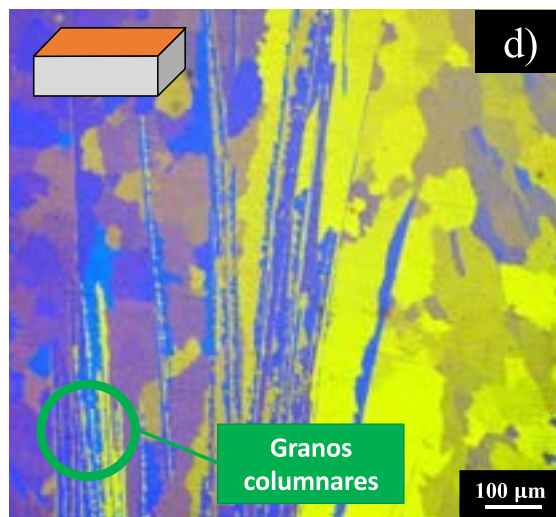
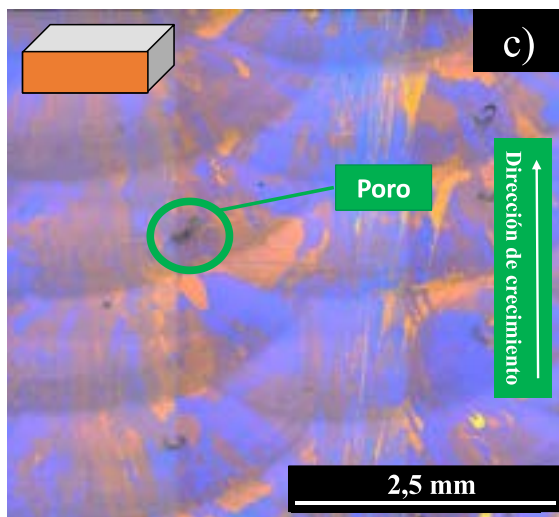
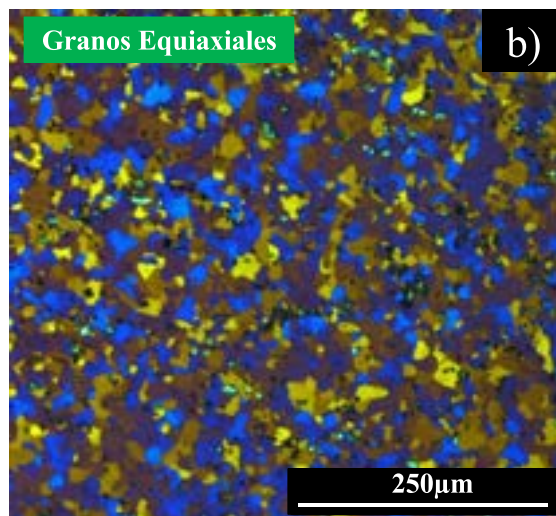
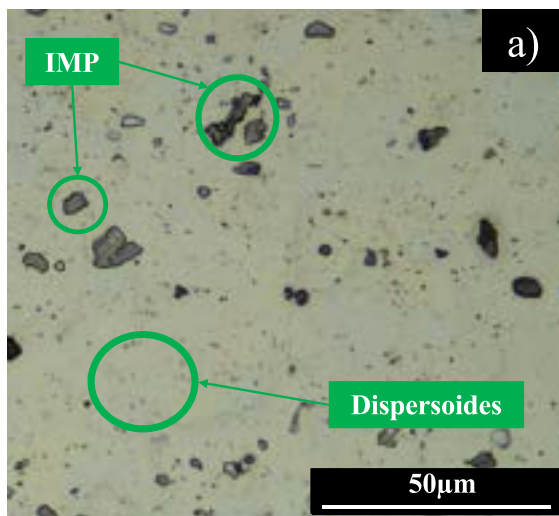


Material-ES

REVISTA DE LA SOCIEDAD ESPAÑOLA DE MATERIALES



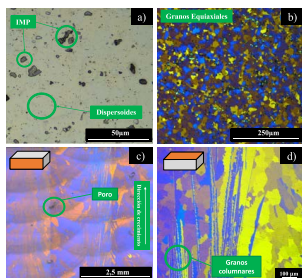


Imagen de Portada:

Micrografías de la aleación 5083 preparadas por forja sin atacar (a) forja atacada (b) y por manufactura aditiva atacada (c y d).

“Recubrimientos anticorrosión en aleaciones de Al obtenidas por manufactura aditiva”

I. Hidalgo; R. Arrabal

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

Selección de Trabajos presentados al Premio SOCIEMAT Mejor Trabajo de Fin de Grado en ingeniería en Materiales 2023 (y II)

Micromecánica de metales de fabricación aditiva mediante fusión por haz de electrones

F. Barberá; C. Botero; E. Jimenez Pique; L. Ortiz Membrado 1

Recubrimientos anticorrosión en aleaciones de Al obtenidas por manufactura aditiva

I. Hidalgo; R. Arrabal 6

Obtención de láminas delgadas para industria electrónica por un método sencillo y sostenible, basado en disoluciones acuosas

M. Colado 10

Preparación y caracterización de piezas de resina dopadas con material luminiscente para su aplicación como sensores ópticos de temperatura y fuerza

P. I. Martín-Hernández; C. Hernández-Álvarez; F. Rivera-López; I. R. Martín;
H. Hemmerich 14

EDITORIAL

Nos llena de satisfacción poder presentar este nuevo número de nuestra revista Material-ES, que da inicio al 8º volumen y que parece que va adquiriendo el respaldo y notoriedad de socios y amigos de SOCIEMAT. Gracias a todos por hacerlo posible. Este número es continuación del último número de 2023, recogiendo una nueva selección de trabajos presentados por 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 2023. Como queda patente al ver los trabajos, es un honor y un placer presentar esta cantera de jóvenes investigadores que tienen mucho que aportar al sistema de ciencia y tecnología de materiales. Les deseamos toda la suerte del mundo para poder continuar con esta encomiable labor.

Para este año tenemos muchas actividades nuevas, y continuamos con las ya iniciadas en años precedentes. Así, se ha dado inicio al IV Ciclo de Conferencias SOCIEMAT, que en esta edición ha comenzado con la participación de nuestro Presidente, Prof. Dr. Juan José Damborenea, y que contará con grandes expertos en materiales de reconocido prestigio.

Este año celebramos dos congresos que esperamos sean del interés de todos. Por una parte, el 2º Congreso Nacional de Divulgación de Materiales, Materdivulga, se celebrará los días 12-13 de junio en Toledo. Por otra parte, se celebra el Congreso Nacional de Materiales, CNMAT2024, que tendrá lugar en Málaga del 25 al 28 de junio. Recién acabado el plazo definitivo de presentación de comunicaciones podemos anunciar que ha sido un rotundo éxito y queremos agradecer el gran apoyo recibido por todos los autores, los posibles asistentes y los organizadores de simposios. Estamos ya preparando el programa y los actos sociales para conseguir un evento de gran calidad científica y en el que podamos compartir nuestros conocimientos y aportaciones en el mejor ambiente posible. Esperamos veros en junio en Málaga. Gracias.

MICROMECAÁNICA DE METALES DE FABRICACIÓN ADITIVA MEDIANTE FUSIÓN POR HAZ DE ELECTRONES

Francesc Barberá¹, Carlos Botero³, Emilio Jimenez Pique^{1,2}, Laia Ortiz Membrado¹

¹ Departamento de ciencia e ingeniería de materiales, Universitat Politècnica de Catalunya, Campus Diagonal Besòs-EEBE, C. d'Eduard Maristany 10–14, 08019 Barcelona, Spain. francesc.barbera@upc.edu

² Barcelona Research Center in Multiscale Science and Engineering – Universitat Politècnica de Catalunya-Barcelona TECH, Campus Diagonal Besòs (EEBE), C. d'Eduard Maristany 10–14, 08019 Barcelona, Spain

³ Sports Tech Research Centre, Department of Quality Management and Mechanical Engineering, Mid Sweden University, Akademigatan 1, SE83125 Östersund, Sweden;

Resumen: En el presente estudio, se han analizado una serie de muestras de metales producidos mediante PBF-EB (*Powder Bed Fusion – Electron Beam*) usando diferentes parámetros de manufactura mediante ensayos de nanoindentación con el objetivo de conocer los cambios que se producen en las propiedades mecánicas (concretamente, la dureza y el módulo elástico), y correlacionarlos con la microestructura. Paralelamente, se han llevado a cabo análisis estadísticos de los datos obtenidos en los ensayos mediante algoritmos de aprendizaje automático (*Machine Learning*). Concretamente, se han aplicado métodos de agrupación (*clustering*), con la intención de crear un método robusto que sea capaz de, a partir de los datos de los ensayos de nanoindentación, identificar determinadas características del material, como por ejemplo qué fases contiene, cómo están distribuidas y sus orientaciones cristalinas.

Palabras clave: micromecánica, nanoindentación, estadística, microestructura, manufactura aditiva, *Machine Learning*, *clustering*, propiedades mecánicas, caracterización.

1.- INTRODUCCIÓN

La micromecánica, también denominada micromecánica continua de materiales, estudia las conexiones entre la microestructura y las propiedades de los materiales multifásicos [1]. Algunos de los métodos micromecánicos más comunes son los computacionales, como el seccionamiento en serie, el estadístico sintético o el multicelular, que proporcionan mejores estimaciones de las propiedades que los métodos analíticos [2].

La nanoindentación se correlaciona con la micromecánica por el hecho de que puede utilizarse en los modelos micromecánicos mencionados junto con el análisis de elementos finitos (FEA), para predecir las propiedades mecánicas intrínsecas midiéndolas en fases individuales de materiales heterogéneos [3].

Dado que la nanoindentación proporciona datos de alto rendimiento debido a las velocidades de ensayo altas, el uso de métodos estadísticos permite determinar las propiedades mecánicas intrínsecas de las fases constitutivas del material [4]. Por ello, se aplican técnicas de aprendizaje automático no supervisado, también conocidas como *cluster analysis*, que consisten en la partición de los datos en subgrupos relevantes cuando el número de subgrupos es desconocido [5]. Algunas de estas técnicas son el *Gaussian Mixture Model* (GMM), el *K-means clustering* y el *Agglomerative Hierarchical Clustering* (HAC), entre otras.

La fabricación aditiva (AM, *Additive Manufacturing*) es una técnica de fabricación, también conocida como

impresión 3D, que se basa en el principio de deposición de material capa por capa. Una ventaja clave del AM es la capacidad de fabricar piezas de formas complejas, imposibles de obtener mediante técnicas tradicionales [6].

Una de las tecnologías de AM más importantes para metales recibe el nombre de PBF-EB (*Electron Beam based Powder Bed Fusion*) y ofrece la capacidad de lograr un control avanzado sobre el proceso de fabricación. Las tecnologías de PBF-EB se han utilizado para fabricar distintos tipos de aleaciones metálicas. Algunos ejemplos son los aceros inoxidables monofásicos, como el 316L [7-9] y materiales multifásicos más complejos como el superdúplex [10], y aceros de herramientas para trabajo en frío como el V4E, en el que se forman carburos durante la fabricación [11-12]. Además, otra ventaja de esta técnica es que permite la adaptación local de la microestructura del material, de modo que es posible obtener diferentes propiedades en un único material, como las mecánicas, térmicas y eléctricas [13-15]. Además, también es posible utilizar diferentes polvos y combinarlos durante la fabricación en múltiples etapas separadas, dando lugar a un componente multimaterial en el que los componentes se construyen con diferentes aleaciones que contienen distintas fases [16].

Combinando la nanoindentación de alta velocidad con técnicas de agrupación (*clustering*), se puede obtener una comprensión exhaustiva de las propiedades mecánicas de los materiales fabricados mediante AM. Este análisis puede facilitar la identificación de diferentes propiedades

mecánicas asociadas a ambas fases e incluso a las orientaciones cristalinas.

Es sabido que las diferencias en microestructura y fases implican diferentes propiedades [17]-[20]. Por lo tanto, se pretende obtener información sobre la cantidad y distribución de las fases, ya que nos permitiría comprender el comportamiento global del material, y la única forma de conseguirlo es realizar ensayos de nanoindentación.

Los ensayos de nanoindentación son ampliamente utilizados para medir las propiedades mecánicas de películas delgadas y pequeños volúmenes de material, permitiendo la medición precisa de fuerzas a escala nanométrica [21]. Como es posible realizar indentaciones con una tasa de alta velocidad de hasta 1 indentación por segundo, se obtienen mapas de indentación de alta velocidad con las propiedades del material (y, por tanto, la distribución de fases) [3].

Llegados a este punto, es posible correlacionar los mapas de propiedades mecánicas con la microestructura del material. Sin embargo, esta correlación es visualmente aparente, pero no cuantitativa. Para cuantificar la información de las fases, los datos deben ser deconvolucionados utilizando métodos estadísticos [22].

Cabe destacar que tanto la nanoindentación como los análisis estadísticos son muy útiles y adecuados para los materiales fabricados con PBF-EB, ya que presentan cambios locales en la composición y microestructura, que consecuentemente resultan en cambios locales en las propiedades mecánicas. En este estudio, un grupo de muestras metálicas fabricadas mediante PBF-EB se analizan mediante ensayos de nanoindentación y los datos se tratan mediante el algoritmo *Gaussian Mixture Model* (GMM).

2.- INFORMACIÓN DE LAS MUESTRAS

Un total de 7 muestras han sido incluidas en este estudio y se clasifican en 3 grupos según las estrategias utilizadas para su fabricación: "materiales multicapa", "materiales microestructuralmente adaptados" y "materiales multifásicos y compuestos".

2.1. Materiales multicapa.

A partir de polvos metálicos de acero inoxidable 316L y vanadis 4 extra (V4E), se obtuvo una muestra con una estructura de transición entre ambos metales (Figura 1) y otra con una estructura de gradiente (Figura 2).

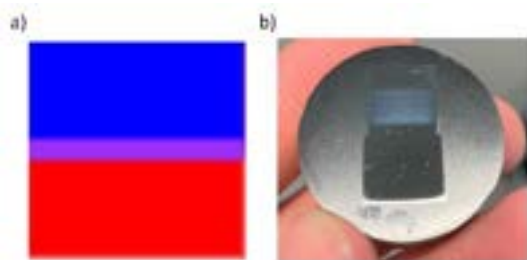


Figura 1: a) representación esquemática de la estructura [16] y b) muestra de acero inoxidable 316L y V4E con estructura de transición. Imagen del autor.

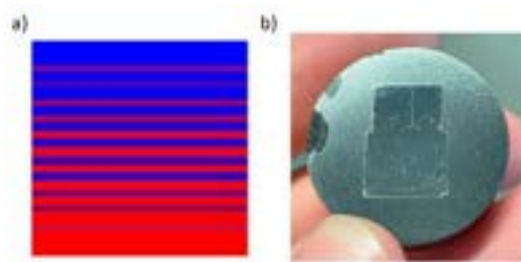


Figura 2: a) representación esquemática de la estructura [16] y b) muestra de acero inoxidable 316L y V4E con estructura de gradiente. Imagen del autor.

2.2. Materiales microestructuralmente adaptados.

Estas muestras se han fabricado mediante un proceso conocido como refundición por capas (*layer remelting*), el cual consiste en la fundición del material (acero 316L en este caso) por capas usando para cada una de ellas unos parámetros del haz de electrones diferentes (Figuras 3 y 4).

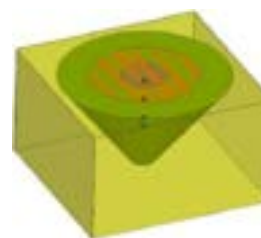


Figura 3: representación esquemática de la estructura de las muestras fabricadas mediante *layer remelting* [16].

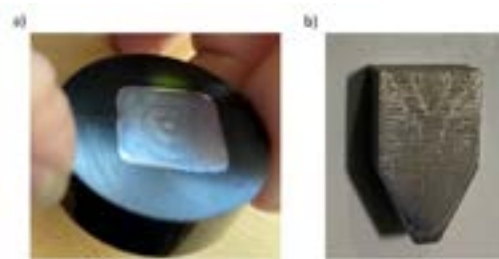


Figura 4: muestras de acero inoxidable 316L fabricadas mediante *layer remelting*, siendo a) la correspondiente a la vista axial de la Ilustración 3 y b) la correspondiente a la vista transversal. Imagen del autor.

2.3. Materiales multifásicos y compuestos.

En este grupo se han incluido muestras de las cuales cabe esperar la presencia de múltiples fases.

3.- METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

3.1. Caracterización microestructural.

Se utilizaron SEM, EDS y EBSD para analizar y caracterizar las muestras. Se utilizó el SEM Phenom XL para obtener las imágenes SEM de la microestructura y las nanoindentaciones. Para el análisis elemental se utilizó el SEM Zeiss Neon40 equipado con EDS Oxford. Para el análisis EBSD, se utilizó el SEM JEOL JSM-7001F equipado con Oxford EBSD operado a 20kV con un tamaño de paso de 0,1 μm .

3.2. Ensayos de nanoindentación.

Los ensayos de nanoindentación se realizaron con control de carga utilizando el nanoindentador iMicro (KLA) equipado con una punta de diamante Berkovich.

4.- RESULTADOS

La Figura 5 muestra la microestructura y una imagen general de la muestra de acero Súper Dúplex 2507. En la Figura 6 se muestra la microestructura y una imagen de la muestra de acero inoxidable 316L y nitruro de boro (BN).

Para cada una de las muestras, se incluyen los resultados provenientes de los ensayos de nanoindentación y de los análisis estadísticos.

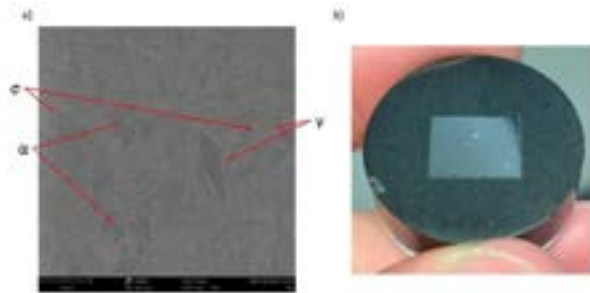


Figura 5: a) microestructura y b) muestra de acero Súper Dúplex 2507. Imagen del autor.

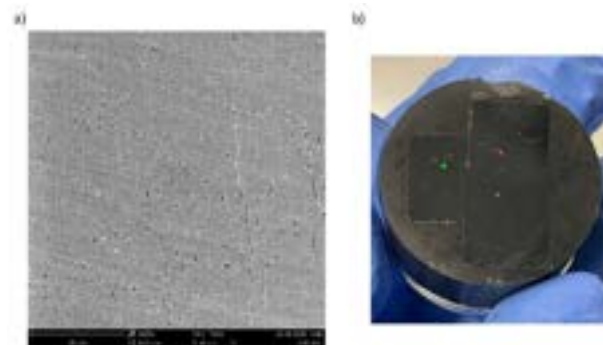


Figura 6: a) microestructura y b) muestra de acero inoxidable 316L y nitruro de boro (BN). Imagen del autor.

4.1. Muestra de acero 316L + V4E con estructura de transición.

La microestructura de esta muestra se observa en la Figura 7

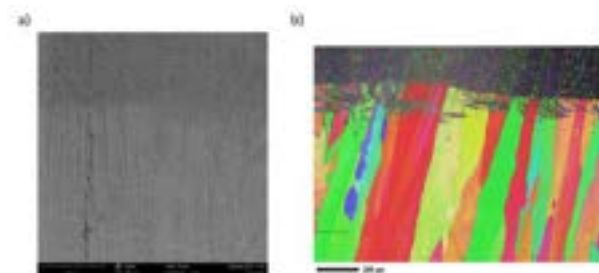


Figura 7: microestructura de la muestra obtenida mediante a) SEM y b) EBSD. Imagen del autor.

4.1.1. Región del acero 316L

En la Figura 8 se muestra un mapa de dureza y el mapa de módulo elástico de la región del acero 316L, mientras que en la Figura 9 se puede observar el mapa obtenido mediante el GMM y el histograma con la contribución de cada clúster para la región de acero 316L.

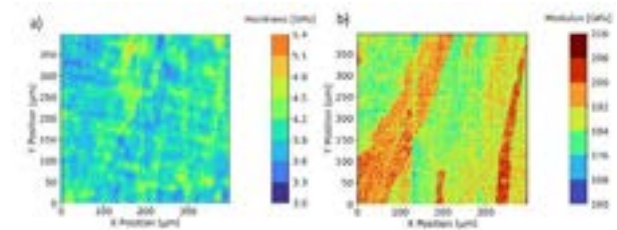


Figura 8: a) mapa de dureza y b) mapa de módulo elástico de la región del acero 316L. Imagen del autor.

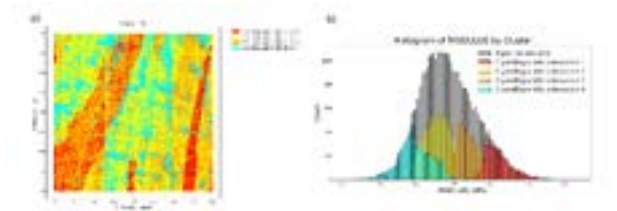


Figura 9: a) mapa obtenido mediante el GMM y b) histograma con la contribución de cada clúster para la región de acero 316L. Imagen de autor.

4.1.2. Región del V4E.

Análogamente, en las figuras 10 y 11 se muestran los mapas de dureza y de módulo elástico, así como el mapa obtenido mediante el GMM y el histograma con la contribución de cada clúster para la región de acero 316L

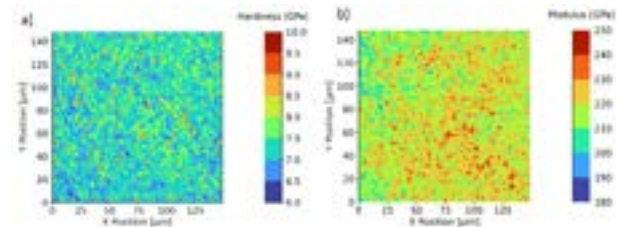


Figura 10: a) mapa de dureza y b) mapa de módulo elástico de la región de V4E. Imagen de autor.

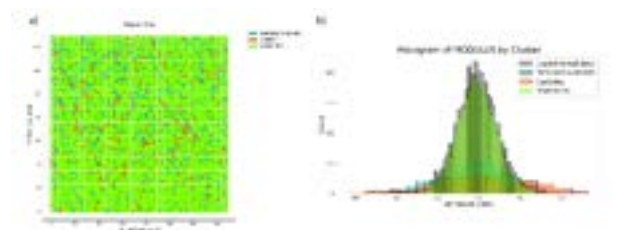


Figura 11: a) mapa obtenido mediante el GMM y b) histograma con la contribución de cada clúster para la región de V4E. Imagen de autor.

4.2. Muestra de acero 316L + V4E con estructura de gradiente.

En la Figura 12 se ilustra la concatenación de 14 mapas de módulo elástico y dureza obtenidos a partir de ensayos de nanoindentación,

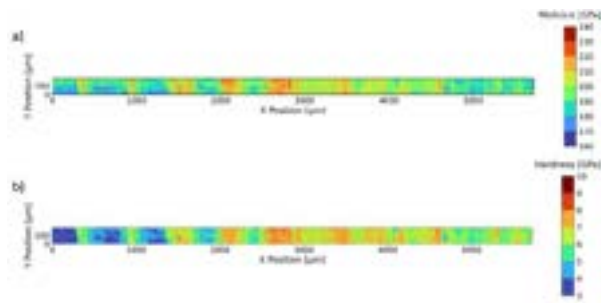


Figura 22: concatenación de 14 mapas a) módulo elástico y b) dureza obtenidos a partir de ensayos de nanoindentación. Imagen de autor.

4.3. Muestras de acero 316L fabricada mediante layer remelting.

En la Figura 13 se ilustra una concatenación de 14 mapas de dureza obtenidos mediante ensayos de nanoindentación de la muestra en vista transversal axial.

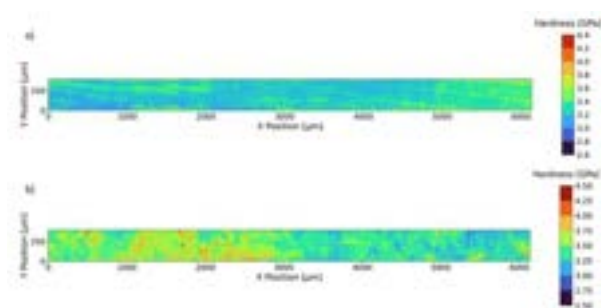


Figura 13: concatenación de 14 mapas de dureza obtenidos mediante ensayos de nanoindentación de a) la muestra de la vista transversal y b) de la vista axial. Imagen de autor.

4.4. Muestra de acero Super Dúplex 2507.

La Figura 14 muestra los mapas de dureza y módulo elástico de la muestra de acero SD 2507.

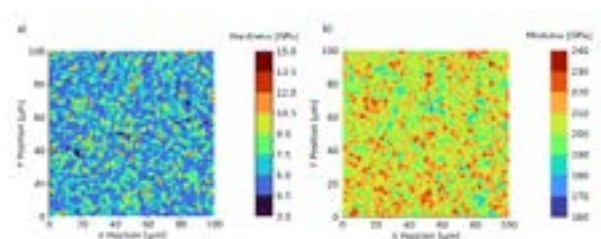


Figura 14: mapas de a) dureza y b) módulo elástico de la muestra de acero SD 2507. Imagen de autor.

La Figura 14 muestra la dispersión de la contribución de cada clúster y los resultados del ensayo EBSD con las fases identificadas en la muestra SD 2507.

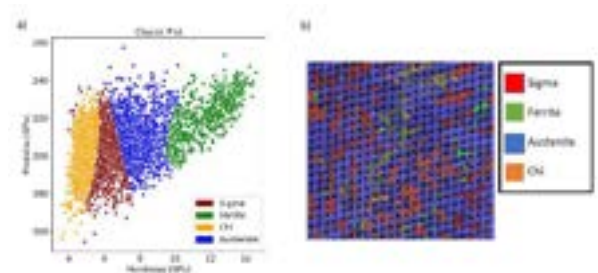


Figura 15: a) gráfico de dispersión de la contribución de cada clúster y b) ensayo EBSD con las fases identificadas en la muestra SD 2507. Imagen de autor.

4.5. Muestra de acero 316L + BN.

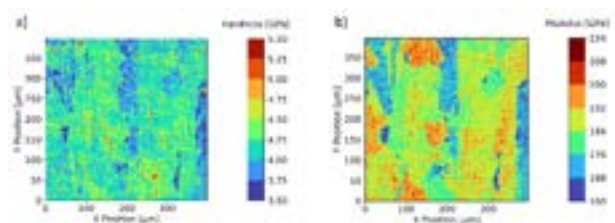


Figura 16: a) mapa de dureza y b) mapa de módulo elástico. Imagen de autor.

Como se puede observar, los mapas de propiedades mecánicas obtenidos mediante los ensayos de nanoindentación reflejan la microestructura de las muestras, la presencia de defectos e incluso las regiones donde las orientaciones cristalinas son distintas.

5.- CONCLUSIONES

Las conclusiones a las que se han llegado a partir de la realización de este estudio son las siguientes:

- La nanoindentación de alta velocidad es un método rápido para obtener propiedades mecánicas a escala de micrométrica de grandes superficies.
- La microestructura y las diferentes orientaciones cristalográficas pueden observarse mediante la nanoindentación de alta velocidad. Esto es especialmente importante ya que, en algunos casos, podría representar una alternativa a otras técnicas de caracterización como EBSD, SEM o EDS.
- Aunque el GMM puede identificar las fases en algunas muestras, en otras como 316L+V4E el modelo no funciona bien. En general, los modelos no supervisados han demostrado que no son capaces de ajustarse bien a las fases identificadas. Por lo tanto, aún quedan algunos avances por hacer en el análisis estadístico.
- El gradiente de capas de 316L y V4E muestra que la mezcla de ambos materiales puede mejorar con éxito los valores de dureza. Esto podría suponer una ventaja competitiva, ya que sería posible modificar las propiedades mecánicas de piezas con geometrías complejas mediante AM.

6.- REFERENCIAS

- [1] H. J. Böhm, "Micromechanics," *Encyclopedia of Continuum Mechanics*, 2020.
- [2] G. V. Jagadeesh and S. Gangi Setti, "A review on micromechanical methods for evaluation of mechanical behavior of particulate reinforced metal matrix composites", *Journal of Materials Science*, vol. 55, no. 23, 2020.
- [3] P. Sudharshan Phani and W. C. Oliver, "A critical assessment of the effect of indentation spacing on the measurement of hardness and modulus using instrumented indentation testing," *Mater Des*, vol. 164, 2019.
- [4] Gordon, S., Besharatloo, H., Wheeler, J. M., Rodriguez-Suarez, T., Roa, J. J., Jiménez-Piqué, E., & Llanes, L. "Micromechanical mapping of polycrystalline cubic boron nitride composites by means of high-speed nanoindentation: Assessment of microstructural assemblage effects". *Journal of the European Ceramic Society*, vol.43, 2022.
- [5] C. Fraley and A. E. Raftery, "How Many Clusters? Which Clustering Method? Answers Via Model-Based Cluster Analysis."
- [6] Koptug, A., Popov, V. v., Botero Vega, C. A., Jiménez-Piqué, E., Katz-Demyanetz, A., Rännar, L. E., & Bäckström, M. "Compositionally-tailored steel-based materials manufactured by electron beam melting using blended pre-alloyed powders," *Materials Science and Engineering A*, vol. 771, 2020.
- [7] S. Roos and L. E. Rännar, "Process window for electron beam melting of 316L stainless steel," *Metals (Basel)*, vol. 11, no. 1, 2021.
- [8] L. E. Rännar, A. Koptug, J. Olsén, K. Saeidi, and Z. Shen, "Hierarchical structures of stainless steel 316L manufactured by Electron Beam Melting," *Addit Manuf*, vol. 17, 2017.
- [9] Zhong, Y., Rännar, L. E., Liu, L., Koptug, A., Wikman, S., Olsen, J., Cui, D., & Shen, Z. "Additive manufacturing of 316L stainless steel by electron beam melting for nuclear fusion applications," *Journal of Nuclear Materials*, vol. 486, 2017.
- [10] S. Roos, C. Botero, and L. E. Rännar, "Electron beam powder bed fusion processing of 2507 super duplex stainless steel. as-built phase composition and microstructural properties," *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 24, 2023.
- [11] Botero, C., Ramsperger, M., Selte, A., Åsvik, K., Koptug, A., Skoglund, P., Roos, S., Rännar, L. and Bäckström, M, "Additive Manufacturing of a Cold-Work Tool Steel using Electron Beam Melting", 2020.
- [12] Botero, C. A., Şelte, A., Ramsperger, M., Maistro, G., Koptug, A., Bäckström, M., Sjöström, W., & Rännar, L. E. "Microstructural and mechanical evaluation of a cr-mo-v cold-work tool steel produced via electron beam melting (Ebm)," *Materials*, vol. 14, no. 11, 2021.
- [13] Koptug, A., Popov, V. v., Botero Vega, C. A., Jiménez-Piqué, E., Katz-Demyanetz, A., Rännar, L. E., & Bäckström, M. "Compositionally-tailored steel-based materials manufactured by electron beam melting using blended pre-alloyed powders," *Materials Science and Engineering A*, vol. 771, 2020.
- [14] M. Bäckström, C. A. Botero Vega, V. Popov, and E. Chudinova, "Developing new materials for electron beam melting: Experiences and challenges". *Materials Science Forum*, vol. 941, 2018.
- [15] A. Koptug, C. Botero, W. Sjöström, M. Bäckström, L.-E. Rännar, and A. S. Tremsin, "Electron Beam Melting: from Shape Freedom to Material Properties Control at Macro-and Microscale.", *Materials Science Forum*, vol.1016, 2021.
- [16] F. Johansson, "Functionally gradient lamellas produced with Electron Beam Melting A method for additive manufacturing of multi-material components using dissimilar metal powders within one process.", 2022.
- [17] J. M. Sanchez, A. Pascual, I. Vicario, J. Albizuri, T. Guraya, and H. Galarraga, "Microstructure and Phase Formation of Novel Al80Mg5Sn5Zn5X5 Light-Weight Complex Concentrated Aluminum Alloys," *Metals* 2021, Vol. 11, 2021.
- [18] R. Pederson, "Microstructure and Phase Transformation of Ti-6Al-4V," 2002.
- [19] H. Clemens, S. Mayer, and C. Scheu, "Microstructure and Properties of Engineering Materials," *Neutrons and Synchrotron Radiation in Engineering Materials Science: From Fundamentals to Applications: Second Edition*, 2017.
- [20] M. Chegini, M. H. Shaeri, R. Taghiabadi, S. Chegini, and F. Djavanroodi, "The Correlation of Microstructure and Mechanical Properties of In-Situ Al-Mg2Si Cast Composite Processed by Equal Channel Angular Pressing," *Materials*, vol. 12, 2019,
- [21] W. C. Oliver and G. M. Pharr, "Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology," 2004.
- [22] B. Vignesh, W. C. Oliver, G. S. Kumar, and P. S. Phani, "Critical assessment of high speed nanoindentation mapping technique and data deconvolution on thermal barrier coatings," *Mater Des*, vol. 181, 2019.

RECUBRIMIENTOS ANTICORROSIÓN EN ALEACIONES DE Al OBTENIDAS POR MANUFACTURA ADITIVA

I. Hidalgo¹, R. Arrabal¹

¹ Departamento de Ingeniería Química y de Materiales, Facultad de Ciencias Químicas, Universidad Complutense de Madrid, 28040, España, ihidal01@ucm.es

Resumen: La manufactura aditiva (MA) o impresión 3D es una innovadora ruta de fabricación de materiales con numerosas ventajas frente a los procesos tradicionales conocidos (ej. moldeo y forja). En el presente trabajo se estudia la aleación 5083 (Al-Mg) obtenida por w-LAM y se compara con su análoga de forja. El objetivo principal consiste en evaluar su comportamiento a corrosión cuando se dispone un sistema de protección en la superficie basado en una capa de anodizado y un post-tratamiento sol-gel con un inhibidor base Ce. Los recubrimientos elaborados son a su vez caracterizados mediante las pertinentes técnicas (SEM, FTIR, DRX, AFM). La aplicación de este recubrimiento no afecta significativamente a la rugosidad pero sí disminuye ligeramente el comportamiento hidrofílico. Las medidas del módulo de impedancia muestran una mejora en el comportamiento a corrosión con el sistema completo para la aleación de forja. Los resultados de las de aditiva no resultan concluyentes.

Palabras clave: 5083, Manufactura aditiva (MA), Corrosión, Protección activa, Inhibidores

1. INTRODUCCIÓN.

La serie 5XXX es un grupo de aleaciones de Al de forja no tratables térmicamente cuyo aleante principal es el Mg (entre un 0,8% y 5% en masa). Destacan por su resistencia a la corrosión, tenacidad y soldabilidad [1]. Presentan también propiedades mecánicas superiores a las de otras aleaciones no tratables térmicamente (1XXX y 3XXX).

El uso de la manufactura aditiva o impresión 3D en aleaciones de Al se encuentra bastante restringido debido a las diversas imperfecciones que las piezas pueden presentar. La alta reflectividad superficial y la elevada conductividad del Al implica un gran aporte energético durante el proceso, lo que induce a la formación de múltiples defectos como grietas o poros, así como a la evaporación selectiva de determinados elementos de la aleación con bajo punto de fusión (ej. Zn y Mg) [2]. Las técnicas más empleadas para la obtención de aleaciones de Al de la serie 5XXX son la deposición por energía dirigida (DED) y la fusión por láser de lecho de polvo (L-PBF), esta última también conocida como fusión selectiva por láser (SLM).

Pese a que las aleaciones de la serie 5XXX exhiben una buena resistencia a la corrosión en una amplia gama de entornos, destacando sobre todo en aquellos de agua salada. A nivel industrial estas se someten a diversos tratamientos de modificación superficial con el objetivo de incrementar la resistencia a la corrosión y abrasión entre otras características. El anodizado es un proceso destinado a potenciar el crecimiento de la capa de óxido del Al sobre toda la superficie. Debido al carácter poroso que la capa de óxido presenta, la resistencia a la corrosión se ve afectada durante largos plazos de servicio. La capa formada carece también de carácter autorreparador, es decir no producen ningún tipo de protección activa cuando el recubrimiento se daña. [3]. El sellado de los poros tras el anodizado permite mejorar la resistencia a la corrosión de la aleación. Para lograrlo los recubrimientos

sol-gel híbridos obtenidos a partir de precursores orgánicos e inorgánicos son una alternativa al sellado hidrotermal convencional. El sistema formado (anodizado + sol-gel) tampoco presente protección activa. La adición controlada de ciertos inhibidores frente a la corrosión en el recubrimiento sol-gel, como por ejemplo los iones de Ce^{3+} , han demostrado recientemente ser una solución frente a dicho problema en sistemas anodizado + sol-gel [4]. En términos generales, el mecanismo de autorreparación se basa en la precipitación de diversos óxidos/hidróxidos de Ce ($Ce(OH)_3$, $Ce(OH)_4$, CeO_2) en las zonas catódicas de la superficie de manera que se reduce su actividad [4]. A lo largo de este trabajo se han desarrollado y caracterizado recubrimientos anticorrosivos para la aleación de Al 5083 fabricada tanto por forja como por manufactura aditiva (MA). Posteriormente se evaluó su comportamiento a corrosión.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.

2.1. Material de partida.

El material de partida empleado es la aleación de Al 5083 fabricada a partir de dos procesos distintos: forja y manufactura aditiva (MA). La composición de la aleación fue la misma en ambos casos (4,0-4,9 Mg%, 0,4 Si%, 0,4 Fe%, 0,1 Cu%, 0,4-1,0 Mn%, 0,05-0,25 Cr%, 0,25 Zn%, 0,15 Ti%, 0,15 Otros%). Antes de aplicar los diferentes recubrimientos las muestras se prepararon superficialmente. Para ello se sometieron a un proceso comercial de limpieza consistente en tres etapas: (I) limpieza alcalina (50 g/L de BONDERITE C-AK 4215 NC, 60°C, 10 min), (II) decapado alcalino (38 g/L de BONDERITE C-AK ALUM ETCH 2 AERO, 40°C; 2 min) y (III) limpieza ácida (solución al 20% de BONDERITE C-IC SMUTGO NC AERO, 22°C, 5 min).

2.2. Recubrimiento dúplex (anodizado + sol-gel).

El anodizado fue realizado en una celda de 1 L de doble camisa bajo unas condiciones de trabajo específicas recogidas en la **Tabla 1**. El suministro de la corriente

eléctrica del proceso se llevó a cabo con una fuente de corriente continua DC power supply (SM400-AR-8, Delta Elektronika) de 1,5 kW. El postratamiento sol-gel de tipo híbrido (HSG) se elaboró con los precursores adecuados indicados en la **Tabla 2**. En este trabajo las designaciones HSG y HSG+Ce hacen referencia a muestras anodizadas con posterior tratamiento sol-gel sin y con incorporación de Ce en el precursor, respectivamente.

Tabla 1. Condiciones de trabajo durante el anodizado

Electrolito	147,12 g/L H ₂ SO ₄ , y 48,3 g/L C ₆ H ₈ O ₇
Temperatura (°C)	20
Voltaje (V)	15
Corriente límite (A)	8
t _{anodizado} (s)	1500
Rampa de voltaje (s)	300

2.3. Ensayo de corrosión y técnicas de caracterización.

La evaluación de la resistencia a corrosión se realizó en solución acuosa de NaCl al 3,5% en masa mediante ensayos de espectroscopía de impedancia electroquímica (EIS) de hasta 10 días de duración. Se utilizó un potenciostato GillAC (ACM Instruments) conectado a una celda de tres electrodos: electrodo de referencia Ag/AgCl (3M KCl), contraelectrodo de grafito y electrodo de trabajo o muestra de estudio. Las muestras trabajadas fueron convenientemente caracterizadas mediante diferentes técnicas de microscopía, así como otras técnicas de caracterización: espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier en modo ATR (ATR-FTIR), ángulo de contacto y perfilometría óptica.

Tabla 2. Cantidades utilizadas para la elaboración de 50g de precursor sol-gel.

Reactivo	HSG	HSG+Ce
GPTMS	11,7 mL	11,1 mL
TEOS	11,7 mL	11,1 mL
SiO ₂	6,5 mL	6,1 mL
EtOH	23,1 mL	23,5 mL
Ce(NO ₃) ₃ · 6H ₂ O	-	1,2848 g
HNO ₃	0,15 mL (HSG) y 0,2 mL (HSG+Ce) por cada 25 mL de disolución	

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

3.1 Caracterización material base.

La caracterización por microscopía óptica de la aleación 5083 de forja (**figura 1.a-1.b**), revela la existencia de diversos compuestos intermetálicos (IMP) diferenciados en dos tipos desde el punto de vista de sus dimensiones;

marrón-grisáceo y de gran tamaño con forma poligonal y submicrométricos o dispersoides con forma redondeada. El estudio mediante microscopía electrónica de barrido (**figura 2.a**) permite observar la orientación de los compuestos intermetálicos en la dirección de forja, distinguiéndose claramente los de tipo Mg₂Si y AlFeSiMn(Cr), con tono oscuro y claro respectivamente. A menor tamaño, se distinguen también los dispersoides. El ataque metalográfico de la muestra permite revelar la microestructura de granos equiaxiales (~6 µm) asociados a la matriz de Al (**figura 1.b**).

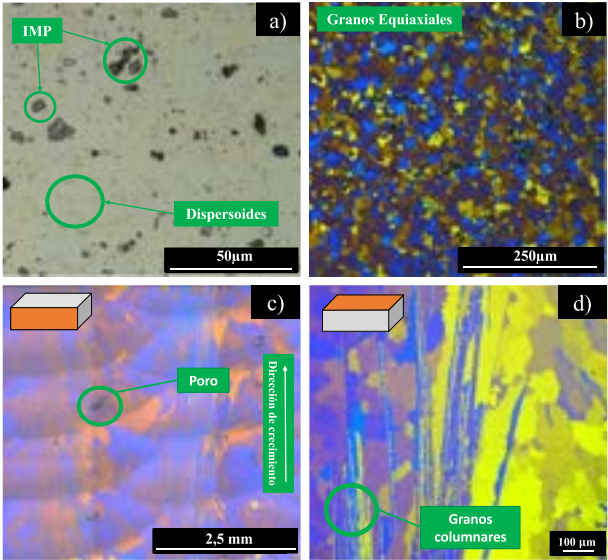


Figura 1. Micrografías de la aleación 5083: a) forja sin atacar b) forja atacada c y d) de MA atacada.

Los mapas de diferencia de potencial Volta muestran un comportamiento catódico de los intermetálicos ricos en Fe (~ +300 mV vs matriz de Al) y anódico para los de tipo Mg₂Si (~ -100 mV vs matriz de Al) (**figura 2.b**). Por tanto, es de esperar que los primeros actúen como cátodos en procesos de corrosión, mientras que los segundos lo hagan como ánodos. La **figura 1.c y 1.d** recoge la caracterización por microscopía óptica de la aleación 5083 de MA. Las micrografías ópticas en el plano XY muestran la formación de granos equiaxiales y algunos columnares. A su vez, el plano XZ permite distinguir las denominadas “escamas” o piscinas de fusión. En ambos planos se identifican poros debido al atrapamiento de gases durante su fabricación.

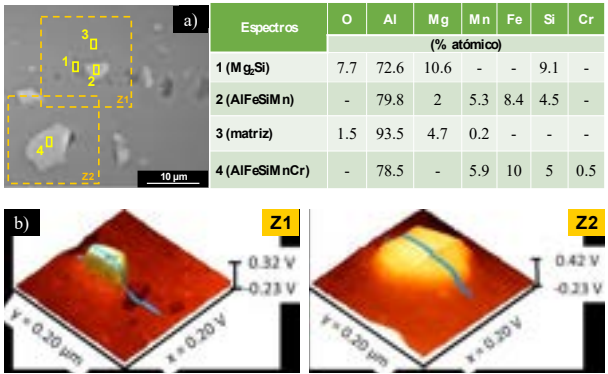


Figura 2. a) Micrografías SEM y análisis EDS de la aleación 5083F b) mapas de potencial volta por AFM.

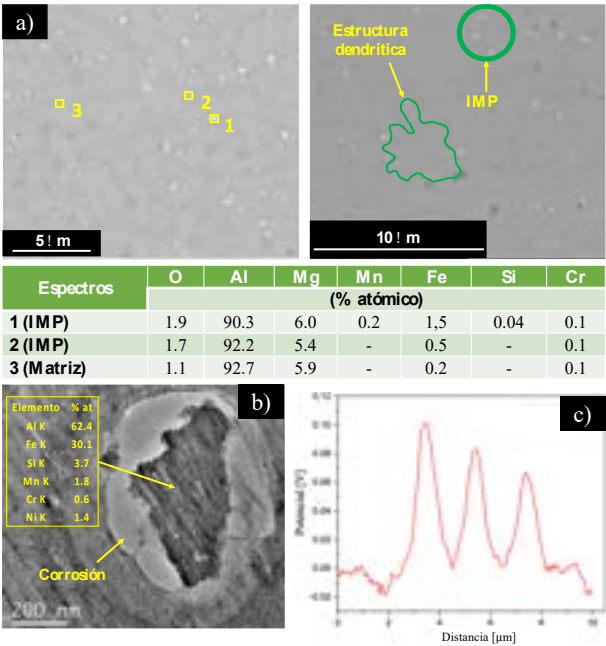


Figura 3. a) Micrografías SEM y análisis EDS de la aleación 5083 MA b) por TEM c) mapa de potencial volta por AFM.

La caracterización mediante SEM/TEM de la aleación de MA (**figura 3**) muestra un menor tamaño de los intermetálicos en comparación con la aleación de forja. La composición de estos resulta variada pese a evidenciarse un enriquecimiento en Fe y elementos como Si, Mn y Cr. Las micrografías de SEM permiten observar también las dendritas que constituyen los granos equiaxiales y la disposición de los intermetálicos entre los brazos dendríticos (**figura 3.a**). El mapa de potencial obtenido muestra diferencias de potencial que oscilan entre -20 mV para los intermetálicos más activos (posiblemente Mg_2Si) y +100 mV para aquellos ricos en Fe.

3.2 Caracterización de los recubrimientos.

Los valores de rugosidad S_a (altura media de superficie) y S_{10_z} (suma de la media de los cinco picos más altos y la media de los cinco valles más profundos) para los diferentes sistemas quedan recogidos en la **tabla 3**. La comparación de los valores obtenidos permite deducir que la rugosidad en ambas muestras no se ve afectada por el tipo de recubrimiento. Los valores de ángulo de contacto (**tabla 3**) muestran un carácter hidrofílico ($<90^\circ$) para todos los recubrimientos en las dos aleaciones. En los sistemas HSG o HSG + Ce posterior al anodizado se observa una disminución de la hidrofiliidad de la muestra, o lo que es lo mismo, una reducción de su mojabilidad.

La **figura 4** recoge la caracterización por DRX y FTIR de los diferentes sistemas. El difractograma de una muestra anodizada y sin post-tratamiento sol-gel (**figura 4.a**) muestra que la capa anodizada es fundamentalmente amorfa (pico ancho entre 20° y 30°). El análisis de FTIR para los recubrimientos HSG y HSG+Ce obtenidos sobre las aleaciones anodizadas (**figura 4.b**) permite apreciar las bandas características del recubrimiento sol-gel, observándose una menor intensidad de la señal Si-O-Si para el sistema HSG+Ce.

Tabla 3. Parámetros rugosidad S_a y S_{10_z} y ángulo de contacto (A.C) para la aleación 5083 de F y MA.

	5083 F			5083 MA		
	S_a	S_{10_z}	A.C	S_a	S_{10_z}	A.C
A	0.6	8.7	25.5	0.6	5.2	40.5
HSG	0.5	9.3	52.0	0.4	4	49.3
HSG+Ce	0.4	9.1	58.9	0.5	4.1	59.1

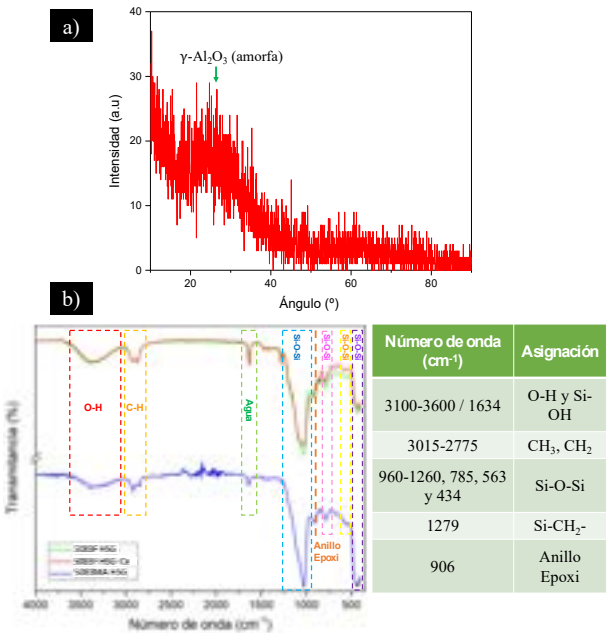


Figura 4. a) Difractograma de la aleación 5083 MA anodizada b) Espectros FTIR.

Las micrografías ópticas correspondientes a las muestras de forja y MA con un recubrimiento híbrido (anodizado + sol-gel) (**figura 5**), permiten identificar claramente las diferentes capas que se forman durante el proceso de anodizado ($\sim 10 \mu m$) y post-tratamiento sol-gel ($\sim 12 \mu m$). El análisis por EDS sobre una muestra basada en un recubrimiento anodizado + sol-gel (Ce), confirma la incorporación satisfactoria (~ 0.1 %at.) del inhibidor base Ce en el sistema sol-gel. A su vez, la presencia de Al en la región interna de la capa sol-gel pone de manifiesto la buena interacción entra las dos capas del recubrimiento.

3.3 Espectroscopía de impedancia electroquímica (EIS).

Los módulos de impedancia electroquímica a bajas frecuencias (0,01 Hz) fueron estudiados en ambas aleaciones bajo los diferentes recubrimientos elaborados (**figura 6**) y en función del tiempo de inmersión. El estudio se realizó también para las aleaciones base a modo comparativo, todas ellas en una disolución acuosa 3,5 % NaCl en masa y a temperatura ambiente. En el caso de la aleación de forja todos los sistemas de recubrimiento estudiados mejoran en dos-tres órdenes de magnitud su comportamiento a corrosión con respecto al material base.

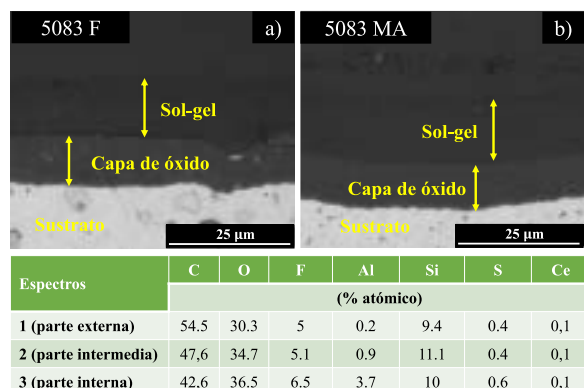


Figura 5. Micrografías sistema anodizado y sol-gel para la aleación 5083 a) F b) MA. Resultados EDS asociados a la aleación 5083F anodizada y HSG+Ce.

Con el aumento del tiempo de inmersión se observa que el anodizado presenta una caída del valor del módulo de impedancia tras 7 días de inmersión, lo que se asocia a la penetración del electrolito a través del recubrimiento y, posiblemente, al inicio de la degradación del sustrato metálico. Por el contrario, los sistemas HSG y HSG+Ce siguen presentando valores de módulo de impedancia elevados durante todo el ensayo ($10^7 \Omega \cdot \text{cm}^2$), siendo el mejor el sistema que no incorpora inhibidor.

En el caso de la aleación 5083 MA los resultados obtenidos muestran un menor grado de protección en comparación con la de forja. Sin embargo, estos resultados no son concluyentes, puesto que varias de las muestras evaluadas se vieron afectadas por un mal contacto entre muestra y potenciostato, siendo necesario evaluar de nuevo este sistema con un método de conexión alternativo.

4. CONCLUSIONES.

Las micrografías ópticas correspondientes a la aleación de forja 5083 muestran una numerosa cantidad de compuestos intermetálicos ricos en Fe y Mg distribuidos a lo largo de la matriz de granos equiaxiales. En el caso de la de MA se identifica una microestructura que combina granos equiaxiales y columnares. Los intermetálicos, ricos también en Mg y Fe, resultan de menor tamaño que los de forja. Los mapas de potencial estudiados para ambas aleaciones muestran un comportamiento más catódico o anódico en función de la composición del intermetálico.

Los diferentes recubrimientos elaborados (Anodizado, Sol-gel y Sol-gel + Ce) no producen ningún efecto en la rugosidad de la muestra. Por lo contrario, si se observa una ligera disminución del carácter hidrofílico en comparación con muestras solamente anodizadas. Su conveniente caracterización permite identificar un carácter predominantemente amorfo en la capa anodizada, así como un menor grado de polimerización de la parte inorgánica del precursor y mayor de la parte orgánica cuando existe Ce en su composición. El estudio revela también un cierto contenido de Al en el recubrimiento, lo que pone en manifiesto la buena interacción entre la capa anodizada y el sol-gel.

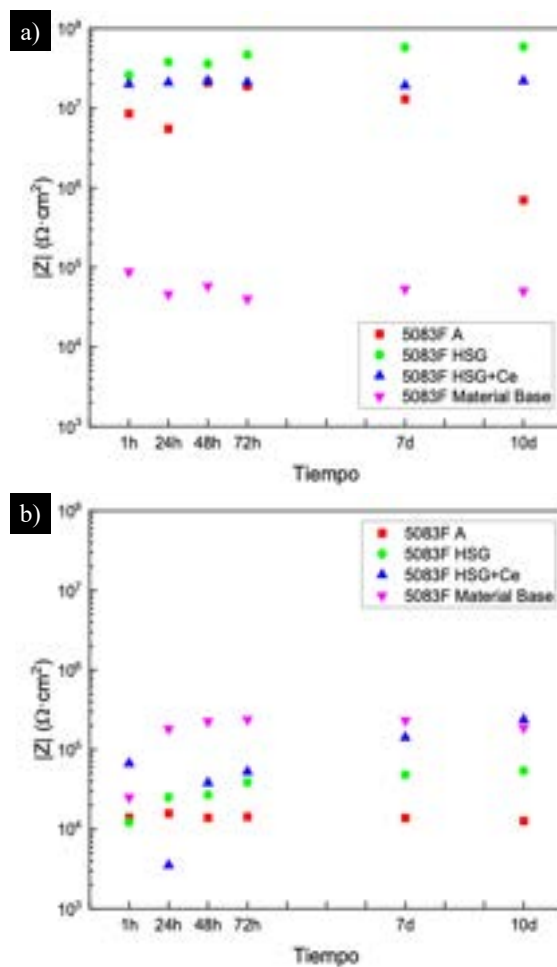


Figura 6. Módulos de impedancias (10 mHz) de los recubrimientos estudiados en NaCl 3,5%. Amplitud de la señal aplicada: 10 mV a) 5083MA y b) 5083F.

Los resultados de EIS revelan un mejor comportamiento en dos-tres órdenes de magnitud con respecto al material base a tiempos largos para la aleación de forja. Siendo el sistema HSG el que mejor comportamiento muestra durante todo el ensayo ($\sim 10^7 \Omega \cdot \text{cm}^2$). En el caso de la aleación 5083 MA no se obtuvieron resultados concluyentes debido a una mala conexión eléctrica durante los ensayos, siendo necesario su evaluación con un sistema alternativo.

5. BIBLIOGRAFÍA.

- [1] F. C. Campbell. Elements of Metallurgy and Engineering Alloys. 1 ed. ASM International. 2008.
- [2] Svetlizky D, Zheng B, Buta T, Zhou Y, Golan O, Breiman U, et al. Directed energy deposition of Al 5xxx alloy using Laser Engineered Net Shaping (LENS®). Mater Des. 2020
- [3] Arunoday M, Premkumar KP, Kumar R, Subasri R. Multifunctional, environmental coatings on AA2024 by combining anodization with sol-gel process. Ceram Int. 2022 Apr 15;48(8):10969–78.
- [4] del Olmo R, Tiringer U, Milošev I, Visser P, Arrabal R, Matykina E, et al. Hybrid sol-gel coatings applied on anodized AA2024-T3 for active corrosion protection. Surf Coat Technol. 2021

OBTENCIÓN DE LÁMINAS DELGADAS PARA INDUSTRIA ELECTRÓNICA POR UN MÉTODO SENCILLO Y SOSTENIBLE, BASADO EN DISOLUCIONES ACUOSAS

M. Colado¹

¹Universidad Antonio de Nebrija, Departamento de la Escuela de Ingenieros, Campus de Madrid-Princesa, Madrid 28015, mcoladop@alumnos.nebrija.es

Resumen: En este trabajo se presenta una alternativa innovadora, el método sol-gel acuoso + *spin-coating*, para la fabricación de láminas delgadas en disoluciones acuosas, evitando así el uso de disolventes orgánicos tóxicos que se utilizan en métodos como el sol-gel tradicional + *spin-coating*. Mediante esta técnica, se van a obtener láminas de $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ con cuatro composiciones estequiométricas distintas y en dos de ellas se llevarán a cabo estrategias de co-dopado. Por último, se llevará a cabo una caracterización utilizando las técnicas de Difracción de Rayos X (DRX) y Microscopía Electrónica de Barrido de Emisión de Campo (FESEM), con el objetivo de determinar si el método empleado ha sido efectivo en la obtención de láminas delgadas basadas en $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$.

Palabras clave: materiales ferroeléctricos, láminas delgadas, sol-gel acuoso, reproducibilidad, sostenibilidad.

1. INTRODUCCIÓN.

1.1. Materiales ferroeléctricos.

Los materiales electrocerámicos son valiosos en la industria electrónica debido a sus propiedades eléctricas. Entre ellos, los que muestran propiedades ferroeléctricas son especialmente relevantes y se utilizan comúnmente en una variedad de aplicaciones y dispositivos electrónicos, como sensores y transductores.

Antes de empezar a definir un material ferroeléctrico, se debe comentar brevemente qué es un material dieléctrico. Un material dieléctrico es aquel en el que puede inducirse un dipolo eléctrico mediante la aplicación de un campo eléctrico. En ciertos materiales dieléctricos, la polarización espontánea generada con el campo eléctrico puede permanecer incluso en ausencia de éste. A este fenómeno se le conoce como piezoelectricidad. La dirección de la polarización puede revertirse con la aplicación de un campo eléctrico de igual valor, pero de signo contrario. Estos son los llamados materiales ferroeléctricos, que presentan ciclos de histéresis eléctrica (Figura1) [1].

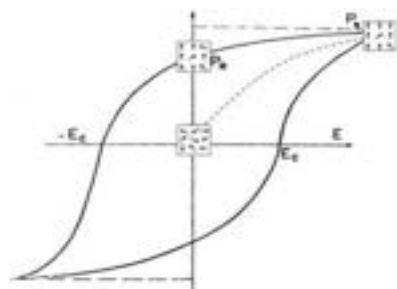


Figura 1. Ciclo de histéresis ferroeléctrica.

La ferroelectricidad puede originarse en estructuras cristalinas de compuestos laminares basados en óxido de bismuto. Esto nos lleva al titanato de bismuto.

1.2. Titanato de bismuto.

El compuesto más conocido de la familia Aurivillius es $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$, abreviado como BiT, el cual tiene una temperatura de transición de fase (T_c) de 675 °C, lo que lo hace adecuado para aplicaciones piezoeléctricas a altas temperaturas. Su estructura tiene capas de pseudo-perovskita entre capas de óxido de bismuto, lo que crea una anisotropía en sus propiedades eléctricas y piezoeléctricas (Figura 2).

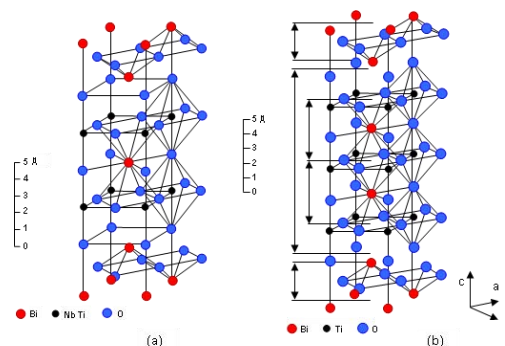


Figura 2. Mitad de la celda primitiva de la estructura cristalina de las fases Aurivillius. (izq.) $\text{Bi}_3\text{TiNbO}_9$; (drcha.) $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$.

Sin embargo, el BiT tiene desventajas, como alta conductividad eléctrica que dificulta la polarización ferroeléctrica y la posibilidad de formación de fases secundarias líquidas durante la sinterización a alta temperatura, lo que puede degradar sus propiedades. Para abordar estos problemas, se dopará el BiT con un 20% de Nd^{3+} en las posiciones que ocupa el Bi^{3+} para mejorar la respuesta ferroeléctrica y con un 1% de Nb^{5+} las posiciones que ocupa el Ti^{4+} para reducir la conductividad y controlar la formación de fases secundarias [2,3].

1.3 Métodos de procesamiento de láminas delgadas basadas en BiT.

La miniaturización de materiales ferroeléctricos es crucial en electrónica, especialmente en forma de láminas delgadas [4] para su integración en circuitos microelectrónicos. La obtención de $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ en esta forma implica considerar parámetros como el sustrato y el proceso utilizado.

En los últimos años, se han utilizado diferentes métodos para fabricar estos materiales, dividiéndolos en función del estado de la fase precursora. Los métodos de deposición a partir de vapor o plasma, como PVD y CVD, son costosos y requieren equipos avanzados con alto vacío y altas temperaturas. También existen métodos de deposición a partir de disoluciones que consisten en la disolución de precursores, utilizando técnicas como sol-gel o MOD, seguido de la deposición en el sustrato con técnicas como *spray-coating*, *dip-coating* o *spin-coating*.

Aunque el método comúnmente utilizado es el sol-gel + *spin-coating*, en este trabajo se elige una alternativa más sostenible y simple: el método sol-gel + *spin-coating* con una disolución precursora en medio acuoso, evitando el uso de disolventes orgánicos tóxicos presentes en el método sol-gel convencional.

2. OBJETIVO.

El objetivo principal de este trabajo es confirmar que el método *sol-gel* acuoso + *spin-coating*, que ya ha demostrado ser eficaz en la obtención de láminas delgadas de materiales basados en bismuto, y que es además un método sostenible y benevolente con el medio ambiente, es eficaz también para la obtención de láminas delgadas en $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$.

3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.

En este trabajo se pretende obtener láminas delgadas con cuatro composiciones estequiométricas distintas. Una lámina de BiT sin dopar, una lámina de BiT dopada y otras dos láminas de BiT dopada y sin dopar, ambas con un exceso de 20% de bismuto, ya que el bismuto se volatiliza con mucha facilidad, lo que puede generar un defecto estequiométrico de bismuto que podría conducir a la formación de fases secundarias. Para la obtención de las láminas delgadas deseadas, primero, se prepararán las disoluciones monometálicas de Bi^{3+} , Ti^{4+} , Nd^{3+} y Nb^{5+} , para posteriormente combinarlas entre sí con el fin de obtener las disoluciones multimetálicas.



Figura 3. Representación esquemática de los caminos a seguir para la obtención de las láminas delgadas.

Una vez tengamos las disoluciones multimetálicas procedemos a la segunda etapa del método, en la cual se

procede a obtener las láminas delgadas mediante la deposición de las disoluciones multimetálicas sobre un sustrato por el método de *spin-coating*.

El sustrato utilizado es $\text{Pt}(111)/\text{Ti}/\text{SiO}_2/\text{Si}$. Primero cortamos los sustratos con una punta de diamante, y a continuación, se realiza un tratamiento previo a la deposición de las disoluciones acuosas multimetálicas para conseguir una superficie hidrofílica. Para ello se sumergen los sustratos durante aproximadamente 1 hora y 15 minutos, en una disolución comúnmente conocida como disolución piraña, la cual es una mezcla entre H_2SO_4 y H_2O_2 , y posteriormente, se sumergirán durante 15 minutos en agua destilada.

Una vez realizado todo este procedimiento se procede a la deposición de las láminas. Para ello se ha utilizado el equipo de *spin-coating*, una bomba de vacío y tres placas calefactoras (Figura 4).



Figura 4. Equipo completo. De izquierda a derecha: el *spin-coater* y las tres placas.

El proceso de deposición de láminas comienza con la colocación del sustrato en el *spin-coater*, asegurando que no se mueva con la ayuda de una bomba de vacío. Luego, se depositan dos o tres gotas de la disolución sobre el sustrato con una jeringuilla con un filtro. El proceso consta de tres fases: una aceleración desde 1000 rpm/s hasta 3000 rpm, mantenimiento a 3000 rpm durante 30 segundos y desaceleración a 1000 rpm/s hasta detenerse.

Cada capa depositada se somete a un tratamiento térmico llamado secado en diferentes placas calefactoras a temperaturas específicas: 95°C, 200°C y 520°C, respectivamente, para eliminar los compuestos utilizados en las disoluciones precursoras. Este proceso se repite 8 veces para así obtener 8 capas. Luego, se mantiene a 600 °C durante una hora para que cristalice la fase de BiT, siendo ésta la temperatura máxima que se debe alcanzar ya que el bismuto se volatiliza con facilidad a una temperatura superior.

4.- RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

Una vez finalizado todo este proceso, se procederá a realizar la caracterización estructural y microestructural, con el objetivo de determinar si el método empleado ha sido efectivo en la obtención de láminas delgadas basadas en BiT.

Primero se llevó a cabo la caracterización por Difracción por Rayos X (DRX) para así identificar las distintas fases de la muestra a temperatura ambiente.

En los difractogramas de las cuatro muestras, los máximos de difracción correspondientes a la fase BiT presentan un aspecto distinto. Para las muestras sin dopar, los máximos de difracción observados en la lámina con exceso de óxido de bismuto presentan mayor intensidad, lo que parece indicar que el material ha evolucionado más y, por tanto, los granos presentan mayor tamaño. Cuando se comparan las dos láminas dopadas con las dos láminas sin dopar, la diferencia más notoria está en los dos primeros máximos de difracción en la posición $2\theta = 16.24^\circ$, 21.71° en las láminas dopadas. Estos dos máximos de difracción corresponden a los planos [0 0 6] y [0 0 8]. Lo que nos hace pensar que en las dos láminas sin dopar el crecimiento de los cristales de BiT en la dirección [0 0 1] es mayor y es de esperar, por tanto, que los granos de la fase BiT en las dos láminas sin dopar sean más elongados, sobre todo en la lámina con exceso de óxido de bismuto donde la intensidad de estos máximos es la mayor. Esto podría indicar que los dopantes estarían ralentizando los procesos de difusión y como consecuencia los granos no crecerían tanto en la dirección [0 0 1]. En las láminas dopadas respecto a las láminas sin dopar, se ve un desplazamiento de los máximos de difracción (correspondientes a la fase BiT); esto podría indicar que los dopantes se han incorporado a la estructura cristalina del BiT (Figura 5). Esto se debe a la diferencia del tamaño de los cationes y, por tanto, los parámetros de red. Por tanto, concluimos que las únicas fases cristalinas presentes son el platino, correspondiente al sustrato, y la fase BiT.

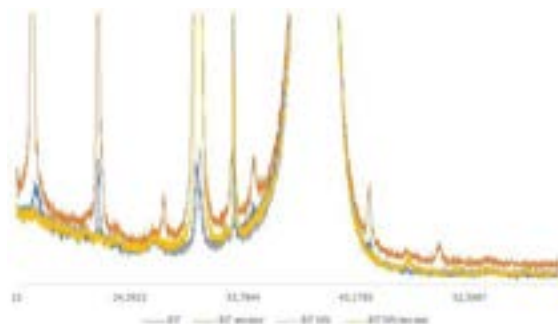


Figura 5. Comparación de los difractogramas de las cuatro muestras.

Seguidamente, se ha realizado la caracterización microestructural mediante Microscopía Electrónica de Barrido de Emisión de Campo (FESEM), para determinar el espesor, la rugosidad, uniformidad y homogeneidad de las láminas. Además, también se ha podido observar el tamaño y la distribución de los granos.

Pero antes de realizar la caracterización, cada lámina fue cortada por la mitad, una mitad para observar la superficie y la otra para observar el canto. Después las muestras fueron sometidas a dos tratamientos previos. Primero las muestras fueron metalizadas mediante *sputtering* de oro, para hacer que las muestras sean

conductoras y después se dibuja una línea de grafito para permitir la evacuación de electrones.

En estas micrografías del corte se observa el canto de cada lámina con cierta inclinación, pudiendo apreciar la uniformidad de la superficie, confirmando así la obtención de laminas delgadas distribuidas a lo largo de todo el sustrato de forma homogénea (Figura 6).

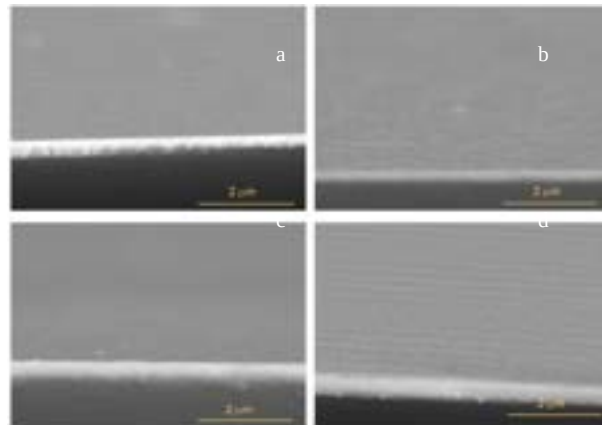


Figura 6. Micrografías correspondientes a las láminas: (a) BiT; (b) BiT exceso; (c) BiT-Nd-Nb; (d) BiT-Nd-Nb exceso.

En la lámina de BiT-Nb-Nd sin inclinación, se aprecia una distribución uniforme a lo largo de todo el sustrato, sin mostrar grandes irregularidades ni fases secundarias (Figura 7). Este patrón se ha repetido en todas las láminas, lo que demuestra que la técnica utilizada para la fabricación de láminas basadas en BiT es reproducible.

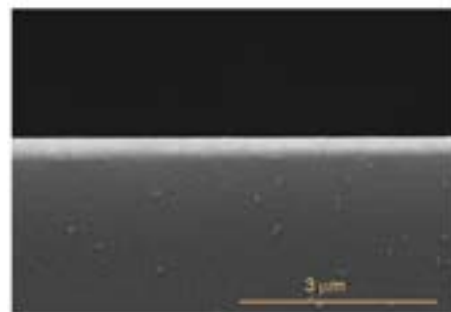


Figura 7. Micrografía de la lámina de BiT-Nd-Nb sin inclinación.

Además, mediante las micrografías del corte se ha podido medir el espesor aproximado de cada lámina siendo estos en torno a 235 nm.

Por último, se ha realizado la caracterización microestructural de la superficie de cada lámina. La lámina de BiT (sin dopar y sin exceso) muestra granos ligeramente alargados debido a su estructura cristalina laminar, que tiende a formar granos en forma de placa. También se puede ver que los granos están juntos y cohesionados. La falta de dopaje hace que la temperatura de cristalización (600°C) esté cerca del punto de fusión del BiT, por lo que lo más probable es que el óxido de bismuto se haya empezado a fundir. Esto resulta en bordes de grano menos definidos y la presencia de una fase vítrea en algunas zonas.

En la lámina de BiT con exceso, los granos son significativamente más alargados, como se esperaba tras ver los resultados de DRX. La lámina es mayormente homogénea, pero en algunas zonas no representativas, se observan heterogeneidades que causan un alargamiento de los granos de BiT en forma de placas. Esto se debe a la presencia de óxido de bismuto líquido (fase silenita) alrededor de los granos de BiT durante el tratamiento térmico, lo que facilita la difusión y el crecimiento de los granos de BiT en forma de placa. También se nota una parte borrosa, eso es la fase líquida que se ha fundido creando así una zona vítrea al solidificarse. La fase vítrea es predominante en el centro de la lámina, mientras que la falta de fase vítrea en las zonas perimetrales podría deberse a una mayor evaporación del óxido de bismuto en estas zonas.

La micrografía de la lámina de BiT-Nd-Nb muestra una lámina homogénea con granos redondos debido a la presencia de dopantes que evitan la formación de fases secundarias y controlan el tamaño de los granos. Estos dopantes ralentizan los mecanismos de difusión y aumentan el punto de fusión, lo que la distingue claramente de la lámina de BiT.

En la lámina de BiT-Nd-Nb con exceso, al igual que en la anterior, se observa una lámina muy homogénea con granos redondos. Esto se debe al dopado, que controla el crecimiento de los granos y previene la formación de fases secundarias, incluso en presencia de un exceso de óxido de bismuto en el material.

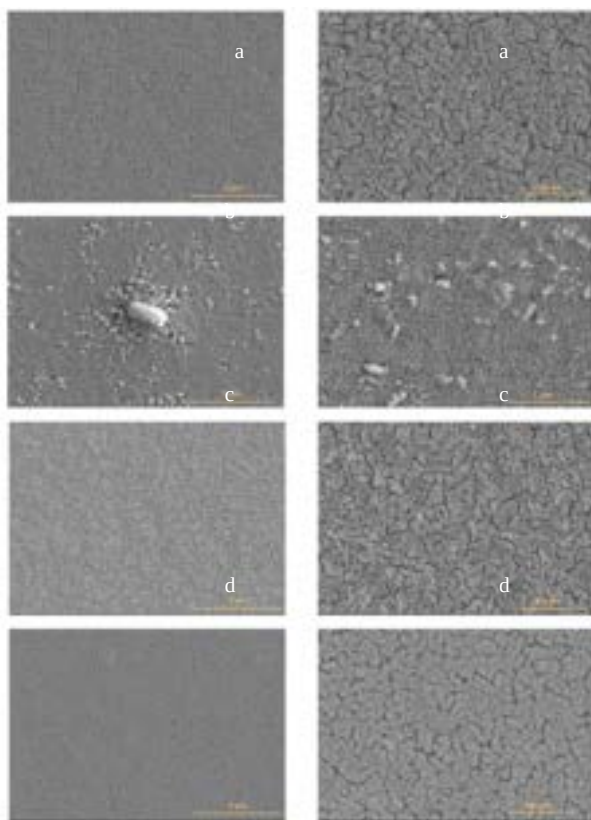


Figura 8. Micrografías de la superficie de las cuatro láminas: (a) BiT; (b) BiT exceso; (c) BiT-Nd-Nb; (d) BiT-Nd-Nb exceso.

5.- CONCLUSIONES Y LÍNEAS FUTURAS.

Se ha alcanzado el objetivo principal, demostrar que el método sol-gel acuoso + *spin-coating*, que ya había demostrado ser efectivo en la fabricación de láminas delgadas basadas en bismuto, es también efectivo en la obtención de láminas de BiT, empleando por tanto un método más sostenible y benevolente con el medio ambiente. También se ha logrado obtener las disoluciones monometálicas en medio acuoso, evitando los disolventes orgánicos tóxicos, y las disoluciones multimetálicas. Además de lograr depositar un total de 8 capas mediante la técnica de *spin-coating* y los tratamientos posteriores. Por último, se ha realizado con éxito la caracterización estructural y microestructural de las láminas.

En este trabajo se ha logrado el objetivo establecido. Sin embargo, existe la oportunidad de obtener información adicional mediante la caracterización funcional para medir la respuesta ferroeléctrica y piezoeléctrica de las láminas. Convendría estudiar cómo las diferentes morfologías de grano observadas por *FESEM* afectan a esta respuesta funcional. También se podría buscar formas de mejorar el método para reducir la temperatura de tratamiento térmico de cristalización y, por lo tanto, el consumo de energía. Esto además abriría la posibilidad de utilizar sustratos de distinta naturaleza, como sustratos poliméricos, para fabricar dispositivos electrónicos flexibles. Además, sería valioso estudiar la huella de carbono para evaluar con precisión la sostenibilidad de este método y su impacto ambiental real.

6.- REFERENCIAS.

- [1] Jardiel Rivas, M. T., “Diseño de materiales cerámicos de $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dopados con WO_3 ”, Tesis Doctoral presentada en la facultad de ciencias en la Universidad Autónoma de Madrid, 2006.
- [2] Gumiel, C.; Jardiel, T.; Calatayud, D. G.; Vranken, T.; Van Bael, M. K.; Hardy, A.; Calzada, M. L.; Jiménez, R.; Mompeán, F. J.; García-Hernández, M.; Caballero, A. C. y Peiteado, M., “Nanostructure stabilization by low-temperature dopant pinning in multiferroic BiFeO_3 -based thin films produced by aqueous chemical solution deposition”, *J. Mater. Chem. C*, 8, pp. 4234, 2020.
- [3] Hernández-Cuevas, G.; Leyva Mendoza, J. R.; García-Casillas, P. E.; Olivas-Armendariz, I.; Mani-González, P. G.; Díaz de la Torre, S.; Raymond-Herrera, O.; Martínez-Guerra, E.; Espinosa-Almeyda, Y., y Camacho-Montes, H., “Síntesis y caracterización del titanato de bismuto dopado con niobio”, *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*, 62, pp. 220-232, 2022.
- [4] Ramesh, R. y Spaldin, N. A., “Multiferroics: Progress and Prospects in Thin Films”, *Nature Materials*, 6, pp. 21-29, 2007.

PREPARACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE PIEZAS DE RESINA DOPADAS CON MATERIAL LUMINISCENTE PARA SU APLICACIÓN COMO SENSORES ÓPTICOS DE TEMPERATURA Y FUERZA

P. I. Martín-Hernández¹, C. Hernández-Álvarez², F. Rivera-López¹, I. R. Martín², H. Hemmerich²

¹Departamento de Ingeniería Industrial, Escuela Superior de Ingeniería y Tecnología, Universidad de La Laguna, San Cristóbal de La Laguna, Apdo. 456, Santa Cruz de Tenerife, E-38200 Spain, Email: pabloimh15@gmail.com

²Departamento de Física, MALTA- Consolider Team, IMN and IUdEA, Apdo. Correos 456, E-38206, Universidad de La Laguna, San Cristóbal de La Laguna, Santa Cruz de Tenerife, Spain.

Resumen: En este trabajo se han analizado dos piezas fabricadas mediante estereolitografía (SLA). La impresión 3D de los prototipos se ha basado en dos mezclas compuestas mayoritariamente por resina y dopadas con muestras ópticamente activas sensibles a diferentes magnitudes físicas. Por un lado, se ha estudiado la temperatura superficial de una rueda dentada en movimiento (primera pieza), que contiene un pequeño porcentaje de una muestra ópticamente activa. Este engranaje emite luz verde cuando es excitado por un láser a una cierta longitud de onda. Analizando la relación de las intensidades emitidas, se puede estimar la temperatura a la que se encuentra el engranaje en funcionamiento. Por otro lado, se ha investigado una segunda pieza compuesta por resina y otra muestra capaz de emitir luz cuando es sometida a una presión o fuerza. Los resultados obtenidos en este estudio constituyen el punto de partida para la creación de nuevos sensores ópticos de determinadas magnitudes interesantes para la ingeniería.

Palabras clave: Impresión 3D, luminiscencia, sensor óptico, temperatura, presión.

1. INTRODUCCIÓN.

En la actualidad se requiere de la utilización de muchos tipos de sensores para controlar diferentes parámetros como, por ejemplo, la temperatura o la presión. Entre los diferentes tipos de sensores, los ópticos, que se fundamentan en analizar la luz para medir variables físicas [1], presentan ventajas frente a los sensores convencionales, entre las que cabe destacar que están libres de interferencias electromagnéticas y pueden trabajar sin necesidad de contacto físico. Cabe destacar los sensores que se basan en analizar la luminiscencia de iones, principalmente los iones lantánidos con su valencia 3+. Estos iones se utilizan para aplicaciones tan diversas como termometría, bioimagen o la terapia fototérmica [2]. La temperatura es una de las variables más medidas en el equipamiento industrial y el mercado de los sensores termométricos sobrepasa los 7 billones de USD en 2019 y se espera que continúe creciendo en la actualidad. Concretamente, los sensores con iones de Er^{3+} actuando como dopantes están entre los más utilizados. En este ion los niveles $^2\text{H}_{11/2}$ y $^4\text{S}_{3/2}$ están térmicamente acoplados y poseen emisiones en el verde cuando decaen radiativamente al nivel fundamental. La intensidad de emisión de estos niveles en equilibrio térmico sigue la ley de distribución de Boltzman [3], siendo la relación de intensidad R de las emisión:

$$R = I_{31}/I_{21} = B \exp(-\Delta E/K_B T) \quad (1)$$

donde I_{31} e I_{21} son las intensidades producidas entre los niveles indicados, K_B es la constante de Boltzman, ΔE es el gap de energía entre los dos niveles térmicamente acoplados, es decir, la separación de energía entre los niveles 3 y 2 y, finalmente B es una constante pre-exponencial [3].

En este proyecto se utilizan los procesos de ‘upconversion’ para la excitación de los iones de Er^{3+} a los niveles excitados. Estos procesos se basan en la acumulación de sucesivas excitaciones en los iones lantánidos mediante energía infrarroja y, finalmente, obtener emisiones desde niveles con mayor energía [4].

También, se puede producir emisión de un material cuando se somete a una deformación mecánica o se le aplica presión. Este tipo de emisión de luz se produce debido a la excitación de los electrones en el material y su posterior relajación a estados de menor energía. La longitud de onda de la luz emitida depende de las características del material y de la energía liberada durante la relajación de los electrones [5]. Algunos ejemplos de materiales que exhiben este fenómeno son el sulfuro de zinc (ZnS) dopado con cobre (Cu) y el sulfuro de estroncio (SrS) dopado con europio (Eu) [5]. La emisión mecano-luminiscente tiene aplicaciones prácticas en campos como la detección de daños en estructuras, sensores de presión, dispositivos de iluminación y marcadores de seguridad.

Hay muchos parámetros que describen la eficiencia y rendimiento de un sensor, pero los más importantes para nuestro trabajo son: la sensibilidad relativa y la incertidumbre de temperatura [2]. La sensibilidad relativa se define como la velocidad a la que el parámetro medido R cambia con respecto a la temperatura y se define como [2]:

$$S_R = 100 \frac{1}{R} \left| \frac{dR}{dT} \right| \quad (2)$$

donde S_R está expresado en porcentaje y por lo tanto sus unidades son $\% K^{-1}$. Para un sensor de temperatura basado en la técnica de analizar la relación de intensidades de dos niveles termalizados Δ corresponde a la relación R expresada por la Eq. (1).

El objetivo es buscar sensores ópticos con la mayor sensibilidad relativa posible.

2. PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS.

2.1. Fabricación del engranaje para medidas de temperatura.

Para la fabricación de los engranajes de este trabajo se empleó como base la resina Siraya Tech dopada con un 5% en peso de material ópticamente activo $NaY_{0.77}Yb_{0.20}Er_{0.03}F_4$, cristales que presentan un aspecto de polvo blanco con tamaño de 1-5 μm . En el trabajo también se estudiaron cristales de $Y_2WO_6: Er, Yb$ pero con peores sensibilidades relativas que las obtenidas con $NaY_{0.77}Yb_{0.20}Er_{0.03}F_4$, por lo que no son expuestas en estos resultados finales. En la Fig. 1 se muestra una imagen de una de las ruedas dentadas obtenidas impresas mediante estereolitografía.



Figura 1. Rueda dentada impresa de mezcla resina – $NaYF_4:Er,Yb$.

2.2. Piezas para medidas mecano-luminiscentes.

Para el estudio de las medidas mecano-luminiscentes se ha empleado la misma resina que la utilizada para las medidas térmicas (Siraya Tech) dopada con un 3% en peso de $ZnS/CaZnOS:Mn^{2+}$ [6], material activo ópticamente bajo fuerza y presión. Estas piezas consisten en prismas de unos 2 cm de longitud, como se muestra en la Fig. 2.

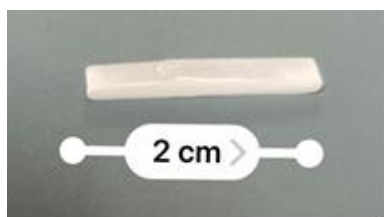


Figura 2. Pieza mecano-luminiscente y estimación de su medida mediante tecnología de Realidad Aumentada.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

3.1. Materiales ópticamente activos para medidas de temperatura.

Inicialmente, se analizaron las emisiones ópticas de los materiales ópticamente activos antes de introducirlos en la resina con el fin de analizar su eficiencia como sensores ópticos. El montaje experimental se basó en colocar un poco de material entre dos cubres de microscopio y se excitó a 980 nm con un láser de Titanio-Zafiro bombeado con un láser DPSS Millenia (Fig. 3). El control de la temperatura de la muestra se hizo con ayuda de un sistema Linkam que permite controlar la temperatura desde $-195^{\circ}C$ hasta $600^{\circ}C$ con un sistema de manipuladores para controlar su correcta posición. La emisión de la muestra fue recogida por una lente convergente con una focal de 6 cm y focalizada en una fibra óptica conectada a un espectrómetro HR4000 de la compañía Ocean Optics.



Figura 3. Láser de diodo DPSS a 532 nm bombeando un láser de Titanio-Zafiro sintonizado a 980 nm.

En la Fig. 4 se muestran los espectros de emisión obtenidos en la muestra de $NaYF_4:Er,Yb$ bajo excitación a 980 nm y en función de la temperatura. Como se puede ver en dicha Figura se observan intensas emisiones en el verde (525 y 550 nm) y en el rojo (650 nm) que pueden ser identificadas con las transiciones $^2H_{11/2}, ^4S_{3/2} \Rightarrow ^4I_{15/2}$ y con $^4F_{9/2} \Rightarrow ^4I_{15/2}$, respectivamente. A medida que se aumenta la temperatura las intensidades relativas de emisión cambian ligeramente.

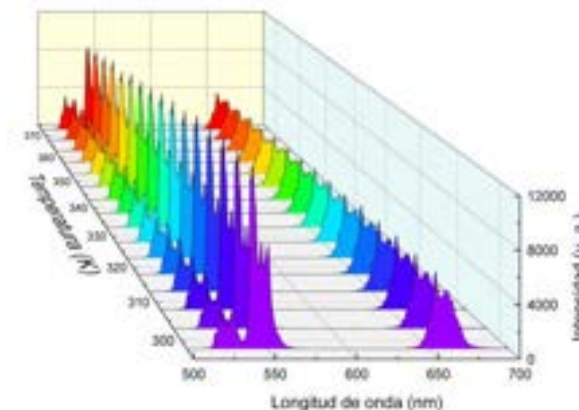


Figura 4. Espectros de emisión en función de la Temperatura obtenidos para la muestra $NaYF_4:Er,Yb$ bajo excitación a 980 nm.

Con idea de usar estos cambios como un posible sensor de temperatura se ha calculado la relación de las intensidades de las bandas de emisión centradas en 525 nm y 550 nm. Dicha relación R se presenta en la Fig. 5. Atendiendo a la Fig. 5, a medida que aumenta la temperatura la población del nivel superior $^2H_{11/2}$ es mayor de manera que la intensidad de emisión desde dicho nivel (525 nm) aumenta respecto al nivel $^4S_{3/2}$ (550 nm). La dependencia sigue la ley de distribución

de Boltzman expresada por la Eq. (1) y como se puede apreciar el ajuste es muy bueno.

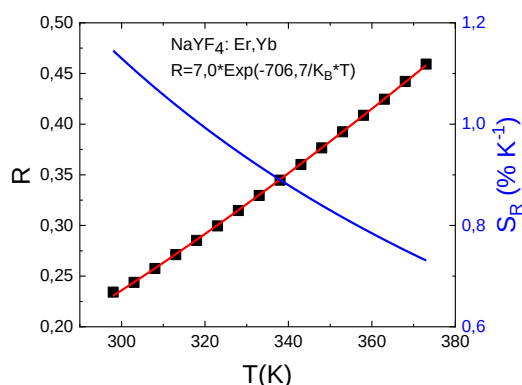


Figura 5. Relación de intensidades R en función de la temperatura (símbolos) y ajuste a la distribución de Boltzman (línea roja) para el material NaYF4. También se incluye la sensibilidad relativa (línea azul).

3.2. Medidas ópticas en engranajes de resina dopados con NaYF4:Er,Yb.

El engranaje dopado con NaYF4:Er,Yb se ha conectado a un motor que permite cambiar su velocidad según el voltaje aplicado. Como se puede observar en la fotografía mostrada en la Fig. 6 cuando la rueda dentada fabricada con material activo es excitada con un láser a 980 nm empieza a emitir luz visible con un espectro igual al observado en la Fig. 4. La emisión predominante es la verde (525 nm y 550 nm) y por ello predomina ese color. A continuación, se obtuvieron los espectros correspondientes a la luz emitida para cada velocidad angular definida del motor. Los espectros de emisión se calibraron usando las bandas de emisión en el verde y con la ecuación de correlación dada en la Fig. 5 se obtienen las temperaturas del engranaje.



Figura 6. Fotografía del engranaje acoplado, excitando la rueda izquierda con un láser a 980 nm.

En la Fig. 7 se representan las temperaturas en función de las revoluciones por minuto del motor (rpm). Además, cabe destacar que se han representado simultáneamente otros valores de temperatura obtenidos durante el experimento mediante una cámara termográfica situada cenitalmente.

Se observa que los valores de temperatura obtenidos a aumentan en función de la velocidad angular del motor como se muestra en la Fig. 7. Además, se comprueba que para este rango de revoluciones el comportamiento es prácticamente lineal. A medida que la velocidad angular del motor aumenta también lo hace la

temperatura del engranaje, provocando en total un incremento de 8 K. Es interesante destacar que con este tipo de experimentos se podrían llegar a detectar cambios menores a 0,1 K, por lo que se logra una alta resolución de medida. Por otro lado, la cámara termográfica no detecta cambios en la temperatura de la zona de engranajes (curva de color verde en la Fig. 7).

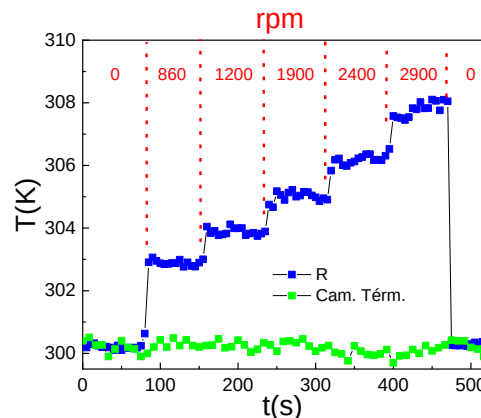


Figura 7. Temperatura obtenida en el engranaje en función del tiempo para distintas revoluciones por minuto del motor. Valores medidos utilizando el método de relación de intensidades R y la cámara termográfica (curva verde).

3.3. Materiales ópticamente activos para medidas de fuerza o presión.

En esta parte, del trabajo se estudian los resultados obtenidos para el experimento correspondiente a las emisiones generadas por la pieza en función de la fuerza o presión ejercida. En el experimento diseñado, se emplearon dos varillas metálicas paralelas que guían a un tornillo que puede ser soltado en caída libre, a diferentes alturas, impactando directamente sobre la pieza (ver Fig. 8). La señal de la emisión producida por la muestra es registrada directamente por un detector fotomultiplicador conectado a un osciloscopio digital.

Cuando se aplica una presión o fuerza sobre el material mecano-luminiscente aparece una emisión de color naranja cuyo espectro está representado en la Fig. 9. Como se puede observar en dicha figura la emisión corresponde a una banda ancha de emisión que abarca desde los 500 nm hasta los 750 nm. Realizando diferentes medidas de intensidad en función de la altura se han obtenido los resultados que se presentan en la Fig. 10.

Para cada ejecución del experimento, la energía inicial es mgH , donde m es la masa del tornillo que cae (49 gr), g la aceleración de la gravedad y H es la altura inicial. Si asumimos que toda la energía en el impacto se transfiere en forma de trabajo [7], se puede estimar la Fuerza y Presión sobre el material mecano-luminiscente teniendo en cuenta que la superficie del impacto es circular con 3,3 mm de diámetro y que a la altura de 20 cm el tiempo de contacto con el material es de aproximadamente 1.0 ms (obtenido a partir de las medidas con el osciloscopio). Como se puede ver en la Fig. 10 existe una dependencia perfectamente cuadrática

con la altura hasta unos 20 cm. A partir de ese valor el comportamiento es muy diferente por lo que podría indicar que se ha alcanzado el límite elástico.

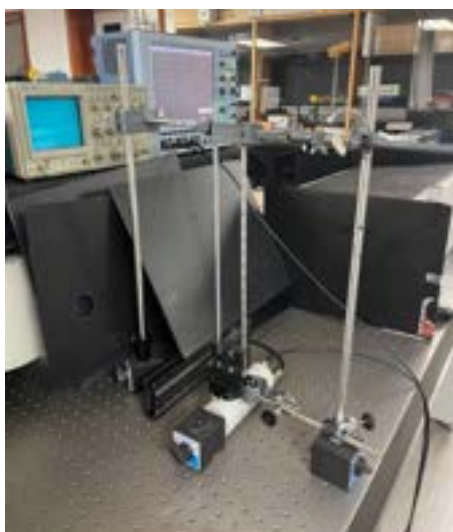


Figura 8. Fotografía del montaje utilizado para realizar medidas mecano-luminiscentes.

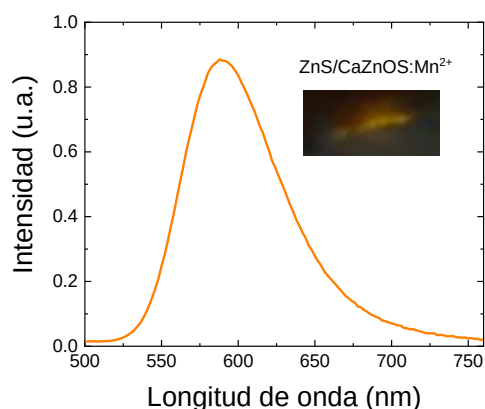


Figura 9. Espectro correspondiente a la luz emitida por la pieza mecano-luminiscente. En el recuadro interior aparece una foto de la muestra emitiendo en el naranja después de ser golpeada.

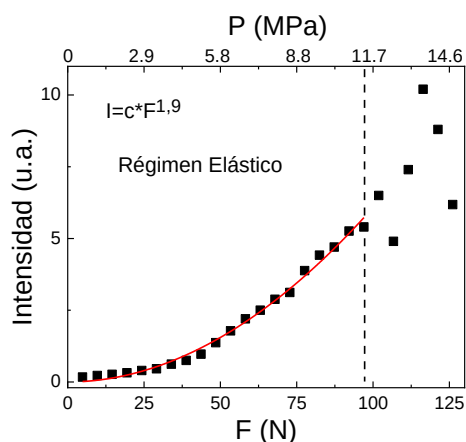


Figura 10. Intensidad de emisión de la muestra mecano-luminiscente (símbolos) con la fuerza o presión y ajuste a la expresión indicada en el texto (línea roja).

4. CONCLUSIONES.

Tras el diseñado y fabricado un engranaje dopado con NaYF₄:Er,Yb se ha logrado estimar sin necesidad de contacto y con una gran resolución, en torno a 0,1 K, su temperatura cuando se encuentra en funcionamiento. Además, se ha comprobado que emplear un sensor óptico como sensor de temperatura puede ser más fiable que el empleo de una cámara termográfica convencional. Destacar también las siguientes ventajas:

- Gran resolución espacial, ya que se puede analizar zonas de las piezas mecánicas inferiores a 100 μm^2 .
- Insensibilidad a las interferencias electromagnéticas debidas a las conexiones de cables.
- Permite mediciones en puntos y superficies donde es inaccesible las mediciones por contacto.
- Libertad de diseño y fabricación del sensor.

Se han analizado las propiedades ópticas de la resina dopada con un material mecano-luminiscente. Los daños producidos por impacto de un objeto sobre mezcla producen una intensidad de luz que es función a la fuerza o presión del impacto. Estos experimentos pueden permitir analizar las propiedades mecánicas de un determinado material.

5. REFERENCIAS

- [1] M. A. Butt, N. L. Kazanskiy, S. N. Khonina, G. S. Voronkov, E. P. Grakhova y R. V. Kutluyarov, "A Review on Photonic Sensing Technologies: Status and Outlook", Biosensors-Basel, p. 568, 2023.
- [2] C. Brites, A. Millán y L. D. Carlos, "Lanthanides in luminescent thermometry", Hand. Phys. Chem. Rare Earths. Elsevier B. V., pp. 339-427, 2016.
- [3] D. Jaque y F. Vetrone, "Luminescence nanothermometry", Nanoscale, pp. 4301-4326, 2012.
- [4] F. Auzel, "Upconversion processes in coupled systems", J. Luminescence, pp. 341-345, 1990.
- [5] C. Chen, Y. Zhuang, X. Li, F. Lin, D. Peng, D. Yu, A. Xie y R. Xie, "Achieving Remote Stress and Temperature Dual-Modal Imaging by Double-Lanthanide-Activated Mechanoluminescent Materials", Adv. Func. Materials, vol. 31, p. 210567, 2021.
- [6] D. Peng, Y. Jiang, B. Huang, Y. Du, J. Zhao, X. Zhang, R. Ma, S. Golovynski, B. Cheng y F. Wang, "A ZnS/CaZnOS Heterojunction for Efficient Mechanical-to-Optical Energy Conversion by Conduction Band Offset", Advanced Materials, vol. 32, p. 1907747, 2020.
- [7] B. P. Chandra, «Development of mechanoluminescence technique for impact studies,» J. Lumin. , vol. 131, pp. 1203-1210, 2011.

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.