conocida como Fusión Selectiva por Lecho de Polvo. Dado que el IN738LC se considera un material no soldable, se han optimizado diferentes parámetros de fabricación para obtener muestras con la menor cantidad de defectos, tales como porosidad, faltas de fusión y grietas.

**Palabras clave:** IN738, Fabricación aditiva, agrietamiento, superaleaciones de níquel

### 1. INTRODUCCIÓN

La Fusión Selectiva por Lecho de Polvo (LPBF en inglés) es una tecnología de Fabricación Aditiva (AM en inglés) que consiste en la fabricación de piezas geométricamente complejas por la fusión de polvo metálico. El polvo se deposita en capas de entre 20 – 100 µm que funden por la interacción con un haz láser en función del modelo digital (CAD) diseñado [1]. Entre las ventajas más destacables de esta tecnología frente a los procesos convencionales como fundición y forja destacan la libertad en el diseño de las piezas, la reducción de material sobrante producido durante la fabricación, el aligeramiento en las piezas fabricadas y la posibilidad de afrontar volúmenes de producción pequeños [2].

Dadas las características de la LPBF, es una tecnología particularmente interesante para la producción de piezas de valor añadido en sectores como el aeronáutico, automoción y biomédico entre otros. De hecho, en lo que se refiere al sector aeronáutico, hay gran interés en la fabricación de piezas con diseño optimizado y reducción considerable de su peso final. Entre los materiales utilizados en este sector, destacan las superaleaciones base níquel (Ni) por su resistencia a la corrosión y buenas propiedades mecánicas a temperaturas de hasta el 70% de su temperatura de fusión [3]. En general, estos materiales se utilizan en los álabes de las turbinas donde las temperaturas alcanzan los 1300 °C [4].

Dentro de las superaleaciones de Ni, una de las más prometedoras es el IN738LC (Low Carbon) la cual presenta excelentes propiedades tanto frente a la corrosión como a fluencia a muy altas temperaturas. Esta superaleación se endurece tanto por su alto contenido de elementos en solución (Cr, W, Ta, Mo) como por la precipitación de la fase gamma prima (γ'). Este precipitado con composición Ni<sub>3</sub>(Al,Ti) es coherente respecto a la matriz y es el motivo por el cual el IN738LC presenta sus excelentes propiedades mecánicas a altas temperaturas.

Sin embargo, uno de los mayores inconvenientes de la superaleación IN738LC reside en su difícil soldabilidad, ya que se considera un material agrietable. Por lo tanto, este material se define como no procesable por la tecnología LPBF dada la formación de grietas. En la literatura se describen varios mecanismos responsables del agrietamiento, entre ellos destacan: el agrietamiento en caliente, el agrietamiento por licuación y el agrietamiento post-tratamiento térmico.

El agrietamiento en caliente ocurre durante la solidificación del material debido a la concentración de elementos formadores de fases de bajo punto de fusión en las zonas interdendríticas. En este material en particular, se describen como elementos perjudiciales el circonio (Zr) [5], boro (B) y silicio (Si) [6] por aumentar el rango de solidificación de la superaleación. Por otro lado, el mecanismo de licuación está relacionado con la fusión parcial de ciertas fases como carburos ricos en niobio (Nb) o eutécticos del tipo γ-γ' presentes en el material [7]. Por último, el agrietamiento post-tratamiento térmico se observa en las superaleaciones con alto porcentaje de precipitados γ'. Esto ocurre debido a las tensiones producidas por la repentina precipitación de la fase γ' [8].

Ciertos parámetros de fabricación utilizados en la tecnología LPBF interaccionan entre sí dentro de un factor clave conocido como densidad de energía, E (J/mm<sup>3</sup>):

$$E = P / (v \cdot h \cdot t) \quad (1)$$

donde P es la potencia del láser (W), v es la velocidad de escaneo (mm/s), h es la distancia entre cordones (mm) y t es el espesor de capa (mm). En este trabajo se han variado la potencia del láser, la velocidad de escaneo y la distancia entre cordones (h) utilizados durante la fabricación por la tecnología LPBF de la superaleación IN738LC con el objetivo de minimizar la densidad de grietas y porosidad presente en las muestras.

## 2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

### 2.1. Caracterización del polvo

El polvo utilizado para la fabricación de las muestras de IN738LC fue suministrado por Aubert & Duval y su composición química medida por la técnica Induced Coupled Plasma (ICP) se detalla en la Tabla 1.

**Tabla 1.** Composición del IN738LC suministrado por Aubert & Duval

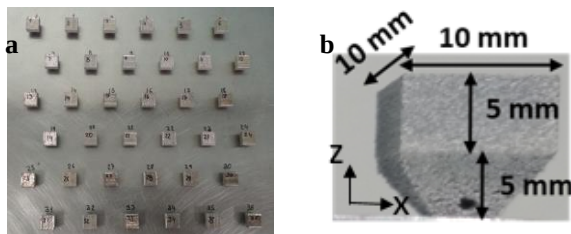
|     | Ni   | Cr   | Co   | Al   | Ti  | W    | Mo     |
|-----|------|------|------|------|-----|------|--------|
| wt% | Bal. | 15.8 | 8.6  | 3.6  | 3.3 | 2.7  | 1.8    |
|     | Ta   | Nb   | Zr   | Fe   | C   | Si   | B      |
| wt% | 1.8  | 0.8  | 0.04 | 0.04 | 0.1 | 0.02 | 0.0009 |

Con el objetivo de verificar la calidad del polvo para su empleo en la tecnología LPBF, se midió la distribución de tamaño de partícula y porosidad interna mediante análisis de imagen. Además, la fluidez y densidad aparente del mismo se determinaron por el método Hall siguiendo las normas ASTM B-213-90 y ASTM B-212-89 respectivamente.

### 2.2. Fabricación de las muestras

Para la fabricación de las muestras se utilizó la máquina Renishaw AM 400. Esta máquina está equipada con un láser de fibra que trabaja en modo pulsado; además, la fabricación se lleva a cabo dentro de una cámara con atmósfera inerte. La optimización de parámetros se realizó en base al diseño de experimentos planteado por N. Perevoshchikova et al. [9] para el material IN738LC fabricado por LPBF. Dentro del rango estudiado por los investigadores, determinaron que para una distancia entre cordones de 0.09 mm, las potencias con las que se obtenían mejores resultados variaban entre 270 – 295 W. En cuanto a las velocidades, estas se encontraban entre 850 – 1150 mm/s.

Con el objetivo de obtener los parámetros óptimos, es decir aquellos con la menor cantidad de faltas de fusión, poros y grietas, se fabricaron cubos de 10 mm<sup>3</sup> (Figura 1). Las muestras se produjeron utilizando un espesor de capa (t) de 40 µm, potencias del láser (P) entre 175 – 400 W, velocidades de escaneo (v) de 1050 y 1200 mm/s y distancia entre cordones (h) de 0.09 y 0.11 mm.



**Figura 1.** a) Plataforma con los cubos fabricados; b) dimensiones de cada muestra.

### 2.3. Caracterización de las muestras

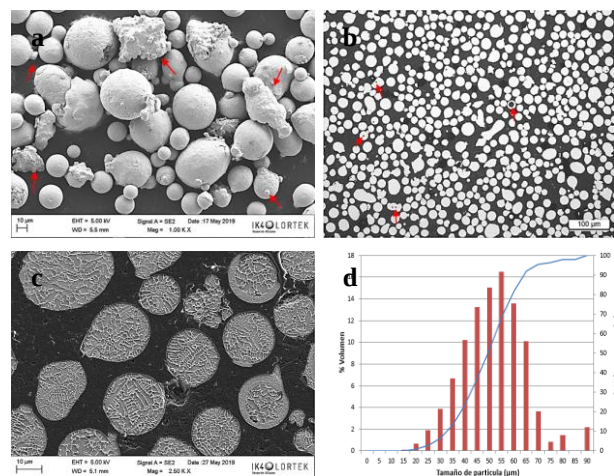
En cuanto a la caracterización de los cubos, en primer lugar se cortaron en la dirección transversal a la fabricación, es decir, en el plano x-z. A continuación, se lijaron hasta la lija de 2500 y se pulieron hasta 1 µm

utilizando pasta de diamante. Por último, para revelar la microestructura del material, las muestras se atacaron químicamente con el siguiente reactivo: 10 mL HNO<sub>3</sub> + 15 mL HCl + 10 mL CH<sub>3</sub>COOH. La densidad relativa de los cubos se determinó mediante el microscopio óptico (GX51 Olympus) y el software de análisis de imagen AnalySIS Docu. En cuanto a la cuantificación de la densidad de grietas, se realizó con el software de análisis de imagen ImageJ. Por último, las muestras se observaron en el microscopio electrónico de barrido con fuente de emisión de campo Zeiss Ultra Plus.

## 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### 3.1. Caracterización del polvo

El polvo suministrado por Aubert & Duval presentaba morfología básicamente esférica (Figura 2a) aunque se podían encontrar ciertas partículas irregulares. Además, varias partículas de polvo exhibían satélites adheridos a su superficie, los cuales se forman debido a las colisiones que ocurren durante el proceso de atomización. Tal y como se muestra en la Figura 2b, algunas de las partículas de polvo presentaban poros internos. De hecho, se cuantificó la porosidad interna del polvo en un 0.17% lo cual no debería afectar a la fabricación de las probetas. Por otro lado, tras atacar químicamente el polvo se reveló su microestructura dendrítica (Figura 2c) derivada del proceso de atomización. Por último, se midió la distribución de tamaño de partícula obteniendo los valores D10, D50 y D90 que resultaron ser 33 µm, 49 µm y 64 µm respectivamente. Estos valores son mayores que el rango óptimo para la tecnología LPBF comprendido entre 10 – 45 µm [2], sin embargo no afectaba a la fluidez del polvo durante la fabricación de las piezas.

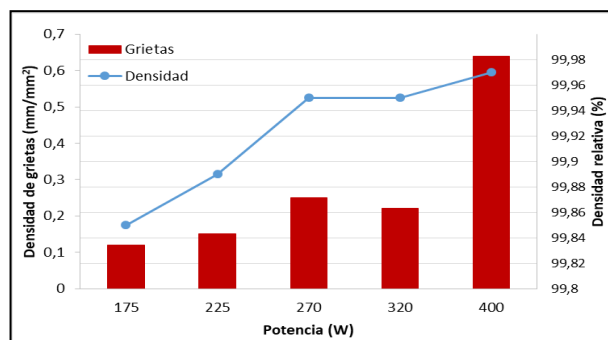


**Figura 2.** a) Morfología del polvo indicando las partículas irregulares y satélites; b) porosidad interna del polvo; c) microestructura del polvo; d) distribución de tamaño de partícula

### 3.2. Optimización de los parámetros de fabricación

En la Figura 3 se detallan los resultados obtenidos tanto de densidad de grietas como de densidad relativa para las muestras fabricadas con espesor de capa de 40 µm,

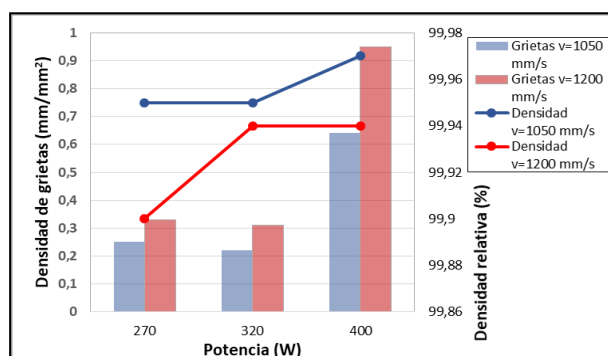
distancia entre cordones de 0.09 mm, velocidad de 1050 mm/s y valores de potencia entre 175 – 400 W.



**Figura 3.** Densidad de grietas y relativa para muestras fabricadas con los mismos parámetros, pero variando la potencia del láser

Tal y como queda reflejado en la Figura 3, al incrementar la potencia del láser aumenta la densidad de grietas presente en el material. Esto puede deberse a los gradientes de temperatura que se forman durante la fabricación por la tecnología LPBF. Es decir, al aumentar la potencia del láser se intensifican los gradientes de temperatura que sufre el material. Esto provoca la aparición de tensiones que facilitan la formación de grietas [10]. Por otro lado, las muestras fabricadas con menor potencia exhiben una disminución en el valor de densidad relativa. Tras analizar las muestras, se observó que tanto las fabricadas con la potencia de 175 W como de 225 W presentaban ciertos poros de morfología irregular. Esta morfología es característica de los defectos denominados faltas de fusión los cuales se forman al proporcionar una densidad de energía insuficiente durante la fabricación, por lo que se obtiene un material sin densificar [11]. En base a estos resultados, se descartaron las potencias de 175 y 225 W dado que presentan faltas de fusión y por lo tanto la densidad relativa obtenida no es suficiente para un material procesado por la tecnología LPBF.

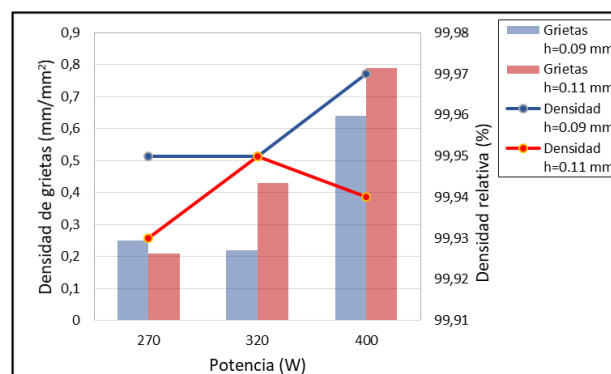
Una vez acotado el rango de potencias para la fabricación del IN738LC, se procedió a examinar la influencia de la velocidad de escaneo (v) en la fabricación.



**Figura 4.** Formación de poros y grietas en muestras fabricadas con velocidad de escaneo de 1050 y 1200 mm/s. La distancia entre pasadas era de 0.09 mm en todos los casos.

Se escogió por un lado la velocidad de 1050 mm/s ya que fue la utilizada en la fabricación de muestras con diferente potencia, y por el otro la velocidad de 1200 mm/s dado que es una velocidad mayor y con esta se podría reducir el tiempo de fabricación de las piezas. En la Figura 4 se presentan los resultados obtenidos en función de la velocidad empleada durante el procesamiento de las muestras. En el caso de la formación de grietas, es evidente que al aumentar la velocidad de escaneo se incrementa el número de grietas. L. Carter et al. [12] observaron algo similar para la superaleación de base Ni CM247LC, es decir, al aumentar la velocidad se incrementaba la formación de grietas en la zona centro de las piezas. Además, al utilizar la velocidad de 1200 mm/s se potencia la formación de poros, por lo que los valores de densidades relativas son menores. Finalmente, se seleccionó la velocidad de 1050 mm/s con el objetivo de fabricar muestras tanto con la menor densidad de grietas como de poros.

Por último, se optimizó el parámetro conocido como distancia entre cordones (h). Se seleccionaron las distancias de 0.09 y 0.11 mm respectivamente. En la Figura 5 se muestra tanto la densidad de grietas como la densidad relativa obtenida al variar la distancia entre cordones manteniendo la velocidad en 1050 mm/s, ya que fue la seleccionada en el paso anterior.



**Figura 5.** Formación de poros y grietas en muestras fabricadas con distancia entre cordones de 0.11 y 0.09 mm. La velocidad era de 1050 mm/s en todos los casos.

La densidad de grietas aumenta al utilizar la distancia entre cordones de 0.11 mm con respecto a la de 0.09 mm. Sin embargo, en el caso de la densidad relativa no se observa una tendencia tan clara, aunque los resultados parecen indicar que existe mayor cantidad de poros al fabricar con la distancia de 0.11 mm. Por lo tanto, en base a los resultados se seleccionó la distancia entre cordones de 0.09 mm como parámetro óptimo.

Por último, teniendo todos los resultados en cuenta, se seleccionaron como parámetros óptimos para la fabricación del IN738LC por la tecnología LPBF la velocidad de 1050 mm/s y la distancia entre cordones de 0.09 mm. Sin embargo, para el caso de la potencia no existen grandes diferencias entre los resultados de las muestras fabricadas con 270 W y 320 W. Por lo tanto,



sería recomendable utilizar la de 270 W ya que la potencia necesaria es menor.

### 3.3. Microestructura del IN738LC

Las muestras fabricadas por la tecnología LPBF presentan en su mayoría una microestructura columnar dendrítica [11]. De hecho, debido a la deposición de las sucesivas capas, los granos columnares crecen a través de varias capas. En la Figura 6 se presenta la microestructura de la muestra fabricada con los parámetros seleccionados.



**Figura 6.** Microestructura del IN738LC fabricado con potencia 270 W, velocidad 1050 mm/s, distancia entre cordones 0.09 mm y espesor de capa 0.04 mm.

En la imagen se puede observar cómo algunos de los granos se desarrollan a través de más de 10 capas. Por otro lado, las grietas presentes en el material tras el proceso de fabricación se concentran mayormente en los límites de grano (indicado mediante flechas rojas en la Figura 6). Michael Cloots et al. [5] también analizaron la presencia de grietas en el material IN738LC y concluyeron que las grietas se formaban mediante el mecanismo de agrietamiento en caliente. Finalmente, a pesar de que se redujo el número de grietas al emplear los parámetros seleccionados, no fue posible eliminarlas en su totalidad.

### 4. CONCLUSIONES

En este trabajo se fabricaron muestras de IN738LC mediante la tecnología LPBF. Para ello se realizó la optimización de los parámetros de proceso con el objetivo de obtener muestras con la menor porosidad y densidad de grietas posible. Finalmente, los parámetros seleccionados fueron la potencia del láser de 270 W, la velocidad de escaneo de 1050 mm/s, la distancia entre cordones de 0.09 mm y el espesor de capa de 0.04 mm. En particular, las muestras fabricadas con los parámetros seleccionados presentaban un porcentaje de porosidad menor al 0.05% y una densidad de grietas menor que 0.5 mm/mm<sup>2</sup>. Tras examinar la microestructura del material se determinó que las grietas se propagaban a través de los límites de grano, lo que podría indicar su formación por el mecanismo de agrietamiento en caliente.

### 5. REFERENCIAS

- [1] H. Ali, H. Ghadbeigi, and K. Mumtaz, "Effect of scanning strategies on residual stress and mechanical properties of Selective Laser Melted Ti6Al4V," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 712, no. October 2017, pp. 175–187, 2018.
- [2] L. N. Carter, "Selective laser melting of nickel superalloys for high temperature applications," Birmingham, 2013.
- [3] A. Kracke, "Superalloys, the Most Successful Alloy System of Modern Times-Past, Present, and Future," in *7th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives*, 2010, pp. 13–50.
- [4] B. Geddes, H. Leon, and X. Huang, *Superalloys: Alloying and Performance*, 1st ed. Ohio: ASM International®, 2010.
- [5] M. Cloots, P. J. Uggowitzer, and K. Wegener, "Investigations on the microstructure and crack formation of IN738LC samples processed by selective laser melting using Gaussian and doughnut profiles," *Mater. Des.*, vol. 89, no. November, pp. 770–784, 2016.
- [6] R. Engeli, T. Etter, S. Hövel, and K. Wegener, "Processability of different IN738LC powder batches by selective laser melting," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 229, pp. 484–491, 2016.
- [7] O. A. Ojo, "On liquation cracking of cast Inconel 738LC superalloy welds," Manitoba, 2004.
- [8] D. A. Metzler, "A Gleeble® -based Method for Ranking the Strain-Age Cracking Susceptibility of Ni-Based Superalloys," *Weld. Int.*, vol. 87, no. October, pp. 249–256, 2008.
- [9] N. Perevoshchikova et al., "Optimisation of selective laser melting parameters for the Ni-based superalloy IN-738 LC using Doehlert's design," *Rapid Prototyp. J.*, vol. 23, no. 5, pp. 881–892, 2017.
- [10] N. J. Harrison, I. Todd, and K. Mumtaz, "Reduction of micro-cracking in nickel superalloys processed by Selective Laser Melting: A fundamental alloy design approach," *Acta Mater.*, vol. 94, pp. 59–68, 2015.
- [11] D. Bourell et al., "Materials for additive manufacturing," *CIRP Ann. - Manuf. Technol.*, vol. 66, no. 2, pp. 659–681, 2017.
- [12] L. N. Carter, M. M. Attallah, and R. C. Reed, "Laser Powder Bed Fabrication of Nickel-Base Superalloys: Influence of Parameters; Characterisation, Quantification and Mitigation of Cracking," in *Superalloys 2012*, 2012, pp. 577–586.



## SÍNTESIS HIDROTHERMAL ASISTIDA POR MICROONDAS DE NANOPARTÍCULAS DE CIRCONA ESTABILIZADA CON CERIA

C.M. Zoilo, R. Moreno, J.C. Fariñas

Instituto de Cerámica y Vidrio (CSIC), C/ Kelsen, 5, Madrid, jcfarinas@icv.csic.es

**Resumen:** Se ha investigado la síntesis hidrotermal asistida por microondas de nanopartículas de circona estabilizada con un 10 % molar de ceria. La síntesis se realizó a partir de cloruro de zirconilo octahidratado y nitrato de cerio hexahidratado, que se precipitaron con hidróxido de potasio. Se realizaron tratamientos térmicos por calcinación (400-800 °C). La caracterización de los polvos nanométricos se realizó por: XRD, HR-MET, FESEM, SSA, DTA-TG, tamaño de partícula y por determinación del potencial zeta de las suspensiones.

En el estudio se ha demostrado que a tan sólo 180 °C se obtiene polvo nanométrico con elevada cristalinidad y predominio de la fase tetragonal, a diferencia de otros procesos (liofilización, sol-gel, etc.). Se ha comprobado que la incorporación de un líquido iónico (cloruro de 1-butil-3-metilimidazolio) no ha ejercido influencia en la microestructura y morfología de los polvos obtenidos.

**Palabras clave:** circona, ceria, nanopartículas, síntesis, microondas, líquido iónico.

### 1. INTRODUCCIÓN.

La circona u óxido de circonio ( $\text{ZrO}_2$ ) es una cerámica muy estudiada para múltiples aplicaciones, principalmente como componentes estructurales y funcionales debido a su dureza, ligereza, buena resistencia al desgaste y estabilidad química a altas temperaturas. Estas propiedades se ven mejoradas cuando se emplean nanopartículas de circona, afectando al rendimiento térmico, eléctrico, óptico y mecánico de los componentes cerámicos [1].

La circona puede encontrarse en tres formas alotrópicas [2] que son estables a diferentes temperaturas y presión atmosférica. Por encima de 2370 °C se encuentra la estructura cúbica, la primera transformación alotrópica ocurre a 2370 °C a la fase tetragonal y la segunda transformación la experimenta la fase tetragonal a la fase monoclinica, a 1170 °C con un aumento del volumen del 4-5%. Este aumento de volumen produce microagrietamientos en el material con fase monoclinica, que no es estable a temperatura ambiente. Para impedir las transformaciones de fase durante su enfriamiento desde altas temperaturas, la circona se utiliza estabilizada o dopada, con pequeñas cantidades de otros óxidos. La estabilización de la circona por medio de dopantes se ha encaminado a lograr que la fase tetragonal sea metaestable a temperatura ambiente, lo que le dota de propiedades únicas que lo hacen muy interesante para múltiples aplicaciones. De los óxidos investigados que estabilizan la fase tetragonal, los más empleados son la itria, la ceria, así como los óxidos de calcio y de magnesio.

Los principales tipos de cerámicas de circona estabilizada son: policristales de circona tetragonal (TZP), y circona parcialmente estabilizada (PSZ).

Algunos de los métodos de síntesis reseñados en la bibliografía son: molienda de alta energía, sol-gel,

precipitación, liofilización, síntesis hidrotermal, etc [3-5].

Estos procedimientos, sin embargo, presentan diversos inconvenientes (complejidad, largos tiempos de reacción, impurificaciones, etc.). La síntesis hidrotermal asistida por microondas constituye una excelente alternativa a estos métodos de preparación, ya que es una técnica que se caracteriza por su rapidez, sencillez, efectividad, versatilidad y reproducibilidad. [6] Esto se debe a que el calentamiento originado por las microondas es muy rápido, muy homogéneo y muy reproducible, lo que se traduce en una cinética de cristalización extremadamente rápida (uno o dos órdenes de magnitud respecto a la síntesis hidrotermal convencional). El resultado es la formación de partículas nanométricas con un elevado rendimiento.

La síntesis hidrotermal asistida por microondas se ha empleado para la preparación de diversos compuestos inorgánicos [7], pero no se ha encontrado en la bibliografía ningún trabajo sobre la preparación con esta técnica de circonas estabilizadas con ceria en fase tetragonal. Por ello, el objetivo del presente trabajo ha sido la síntesis hidrotermal asistida por microondas de polvos nanométricos de circona estabilizada con 10% molar de ceria, tanto en ausencia como en presencia del líquido iónico cloruro de 1-butil-3-metilimidazolio, así como su sinterización tanto en horno convencional como en horno de microondas.

### 2. EXPERIMENTAL.

Se detalla el método de síntesis desarrollado y una breve descripción del horno microondas.

#### 2.1-Horno microondas.

El equipo utilizado es un horno microondas de la marca Milestone modelo ETHOS 1 (Advanced Microwave

Digestion Labstation, Italia), el cual se muestra en la Figura 1. Funciona con 2450 MHz, permite ajustar parámetros de reacción como la potencia, temperatura, presión y tiempo, y controla de forma automática tanto la temperatura como la presión en el interior del vaso de síntesis. El ETHOS1 está equipado con dos magnetrones, de una potencia entregada de 1500 W en incrementos de 1 vatio. El horno garantiza una distribución homogénea de microondas a lo largo de toda la cavidad, previniendo así la formación de puntos calientes y fríos localizados. Dispone de un agitador magnético y un tablero de giro en el que se pueden incluir hasta 10 vasos. La temperatura y presión máxima de los vasos es de 260 °C y 100 bares, respectivamente. Las reacciones se llevan a cabo en unos vasos sellados, con volumen de operación de 8 a 50 ml, fabricados en teflón de alta pureza (TFM).



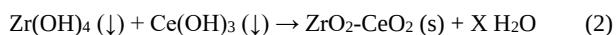
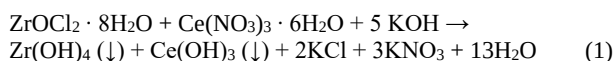
**Figura 1.** Horno microondas

## 2.2-Síntesis de circonita estabilizada con ceria en ausencia de líquido iónico.

El procedimiento para realizar la síntesis hidrotermal asistida por microondas de la circonita estabilizada con un 10% molar de ceria es el siguiente:

1- Se prepara una disolución con cloruro de zirconio octahidratado y la sal hidratada que actúa como dopante, el nitrato de cerio (III) hexahidratado. Se emplean 10 ml de  $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$  (98 %, Sigma-Aldrich) 2 M y 1,1 ml de  $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  (99,999 %, Sigma-Aldrich) 2 M, cantidad que representa el 10 % en moles respecto al  $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ . Se precipitan con hidróxido de potasio. Se obtienen los hidróxidos de circonio (IV) y cerio (III) (Reacción 1).

2- Se realiza un tratamiento térmico en el horno microondas de la suspensión, a 180°C durante 20 minutos (Reacción 2).

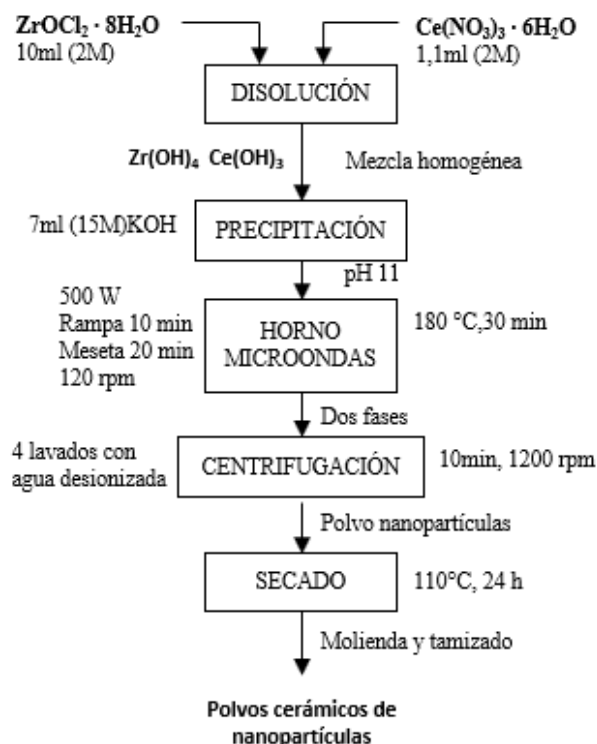


3- Se separan con una centrifugadora (Nüve, UN-NF800) las 2 fases obtenidas en el tratamiento térmico, para eliminar los cloruros (con nitrato de plata se comprueba si quedan en suspensión) e impurezas.

4- El polvo cerámico se seca en una estufa (Selecta) a 110 °C durante 24 h, con lo que se asegura que se ha eliminado el agua de la suspensión.

5- Se muele con un mortero de ágata para desagregar el polvo sintetizado y se tamiza usando un tamiz con un tamaño de malla de 67 µm.

6- Se realizan calcinaciones en un horno mufla a 400 °C, 600°C y 800°C (rampa de 5 °C/min, una meseta de una hora y rampa de enfriamiento). Se emplean reactivos de calidad analítica. En la Figura 2 se muestran más detalles experimentales de la preparación.



**Figura 2.** Síntesis hidrotermal asistida por microondas.

## 2.3-Síntesis de circonita estabilizada con ceria en presencia de líquido iónico.

Se emplea el líquido iónico cloruro de 1-butil-3-metilimidazolio (98%, Sigma-Aldrich) en dos proporciones, una cinco (14,52 g) y la otra diez (28,46 g) veces mayor que el peso teórico obtenido de circonita estabilizada con un 10 % molar de ceria, para estimar si se produce alguna diferencia en la morfología o en las fases cristalinas. El procedimiento seguido es el mismo que en las síntesis sin líquido iónico, exceptuando que previamente a la adición del KOH se deja que la suspensión de los reactivos (sales hidratadas de circonita y ceria) junto con el líquido iónico se homogenice durante 15 min, habiendo precalentado el líquido iónico a 90 °C hasta su completa fusión.

## 2.4- Caracterización de los polvos obtenidos

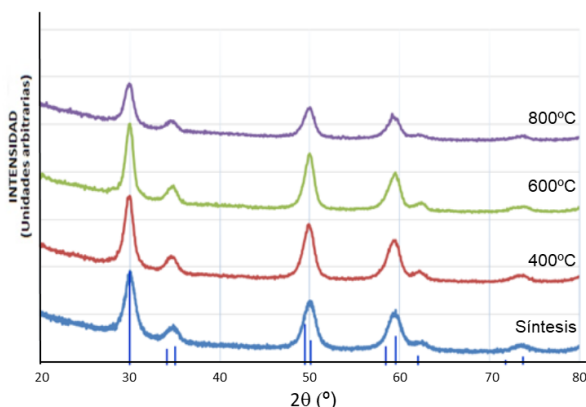
Las muestras se han caracterizado mediante difracción de rayos X (XRD), microscopía electrónica de barrido con emisión de campo (FE-SEM) y microscopía electrónica de transmisión con alta resolución (HR-TEM), y se han

determinado la distribución del tamaño de partícula y el potencial zeta (Zetasizer NanoZS, Malvern) de las suspensiones de los polvos para evaluar su estabilidad coloidal

### 3. RESULTADOS.

#### 3.1-Fases cristalinas

Los difractogramas de la Figura 3 permiten distinguir la presencia de los picos correspondientes a la fase tetragonal de la circonita. Se muestran los análisis sin y con tratamiento térmico, a 400 °C, 600°C y 800 °C. Los polvos obtenidos tras la síntesis presentan ya un grado de cristalinidad similar al de los polvos tratados térmicamente.



**Figura 3.** Difractogramas de la muestra sintetizada en ausencia de líquido iónico y calcinada a 400, 600 y 800°C con tratamientos térmicos.

Se ha comprobado también que en presencia del líquido iónico se forma la misma fase (tetragonal). Por otro lado, se calcula mediante el refinamiento Rietveld con el programa Fullproff un índice de tetragonalidad de  $a/c=0,69621$  ( $a/c=0,69625$  en bibliografía [8]).

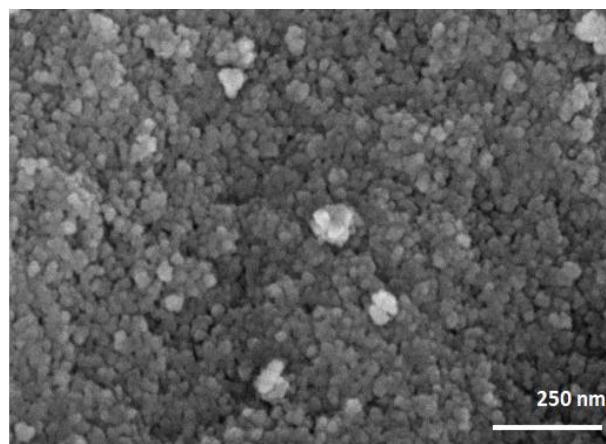
#### 3.2-Morfología.

En la micrografía obtenida por FESEM de los polvos (Figura 4) se pueden apreciar aglomerados de 150 a 250 nm y partículas con una distribución de tamaños ancha formada por nanopartículas de hasta 5-10 nm

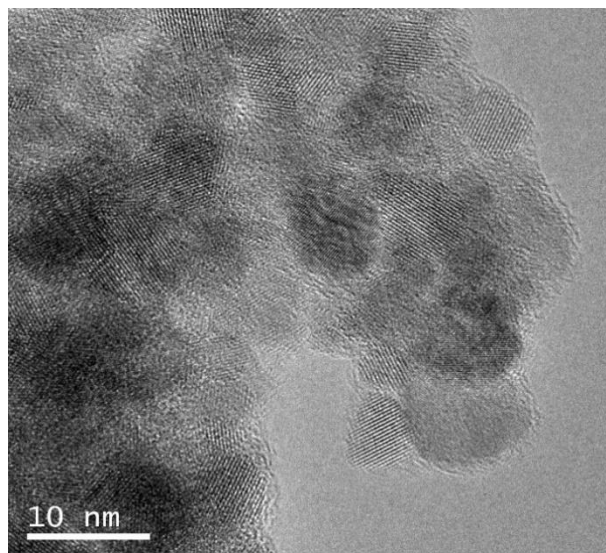
En la microestructura tomada por HR-TEM (Figura 5) se pueden apreciar partículas altamente cristalinas con tamaños nanométricos del orden de 5 a 10 nm, y también se observa la presencia de planos cristalinos, lo cual refleja la cristalinidad alcanzada en las condiciones de síntesis determinadas.

El estudio del tamaño de partícula medido por dispersión dinámica de luz refleja que se mantiene el orden de magnitud submicrométrico con un valor de 260 nm, lo que demuestra el estado de aglomeración de los polvos cerámicos ocasionada por la alta reactividad de las

partículas nanométricas. En cuanto a la superficie específica, se ha determinado un valor de 147 m<sup>2</sup>/g.



**Figura 4.** Micrografía FE-SEM del polvo de circonita con ceria sintetizado por microondas.

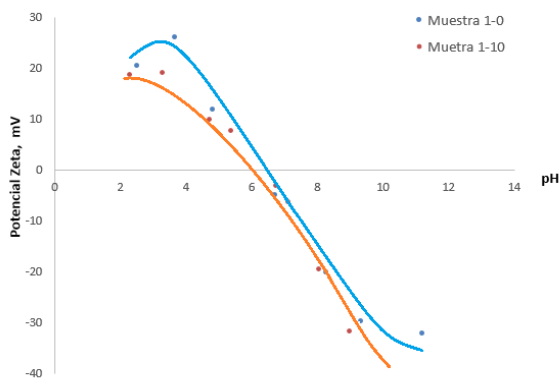


**Figura 5.** Micrografía HR-TEM del polvo de circonita con ceria sintetizado por microondas.

Cabe mencionar que las muestras con baja y alta concentración de líquido iónico no reflejan ningún cambio reseñable en la morfología con respecto a las muestras sin líquido iónico, habiéndose obtenido unos valores de 494 y 370 nm de tamaño de partícula y 145 y 163 m<sup>2</sup>/g de superficie específica, respectivamente.

#### 3.3-Estabilidad coloidal.

En el estudio de la estabilidad coloidal realizado mediante medidas de potencial zeta de las suspensiones en función del pH (Figura 6) se observan valores máximos de - 35 mV en medio básico y el punto isoeléctrico tiene lugar a valores de pH comprendidos entre 6,0 y 6,5, tanto en presencia como en ausencia de líquido iónico.



**Figura 6.** Variación del potencial zeta en función del pH de las suspensiones de los polvos sintetizados por microondas con y sin líquido iónico.

#### 4. CONCLUSIONES.

El estudio realizado permite extraer las siguientes conclusiones:

- El método de síntesis hidrotérmal asistido por microondas logra estabilizar la fase tetragonal de la circona estabilizada con ceria con un 10% molar, obteniendo únicamente fase tetragonal. Este método de síntesis presenta ventajas frente a los convencionales referidas al ahorro energético, la disminución del tiempo de reacción necesario y la eficacia en la obtención de partículas de tamaño nanométrico, siendo además un método más ecológico y reproducible.
- Aunque tras la síntesis se obtiene un polvo con buena cristalinidad y fase tetragonal, conviene llevar a cabo un tratamiento de calcinación a 600 °C para con el fin de eliminar la materia orgánica residual derivada de los precursores y aditivos, según se desprende del análisis térmico diferencial y termogravimétrico.
- La síntesis por microondas permite la obtención de nanopartículas con tamaños de 5 a 10 nm, según TEM y 6,6 nm según el análisis de los espectros de DRX, aunque dada su alta reactividad se aglomera formando clusters de tamaño submicrónico.
- El líquido iónico no afecta de forma significativa a la morfología de las partículas ni a la fase cristalina, obteniéndose en su presencia igualmente la fase tetragonal de la circona estabilizada por la ceria.

#### 5. REFERENCIAS

- [1] I. Nettlehip, R. Stevens “Tetragonal zirconia polycrystal (TZP)-A review”, *Int. J. High Technol. Ceram.*, 3 (1), 1-32 (1987).
- [2] M. Ruhle, A. H. Heuer, “Phase Transformations in ZrO<sub>2</sub> Containing Ceramics: II, The Martensitic Reaction in t-ZrO<sub>2</sub>”, pp. 14–32 in *Zirconia II.*, *Adv. Ceram.*, Vol 12, Edited by N. Claussen, M. Ruhle and A. H. Heuer. American Ceramic Society, Westerville, OH, 1984.
- [3] T. Okubo, H. Nagamoto, “Low-temperature preparation of nanostructured zirconia and YSZ by sol–gel processing”, *J. Mater. Sci.*, 30, 749–75 (1995).

- [4] B. Djuricic, S. Pickering, D. McGarry, P. Glaude, P. Tambuyser, and K. Schuster, “The properties of zirconia powders produced by homogeneous precipitation”, *Ceram. Int.*, 21, 195–206 (1995).
- [5] C. Tallón, R. Moreno, M. I. Nieto, “Synthesis of ZrO<sub>2</sub> nanoparticles by freeze drying”, *Int. J. Appl. Ceram. Technol.*, 6 (2), 324–334 (2009).
- [6] S. Horikoshi, N. Serpone (eds), “Microwaves in Nanoparticle Synthesis: Fundamentals and Applications” Wiley, Germany, 2013.
- [7] M. Benjaram, H. Lankela., K. Gunugunuri, “Synthesis of nanosized ceria-zirconia solid solutions by a rapid micro-wave-assited combustion method”, *The Open Physical Chemistry Journal.*, 3, 24-29, 2009.
- [8] A. J. Nikumbh, P. V. Adhyapak, “Formation characterization and rheological properties of zirconia and ceria-stabilized zirconia”. *Natural Science.* 2 (7), 694–706, 2010.

#### Agradecimientos

Este trabajo se ha financiado a través del proyecto RTI2018-099033-B-C33 (MCIU/AEI/FEDER, UE).



# NORMAS DE PRESENTACION DE LA REVISTA “MATERIAL-ES”

A. Pérez<sup>1</sup>, M. Martínez<sup>1</sup>, J. López<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Centro y dirección 1, antper@unizere.es

<sup>2</sup>Centro y dirección 2

**Resumen:** En el siguiente texto se presentan las normas para la presentación de los trabajos completos. (*El formato en el que se presenta el presente texto, sirve de orientación a la estructura del trabajo*). El no cumplimiento de estas directrices puede implicar la exclusión del trabajo en la revista.

**Palabras clave:** palabras clave que caractericen el contenido del artículo separadas por comas.

## 1. EXTENSIÓN.

Se admitirán trabajos completos de hasta 4 páginas (máximo) incluyendo todas las secciones, ajustándose al formato que se indica a continuación. Para su correcto procesamiento, el fichero resultante deberá tener un tamaño menor a 10 MB.

## 2. FORMATO GENERAL.

Los márgenes serán de 2 cm en todos los casos (superior, inferior, derecha e izquierda). El texto debe ajustarse a 2 columnas (Excepto el Título, Autores y Resumen), con espaciado entre columnas de 1cm. Se utilizará espaciado simple entre líneas de texto dejando una línea en blanco entre párrafos (sin sangrado), así como entre el encabezado de cada apartado y el texto.

Tipo de letra para el texto principal: Times New Roman 10.

## 3. TÍTULO.

Centrado la parte superior de la primera hoja sin dejar espacio. Letra: Times New Roman 12, mayúsculas y **negrita**.

## 4.- AUTORES.

El nombre de los autores constará centrado debajo del título, dejando una línea en blanco. Tipo de letra: Times New Roman 11 **negrita cursiva** y en minúsculas. Deberá subrayarse el nombre del autor que presenta el trabajo y la pertenencia a distintos centros se indicará con un superíndice detrás del nombre.

Tras una línea en blanco, se indicará la filiación de los autores. Debe hacerse constar la dirección de correo electrónico del ponente. La dirección de cada centro, en su caso, se incluirá en una línea diferente. Times New Roman 11.

## 5.- RESUMEN.

No excederá las 150 palabras en la versión castellano. Se colocará debajo de los autores tras 4 líneas en blanco. El texto principal a doble columna comenzará tras dos líneas en blanco de las palabras clave.

## 6.- ENCABEZADOS.

Los encabezamientos de los distintos apartados se mecanografiarán en mayúsculas y en negrita y serán numerados correlativamente. Los subencabezados, en su caso, deberán ir en minúsculas y subrayados.

## 7.- ECUACIONES Y FÓRMULAS.

Se recomienda mecanografiar las fórmulas dejando una línea en blanco antes y después de las mismas y consignando su número de referencia entre paréntesis en el margen derecho.

## 8.- FIGURAS Y TABLAS.

Las figuras aparecerán insertadas en el lugar del texto que les corresponda.

Como norma general, las tablas y figuras deberán ocupar el ancho de columna, aunque en caso necesario pueden prepararse para abarcar el ancho de hoja. Las figuras, a las que se hará referencia en el texto, aparecerán numeradas correlativamente y con un pie de figura que tendrá la estructura que se muestra en el siguiente ejemplo:

**Figura 1.** Sección longitudinal del pliegue 2 A. Pliegue en la parte interna del codo. 2,4x.

Las tablas tendrán el mismo tipo de letra que el texto, anteponiendo a cada tabla el número y título correspondiente en la forma que se indica:

**Tabla 1.** Composición química de los aceros.

## 9.- REFERENCIAS

Se citarán en el texto con el número correspondiente entre corchetes: [1]. Aparecerán agrupadas en la última sección. Las referencias se numerarán correlativamente en el orden que aparecen en el texto, con la forma siguiente:

[1] Kamdar, M. H., “Embrittlement by Liquid and Solid Metals”, Ed. The Metallurgical Society, 1984.

# SCIENTIFIC JOURNAL "MATERIAL-ES" GUIDELINES FOR PRESENTATION

A. Pérez<sup>1</sup>, M. Martínez<sup>1</sup>, J. López<sup>2</sup>

1 Group and address 1, antper@unizere.es

2 Group and address 2

**Summary:** In the following text are described the guidelines for presenting complete works. (*The format in which this text is presented, serves as an orientation of the work structure*). Failure to comply these guidelines may involve the exclusion of the work from the magazine.

**Keywords:** keywords that characterize the article content separated by commas.

## 1. EXTENSION.

Full papers of up to 4 pages (maximum) including all sections will be accepted, according format to these rules. For a correct processing, the resulting file size must be less than 10 MB.

## 2. GENERAL FORMAT.

The margins will be 2 cm in all cases (upper, lower, right and left). The text must be adjusted to 2 columns (except the Title, Authors and Summary), with 1 cm. spacing between columns. Simple spacing will be used between lines of text leaving a blank line between paragraphs (without bleed), as well as between the heading of each section and the text.

Main text formatted in Times New Roman font size 10.

## 3. TITLE.

At the top of the first sheet, centered without leaving space. Times New Roman font size 12, caps and **bold**.

## 4. AUTHORS.

The name of the authors will be centered below the title, leaving a blank line. Times New Roman font size 11 **bold, italics and lowercase**. The name of the author presenting the work should be underlined, and membership in different groups will be indicated by a superscript after the name.

After a blank line, the authors affiliation will be indicated. The rapporteur's e-mail address must be included. Each center's address, if so, will be included in a different line, Times New Roman font size 11.

## 5. SUMMARY.

It will not exceed 150 words in the English version. It will be placed below the authors after 4 blank lines. The main text in double column will begin after the keywords and two blank lines.

## 6. HEADINGS.

Different sections headings will be typed in **CAPITAL LETTERS, BOLD** and will be numbered correlatively. Subheadings, if applicable, should be lowercase and underlined.

## 7. EQUATIONS AND FORMULAS.

It is recommended to type the formulas leaving a blank line before and after them and entering their reference number in parentheses in the right margin.

## 8. FIGURES AND TABLES.

The figures will appear inserted in the corresponding place of the text.

As a general rule, tables and figures should occupy the column width, although if necessary they can be prepared to cover all the sheet width. The figures, to which reference will be made in the text, will appear numbered correlatively and with a figure foot that will have the structure shown in the following example:

**Figure 1.** Longitudinal section of the fold 2 A. Fold in the inner elbow side. 2,4x.

The tables will have the same format as the text, placing the corresponding number and title before each table as shown:

**Table 1.** Chemical composition of steels.

## 9. REFERENCES.

They will be cited in the text with the corresponding number in brackets: [1]. They will be presented grouped in the last section. The references will be numbered correlatively in the order they appear in the text, with the following form:

[1] Kamdar, M. H., "Embrittlement by Liquid and Solid Metals", Ed. The Metallurgical Society, 1984.