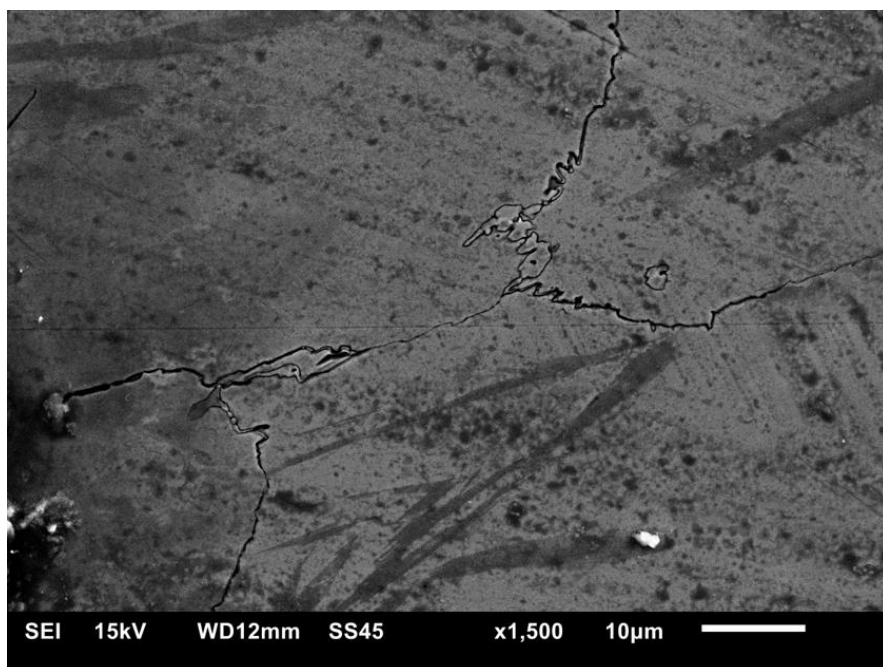
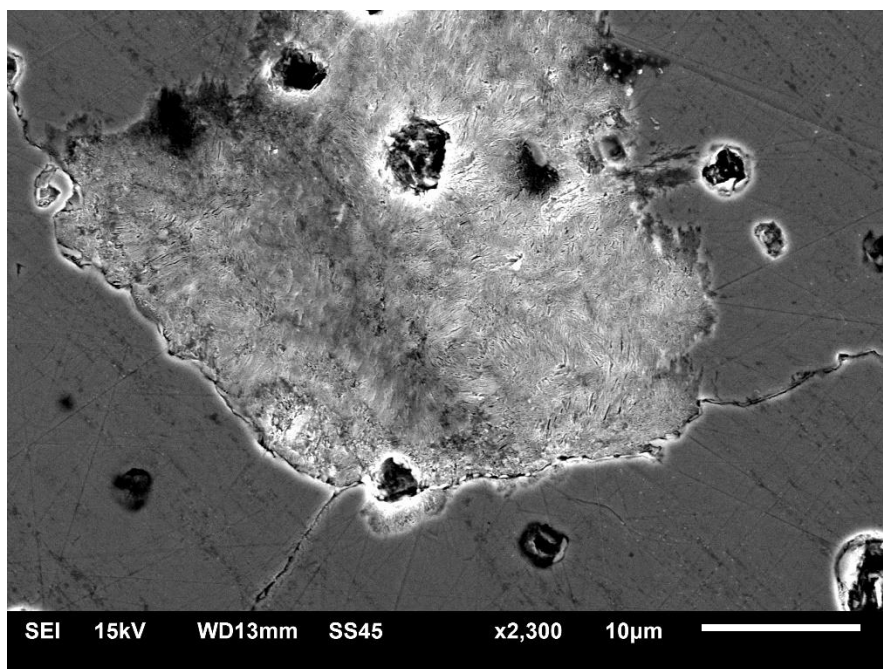


Material-ES

REVISTA DE LA SOCIEDAD ESPAÑOLA DE MATERIALES



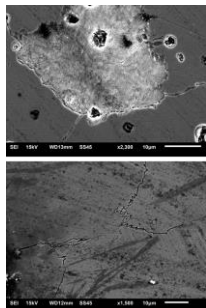


Imagen de Portada:

Micrografías SEM de una probeta sinterizada en horno tubular (arriba) y una sometida a un ciclo solar de eliminación a velocidad de calentamiento rápida en atmósfera de N_2-H_2 (abajo).

“Utilización de la energía solar concentrada en la eliminación térmica y sinterización de piezas de aceros de herramientas impresas mediante 3D”.

A. García de la Camacha; A. Romero; G.P. Rodríguez

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^a Muesmann Torres

Vocales:

M^a Victoria Biezma Moraleda

Jordi Díaz Marcos

Teresa Guraya Díez

Marta Mohedano Sánchez

Jon Molina Aldareguia

Sergio Ignacio Molina Rubio

Alberto Palmero Acebedo

Jose Ygnacio Pastor Caño

Gloria Pena Uris

Daniel Sola Martínez

URL: <http://sociemat.es>

Correo electrónico: info@sociemat.es / sociemat1996@gmail.com

Tel.: 618 170 493

Sociedad Española de Materiales SOCIEMAT

Entidad inscrita en el R^o Nacional de Asociaciones del

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

ÍNDICE

ARTÍCULOS

Premio SOCIEMAT Mejor Trabajo de Fin de Grado en ingeniería en Materiales 2022

Utilización de la energía solar concentrada en la eliminación térmica y sinterización de piezas de aceros de herramientas impresas mediante 3D

A. García de la Camacha; A. Romero; G.P. Rodríguez 1

Formulación, fabricación y ensayo de RPUF con propiedades mejoradas de aislamiento térmico

A. Martínez Barja 5

Estudio comparativo del comportamiento frente a corrosión en aleaciones metálicas utilizadas en la industria dental obtenidas mediante fabricación convencional y fabricación aditiva

M. López; D. Álvarez; Ó. Barro 9

Influencia de la velocidad de fabricación mediante SLM en la microestructura de materiales compuestos Ti/TiN con refuerzo in-situ y ex-situ

B. Rico 13

EDITORIAL

Es un placer arrancar este nuevo volumen (el nº 7) de la revista Material-ES correspondiente al año 2023 con los trabajos presentados por los jóvenes investigadores al Premio SOCIEMAT Fundación Caja de Ingenieros al Mejor Trabajo de Fin de Grado en Ingeniería en el área de Materiales en su edición de 2022. La evidente calidad de los trabajos presentados es motivo de orgullo para la comunidad de materiales y desde SOCIEMAT queremos animar encarecidamente a los estudiantes del área a seguir presentando sus trabajos y a continuar con sus líneas de trabajo. Por supuesto, queremos felicitar a todos los participantes y en especial a la ganadora, Ángela García de la Camacha, de la Escuela Técnica Superior de Ingeniería Industrial de Ciudad Real (UCLM).

Por otra parte, se ha iniciado el 3er Ciclo de Conferencias Online SOCIEMAT, que nuevamente está encontrando una buena acogida y un buen número de visionados en el canal de Youtube de SOCIEMAT. Os animamos a conectaros en las conferencias que se sigan impartiendo y a difundirlas entre vuestros contactos.

Tras el éxito del proyecto Materland, en el que la participación de un número elevado de grupos e investigadores ha permitido el desarrollo de una cantidad inmensa de material divulgativo, jornadas, conferencias, seminarios, etc. SOCIEMAT ha vuelto a solicitar una nueva acción a la FECYT para dar continuidad a estas actividades y seguir permitiendo la colaboración en divulgación y difusión de los materiales entre los distintos grupos nacionales. Esperemos que sea concedido y podamos presentar los resultados en el próximo CNMAT2024.

Una vez más queremos recordaros que ya está operativa la revista de acceso abierto European Journal of Materials, que es la revista oficial de FEMS y, por tanto, de todas las sociedades de materiales englobadas en la Federación, incluyendo SOCIEMAT. Hagamos de ésta nuestra revista y una revista de referencia internacional en el área de la ciencia y tecnología de los materiales.

Premio SOCIEMAT Mejor Trabajo Fin de Grado en Ingeniería de Materiales 2022**UTILIZACIÓN DE LA ENERGÍA SOLAR CONCENTRADA EN LA ELIMINACIÓN TÉRMICA Y SINTERIZACIÓN DE PIEZAS DE ACEROS DE HERRAMIENTAS IMPRESAS MEDIANTE 3D**

A. García de la Camacha¹, A. Romero², G.P. Rodríguez¹

¹E.T.S Ingeniería Industrial, Universidad de Castilla-La Mancha (ETSII-UCLM)

²E.T.S Ingeniería Industrial y Aeroespacial, Universidad de Castilla-La Mancha (EIIA-UCLM)
angela.garcia15@alu.uclm.es; ana.rgutierrez@uclm.es; gloria.rodriguez@uclm.es

Resumen: Este trabajo estudia la viabilidad del uso de la Energía Solar Concentrada (ESC) como fuente de calentamiento para procesar piezas de acero de herramientas AISI A2, conformadas mediante la tecnología de Fabricación Aditiva por Filamento Fundido (FFF). Con el fin de disminuir el consumo energético, se utiliza una instalación solar de bajo coste, basada en una lente de Fresnel, en las etapas que requieren altas temperaturas, la eliminación térmica y la sinterización. Asimismo, el procedimiento se lleva a cabo de manera convencional utilizando hornos eléctricos para poder comparar los resultados obtenidos. Una vez completado el proceso solar, se obtienen piezas metálicas, perfectamente densificadas, sin defectos, de buen aspecto superficial y alto brillo. Destaca la disminución del tiempo requerido para llevar a cabo la eliminación térmica y la sinterización que pasa de 22 horas necesarias en la ruta convencional a 70 minutos en la instalación solar.

Palabras clave: Acero de herramientas, Energía Solar Concentrada, Fabricación Aditiva, Fabricación por Filamento Fundido, Sinterización, Eliminación térmica.

1. INTRODUCCIÓN.

En los últimos años, la crisis energética y medioambiental en la que está sumida el planeta ha supuesto el inicio de la búsqueda de nuevas fuentes de energía libres de emisiones contaminantes y de naturaleza renovable o inagotable. La Energía Solar Concentrada presenta numerosas ventajas ante el problema global actual. Además, permite procesar materiales en tiempos reducidos, de forma mucho más rápida que los hornos convencionales eléctricos [1]. Por ello, además de ser una energía respetuosa con el medio ambiente, también resulta económicamente competitiva.

La ESC ya ha sido empleada en el procesamiento de todo tipo de materiales metálicos, obteniendo resultados sobresalientes en un amplio número de campos de aplicación a través de numerosos estudios [2]. En la Escuela Técnica Superior de Ingeniería Industrial de Ciudad Real (UCLM) se utiliza como concentrador solar una instalación basada en una única lente de Fresnel. Este equipo presenta grandes ventajas: sencilla, alta capacidad de concentración y bajo coste [3]. Entre estos trabajos llevados a cabo con ESC, destacan las investigaciones de la sinterización de distintas aleaciones metálicas, procesos de soldadura, tratamientos de modificación superficial y distintos tipos de recubrimientos [4-5].

En ausencia de investigaciones previas, el presente trabajo estudia la viabilidad en el procesado de piezas de acero de herramientas A2 conformadas mediante la técnica de Fabricación Aditiva por Filamento Fundido, a partir de una metodología alternativa basada en el uso

de la Energía Solar Concentrada durante las etapas de eliminación térmica y sinterización.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.

En primer lugar, la impresión de las piezas en la estación de trabajo Markforged Metal X, se realiza utilizando un filamento comercial de polvo de acero de herramientas A2 mezclado con un sistema ligante polimérico. Una vez obtenidas las “piezas en verde”, éstas son sometidas a una etapa de eliminación en disolvente y secado en el equipo Markforged Wash-1. A continuación, las etapas de eliminación térmica del ligante de mayor peso molecular y sinterización son realizadas siguiendo dos procedimientos de trabajo distintos (Figura 1). El primero, reproduce el proceso tradicional, diseñando ciclos adecuados que se desarrollan en dos hornos eléctricos, es decir, inicialmente se realizan ciclos de eliminación térmica del aglutinante de mayor peso molecular a 440 °C, adquiriendo así la denominada “pieza en marrón”; y a continuación se realiza su sinterización a una temperatura máxima de 1250 °C. Por otra parte, el segundo procedimiento se desarrolla haciendo uso de la Energía Solar Concentrada a través de la Lente de Fresnel situada en la azotea del edificio ETSII-UCLM (Ciudad Real, España). Este equipo está dotado de una lente circular de 900 mm de diámetro fabricada de un material acrílico [3]. La lente es capaz de concentrar 2644 veces la radiación solar directa que reciba sobre las probetas, lo que permite eliminar el ligante de mayor peso molecular y sinterizar las piezas hasta su estado final metálico. Las probetas se sitúan en el interior de

una cámara con una atmósfera protectora (Nitrógeno o N_2-H_2) y que consta de una ventana transparente a la radiación solar. La temperatura se registra con un termopar tipo K en contacto con la cara inferior de la probeta. Por otra parte, la velocidad de calentamiento se controla mediante la apertura de una persiana que regula la radiación que llega a la lente. Asimismo, para disminuir los gradientes térmicos y conseguir una temperatura homogénea en toda la probeta, se utilizan distintos ciclos de calentamiento.

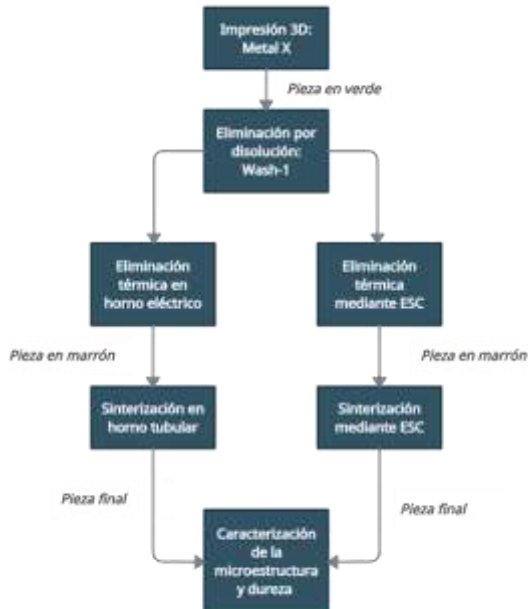


Figura 1. Metodología.

La caracterización de las piezas metálicas finales se llevó a cabo mediante microscopía óptica y electrónica de barrido (SEM), y medida de la densidad. Finalmente, se midió la dureza Vickers, debido a la importancia de esta propiedad en aquellas aplicaciones en las que el acero de herramienta AISI A2 es requerido.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

En este primer estudio se imprimieron piezas cilíndricas sencillas con las dimensiones adecuadas para que pudieran calentarse en el foco de la lente de Fresnel. Tras la impresión las probetas se encuentran sobredimensionadas (14 x 6 mm) para obtener finalmente, tras la contracción asociada a la sinterización, probetas de 12 x 5 mm. Estas piezas en verde presentan un color grisáceo, estrechamente relacionado con el color metálico característico del acero A2, pero sin brillo ni apariencia metálica, lo que se justifica por el importante contenido en ligante que contienen, como se puede observar en el análisis del filamento empleado para su fabricación (Figura 2). Seguidamente, tanto el aspecto macroscópico como las dimensiones se mantienen tras someter a las probetas a la etapa de eliminación química de disolución del ligante de menor peso molecular.

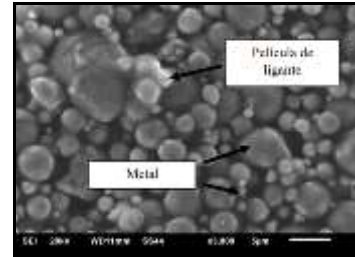


Figura 2. Micrografía del filamento comercial empleado.

A continuación, se programan diferentes ciclos de calentamiento en dos hornos eléctricos. Los primeros para llevar a cabo la etapa de eliminación térmica del sistema ligante y los últimos para completar la etapa de sinterización de las probetas.

Tras la etapa de eliminación térmica se obtienen probetas que logran eliminar el porcentaje óptimo de ligante (2.1% en masa), adquiriendo un estado de manipulación inestable, en el cual desprenden polvo con facilidad. Además, se caracterizan por la adquisición de un color amarronado, notablemente oscuro, debido a la oxidación superficial que sufren. Una vez sometidas a los diferentes ciclos de sinterización, las piezas adquieren apariencia metálica y su microestructura consta de ferrita y perlita muy fina (Figura 3). Además, existen carburos más claros precipitados en los límites de grano (Figura 3), que se identifican como carburos M_6C ricos en Mo.

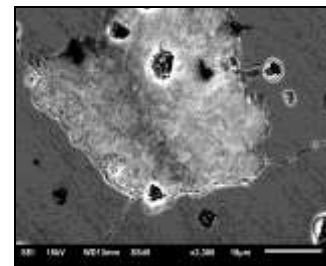


Figura 3. Micrografía SEM de las probetas sinterizadas en horno tubular.

De forma análoga a los ensayos realizados con energía eléctrica, se realiza el procesamiento de las probetas mediante la metodología solar. Para ello, es necesario realizar un estudio de viabilidad que respalde el uso de la ESC en la etapa de eliminación térmica del sistema ligante, debido a la ausencia de investigaciones previas.

El estudio de viabilidad se desarrolla mediante el diseño de diferentes ciclos llevados a cabo a diferentes temperaturas y realizando diversas mesetas. Estos ciclos permitieron observar distintas evidencias que verificaban la correcta eliminación del ligante, como la aparición y densificación de humo en la cámara de reacción (Figura 4 a) y la retención del polímero eliminado tanto en el interior de la cámara y de los conductos de entrada y salida de gas (Figura 4 b). Asimismo, tras el diseño de los últimos ciclos de eliminación, se establece la velocidad de calentamiento de las probetas como parámetro de control, fijando su valor óptimo en velocidades ≤ 24 °C/min.

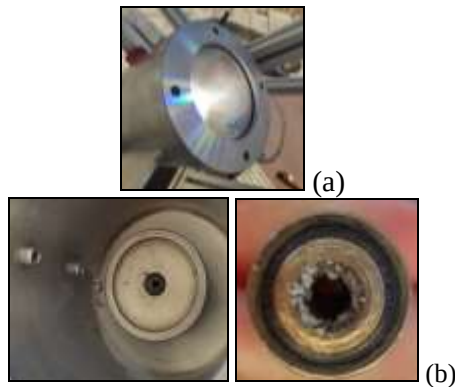


Figura 4. Evidencias visuales del proceso de eliminación térmica. (a) Aparición de humo en la cámara. (b) Restos de polímero tras los ensayos.

El diseño del ciclo solar óptimo se lleva a cabo variando la velocidad de calentamiento de las piezas hasta alcanzar la temperatura de sinterización, fijada en $\sim 900^\circ\text{C}$. En un primer lugar los ciclos se llevan a cabo en atmósfera reductora de Nitrógeno, pero las probetas sufren una ligera oxidación superficial que impide la adquisición del aspecto y brillo metálico propio de este material. Por ello, se decide repetirlos en atmósfera de $\text{N}_2\text{-H}_2$ (Figura 5) llevando a cabo el proceso de eliminación térmica, mediante un ciclo de calentamiento a diferentes velocidades, seguido del ciclo de sinterización a temperatura máxima durante 15 min. Así, durante los ensayos, las probetas sufren un comportamiento similar al registrado en los ciclos anteriores: se observa la formación humo de la salida del ligante entre 260 y 300°C . Asimismo, la fase de eliminación se completa a 350°C cuando este humo cesa.

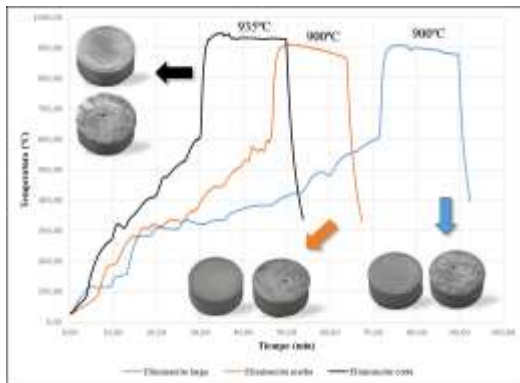


Figura 5. Ciclos de eliminación térmica y sinterización programados en atmósfera de $\text{N}_2\text{-H}_2$.

Las piezas finales presentan un muy buen aspecto metálico (Figura 6), carentes de cualquier tipo de defectología superficial.



Figura 6. Esquema del proceso de fabricación solar.

Por último, se realiza un estudio de la porosidad y microestructura obtenidas, las cuales presentan una importante cantidad de precipitados, destacando la aparición de una gran cantidad de carburos aciculares y racimos de carburos globulares en el interior de los granos, y el engrosamiento de los límites de grano por la precipitación de diferentes precipitados, en la muestra procesada mediante el ciclo de eliminación más rápido (Figura 7). Así la microestructura obtenida en este caso dota al material de una mayor dureza, y previsiblemente, de una elevada resistencia al desgaste, siendo ésta, una de las propiedades fundamentales requeridas en los aceros de herramientas. Por ello, este ciclo se toma como ciclo óptimo debido a la obtención de una microestructura rica en precipitados, durezas altas, precipitados y valores de dureza y densificación altos.

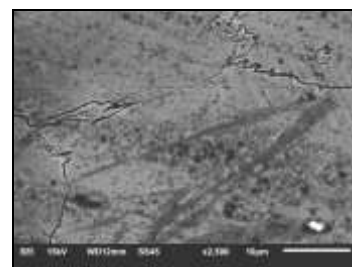


Figura 7. Micrografía SEM de probeta sometida a un ciclo solar de eliminación a velocidad de calentamiento rápida en atmósfera de $\text{N}_2\text{-H}_2$.

Por último, debido al éxito de los tratamientos solares anteriores, se plantea iniciar una nueva línea de investigación en la que se elimine la etapa de eliminación por disolución, para intentar llevarla a cabo también mediante ESC, diseñando así un proceso medioambientalmente limpio, que carezca del uso de disolventes habitualmente perjudiciales y contaminantes.

El ensayo (Figura 8) transcurre siguiendo las directrices anteriores. Sin embargo, entre $50\text{-}80^\circ\text{C}$ la probeta adquiere una apariencia gelatinosa y comienza a deformarse levemente debido a su estado de fluidez (Figura 9).

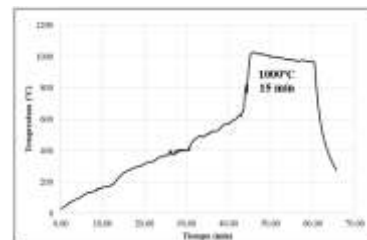


Figura 8. Ciclo de eliminación térmica completa y sinterización mediante ESC en atmósfera de nitrógeno.



Figura 9. Estado de fluidez y posterior deformación de la probeta.

Este hecho se toma como el resultado de la eliminación térmica del ligante de menor peso molecular. En consecuencia, el termopar quedó atrapado tras el ensayo, lo cual produjo la aparición de macroporosidad en la pieza final. Sin embargo, se logró obtener la microestructura característica del acero A2, basada en una matriz ferrítica y gran cantidad de carburos precipitados repartidos homogéneamente a lo largo de la misma (Figura 10).

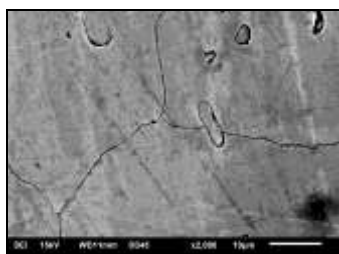


Figura 10. Micrografía SEM de probeta ensayada mediante un ciclo solar de eliminación completa y sinterización.

4.- COMPARATIVA.

En la Tabla 1 se presentan todos los parámetros y resultados de interés obtenidos, tales como densidad relativa, temperatura de sinterización, valores de dureza o velocidad de calentamiento de las probetas óptimas procesadas mediante las distintas metodologías de fabricación desarrolladas en este estudio, junto con la línea de trabajo comercial.

Tabla 1. Comparativa de los distintos procesos

	MÉTODOS		
	MARKFORGED	CONVENCIONAL	SOLAR
Tiempo total (h)	24 + 22.1	24 + 22	24 + 1.2
Experiencia del operario	NO	NO	SÍ
Independencia del proceso	SÍ	SÍ	NO
T° sinterización (°C)	~1200*	1250	935
Velocidad calentamiento (°C/min)	Sinter-1*	5	18.5
Atmósfera	Ar / N ₂ -H ₂	N ₂ -H ₂	N ₂ -H ₂
Densidad relativa (%)	92	92	97
Dureza (HV)	435 ± 3	456 ± 46	328 ± 19

* Condiciones de trabajo desconocidas para personal ajeno a la empresa Markforged.

Finalmente, la ESC puede establecerse como técnica óptima de procesamiento de piezas de acero de herramientas AISI A2 debido a la obtención de una microestructura ferrítica rica en carburos precipitados que dota a la pieza de una dureza adecuada, y con ello previsiblemente de una correcta resistencia al desgaste, propiedad fundamental de este tipo de aceros. Además, los valores de densificación de la pieza obtenidos resultan ser muy superiores a los adquiridos mediante las otras

metodologías. Por otra parte, este método, resulta económicamente muy competitivo, debido a la reducción resultante en los tiempos de procesamiento, permitiendo aminorar su duración en más de 20 horas. Esta reducción en tiempo puede ser traducida en una disminución de los recursos empleados, eliminando la necesidad de utilización de los hornos eléctricos y su elevado consumo energético.

5.- CONCLUSIONES.

- Mediante el desarrollo de la fase de eliminación térmica en la lente de Fresnel se han obtenido resultados similares a los adquiridos mediante el procedimiento convencional, logrando el porcentaje óptimo de masa eliminada en probetas manipulables.
- Se ha cumplido el objetivo de diseñar en una sola etapa, un ciclo óptimo de eliminación térmica y sinterización empleando ESC.
- La metodología solar permite reducir considerablemente los tiempos de procesamiento frente a los obtenidos mediante el método convencional (1.2 horas vs 22 horas)
- La reducción del tiempo total empleado supone una disminución de los recursos materiales y energéticos necesarios, traducida en evidentes beneficios económicos.
- Se ha iniciado una investigación que respalda el uso de la ESC en la creación de un ciclo que comprenda las etapas de eliminación del sistema ligante polimérico en su totalidad y sinterización de las probetas.

6.- REFERENCIAS.

- [1] A. Romero, G.P. Rodríguez, A. Conde, J.J. de Damborenea, I. García, M.A. Arenas, "Sinterización de espumas de titanio en un horno solar parabólico". *Material-ES* 2 (2) (2018) 18- 21.
- [2] Fernández-González D., Ruiz-Bustanza I., González-Gasca C., Noval J. P., Mochón-Castaños J., Sancho-Gorostiaga J., Verdeja L. F., "Concentrated solar energy applications in materials science and metallurgy". *Solar Energy* 170 (2018) 520-540.
- [3] A. Ferriere, G. P. Rodriguez, and J. A. Sobrino, "Flux distribution delivered by a Fresnel lens used for concentrating solar energy," *Journal of Solar Energy Engineering* 126 (1) (2004) 654–660.
- [4] A. Romero, G. P. Rodríguez, E. Marjaliza, "Processing of intermetallic laminates by Self-Propagating High-Temperature Synthesis initiated with concentrated solar energy". *Journal of Alloys and Compounds* 891 (2022) 161876.
- [5] A. Cañadilla, A. Romero, G. P. Rodríguez, "Sustainable production of powder metallurgy aluminum foams sintered by concentrated solar energy". *Metals* 11 (10) (2021) 1544.

FORMULACIÓN, FABRICACIÓN Y ENSAYO DE RPUF CON PROPIEDADES MEJORADAS DE AISLAMIENTO TÉRMICO

Aida Martínez Barja

Escuela de Ingeniería Aeronáutica y del Espacio, Pabellón Manuel Martínez-Risco, As Lagoas, s/n, 32004, Ourense, aidamb1500@gmail.com

Resumen: En el sector aeroespacial existe una constante investigación sobre materiales ligeros y sobre aislantes térmicos. Por ello, en el presente proyecto se desarrolla un aislante térmico de baja densidad. Para lograrlo, se investiga la mejora de las propiedades de aislamiento térmico de espumas rígidas de poliuretano (RPUF), así como la disminución de los incrementos de conductividad que se producen con el paso del tiempo debido al envejecimiento del material. La conductividad térmica de las espumas fabricadas se ensaya en un conductímetro de placa caliente. La composición de las probetas se reformula en función de los resultados de conductividad obtenidos, siguiendo un proceso iterativo en el que se logra disminuir la conductividad de las RPUF hasta 0,019 W/mK, así como los incrementos de conductividad producidos 12 semanas después de la fabricación de las probetas.

Palabras clave: espuma, poliuretano, RPUF, polímero, conductividad, aislamiento térmico.

1. INTRODUCCIÓN Y OBJETIVOS.

En la industria aeronáutica y aeroespacial existe una constante búsqueda de mejora de los materiales existentes o de creación de nuevos materiales para aplicaciones específicas. La línea principal de investigación se centra en conseguir materiales cada vez más ligeros para las mismas aplicaciones y sin pérdida de propiedades. Dentro del catálogo de materiales utilizados en este sector, los aislantes térmicos ocupan un espacio bastante extenso, sobre todo cuando se trata de vehículos espaciales. Debe tenerse en cuenta que estos vehículos estarán sometidos a temperaturas y gradientes de temperatura extremos durante su misión, y debemos asegurarnos de que sus subsistemas y equipos estén perfectamente aislados del medio exterior para permitir su correcto funcionamiento. Además, un alto porcentaje de ellos están propulsados por combustible criogénico (al menos en las primeras etapas); el cual debe ser almacenado en unos depósitos lo mejor aislados térmicamente posible para evitar pérdidas energéticas. Respecto al sector aeronáutico, se prevé que en 2050 la aviación civil esté propulsada por hidrógeno líquido, el cual tendrá que ser almacenado en tanques criogénicos.

Motivado por lo expuesto en el párrafo anterior, el objetivo principal del presente proyecto es la creación de un aislante térmico de baja densidad. Para ello, la investigación se centra en intentar disminuir la conductividad térmica de las RPUF (material de baja densidad y con buenas propiedades de aislamiento térmico). También se establece como objetivo secundario disminuir el deterioro de la propiedad de aislamiento térmico de estas espumas con el paso del tiempo por envejecimiento del material.

2. MATERIALES Y MÉTODOS.

2.1. Materia prima utilizada.

Se utilizó el isocianato Suprasec 5025 (HUNTSMAN Polyurethanes), el polioli ALCUPOL R-3600 (REPSOL QUÍMICA S.A.), los catalizadores DABCO 33LV (Evonik Operations GmbH) y JEFFCAT ZF-22 (Huntsman International LLC), el surfactante TEGOSTAB B8460 (Evonik Operations GmbH), y los agentes espumantes agua y Solkane 365/227 93/7 (SOLVAY).

2.2. Fabricación a expansión libre.

Proceso de fabricación utilizado para el ajuste de las composiciones: control de la cinética, de la densidad y de la estabilidad dimensional. Primero se añaden en un mismo recipiente los siguientes reactivos en este orden: ALCUPOL R-3600, agua, TEGOSTAB B8460, DABCO 33LV, JEFFCAT ZF-22 y Solkane. Después de mezclarlos durante 20 segundos, se añade Suprasec 5025 y se mezclan todos los reactivos durante 8 segundos. Con la mínima demora posible se vierte la mezcla en el molde, donde comienza la síntesis de la espuma. En la Figura 1 se muestra el molde utilizado y un ejemplo de las probetas obtenidas.

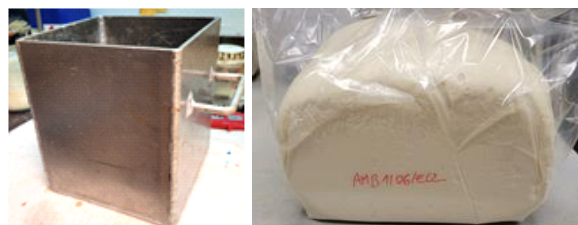


Figura 1. Molde de fabricación a expansión libre (izq.) y ejemplo de probeta obtenida (der.).

2.3. Fabricación en molde cerrado calefactado.

Proceso utilizado para fabricar las probetas con las dimensiones y características superficiales adecuadas para su ensayo en el conductímetro. Para la

preparación de la mezcla reactiva se sigue el mismo procedimiento que se describió en la fabricación a expansión libre. Las probetas fabricadas (las que se ensayan en el conductímetro) tienen unas dimensiones aproximadas de 250×250×15 mm (ancho × largo × alto). La densidad de las probetas aumenta al fabricarlas en molde cerrado frente a fabricarlas a expansión libre, pero las propiedades de aislamiento térmico son mejores. En la Figura 2 se muestra una imagen del molde cerrado y de un ejemplo de las probetas obtenidas.



Figura 2. Molde cerrado calefactado (izq.) y ejemplo de probeta obtenida(der.).

2.4. Ensayos de conductividad.

Se utiliza un medidor de flujo de calor modelo LM.305 de StiroLab. Este equipo mide las propiedades de transferencia de calor en estado estacionario: conductividad térmica y resistencia térmica de muestras de losa plana de acuerdo con ISO 8301, EN 12939, EN 12667 y ASTM C518. Presenta un rango de mediciones de conductividad térmica de 0.002 – 0.8 W/mK y admite probetas de dimensiones máximas de 300×300×100 mm (largo × ancho × alto) [1].

Las probetas se ensayan a una T_{media} de 20 °C, sometidas a un gradiente de temperatura de 10 °C. Los ensayos se realizan 24h, 2, 6 y 12 semanas después de la fabricación de la probeta. Para aumentar la fiabilidad de los resultados obtenidos, se ensayan varias probetas de la misma composición fabricadas en fechas diferentes. Todas las probetas se almacenan bajo condiciones similares de temperatura y humedad.

2.5. Metodología.

Se sigue el proceso iterativo que se describe a continuación. Primero se formula una composición en base a la revisión bibliográfica o a experiencias previas; después se fabrican probetas de dicha composición en las instalaciones del Centro Tecnológico de Grupo Copo (CETEC) que acto seguido son ensayadas en el conductímetro de la Escuela de Ingeniería Industrial del Campus de Vigo (EEI). En base a los resultados obtenidos, se decide qué modificaciones realizar en la siguiente composición a formular.

3. BARRIDOS DE COMPOSICIÓN REALIZADOS.

Se realizaron 7 barridos de composición, cada uno de ellos con un objetivo específico y tomando decisiones en base a los resultados obtenidos en barridos anteriores. En el primero de ellos, en el Barrido 00, se establece una formulación base o de referencia y se estandariza el proceso de fabricación de las probetas a

ensayar en molde cerrado calefactado, pero no se persigue obtener los menores resultados de conductividad térmica. Las composiciones de este barrido son: 00/08. En el Barrido 02 se incluye por primera vez el espumante físico Solkane 365 en la formulación. Se toma consciencia de los ajustes que son necesarios realizar en la formulación cuando se añade este reactivo. Las composiciones de este barrido son: 02/04 y 02/05. En los barridos 03 y 04 se intenta eliminar el agua de la composición, pero las probetas obtenidas tienen una densidad elevada. Las composiciones de estos barridos son: 03/01, 03/02, 04/01, 04/02 y 04/03. En el Barrido 05 se intentan obtener espumas que no incluyan agua en su composición pero que igualen en densidad a las de composición 02/04 (hasta el momento eran las de menor conductividad térmica y por ello se tomó su densidad como referencia). No llegan a obtenerse probetas dimensionalmente estables. En el Barrido 06 se intenta disminuir al máximo la relación de cantidades agua/Solkane añadidas a la composición, buscando la relación óptima de cara a disminuir la conductividad térmica. Al igual que en el Barrido 05, se formulan composiciones con las que se obtenga la misma densidad que en 02/04. Las composiciones de este barrido son: 06/01 y 06/02. Por último; en el Barrido 07 se busca mejorar la estabilidad dimensional a largo plazo de las probetas fabricadas en el Barrido 06. Las composiciones de este barrido son: 07/01, 07/02 y 07/03. Las cantidades de reactivos que se añadieron a cada una de las composiciones formuladas se muestran en la Tabla 1.

4. DISCUSIÓN DE RESULTADOS.

4.1. Resultados de conductividad térmica de las RPUF fabricadas durante el proyecto.

En la Tabla 2 se muestran los resultados de conductividad térmica para cada una de las composiciones, promediando los valores obtenidos en cada una de las probetas de una misma composición que fueron ensayadas. Se muestran los resultados de conductividad medidos 24h; 2, 6 y 12 semanas después de fabricación. La composición que presenta una menor conductividad térmica en todos los casos es la 06/01, y lo contrario sucede en la 00/08.

Analizando los resultados de conductividad desde el punto de vista de los agentes espumantes utilizados y de la relación de cantidades Solkane/Agua (ver Tabla 3), podemos ver que existe una disminución notable en la conductividad en cuanto se empieza a introducir espumante físico en la formulación. Esto no significa que a mayor ratio Solkane/Agua se vaya a tener siempre una menor conductividad. De hecho, al sobrepasar cierto valor o al eliminar radicalmente el agua de la composición (03/02, 04/01, 04/02, 04/03) los resultados empeoran de nuevo. La clave está en encontrar el equilibrio perfecto en las cantidades de ambos agentes espumantes que, en cuanto a conductividad; parece serlo la relación 20:2 de la 06/01.

Tabla 1. Composiciones formuladas durante los barridos de composición (el kz es el índice isocianato utilizado).

Composición	Cantidad de reactivos añadidos (en gramos)							kz
	ALCUPOL R-3600	Agua	Solkane 365/227 93/7	TEGOSTAB B8460	DABCO 33 LV	JEFFCAT ZF-22	Suprasec 5025	
00/08/	100	3,5	0	0,7	0,35	0,07	126,9	92
02/04/	100	3	14	0,9	0,5	0,05	120,2	92
02/05/	100	3	14	0,9	0,5	0,05	156,84	120
03/01/	100	1	14	0,9	1,1	0,1	93,76	92
03/02/	100	0	14	0,9	1,4	0,2	80,46	92
04/01/	100	0	17	0,9	1,4	0,2	80,46	92
04/02/	100	0	20	0,9	1,4	0,2	80,46	92
04/03/	100	0	28	0,9	1,4	0,2	80,46	92
06/01/	100	2	20	0,9	0,8	0,1	107	92
06/02/	100	1,5	34	0,9	1,3	0,2	100,8	92
07/01/	100	2,25	19	1	0,65	0,1	110,26	92
07/02/	100	2	20	1,1	0,7	0,1	106,9	92
07/03/	100	1,5	26	1,3	0,85	0,15	100,26	92

También nos encontramos con otras relaciones que, aunque no proporcionan las mejores propiedades de aislamiento térmico, presentan unos valores igualmente bajos de conductividad; entre estas, la relación 34:1,5 de la 06/02, la 19:2,25 de la 07/01 o la 26:1,5 de la 07/03. Entonces, para la selección de una de las composiciones para una determinada aplicación, tendríamos que compararlas en función de alguna otra de las propiedades del material aparte de la de aislamiento térmico. Simplemente teniendo en cuenta el factor coste; quizás sería rentable usar la formulación 07/01, porque lleva menos Solkane en la formulación, y este tiene un precio elevado (sobre todo al compararlo con el coste del agua).

Tabla 2. Resultados de conductividad térmica (promediados) de cada composición formulada.

Composición	Valor de λ (W/mK)			
	24 h	2 sem.	6 sem.	12 sem.
00/08	0,02429	0,0254	0,029515	0,03004
02/04	0,02069	0,02118	0,02235	0,02367
02/05	0,02207	0,02316	-	-
03/01	0,02137	-	-	-
03/02	0,022035	-	-	-
04/01	0,0232	-	-	-
04/02	0,0246	-	-	-
04/03	0,02401	-	-	-
06/01	0,019562	0,0196833	0,02066	0,02142
06/02	0,01986	0,020405	0,021425	0,0221
07/01	0,020205	-	-	-
07/02	0,019875	0,02024	-	0,02221
07/03	0,019945	0,020065	-	0,021665

4.2. Evolución de la propiedad de aislamiento térmico de las RPUF con el paso del tiempo.

En la Tabla 4 se muestran los incrementos de conductividad a las 2, 6 y 12 semanas tras fabricación calculados frente al resultado obtenido a las 24h (es decir, al resultado de las 2 semanas se le resta el que tenía a las 24h; y así para las 6 y 12 semanas).

El mayor incremento lo presenta la composición 00/08 y se debe a que solo se utiliza agua como espumante, y el CO₂ del interior de las celdillas migra al exterior a las pocas horas tras fabricación; quedando solo aire en el interior (que presenta una mayor conductividad térmica). A según se incorpora espumante físico en la composición, los incrementos disminuyen notablemente. El menor incremento de λ corresponde a la formulación 07/03 aunque la composición 06/01 es la que presenta un menor valor de conductividad. Esto se debe a que formulaciones del Barrido 07 son más estables dimensionalmente que las del 06.

Tabla 3. Valores de ratio Solkane/agua y conductividad térmica a las 24h para cada composición.

Composición	Solkane:Agua	λ (W/mK) a las 24h
00/08/	0:3,5	0,02429
02/04/	14:3	0,02069
02/05/	14:3	0,02207
03/01/	14:1	0,02137
03/02/	14:0	0,022035
04/01/	17:0	0,0232
04/02/	20:0	0,0246
04/03/	28:0	0,02401
06/01/	20:2	0,019562
06/02/	34:1,5	0,01986
07/01/	19:2,25	0,020205
07/02/	20:2	0,019875
07/03/	26:1,5	0,019945

4.3. Comparación de los resultados obtenidos con la revisión bibliográfica.

La tendencia actual en las investigaciones sobre RPUF se basan en la adición de refuerzos o “fillers” en la composición (nanotubos de carbono, nanoarcillas, aerogeles, etc.); cosa que no se realizó en el presente proyecto; lo que permitió abaratar costes y simplificar el proceso de fabricación, además de obtener menores resultados de conductividad térmica que en algunos de trabajos donde sí se utilizan “fillers” como en [2-4].

En publicaciones en las que no utilizaron ningún tipo de “filler”, los valores de conductividad térmica oscilan entre 0,022-0,035 W/mK; salvo en [5], donde obtienen RPUF con conductividad térmica de 0,0128-0,02 W/mK.

En la memoria completa del TFG puede consultarse toda la bibliografía consultada junto a los valores de conductividad registrados.

Tabla 4. Valores de los incrementos de conductividad producidos en cada composición con el paso del tiempo.

Composición	Valor de $\Delta\lambda$ (W/mK)		
	2 sem.	6 sem.	12 sem.
00/08	0,00111	0,005225	0,00575
02/04	0,00049	0,00166	0,00298
02/05	0,00109	-	-
03/01	-	-	-
03/02	-	-	-
04/01	-	-	-
04/02	-	-	-
04/03	-	-	-
06/01	0,0001213	0,001098	0,001858
06/02	0,000545	0,001565	0,00224
07/01	-	-	-
07/02	0,000365	-	0,002335
07/03	0,00012	-	0,00172

5. CONCLUSIONES Y TRABAJOS FUTUROS.

Se han conseguido los objetivos planteados al inicio del proyecto, creando un aislante térmico de baja densidad. En concreto, se formularon composiciones de espumas rígidas de poliuretano, consiguiendo disminuir su conductividad desde 0,024 W/mK a 0,019 W/mK a lo largo del proyecto, logrando también disminuir el incremento de la conductividad a las 12 semanas tras fabricación: de 0,0058 a 0,0017 W/mK (ver Figura 3). Por lo tanto, puede afirmarse que el material obtenido en este TFG sería un excelente aislante térmico, al menos en un ambiente de temperaturas en torno a 20 °C, que fue a la cual se llevaron a cabo los ensayos de las probetas.

Como trabajo futuro se pretende caracterizar más en profundidad el material fabricado: análisis microestructural de imágenes SEM, realización de ensayos DSC, espectroscopia infrarroja, etc. Para estudiar su posible aplicación en aislamiento criogénico, debería ensayarse su conductividad a temperaturas medias de entre -60 °C y -250 °C, y realizar ensayos de estabilidad dimensional y de resistencia a compresión. Debido a que las tendencias actuales en cuanto a RPUF se centran en la investigación sobre la obtención de espumas sostenibles y respetuosas con el medio ambiente, se plantea también como trabajo futuro la disminución de la conductividad térmica de las RPUF, pero fabricadas por vías más medioambientalmente respetuosas. Por ejemplo: reemplazando el agente espumante utilizado por uno del tipo HCFO, el cual

tiene un efecto prácticamente nulo sobre el calentamiento global.

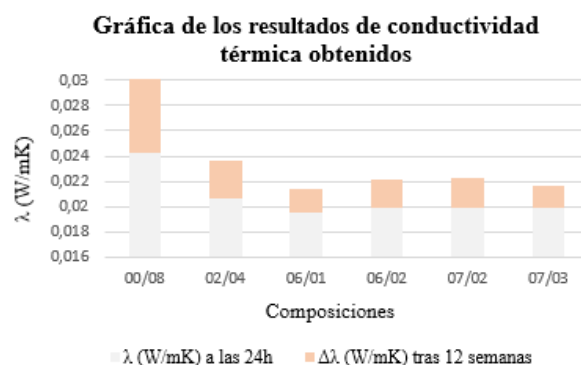


Figura 3. Representación gráfica de los resultados de conductividad térmica obtenidos y de los incrementos producidos 12 semanas después de fabricación.

6. AGRADECIMIENTOS.

Me gustaría dar las gracias a mi tutor Carlos Ulloa Sande por todo su apoyo durante el proyecto; a Jacobo Porteiro por prestarme el conductivímetro en la EEI, y a CETEC por cederme sus instalaciones para la fabricación de mis probetas de RPUF. También agradezco a Abdulmalik Mohammad (de Solvay Fluor GmbH, German) el envío de muestras gratuitas de Solkane.

7. REFERENCIAS

- [1] StiroLab Material Testing Technology (s.f.). “User manual LM. PLUS 305 determining thermal conductivity according to EN 12667:2002” [Manual de Usuario]
- [2] Calvo, M. (2019), “Synthesis, foaming kinetics and physical properties of cellular nanocomposites based on rigid polyurethane”, [Tesis doctoral – Universidad de Valladolid]
- [3] Kim J-D, Kim J-H, Lee D-H, Yeom D-J, Lee J-M., “Synthesis and Investigation of Cryogenic Mechanical Properties of Chopped-Glass-Fiber-Reinforced Polyisocyanurate Foam”, *Materials*. 2021, 14(2):446, <https://doi.org/10.3390/ma14020446>
- [4] Kairytė A, Kremensas A, Vaitkus S, Członka S, Strąkowska A., “Fire Suppression and Thermal Behavior of Biobased Rigid Polyurethane Foam Filled with Biomass Incineration Waste Ash”, *Polymers*. 2020; 12(3):683. <https://doi.org/10.3390/polym12030683>
- [5] Carriço CS, Fraga T, Carvalho VE, Pasa VMD., “Polyurethane Foams for Thermal Insulation Uses Produced from Castor Oil and Crude Glycerol Biopolyols”, *Molecules*. 2017; 22(7):1091. <https://doi.org/10.3390/molecules22071091>

Estudio comparativo del comportamiento frente a corrosión en aleaciones metálicas utilizadas en la industria dental obtenidas mediante fabricación convencional y fabricación aditiva

M. López¹, D. Álvarez², Ó. Barro³

¹Escuela Técnica Superior de Ingeniería Industrial, Universidad de Vigo. martagiluni@gmail.com

²Universidade de Vigo, grupo de investigación E-Materiais, Escuela de Ingeniería Industrial, 36310 Vigo.

³CINTECX, Universidade de Vigo, grupo de investigación LaserOn, Escuela de Ingeniería Industrial, 36310 Vigo.

Resumen: El presente documento aborda el estudio e interpretación de diferentes ensayos de corrosión en medios fluorados a las aleaciones metálicas más utilizadas en la industria protésica dental, el acero inoxidable 316L, el titanio cpí y las aleaciones dentales de Co-Cr. Cada uno de los metales ensayados ha sido obtenido por mecanizado convencional y fabricación aditiva mediante deposición por tecnología láser a partir de polvo metálico. El objeto del estudio ha sido evaluar si la fabricación aditiva permite obtener un material más resistente a la corrosión en medios fluorados que su análoga tradicional. Cada material se ha sometido a caracterizaciones electroquímicas, composicionales y microestructurales (SEM/EDX). Una vez obtenidos estos resultados, se propone un mecanismo de acción para la explicación de los fenómenos electroquímicos presentados. Finalmente, se concluye si ambas técnicas de fabricación son adecuadas para la fabricación de prótesis dentales y se exponen los motivos para elegir un material u otro en función de los requerimientos específicos.

Palabras clave: Corrosión, Aleaciones dentales, Fabricación aditiva, Técnicas electroquímicas

1. INTRODUCCIÓN.

Actualmente un gran número de personas necesitan prótesis dentales, muchas de ellas fabricadas en aleaciones metálicas, como aleaciones de Ti, Co-Cr o AISI 316L, por sus buenas prestaciones mecánicas y su enorme capacidad de compatibilidad con los tejidos óseos y epiteliales. Según datos aportados por la FOR (*Fundation for Oral Rehabilitation*) hay unos 240M de personas en el mundo que necesitan una o varias prótesis dentales. En 2019, esta industria movió 4230M \$ en el mercado mundial y se prevé que siga al alza.

El entorno bucal es un medio físico-químico con unas condiciones que experimentan gran variabilidad en periodos cortos de tiempo, por ejemplo, se estima que su pH puede variar de 5,9 a 7,6 en unos pocos minutos, lo cual genera un ambiente de inestabilidad electroquímica para las aleaciones metálicas que se utilizan en la industria de implantología y protésica dental, que puede dar lugar a la aparición de fenómenos de corrosión en ellas y producir el fallo del implante [1]. La mayoría de los productos para higiene oral utilizados masivamente contienen altas cantidades de flúor, que genera un ambiente ácido y corrosivo para las aleaciones biomédicas en solución acuosa. Además, recientemente se han incorporado al mercado nuevas técnicas de fabricación que podrían modificar la estructura química de las aleaciones obtenidas y variar su respuesta frente a corrosión en dichos medios [2].

El trabajo se enmarca en el estudio de los materiales metálicos utilizados en protésica dental. Las prótesis y los implantes dentales son elementos artificiales que se utilizan para reponer la funcionalidad de las piezas dentales dañadas o perdidas debido a procesos patogénicos o traumáticos.

2. TÉCNICAS ELECTROQUÍMICAS.

En este apartado se explican las 3 técnicas electroquímicas empleadas y en la Tabla 1 se recogen los ensayos realizados, así como se detallan las especificaciones seguidas para este estudio.

2.1 Polarizaciones o voltametrías.

Las curvas de polarización son técnicas rápidas y sencillas que se utilizan para estudiar los fenómenos que acontecen en la superficie metal/electrolito. Se emplean para evaluar la susceptibilidad de la superficie metálica a ciertos tipos de corrosión o para determinar los parámetros de corrosión utilizando el método de extrapolación de las pendientes de Tafel, que viene definido mediante la ecuación del coeficiente de Stern-Geary (1). [3][4]

$$B = \frac{\beta_a \cdot \beta_c}{2,303 \cdot (\beta_a + \beta_c)} \quad (1)$$

2.2 Espectroscopias de Impedancia Electroquímica, EIS.

Las EIS se utilizan para la caracterización de sistemas electroquímicos durante periodos de tiempo prolongados, pudiendo estudiar la evolución temporal de las diferentes superficies y los fenómenos de corrosión asociados. Así, se obtiene una caracterización eléctrica del material en el medio electrolito y se basa en la obtención de la respuesta de dicho material a pequeñas perturbaciones de intensidad o voltaje conocidas. Dicho estudio se realiza mediante la interpretación de los gráficos de Nyquist, que presentan diferentes formas en función del caso estudiado, y cada una se asocia a un tipo de resistencia a la polarización concreto. [3]

2.3 Ensayos de acoplamiento galvánico.

Se evalúan las densidades de corriente y el voltaje que se genera entre dos materiales que están conectados por un medio conductor y que actúan como electrodos. Su principio de funcionamiento se debe a las diferencias de potencial que se originan entre ellos debido a su diferente estabilidad electroquímica en dicho medio [3].

Tabla 1. Condiciones y parámetros de los ensayos

Ensayo	Tipo	Tiempo	Parámetros
Voltametría cíclica	Destructivo	1 hora	+1,5V vs. OCP
Polarización corta	No destructivo	15 días	± 20 mV vs. OCP
EIS	No destructivo	15 días	± 5 mV vs. OCP – 0,01-100000 Hz
ZRA	No destructivo	8 días	$\Delta V_{m1-m2}=0$ Sensibilidad 1 nA

3. DISEÑO EXPERIMENTAL.

Las probetas de cada material se prepararon y lijaron hasta granulometría P800, se muestran en la Figura 1.

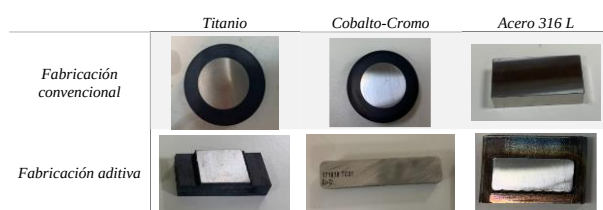


Figura 1. Probetas ensayadas

Para llevar a cabo los ensayos se configuraron celdas de 3 electrodos que tenían 2 configuraciones diferentes en función del ensayo realizado. Para las voltametrías y las EIS se utilizó un electrodo de referencia calomel, un contraelectrodo de grafito o Ti MMO, y como electrodo de trabajo, el material de interés a analizar (Figura 2.a). Para las celdas de par galvánico, en donde el Ti siempre actuó como ánodo, y los otros materiales como cátodo, utilizando el mismo electrodo de referencia y en ambos casos también el mismo electrolito (Figura 2.b). La disolución (0,15M NaCl y 0,1M NaF) se eligió intentando emular las cantidades de flúor presentes en los productos de higiene bucal, como pastas dentífricas y colutorios.

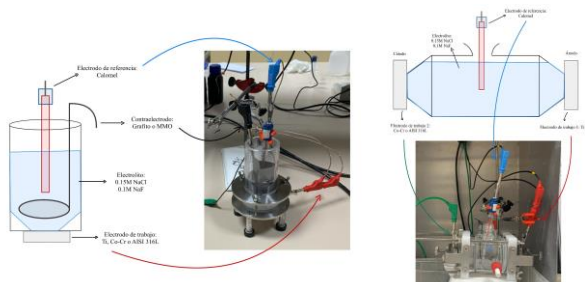


Figura 2. Celda de 3 electrodos para los ensayos de voltametrías y EIS (a) y para ensayo de par galvánico (b)

4.- RESULTADOS.

Los resultados se engloban en la respuesta de cada una de las probetas ensayadas a la caracterización electroquímica que se les impone en cada ensayo.

4.1 Voltametrías cíclicas.

En la Figura 3 se muestran las curvas de polarización para todas las probetas ensayadas, (a) las curvas correspondientes a los metales mecanizados (b) las curvas correspondientes a los metales obtenidos mediante fabricación aditiva.

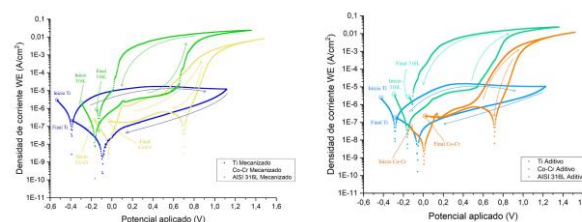


Figura 3. Voltametrías de los materiales mecanizados (a) y aditivos (b).

De manera general, se puede afirmar que, para el mismo material obtenido por 2 métodos de fabricación diferentes, los resultados en este ensayo son muy similares, pero sí se distinguen 2 comportamientos en función del material considerado, aquellos en los que se ha alcanzado el límite de picadura, los dos aceros, y aquellos en los que se han formado óxidos pasivos protectores en la superficie, los titanios y las aleaciones de Co-Cr. En la Figura 4 se detallan las picaduras en ambos tipos de aceros ensayados, que presentan una diferente morfología en función del tipo de método empleado para la fabricación de la probeta.

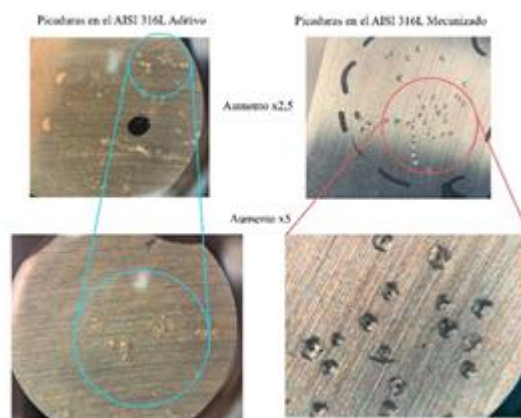


Figura 4. Picaduras en el acero aditivo (a) y mecanizado (b).

4.2 Espectroscopias de impedancia y polarizaciones cortas.

El comportamiento del Ti mecanizado y aditivo es similar, como se refleja en los resultados de la Figura 5. En cuanto a las polarizaciones cortas, para el caso mecanizado, el OCP se desplaza hacia potenciales más electropositivos durante las primeras 24 horas, pero tras 192 horas de contacto con el medio, este se sitúa en potenciales menos nobles, lo que indica un aumento de la corriente de corrosión (Figura 5.a). Sin embargo, para el Ti aditivo, esta variabilidad es mucho menor, y su OCP y su corriente de corrosión presentan una mayor estabilidad (Figura 5.b). En la evolución de las curvas de Nyquist, que se muestra en las Figuras 5.c y 5.d, tras 24 horas de exposición al medio, aumenta la resistencia a polarización del material, pero tras 192 horas de contacto con el medio, el arco disminuye, lo que indica una bajada de la resistencia a polarización del material,

como se refleja de una manera más consistente en el Ti aditivo, donde los arcos se van reduciendo paulatinamente.

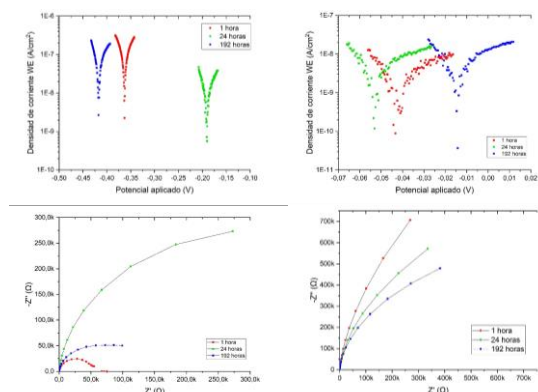


Figura 5. Polarizaciones cortas del Ti mecanizado (a) y Ti aditivo (b) y diagramas de Nyquist del Ti mecanizado (c) y Ti aditivo (d).

Los resultados de las pruebas de exposición para el Co-Cr se recogen en la Figura 6. Para el mecanizado hay un desplazamiento de OCP cara a potenciales menos nobles, lo que indica un aumento de la corriente de corrosión (a), y en el caso aditivo, se constata una mayor constancia en la corriente de corrosión, además de situarse en potenciales más nobles (b). La evolución de las curvas de Nyquist presenta valores más o menos constantes durante las primeras horas para el Co-Cr mecanizado, pero tras 192 horas de exposición al medio, la curva se hace cada vez más pequeña, indicando una disminución de la resistencia a la polarización (Figura 6.c). Para el caso aditivo, el arco se hace cada vez mayor, indicando un aumento de la resistencia a polarización del material en el medio (Figura 6.d).

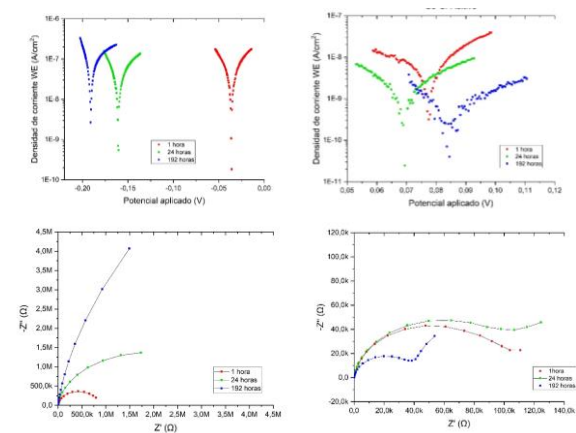


Figura 6. Polarizaciones cortas del Co-Cr mecanizado (a) y Co-Cr aditivo (b) y diagramas de Nyquist del Co-Cr mecanizado (c) y Co-Cr aditivo (d).

En los resultados del acero, para el caso mecanizado, el OCP se sitúa primeramente en valores poco nobles, pero tras pasar mayor tiempo en contacto con el medio, vuelve a valores cercanos a los iniciales, estabilizando la corriente de corrosión (Figura 7.a); mientras que para el acero aditivo, se desplaza cada vez hacia potenciales más electronegativos. Se debe tener en cuenta que aquí se parte desde un primer momento de potenciales absolutos más positivos (Figura 7.b). La evolución de las curvas de Nyquist en este caso es más compleja que

en los dos anteriores, debido a la presencia de las colas de difusión, que dificultan la interpretación del diagrama. La resistencia a polarización en ambos casos parece aumentar, o como mínimo, mantenerse constante a lo largo de los 15 días de ensayo. (Figuras 7.c y 7.d).

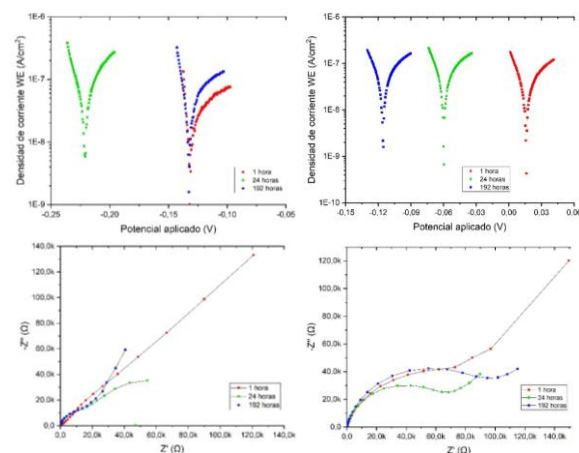


Figura 7. Polarizaciones cortas del AISI 316L mecanizado (a) y AISI 316L aditivo (b) y diagramas de Nyquist del AISI 316L mecanizado (c) y AISI 316L aditivo (d).

4.3 Ensayos de par galvánico.

En los estudios de par galvánico se muestra la evolución de la corriente y el potencial de par a lo largo de la semana de establecimiento del par (Figura 8). Siempre que la corriente de par tienda a aumentar, el potencial de par tendrá que hacerse más electronegativo, como así ocurre en ambos casos para la pareja de Ti y Acero, tanto aditivo, como mecanizado. De manera muy similar en los dos pares, la corriente aumenta aproximadamente un orden de magnitud, y el potencial de par disminuye en -0,2V en la semana de estudio. Todo esto es indicativo de que se está acelerando la cinética de corrosión del material que actúa como ánodo, el Ti.

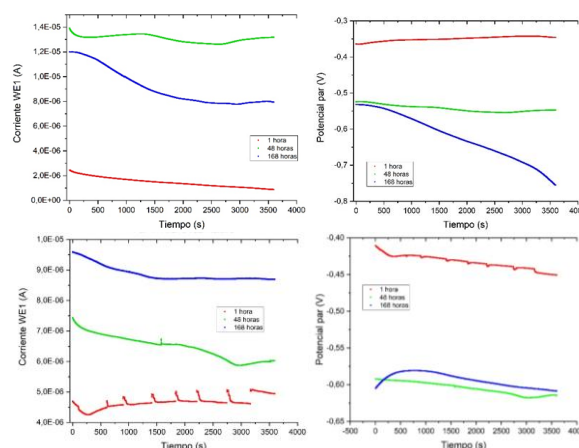


Figura 8. Corriente (a) y potencial (b) de par para Ti-AISI 316L mecanizado y corriente (c) y potencial (d) de par para el Ti-AISI 316L aditivo

Los resultados para el par titanio-cobalto-cromo difieren entre sí para ambos métodos de fabricación. Para la pareja mecanizada (Figuras 9.a y 9.b), los resultados siguen una tendencia similar al caso anterior, la corriente de par tiende a aumentar, en una semana se

incrementa la corriente de par en 0,7 μA , mientras que el potencial de par se hace menos noble, disminuyendo en -0,1V aproximadamente. Sin embargo, es totalmente diferente lo que ocurre para el par de materiales aditivos (Figuras 9.c y 9.d), en donde la corriente de par se vio reducida a medida que se establecía el mismo, y fue también el único caso en donde el potencial se incrementó, es decir, se hizo más electropositivo en +0,1V aproximadamente. Cabe destacar que este fue el único par de los 4 ensayados en el que se dio esta situación.

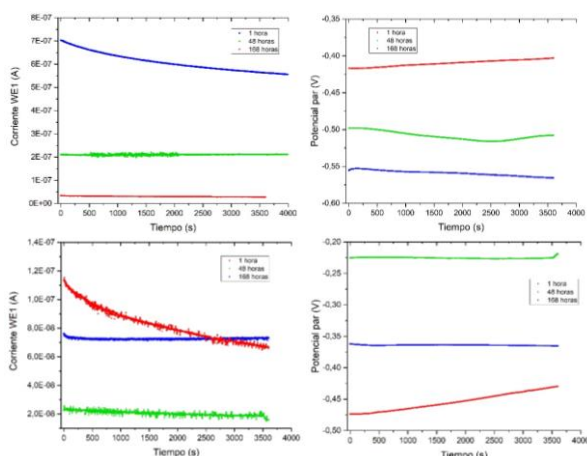


Figura 9. Corriente (a) y potencial (b) de par para Ti-Co-Cr mecanizado y corriente (c) y potencial (d) de par para el Ti-Co-Cr aditivo.

En cuanto el estado visual de las probetas de titanio tras la realización de los ensayos, la Figura 10.a corresponde al Ti aditivo procedente del par Ti-AISI 316L, mientras que la Figura 10.b se corresponde con el Ti mecanizado procedente del par Ti-Co-Cr. En ambos casos la formación de una capa de óxidos superficial es evidente.

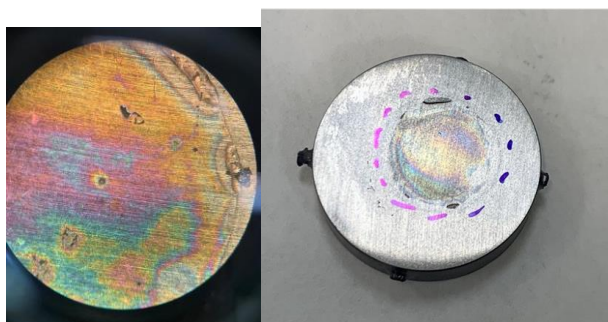


Figura 10. Superficie de Ti aditivo (a) y mecanizado (b) tras los ensayos de par.

5.- DISCUSIÓN.

La resistencia a corrosión en el Ti se debe a la formación de una capa pasiva de óxidos en su superficie, pero ésta puede verse alterada debido a una disminución de pH en la cavidad oral provocada por la presencia de metabolitos bacterianos, procesos infecciosos o inflamatorios o ciertos alimentos. Y también se destruye debido a la presencia de compuestos que contienen flúor, como pueden ser los utilizados en productos dentífricos.

Esto último se debe a que el flúor en sí ya provoca una acidificación del medio por la formación de ácido fluorhídrico cuando se encuentra en disolución acuosa. Posteriormente, este ácido fluorhídrico formado

reaccionará con los óxidos protectores de la capa nativa del Ti, disolviéndolos, originando complejos F-Ti solubles, favoreciendo la cinética de corrosión del Ti (Figura 11) y privándolo así de su capacidad de resistencia a la corrosión en el medio [5].

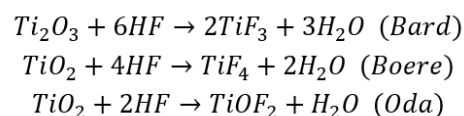


Figura 11. Reacciones de disolución de los óxidos de Ti

También algunos autores han reportado un efecto protector de ion fluoruro en presencia de cloruros en la corrosión de los aceros inoxidables. [6]

6.- CONCLUSIONES.

En general, los resultados son similares para los materiales obtenidos por ambos métodos de fabricación, aunque los materiales aditivos presentan resultados levemente mejores en la mayoría de estudios.

En los estudios de corta duración, la mejor evolución presentada fue la de Ti y la peor la del acero, mientras que, en los estudios de larga duración, la peor evolución fue la presentada por el Ti y la mejor la del Co-Cr aditivo; por lo tanto, es destacable reseñar que se obtienen diferentes conclusiones en función de la duración del estudio.

Y finalmente, en los pares galvánicos cabe destacar que el Ti siempre actuó como ánodo en todos ellos, que en el par Ti-Acero 316L aditivo fue en donde este presentó una corrosión general más acusada, mientras que el par Ti-CoCr aditivo fue el único que arrojó unos resultados favorables de cara a su uso en protésica e implantología dental, como ya actualmente se está empleando en la industria.

7.- BIBLIOGRAFÍA.

- [1] G. Lütjering y J. Williams, «Titanium. 2,» Berlin, Germany, Springer, 2007.
- [2] J. Davis, «ASM specialty handbook: nickel, cobalt, and their alloys,» de ASM International, Materials Park, 2001.
- [3] A. J. Bard y L. R. Faulkner, *Electrochemical Methods: Fundamentals and Applications*, 2 ed., vol. 1, D. Harris, Ed., Austin, Texas: John Wiley and Sons, 2001.
- [4] ASTM International, *Standard Test Method for Conducting Potentiodynamic Polarization Resistance Measurements*, West Conshohocken, 2003.
- [5] M. Nakagawa, S. Marsuya, S. T. y M. Ohta, «Effect of Fluoride Concentration and pH on Corrosion Behavior of Titanium for Dental Use,» *Journal of Dental Research*, vol. 9, nº 78, pp. 1568-1572, 1999.
- [6] Z. Luo, J. Zuo, H. Jiang, W. Geng, Y. Zhou, Z. Lian y W. Wei, «Inhibition Effect of Fluoride Ion on Corrosion of 304 Stainless Steel in Occluded Cell Corrosion Stage in the Presence of Chloride Ion.» *Metals*, vol. 11, nº 2, pp. 2075-4701, 2021.

INFLUENCIA DE LA VELOCIDAD DE FABRICACIÓN MEDIANTE SLM EN LA MICROESTRUCTURA DE MATERIALES COMPUESTOS Ti/TiN CON REFUERZO IN-SITU Y EX-SITU

B. Rico

Universidad Rey Juan Carlos, Calle Tulipán s/n. CP 28933 Móstoles, Madrid; b.rico.2016@alumnos.urjc.es

Resumen: La aleación Ti6Al4V es ampliamente usada en múltiples aplicaciones industriales debido a sus propiedades. Sin embargo, los requerimientos tan exigentes de estas aplicaciones requieren una mayor dureza y resistencia al desgaste, entre otras características. Con el objetivo de mejorarlas, se han estudiado mecanismos de refuerzo como la nitruración como tratamiento superficial de la aleación de titanio, superando las desventajas de esta. Este estudio se lleva a cabo basado en estas premisas, fabricando un material compuesto en un solo paso y llevando este proceso a toda una pieza, con el objetivo de mejorar las propiedades a nivel global de producto. Para ello se ha optado por el estudio de las tecnologías de fabricación aditiva por sus grandes ventajas, en concreto la fusión selectiva por láser. En este caso se observa una mayor mejoría, en torno a un 30,65%, aunque otras propiedades como la porosidad deben ser mejoradas para su futura aplicabilidad industrial.

Palabras clave: Ti6Al4V, TiN, Nitruración, Fabricación Aditiva, Fusión Selectiva por Láser, SLM.

1.- INTRODUCCIÓN.

Los materiales compuestos de matriz metálica (en adelante MMC por sus siglas en inglés), se componen de un material continuo, matriz, que normalmente se trata de una aleación metálica, y de un refuerzo, bien cerámico o metálico [1].

Algunos de los materiales más usados como matriz metálica son, aluminio, cobre, magnesio, titanio, níquel y acero. Sus aplicaciones van desde el aligeramiento de estructuras, como en los casos de las industrias aeroespaciales, del automóvil o de defensa, con MMCs basados en matrices de titanio, aluminio y magnesio, pasando por aplicaciones de herramientas, industria pesada y electrónica, con MMCs de matrices de acero, níquel o cobre respectivamente, hasta aplicaciones en deportes y en el sector biomédico. Esto se debe al aumento de las propiedades mecánicas del material metálico, tales como, resistencia al desgaste, resistencia a la fluencia, amortiguamiento y mejor estabilidad térmica, reduciendo la expansión térmica tan característica de los materiales metálicos [1].

La continua evolución de la industria y el aumento de los requerimientos de calidad, así como la necesidad de seguir innovando a una velocidad mucho mayor de la que permitían los procesos de fabricación tradicionales, son algunas de las causas por las que han ido apareciendo nuevos métodos de fabricación que permitan adaptarse a las nuevas tendencias del sector [2].

La Fabricación Aditiva (en adelante FA) es una técnica de procesado relativamente nueva que surge a través de la evolución desde la creación rápida de prototipos hasta la fabricación rápida y, posteriormente, como método de fabricación por capas. Pero no es hasta la reciente evolución de las técnicas de impresión 3D específicas

que la tecnología ha tomado realmente el significado actual de la FA, permitiendo fabricar componentes industriales directamente de archivos CAD [2].

Las tecnologías más empleadas y reconocidas para la FA de un MMC están basadas en polvo, siendo los más comunes aquellas fabricaciones basadas en la fusión en lecho de polvo, principalmente aquellos en los que el polvo se va aportando, aunque también son usados aquellos métodos basados en hilo [3] y [4].

La FA basada en lecho de polvo fundido consiste en un sistema en el cual se crea una cama de polvo, o lecho, por el área de trabajo. La fuente de energía está programada para fundir o sinterizar el polvo en la forma deseada. El polvo adicional se rastrilla a través del área de trabajo creando el componente tridimensional sólido [3] y [5].

En concreto la Fusión selectiva por láser (en adelante SLM) consiste en una tecnología en la que el rayo láser pasa a través de una serie de lentes y se proyecta en el camino deseado con la ayuda de espejos. La plataforma en la que se encuentra el lecho de polvo se mueve hacia abajo después de que el polvo funda selectivamente, depositando una nueva capa y deslizando el polvo sobre la placa de construcción en la parte superior [3].

2.- OBJETIVO.

El objetivo principal de este trabajo es analizar la influencia de la velocidad de fabricación mediante la tecnología SLM en la microestructura de materiales compuesto de aleación de titanio y nitruros de titanio con refuerzo in situ y ex situ.

3.- PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.

3.1. Materiales estudiados.

Para la fabricación de las muestras se ha utilizado Ti6Al4V en polvo facilitado por la empresa Renishaw, cuya composición es de hasta un 6,75%p de Al, 4,5%p V y otros componentes. El tamaño medio de partícula es de 34 μm y la densidad de 4,42 g/cm³.

Como refuerzo del material compuesto de matriz de titanio se utilizaron partículas cerámicas de TiN, facilitados por la empresa Stanford, cuya composición es de hasta un 77,0%p de Ti 20,0%p de N y máximo 0,1%p de C. El tamaño medio de partícula es de 44 μm y la densidad de 5,430 g/cm³.

3.2. Fabricación.

Durante el desarrollo de este estudio se llevaron a cabo dos métodos diferentes de fabricación: In situ, polvo de aleación Ti6Al4V y atmósfera reactiva, generando los nitruros a medida que se fabrican las piezas debido a la reacción con la atmósfera rica en N₂; Ex situ, mezcla de polvo de aleación y polvo de TiN en atmósfera inerte, en la que se realiza previamente la mezcla entre los dos polvos y se deposita una cama de esta.

En concreto, para la fabricación in situ se introdujo en la tolva la aleación Ti6Al4V y la atmósfera se preparó con una mezcla de gases 50% N₂ y 50% Ar. Mientras que para la fabricación ex situ se introdujo en la tolva una mezcla 15%p de TiN y el restante de aleación Ti6Al4V en una atmósfera 100% Ar. Para conseguir una mezcla lo más homogénea posible de la mezcla de polvos se introdujeron en molino de bolas, con bolas de sílice por 5 horas.

Las velocidades de fabricación se escogieron teniendo en cuenta la Energía Bruta Aportada (en adelante EBA), es decir la cantidad de energía introducida por unidad de longitud por una fuente de energía en movimiento, (ecuación 1), teniendo en cuenta que la EBA0 4,5 J/m para una velocidad de 65 mm/s, y se quieren hacer saltos de EBA de 1,5 J/m en aumento, llegando a una EBAf de 10,5 J/m, para lo que es necesario una velocidad 28,5 mm/s.

$$EBA = (I \cdot V) / v \quad (ec. 1)$$

3.3. Caracterización.

Cada una de las muestras fue caracterizada dimensionalmente y posteriormente se cortaron, embutieron y prepararon superficialmente. Las muestras se prepararon para estudiar el comportamiento entre las capas impresas (cara transversal) y para estudiar la superficie de una misma capa (cara de arriba).

La caracterización realizada se basó en un estudio de porosidad, microdureza, densidad y microscopía electrónica de barrido (SEM).

4.- RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

4.1. Caracterización dimensional de las muestras.

Una vez fabricadas las muestras se tomaron fotografías de las piezas (Figura 1) y posteriormente se tomaron medidas del ancho y largo de las piezas, además de la altura con y sin las bases usadas para una mejor adherencia a la base durante la fabricación.

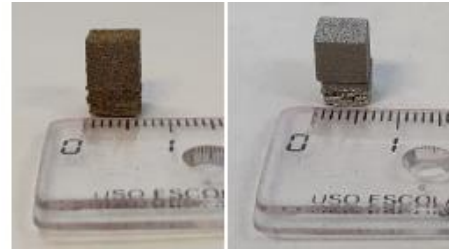


Figura 1. Piezas de fabricación in situ (izquierda) y ex situ (derecha).

Como se puede observar en las imágenes, la pieza fabricada por el método in situ se muestran de color más cobrizo, como el nitrato en polvo, debido al contacto continuo con la atmósfera de nitrógeno. Sin embargo, las piezas fabricadas ex situ tienen color más plateado, como la aleación de titanio en polvo.

A riesgo de que las partículas de polvo de nitrato se dispersasen por la cámara sin deposición en la cama y, por tanto, no estuviesen en el lecho a la hora de pasar el láser, se procedió de nuevo a la caracterización de polvo sobrante en la cámara de SLM. Se observa que no hay diferencias con respecto a la mezcla de polvo antes de realizar la fabricación y que el polvo utilizado se mantiene igual durante la fabricación.

4.2. Porosidad.

Se ha realizado la caracterización teniendo en cuenta dos caras diferentes, por un lado, el corte transversal para analizar el comportamiento entre capas, Figura 3 (izquierda), y la cara de arriba, Figura 3 (derecha), la última capa impresa, para observar el comportamiento entre las pasadas. En concreto la cara transversal ha sido dividida en tres partes, (Figura 3): inferior, número 1, justo sobre los soportes; superior, número 3, correspondiente a las capas superiores y comparable a la cara de arriba; y medio, número 2, entre las otras dos.



Figura 3. Corte transversal (izquierda) y cara de arriba (derecha)

La porosidad media de la cara transversal en ambas fabricaciones aumenta según aumenta la velocidad. Esto ocurre porque a mayor velocidad disminuye la energía suministrada y, por tanto, la temperatura desarrollada localmente es menor, empeorando la mojabilidad entre las capas y, en consecuencia, se produce una menor unión entre las mismas [6].

A velocidades más altas, debido a un aporte de energía insuficiente, puede originarse la formación de partículas sin fundir o parcialmente fundidas, así como vacíos con forma alargada. Por otro lado, a velocidades menores, la caracterización de poro es más redondeada, vacíos esféricos, formados generalmente por atrapamiento de gas. Esto se puede deber a que la combinación de la potencia del láser y la baja velocidad, provocan un

gradiente de temperatura alto, dando lugar a un fuerte flujo de calor y material (por convección Marangoni), lo que haría que el gas siguiera el flujo del fluido, en lugar de liberarlas, quedando atrapadas dentro del baño de fusión solidificando y dando como resultado vacíos esféricos [7].

Por último, los valores de porosidad para la fabricación in situ son menores que para la ex situ. Esto puede deberse a que en el método ex situ, el refuerzo introducido en la mezcla ha modificado las propiedades térmicas del material, necesitando aportar mayor energía para lograr el mismo grado de fusión en ambas. Otra posible causa de la aparición de porosidad puede ser debida a problemas de mojabilidad matriz-refuerzo durante la fabricación.

4.3. Densidad.

Ligado a la cantidad de poros que presentan las muestras se encuentra la densidad de estas, siendo inversamente proporcionales. Esto se debe a las mismas razones que con la porosidad, a menor velocidad la energía suministrada es mayor, disminuyendo la viscosidad del baño fundido y mejorando, por tanto, la mojabilidad, lo cual facilita la unión entre capas y por tanto aumenta la densidad de la muestra [6].

Sin embargo, esto no sucede en las muestras fabricadas in situ, posiblemente debido al tipo de porosidad que encontramos en estas muestras. Como se ha comentado con anterioridad, las muestras a velocidades bajas pueden presentar un tipo de porosidad en forma de vacíos esféricos, y al tratarse de porosidad cerrada no se puede introducir el líquido durante la medida de densidad. Como consecuencia, los valores de densidad a menores velocidades para la fabricación in situ son menores que a mayores velocidades, siendo estas unas medidas que no se ajustan a la realidad.

4.4. Microdureza.

La tendencia de la microdureza según el incremento de la velocidad es a disminuir, no existiendo una tendencia entre las diferentes alturas. La microdureza en la cara de arriba es mayor que el corte transversal, posiblemente debido a un mayor tiempo en presencia de la atmósfera reactiva, mientras que el resto de las capas eran inmediatamente tapadas por un nuevo depósito de polvo virgen, aunque debido a la desviación la diferencia no es significativa respecto al corte transversal. A velocidades mayores de 40 mm/s esto ya no se cumple, y la microdureza presenta valores parecidos. Esto es posiblemente debido a que a mayores velocidades ésta ya no influye, de igual manera que a velocidades bajas, en el tiempo de reacción. Cabe destacar que la velocidad de 40 mm/s es la que presenta los menores valores de microdureza para la fabricación in situ, y con menos desviación.

Comparando la microdureza de la fabricación por SLM de Ti6Al4V junto con las dos fabricaciones de MMC, se observa que claramente la introducción de refuerzo ha sido exitosa en cuanto a mejorar esta propiedad mecánica. Además, se observa que la tendencia de la fabricación por medio del método in situ es la misma

que la fabricación del material de aleación y presenta los mejores valores de dureza obtenidos para todas las velocidades. Esto es posiblemente debido a una mayor generación del refuerzo frente a la incorporación en ex situ, que puede ser inferior al 10% que se introducía en la mezcla de polvo de partida.

Además, en la fabricación in situ la intercara matriz-refuerzo es presumiblemente mejor, por lo que las propiedades del material mejoran frente al método ex situ. En conclusión, se observa una mejora considerable de microdureza al introducir el refuerzo, encontrando los mejores valores en la fabricación in situ, en concreto para la velocidad de fabricación 28,5 mm/s de entre los 600 y 650 HV.

4.5. Evaluación de la cantidad de refuerzo.

Aunque se intentó realizar una evaluación de la cantidad de refuerzo, finalmente se concluye que los cálculos no son fiables, pues cuanto mayor es el porcentaje de refuerzo disperso en la matriz menor es el contraste que hacen los nitruros respecto a la matriz en una imagen en blanco y negro, utilizadas para este estudio.

4.6. Estudio microestructural.

Con el objetivo de analizar la distribución del refuerzo y otros elementos se ha realizado un estudio de la distribución de composición en las muestras fabricadas a través del uso de la tecnología EDX, para todas las velocidades y para las dos fabricaciones. Tras el análisis de las imágenes adquiridas se demuestra la presencia de nitruros en todas ellas, posteriormente se obtuvieron las mismas imágenes del SEM, para comprobar su aspecto en electrones retrodispersados (BSE) y así facilitar la búsqueda de nitrógeno en el resto de las velocidades.

En las imágenes analizadas para la fabricación in situ se concluye que los nitruros se encuentran como precipitados en las capas con forma de dendritas y a lo largo de los límites entre las capas, acumulándose en el baño fundido que se forma durante las pasadas del láser. Cabe destacar que, además, el análisis elemental muestra que existe N₂ disuelto en toda la matriz. Mientras que para la fabricación ex situ los nitruros se encuentran como partículas “embebidas” en la matriz de aleación, con la que existe reacción, como se puede comprobar por los anillos que presentan las partículas a su alrededor. En aquellos casos en los que la energía y temperatura sean suficientes, estas partículas se pueden encontrar completamente fundidas. Además, el análisis elemental muestra que existe N₂ disuelto en toda la matriz.

La microestructura de las muestras se puede visualizar al SEM una vez atacadas químicamente, de esta forma se analizan las características de cada una de las fabricaciones. En la fabricación in situ se observan acumulación de dendritas a lo largo de los límites entre las capas, mostrándose como una línea continua de refuerzo. Se observa cómo las dendritas crecen desde estos límites hacia el interior de la capa. Esto se debe a la alta solubilidad que presentan los átomos de N₂ en el titanio, proporcionando más átomos para la nucleación y el crecimiento de la fase de TiN en forma de dendritas.

A mayores aumentos, se observa que en las zonas en las que existe mayor proporción de refuerzo existen también precipitados granulares dispersos por la matriz, lo cual muestra una buena dispersión del mismo. Las zonas interdendríticas se componen de fase Alpha en forma de agujas Widmanstätten debido al enfriamiento rápido característico de estos sistemas de fabricación, como se puede ver en el cuadrado rojo. Además, se encuentra una tercera fase de solución sólida estequiométrica de TiN 0,3 rica en nitrógeno en forma de barras, aunque estas pueden corresponder también con límites de grano saturados de fase Alpha

En las muestras fabricadas por el método ex situ no se observan dendritas, pero sí las partículas de TiN que han permanecido después de la fusión durante la deposición y otras que se han fundido completamente. Las partículas más grandes, que no han llegado a fundirse por completo presentan una capa de reacción alrededor de las mismas con la matriz de aleación. La fracción más fina de TiN que se ha fundido por completo, ha dado lugar a precipitados finos de TiN en la matriz.

Debido a la alta velocidad de enfriamiento del proceso de fabricación, hay poco tiempo para que el nitrógeno se desprenda del metal, por lo que las partículas de refuerzo vuelven a precipitar en las zonas donde existen sobresaturaciones, las cuales corresponden a las zonas entre las partículas parcialmente fundidas, debido al rápido enriquecimiento en N₂ de la matriz circundante a las partículas como resultado de las zonas de reacción.

Por el contrario, cuando las zonas de reacción están separadas, el nitrógeno disuelto en la matriz da lugar a agujas Widmanstätten de fase Alpha debido a la alta velocidad de enfriamiento, como en el caso anterior.

5.- CONCLUSIONES.

Después de analizar la influencia de la velocidad de fabricación mediante la tecnología SLM se concluye que las condiciones de fabricación que presentan mejor compromiso entre porosidad y microdureza son 28,5 mm/s por el método in situ y 40 mm/s por el método ex situ.

- La porosidad de las muestras aumenta según aumenta la velocidad de fabricación y, por tanto, según disminuye la EBA. Para todas las velocidades de fabricación la porosidad del material compuesto in situ es menor que la del material compuesto ex situ, aunque la cantidad de poros es elevada para su viabilidad industrial, teniendo que poner mayores esfuerzos en optimizar los parámetros de fabricación.

- La microdureza se ha visto mejorada, en torno a un 30,65% en la fabricación in situ y un 19,99% en ex situ respecto a la matriz sin reforzar fabricada en las mismas condiciones. El mejor resultado se obtiene a 28,5 mm/s para la fabricación in situ, alcanzando el material alrededor de 630 HV.

- El pequeño tamaño del refuerzo generado in situ dificulta el análisis del contenido de refuerzo en las muestras. El máximo valor se obtuvo para la muestra fabricada a 28,5 mm/s por el método in situ.

- La caracterización mediante SEM demuestra que la distribución del refuerzo en la matriz es más homogénea en las muestras in situ. En las muestras fabricadas ex situ se observa un anillo de reacción en las partículas de TiN más grandes y la integración de las pequeñas en la matriz.

6.- REFERENCIAS.

- [1] S. Suresh, A. Mortensen, and A. Needleman, *Fundamentals of Metal-Matrix Composites*. Elsevier Inc., 2013. doi: 10.1016/b978-0-12-819724-0.00001-x.
- [2] J. Dawes, R. Bowerman, and R. Trepleton, "Introduction to the additive manufacturing powder metallurgy supply chain," *Johnson Matthey Technology Review*, vol. 59, no. 3. Johnson Matthey Public Limited Company, pp. 243–256, 2015. doi: 10.1595/205651315X688686.
- [3] R. Shrinivas Mahale et al., "Processes and applications of metal additive manufacturing," *Materials Today: Proceedings*, Sep. 2021, doi: 10.1016/j.matpr.2021.08.298.
- [4] P. Durai Murugan et al., "A current state of metal additive manufacturing methods: A review," *Materials Today: Proceedings*, Dec. 2021, doi: 10.1016/j.matpr.2021.11.503.
- [5] W. E. Frazier, "Metal additive manufacturing: A review," *Journal of Materials Engineering and Performance*, vol. 23, no. 6. Springer New York LLC, pp. 1917–1928, 2014. doi: 10.1007/s11665-014-0958-z.
- [6] F. Prodintec, D. Manuel Antonio García García, and D. Francisco Javier Belzunce Varela, "Entidad colaboradora," 2014.
- [7] J. Liu et al., "Achieving Ti6Al4V alloys with both high strength and ductility via selective laser melting," *Materials Science and Engineering A*, vol. 766, Oct. 2019, doi: 10.1016/j.msea.2019.138319.

NORMAS DE PRESENTACION DE LA REVISTA “MATERIAL-ES”

A. Pérez¹, M. Martínez¹, J. López²

¹Centro y dirección 1, antper@unizere.es

²Centro 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. Pérez¹, M. Martínez¹, J. López²

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.