OBTENCIÓN DE BLANCOS DE CARBURO DE TITANIO TiC MEDIANTE ALEAMIENTO MECÁNICO

*A. F. Torres[1, 2], J. G. Torres[1, 2], H. E. Jaramillo[1, 3,6], **N. A. de Sánchez[1, 4,6], H. Sánchez Sthepa[5, 6]

- ✓ Este artículo forma parte del "Volumen Suplemento" **S1** de *la Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales* (*RLMM*). Los suplementos de la RLMM son números especiales de la revista dedicados a publicar memorias de congresos.
- ✓ Este suplemento constituye las memorias del congreso "*X Iberoamericano de Metalurgia y Materiales (X IBEROMET)*" celebrado en Cartagena, Colombia, del 13 al 17 de Octubre de 2008.
- ✓ La selección y arbitraje de los trabajos que aparecen en este suplemento fue responsabilidad del Comité Organizador del *X IBEROMET*, quien nombró una comisión *ad-hoc* para este fin (véase editorial de este suplemento).
- ✓ La *RLMM* no sometió estos artículos al proceso regular de arbitraje que utiliza la revista para los números regulares de la misma.
- ✓ Se recomendó el uso de las "Instrucciones para Autores" establecidas por la *RLMM* para la elaboración de los artículos. No obstante, la revisión principal del formato de los artículos que aparecen en este suplemento fue responsabilidad del Comité Organizador del *X IBEROMET*.

Suplemento de la Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales 2009; **S1** (2): 851-855

OBTENCIÓN DE BLANCOS DE CARBURO DE TITANIO TiC MEDIANTE ALEAMIENTO MECÁNICO

*A. F. Torres[1, 2], J. G. Torres[1, 2], H. E. Jaramillo[1, 3,6], **N. A. de Sánchez[1, 4,6], H. Sánchez Sthepa[5, 6]

1: Grupo Ciencia e Ingeniería de Materiales,
2: Joven Investigador Colciencias - UAO
3: Departamento de Energética y Mecánica,
4: Departamento de Ciencias Básicas de Ingeniería, Universidad Autónoma de Occidente,
5: Escuela de Ingeniería Materiales, Universidad del Valle
6: Centro de Excelencia de Nuevos Materiales Cali-Colombia

andresfelipe376@hotmail.com

Trabajos presentados en el X CONGRESO IBEROAMERICANO DE METALURGIA Y MATERIALES IBEROMET
Cartagena de Indias (Colombia), 13 al 17 de Octubre de 2008
Selección de trabajos a cargo de los organizadores del evento

Publicado On-Line el 29-Jul-2009
Disponible en: *www.polimeros.labb.usb.ve/RLMM/home.html*

Resumen

En el presente artículo se reportan los resultados relativos a la mecano síntesis de carburo de titanio (TiC), partiendo de polvos de dióxido de titanio, aluminio y grafito. Se utilizó un molino de bolas tipo Atritor, con una relación de masa de bolas a masa de polvos de 40:1, y tiempos de molienda de 18 y 36 horas. El material en polvo obtenido se caracterizó mediante análisis de difracción de rayos x y microscopia electrónica de barrido. Se comprobó la síntesis del TiC por la presencia de los picos característicos del compuesto, en los difractogramas de rayos x. Los polvos obtenidos en la molienda de 36 horas se compactaron y se sinterizaron para producir blancos de TiC. El material se caracterizó después de sinterizado mediante microscopia electrónica de barrido (SEM).

Palabras claves: *Aleación mecánica, carburo de titanio, molino Atritor, rayos x, microscopia electrónica de barrido.*

Abstract

In this paper, the TiC synthesis achieved in a high energy ball mill, atritor type, is reported. The material was synthesized from titanium dioxide, aluminum and graphite powders with a milling intensity represented in a ball mass to powder mass 40 to 1 ratio. The selected milling times were 18 and 36h. The obtained material was characterized by x-ray diffraction and Scanning electron microscopy. The TiC compound synthesis was corroborated because of the presence of the characteristic peaks in the x-ray diffractograms. The material yielded at 36 h. was used to produce targets once they were compacted and sinterized, SEM characterization was used again to evaluate the degree of sinterization. The particle size average was of about 5 μ m.

Keywords: *Mechanical alloying, titanium carbide, Atritor mill, x- ray, electron scanning microscopy*

1. INTRODUCCIÓN.

Hoy en día se requieren materiales, que cumplan con exigencias cada vez más rigurosas, como elevada rigidez, alta resistencia mecánica y baja densidad.

En la búsqueda soluciones se hace imprescindible la sinergia entre nuevos procesos productivos, las propiedades de los materiales y las aplicaciones específicas. Es así como surgen procesos tales como las tecnologías de polvos, el aleamiento mecánico, etc. que reemplazan procesos cuyas limitaciones inherentes deben superarse. Por ejemplo en algunas ocasiones, el método de producir aleaciones a partir del proceso de fundición [1] no es viable debido a temperaturas de fusión de los materiales muy disimiles, limites de solubilidad pequeños, costos de manufactura por consumo elevado de energía y problemas de impacto ambiental. La solución a este problema plantea el uso de una técnica no tradicional, competitiva industrialmente en la obtención de

materiales compuestos, que sea de fácil manejo, bajo costo y amigable con el ecosistema; el método que cumple estas características, es el proceso de aleación mecánica [2]. Este proceso se lleva a cabo utilizando energía de impacto para producir aleaciones en estado sólido a partir de polvos elementales de cualquier tipo de material [3].

La técnica de aleación mecánica fue estudiada y desarrollada por primera vez en el año de 1966, por John S. Benjamín, en el laboratorio de investigación INCO (Laboratory of the International Nickel Company) [4]. El primer intento realizado, fue para desarrollar una aleación endurecida por dispersión de óxidos, con una precipitación gama primaria en una superaleación de base níquel para una turbina de gas y otros productos resistentes al calor [5].

La aleación mecánica se lleva a cabo en molinos de alta energía, que son máquinas que agitan en su interior bolas de acero o cerámica para producir la soldadura y fractura en frío de los materiales a alear que se encuentran en forma de polvo [2]. La síntesis de carburos se obtiene moliendo polvos del metal en cuestión con polvos de grafito, de esta manera se han obtenido carburos de SiC, TiC, WC, ZrC, VC, MoC, ReC, Cr_3C_2, Fe_3C, Fe_7C_3, Al_4C_3. De la misma manera se han obtenido siliciuros y otros tipos de carburos [6].

En este proyecto se obtuvo carburo de titanio, a partir de polvos de dióxido de titanio, aluminio y grafito mediante la técnica de aleamiento mecánico,

1. DETALLES EXPERIMENTALES.

Para la obtención de TiC por molienda mecánica se partió de polvos de dióxido de titanio (TiO_2), aluminio (Al) y grafito (C); el material en polvo se depositó en el tazón de molienda, de un molino tipo Atritor que contiene elementos moledores o bolas, para realizar la aleación mecánica; el molino Atritor utilizado fue diseñado y construido como trabajo de tesis[7] en el grupo GCIM, de la Universidad Autónoma de Occidente. El tazón del molino tiene 14,7 cm de diámetro y capacidad de 4500 cm^3; la molienda del material en polvo se realizó a velocidad de 500 rpm, presión de $1{,}7*10^{-2}$ torr; se utilizó una relación masa bolas a masa polvos (M_{bolas}/M_{polvos}: 40 a 1); los cuerpos moledores son de acero al cromo níquel de 4 mm de diámetro; el tiempo de molienda fue de 36h con una parada a las 18h, para tomar una muestra que se llevó a análisis mediante difracción de rayos x.

2.1 Caracterización de los polvos.

A 36 horas de molienda del material, se tomó una segunda muestra de los polvos aleados y se les realizó análisis de rayos x, durante 70 minutos, con velocidad de escaneo de 5 y 1 grados/min., paso de 0.020 grados, con rango entre 10 a 100 grados. Se observó la intensidad del pico característico de TiC a 36° es de 350 ua, corroborando la formación del compuesto, como se observa en el difractograma de la figura 1.

A 18 horas prácticamente la presencia del TiC fue imperceptible.

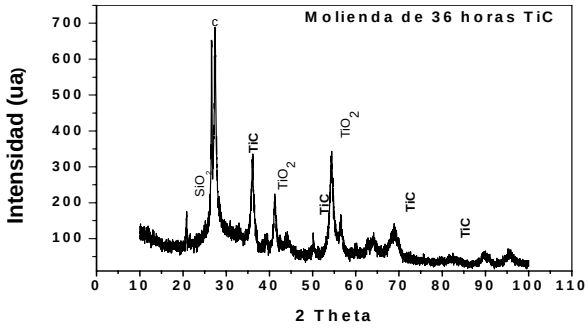


Figura 1. Difractograma de material en polvo de TiC con 36 horas de molienda

2.2 Compactación de Blancos.

Para la etapa de compactación del material en polvo, se empleó una prensa hidráulica, marca "Carver" accionada por palanca y con una capacidad de carga máxima de 12 toneladas, el equipo posee una matriz de 25,4 mm de diámetro, un punzón, dos blancos de compactación y un sistema de vacío, el sistema de matrices se muestra en la figura 2.

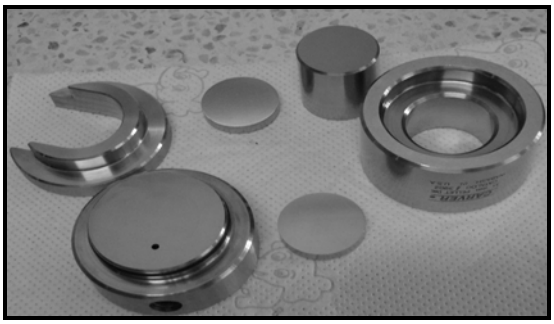


Figura 2. Matriz para compactación de polvos

En la figura 3 se muestran algunos blancos obtenidos después del proceso de compactación de los polvos.

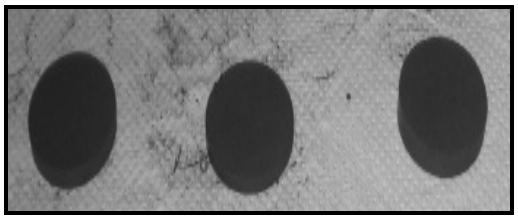


Figura 3. Material en polvo después de compactado

2.3 Sinterización de Blancos.

Para la etapa de sinterización del material compactado, se tomaron blancos de 5,0 mm de espesor y se sometieron a diferentes temperaturas de sinterización para observar su aspecto físico.

En una primera exploración y con base en el trabajo de L. Lu et al [8], se llevó el horno a temperatura de 700 °C, una vez alcanzada esta temperatura se procedió a introducir el blanco compactado al horno como se muestra en la figura 4. Con un tiempo de sostenimiento dentro del horno de una hora, después de transcurrido este tiempo se apagó el horno y se dejo enfriar el material dentro del horno con la puerta cerrada hasta temperatura ambiente.

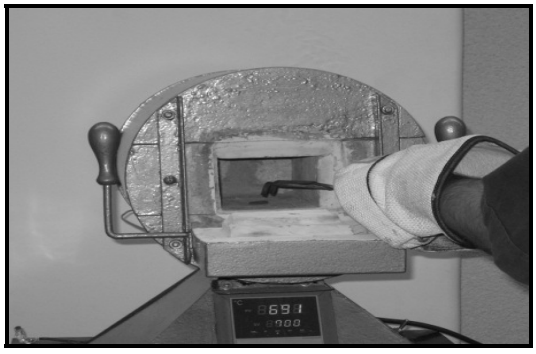


Figura 4. Proceso de sinterización de blancos a 700 °C

Simultáneamente a la sinterización del material a 700 °C, en otro horno de tratamiento térmico a temperatura de 1000 °C se introdujo otro blanco de material TiC, se sostuvo dentro del horno por una hora, se dejó enfriar dentro del horno con las mismas condiciones.

Después de llevar los blancos hasta temperatura ambiente dentro del horno, se procedió a retirar las muestras y se realizó un examen visual de las mismas. Se observó que el blanco sometido a temperatura de 700 °C, tomó un color gris claro, indicando ausencia de consolidación.

El blanco sometido a temperatura de 1000 °C presentó un color amarillo claro, este cambio de color posiblemente se debe a que en el comienzo los poros están llenos de aire y está en condiciones oxidantes, al abrir el horno se decolora o ataca la superficie[8]. Este blanco presentó mayor consistencia que el sinterizado a 700°C.

3. RESULTADOS

3.1 Microscopia electrónica de barrido (SEM).

Se realizaron pruebas de microscopia electrónica de barrido, mediante un equipo JSM-5910LV Scanning electrón microscope, al material en polvo con un tiempo de molienda de 36 horas, y al material sinterizado a 1000 °C, para determinar tamaño, distribución, forma de partículas, y composición química local, en la figura 5 se presenta una fotografía de equipo

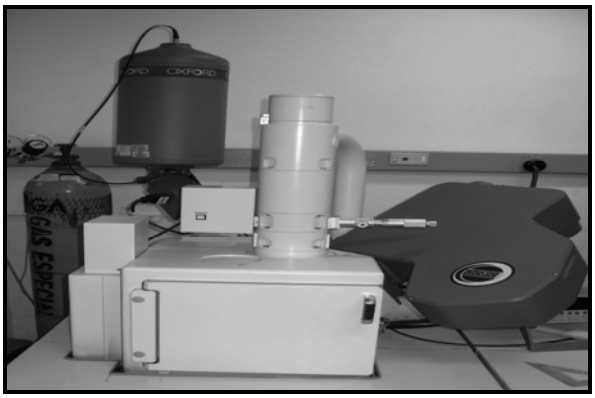


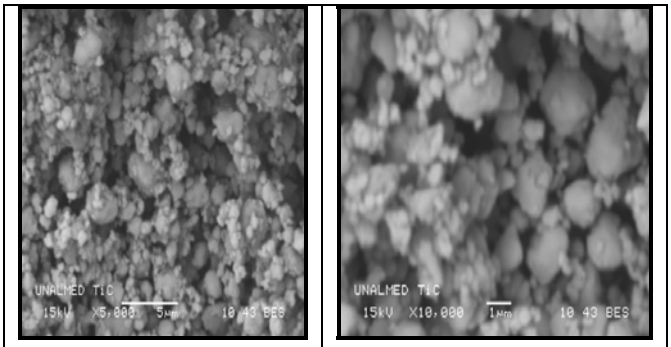
Figura 5. Microscópio electrónico de barrido SEM [1]

Las muestras de material se colocaron en el porta muestras del equipo Desk II, se realizó vacío hasta 5 mTorr, para retirar humedad de las muestras, esta operación se realizó durante una hora. Posteriormente se depositó, durante 180 segundos, una capa de oro con espesor de 6 a 8 nm sobre las dos muestras, para que presentaran propiedades conductoras.

Después de aplicar la capa de oro, las muestras se

[1] Equipo SEM del laboratorio de Superficies, Universidad Nacional, sede Medellín.

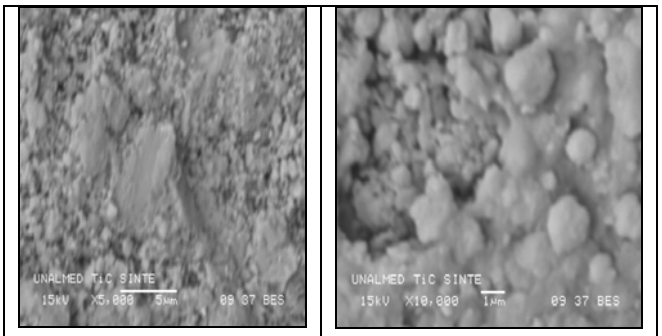
pasaron a la cámara de análisis del microscopio, las micrografías obtenidas se presentan en la figura 6.



a) b)

Figura 6 Micrografías de material en polvo a) a 5000X y b) a 10.000X.

En las micrografías de la figura 6 se observó la presencia de dos tipos de partículas, la primera de forma esférica y tamaños de aproximadamente 4 µm, la segunda presenta una forma alargada y tamaños aproximado de 1 µm; en general se presenta una distribución de partículas irregular.



a) b)

Figura 7 Micrografías de material compactado y sinterizado a) a 5000X y b) a 10.000X.

En las micrografías de la figura 7 del material compactado y sinterizado se aprecia una forma regular de tamaño de grano promedio de 5 µm; y la distribución del mismo es más uniforme que la del material en polvo. Al observar la distribución de granos se aprecia crecimiento de algunos granos a expensas de otros, significa que se presentó proceso de difusión entre partículas; lo que evidencia que se realizó una sinterización efectiva, a temperatura de 1000°C durante una hora.

4. CONCLUSIONES

Mediante la utilización de un molino de bolas Atritor de alta energía se logró realizar la mecanosíntesis de carburos de titanio utilizando la técnica de aleamiento mecánico a partir de dióxido de titanio, aluminio y grafito comercial, los precursores que se utilizaron son de bajo costo, comparados con los polvos de alta pureza normalmente utilizados para este fin; el método potencia la posibilidad de un proceso industrial.

Las micrografías SEM, de las muestras en polvo mostraron una amplia distribución de partículas para la molienda de 36 horas desde aproximadamente unos 200 nm hasta 1 µm.

Al observar la distribución de granos, en las muestras sinterizadas se aprecia crecimiento de algunos granos a expensas de otros, donde se evidencia que se presentó proceso de difusión; dándose una sinterización efectiva, a temperatura de 1000°C durante una hora de proceso.

Esta investigación permitirá generar en el grupo Ciencia e Ingeniería de Materiales, GCIM de la Universidad Autónoma de Occidente, una nueva línea de investigación en materiales nanocompuestos y novedosos obtenidos por el técnica de aleamiento mecánico.

5. AGRADECIMIENTOS.

El presente trabajo contó con el apoyo del Centro de Excelencia en Nuevos Materiales, CENM, bajo el contrato RC-043-2005 suscrito con COLCIENCIAS; la Dirección de Investigaciones y Desarrollo Tecnológico de la Universidad Autónoma de Occidente. La caracterización del material en polvo se llevó a cabo en los laboratorios de Superficies del Dr. Alejandro Toro Betancourt de la Universidad Nacional sede Medellín.

6. REFERENCIAS.

[1] L Zhang, Hou-Fa Shen, Yiming Rong, Tian-You Huang. *Materials science and engineering*. 2007; 466: 71–78.

[2] M Quan, *Nanostructural Materials***.** 1995; 5: 25.

[3] JS Benjamin. *New Materials by mechanical alloying techniques*, DGM Informations Gesellschaft, 1989.

[4]JS Benjamin. *Powder Metall*, 7ma Ed. DGM

Informations Gesellschaft.1992.

[5] JS Benjamin, *Dispersion-hardened nickel-chromium-cobalt wrought alloy*. 1972, German patent # 2223 715.

[6] Palma R, García J. *Nuevos métodos de fabricación mediante tecnologías de polvos*. Santiago Chile (chile.): CRC Press Inc., 1999, p. 23-26.

[7] Renteria JJ**,** de Sanchez NA**,** Jaramillo HE. *Rediseño y Construcción de un Molino de Bolas Atritor*, Tesis de grado realizada con el grupo GCIM. Universidad Autónoma de Occidente, 2008.

[8] L L Man On Lai. *Mechanical Alloying, Klumer Academy***.** Publishers. Copyright. 1998; p. 120-125.

[9] Sánchez J M. *Metalurgia de Polvos.* 2002; p.46.

[10] Palma RH, Sepúlveda. A Espinoza R, Dianez MJ. Criado MJ, Sarayagues MJ, Ávila F. García J. *Comportamiento Mecánico en Caliente de Aleaciones de Cu Reforzadas por Dispersión, Obtenidas por Molienda Mecánica***.** 2003.

[11] Palma RH, Sepúlveda O, Zúñiga P, Pérez RV. *Molienda Reactiva de Aleaciones de Cu-Ti-C*. 2001.