

# ESTUDIO Y COMPARATIVA DE LA INFLUENCIA DEL TIPO DE REFUERZO EN MATERIALES COMPUESTOS DE BASE TITANIO FABRICADOS POR TÉCNICAS DE COMPACTACIÓN CALIENTE INDUCTIVA

**Pérez-Soriano, Eva María<sup>1</sup>; Montealegre-Meléndez, Isabel<sup>1\*</sup>; Arévalo, Cristina<sup>1</sup>; Kitzmantel, Michael<sup>2</sup>; Neubauer, Erich<sup>2</sup>**

<sup>1</sup> TEP-123 Metalurgia e Ingeniería de los Materiales.

*Departamento de Ingeniería y Ciencia de los Materiales y del Transporte; Escuela Politécnica Superior; Universidad de Sevilla.*

<sup>2</sup> RHP-Technology GmbH.

*Forschungs-und Technologiezentrum, 2444 Seibersdorf, Austria.*

\*E-mail: [imontealegre@us.es](mailto:imontealegre@us.es)

## RESUMEN

La constante necesidad de mejora en el sector aeronáutico y aeroespacial introdujo el uso de materiales compuestos de matriz metálica, para lograr propiedades excelentes con reducción de peso. Dadas las buenas características del titanio, éste fue considerado excelente candidato para constituirse como matriz de materiales compuestos de matriz metálica (TMCs); destacando la pulvimetalurgia como principal método de fabricación, dada su versatilidad, menor coste y mayor precisión dimensional.

En el presente trabajo se realiza un análisis comparativo de las implicaciones en las propiedades finales del material, según el polvo de titanio empleado como matriz y el tipo de refuerzo. Se estudian probetas fabricadas con matriz de titanio grado 1 o grado 5, con varios tipos de refuerzo cerámico y porcentaje. Los tres refuerzos más importantes en el campo de los TMCs son  $B_4C$ ,  $TiC$  y  $TiB_2$ .

Las muestras se fabricaron en la empresa austriaca RHP-Technology GmbH, mediante la técnica de compactación de polvos (Inductive Hot Pressing). Dichas piezas fueron analizadas mediante varias técnicas de microscopía, además de someterlas a diferentes ensayos para determinar las propiedades físicas y mecánicas más importantes.

Las conclusiones permitirán optimizar los parámetros de fabricación, para encontrar así nuevos materiales que cumplan los exigentes requisitos del sector aeronáutico.

## PALABRAS CLAVE

Materiales compuestos de base titanio, Compactación en caliente inductiva, Refuerzos, Microestructura.

## ABSTRACT

The constant need for improvement in the aeronautical and aerospace sector introduced the use of metallic matrix composite materials to achieve excellent properties with weight reduction. Given its good properties, titanium was considered an excellent candidate to constitute the matrix of metallic matrix composite materials (TMCs); highlighting powder metallurgy as the main manufacturing method, given its versatility, lower costs and greater dimensional accuracy.

In the present work, a comparative analysis of the influence in the final properties of the material is made, according to the titanium powder used as matrix and the type of reinforcement. Specimens were produced with titanium matrix grade 1 or grade 5, with different ceramic reinforcement and percentages. The three most important reinforcements in the field of TMCs are  $B_4C$ , TiC and  $TiB_2$ .

The samples were manufactured in the Austrian company RHP-Technology GmbH, via Inductive Hot Pressing. The specimens were analyzed by several microscopy techniques, in addition to carrying out different tests to determine the most important physical and mechanical properties.

The conclusions will allow optimizing the manufacturing parameters, to find new materials that fulfill the demanding requirements of the aeronautical sector.

## KEYWORDS

Titanium composites, Inductive Hot Pressing, Reinforcements, Microstructure.

## **INTRODUCCIÓN Y OBJETIVOS**

El estudio de las propiedades de los materiales compuestos de base titanio, así como la diversidad de técnicas para su desarrollo han sido objeto de investigación desde hace más de dos décadas [1-3]. Las necesidades de mejorar las propiedades mecánicas del titanio y sus aleaciones han sido origen de multitud de trabajos de investigación que han conducido a la fabricación de TMCs con propiedades muy interesantes para diversos sectores industriales, como es el caso del sector aeroespacial [4-6].

En el marco de los materiales de partida para la producción de los TMCs, se plantean materiales de refuerzo de naturaleza cerámica, que mejoran substancialmente las propiedades específicas respecto a la matriz de base titanio sin reforzar [3,7-8]. Entre los refuerzos más estudiados, se consideran el TiC y TiB [9-10]; ambos compuestos muestran buenas propiedades de integridad en la matriz de titanio y potencian sus propiedades de rigidez. Dichos refuerzos pueden ser incorporados a la matriz de forma directa o por el contrario se pueden formar in situ por la adición de otras partículas precursoras de los mismos. En este sentido, el empleo de partículas de  $B_4C$  como fuente de carbono y boro, ha sido objeto de estudio en el ámbito de los materiales compuestos in situ reforzados. La formación de nuevos compuestos en la matriz de titanio (TiC y TiB) contribuyen no sólo a una mejora en la densificación de los TMCs resultantes, sino a una mayor estabilidad en la interfaz entre la matriz y los refuerzos formados in situ. Las reacciones secundarias entre la matriz de base titanio y las partículas de  $B_4C$  promueven esa mejora en la adherencia matriz-refuerzo y contribuyen a un aumento sustancial de las propiedades de TMCs fabricados [11-12].

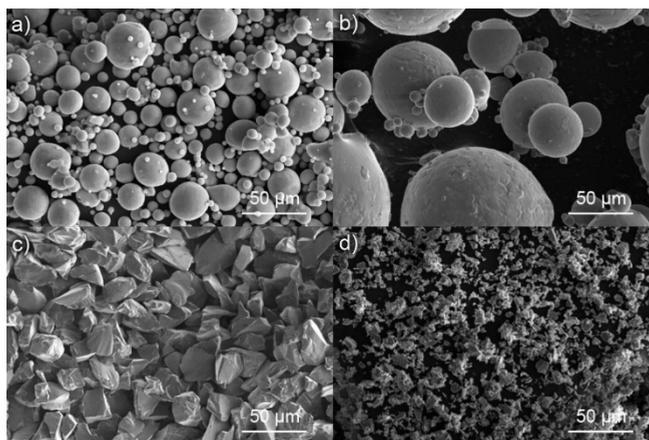
Dentro de la gran variedad de técnicas que existen para la fabricación de materiales compuestos de base titanio, la pulvimetalurgia se considera una tecnología que reúne las características fundamentales y necesarias para ello. En particular, mediante técnicas pulvimetalúrgicas avanzadas, como la compactación en caliente inductiva, se pueden producir en periodos cortos de fabricación una gran diversidad de composiciones de TMCs; es por ello que, en el presente estudio, dicha técnica ha sido seleccionada para llevar a cabo los trabajos de consolidación de los TMCs. La experiencia de los autores en este ámbito, junto con la gran flexibilidad de producción que ofrece esta metodología motivan el uso de la misma [13].

El objetivo principal del presente trabajo es el estudio de las propiedades finales de TMCs producidos bajo determinados parámetros, comparando diversos polvos

de partida; todo ello con el fin de optimizar los procesos de fabricación para los TMCs, tratando de reducir el coste de los mismos y ampliando las posibilidades de aplicaciones para los mismos.

## METODOLOGÍA

Para la fabricación de los TMCs se han empleado dos tipos de polvos de base titanio, titanio grado 1 y titanio grado 5 (Ti6Al4V) (ver Figura 1). Cumpliendo con la motivación de la investigación, se han elegido tres tipos de refuerzos cerámicos de partida: i)  $B_4C$ , ii)  $TiB_2$  y iii)  $TiC$  (ver Figura 1). La selección de estos refuerzos de partida se fundamentó principalmente en las características y el comportamiento de los mismos durante el procesado. Por un lado, las partículas de  $TiB_2$  tienden a descomponerse en  $TiB$  y las partículas de  $B_4C$  se consideran fuente de B y C para la formación de  $TiB$  y  $TiC$  en la propia matriz; con lo cual, se valora que la integridad de estos tipos de partículas cerámicas cambie durante la fabricación de los TMCs. Por otro lado, al emplear  $TiC$  como partículas de refuerzo, se presupone que su integridad permanece constante; además, diversas composiciones de  $TiC$  fueron testadas para comparar su efecto en las propiedades finales de los TMCs. De este modo, bajo igualdad de condiciones de fabricación, se pueden estudiar la descomposición y formación de fases en los TMCs.



**Figura 1.** Fotografías SEM de los polvos: a) Ti Gr1, b) Ti Gr5, c)  $B_4C$  y d)  $TiC$ .

Las etapas para la fabricación son las siguientes: i) mezclado de polvos de partida bajo composiciones previamente definidas; ii) preparación de la matriz de grafito mediante recubrimiento de BN para evitar reacciones no deseadas; iii) llenado de la matriz con cada una de las mezclas preparadas; iv) compactación en caliente mediante la técnica de inducción bajo una presión de 50 MPa (límite fijado por el empleo de matrices de grafito), durante 15 minutos a 1000 °C, y por último, v)

extracción y limpieza de los TMCs fabricados. En la Tabla 1 se muestran las distintas muestras de partida y los parámetros empleados para la fabricación.

**Tabla 1.** Numeración y composición de las piezas fabricadas a 1000 °C y 50 MPa (en matrices de grafito) durante 15 min en alto vacío.

Número muestra	Composición	Tamaño titanio	Tamaño refuerzo
1	Ti+30vol%B <sub>4</sub> C	Ti Gr1 (<45 μm)	45-75 μm
2	Ti+30vol%B <sub>4</sub> C	Ti Gr1 (<45 μm)	8-32 μm
3	Ti6Al4V+30vol%B <sub>4</sub> C	Ti Gr1 (106-180 μm)	45-75 μm
4	Ti+10vol%TiC	Ti Gr1 (< 45 μm)	4,9 μm
5	Ti+20vol%TiC	Ti Gr1 (< 45 μm)	4.9 μm
6	Ti+30vol%TiC	Ti Gr1 (< 45 μm)	4.9 μm
7	Ti+20vol%TiB <sub>2</sub>	Ti Gr1 (< 45 μm)	14 μm

La Figura 2 muestra el equipo donde se realizó la etapa de consolidación inductiva. Este equipo permite reducir el tiempo de los ciclos operativos gracias a su alta velocidad de calentamiento, aportando versatilidad y flexibilidad. Como puede apreciarse, las dimensiones de los especímenes se limitan a las exigencias del equipo empleado.



**Figura 2.** Esquema e imagen del equipo de compactación en caliente (iHP).

Tras la producción de los TMCs, un estudio de sus propiedades y microestructuras fue minuciosamente llevado a cabo con el objetivo de comparar y verificar las nuevas fases formadas y el efecto de los refuerzos añadidos. La densidad de los TMCs fue realizada mediante la metodología de Arquímedes. Se empleó el durómetro Struers-Duramin A300 para las medidas de dureza de todos los TMCs. Las propiedades de rigidez, módulo de Young, se hallaron mediante la técnica de ultrasonidos (Olympus 38 DL) [14]. Las fases de refuerzo fueron analizadas mediante la técnica de difracción de rayos X (Bruker D8 Advance A25); y, además, se observaron las microestructuras de los TMCs mediante el microscopio electrónico de barrido (SEM, FEI Teneo).

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

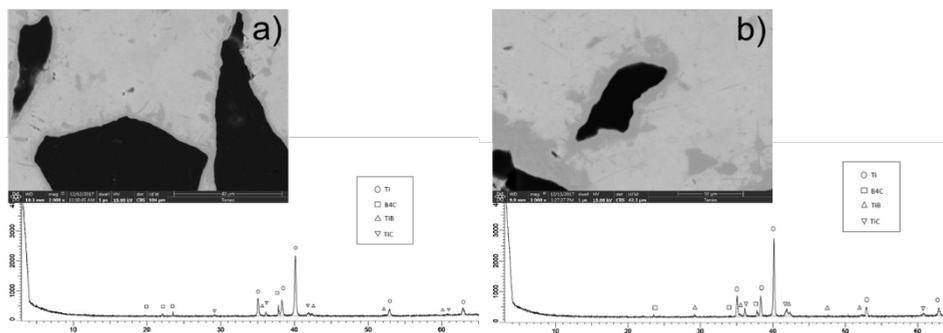
Los resultados de la caracterización de las propiedades físicas de los especímenes se muestran de forma esquemática en la Tabla 2. Se puede observar como los TMCs fabricados a partir de Ti grado 1 presentaron mejores propiedades que el TMC fabricado a partir de Ti grado 5.

**Tabla 2.** Densidad, módulo de Young y dureza de las muestras fabricadas.

Número muestra	Composición	Densidad de Arquímedes (g/cm <sup>3</sup> )	Módulo de Young (GPa)	Dureza Vickers (HV10)
1	Ti+30vol%B <sub>4</sub> C(G)	3,6543	180,74	352,6 ± 19,52
2	Ti+30vol%B <sub>4</sub> C(F)	3,5339	163,57	367,2 ± 10,67
3	Ti6Al4V+30vol%B <sub>4</sub> C(G)	3,4566	109,95	307,5 ± 39,54
4	Ti+10vol%TiC	4,1348	158,24	240,2 ± 2,66
5	Ti+20vol%TiC	4,2266	171,22	309 ± 9,16
6	Ti+30vol%TiC	4,2495	186,95	386,7 ± 10,66
7	Ti+20vol%TiB <sub>2</sub>	3,9562	140,98	266,12 ± 5,61

Desde el punto de vista de los refuerzos empleados, relacionando valores obtenidos de dureza y rigidez con la microestructura de los especímenes fabricados, puede verse que el añadir menor cantidad de TiC, va directamente relacionado con unas menores propiedades y una mayor dispersión de los refuerzos. Los TMCs reforzados con refuerzos de menor tamaño presentan propiedades más bajas de forma generalizada; este hecho está vinculado a la presencia de posibles aglomeraciones del refuerzo en la matriz.

Analizado la diversidad de refuerzos de partida empleados, los TMCs cuyos polvos de partida contenían partículas de TiC mostraron mejores propiedades físicas, a igualdad de composición de partida (B<sub>4</sub>C vs TiC al 30% y TiB<sub>2</sub> vs TiC al 20%).



**Figura 3.** Imagen SEM y DRX de muestras fabricadas con B<sub>4</sub>C grueso (a) y fino (b).

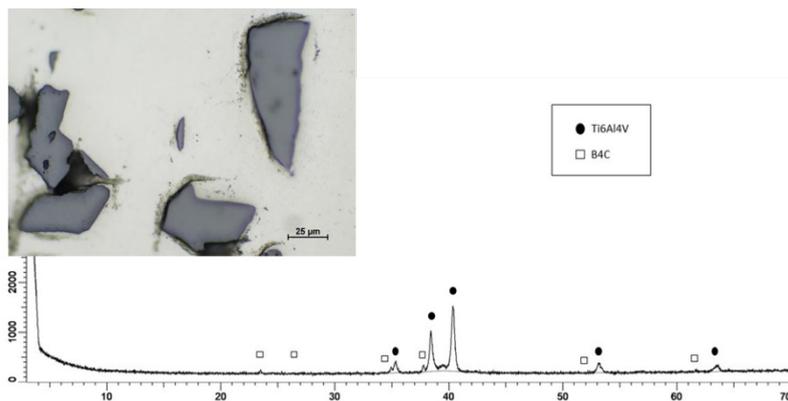


Figura 4. Imagen de MO y DRX de muestra fabricada con Ti Gr5 y B<sub>4</sub>C grueso.

En el contexto de la formación de fases secundarias, la influencia del tamaño de las partículas precursoras de TiC y TiB quedó demostrada. Partículas con mayor tamaño presentaron menor reactividad en la zona interfacial matriz-refuerzo. Este fenómeno puede apreciarse en Figuras 3 y 4.

El refuerzo añadido a la matriz de titanio grado 5 fue B<sub>4</sub>C de tamaño grueso. Como se aprecia en la Tabla 2, las propiedades del TMCs fabricado a partir de dicha mezcla no fueron las esperadas. El estudio microestructural reveló la escasa reactividad de las partículas cerámicas en la matriz, a pesar de ser el B<sub>4</sub>C fuente de C y B. Esto justifica las bajas propiedades obtenidas de este compuesto.

## CONCLUSIONES

Según el material de partida: se obtiene mayor dureza en aquellas muestras que emplean Ti Gr1, en comparación con titanio Ti6Al4V, como consecuencia del tamaño de grano de las partículas. Para un tamaño menor de partículas, se obtendrían mayores valores de dureza.

Desde el punto de vista del tipo de refuerzo empleado, se observa que el que proporciona mayores valores de dureza es el carburo de titanio (TiC), a igualdad de composición volumétrica.

Analizando la influencia del porcentaje en volumen de TiC, se observa un aumento en dureza y módulo de Young con el incremento de dicho porcentaje; debido no sólo a la presencia de más refuerzo, sino también por la tendencia que tiene éste a situarse en los límites de grano de la matriz.

En definitiva, se ha podido comprobar el papel fundamental que juega el tamaño medio de partícula del polvo de partida empleado en la fabricación, influyendo considerablemente en las propiedades finales.

## AGRADECIMIENTOS

Los autores quieren agradecer al CITIUS de la Universidad de Sevilla.

## REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Ranganath, S. (1997). A Review on Particulate-Reinforced Titanium Matrix Composites. *Journal of Materials Science*, 32(1).
- [2] Chawla, K.K. (1998). *Composite materials: science and engineering*. New York: Springer.
- [3] Neubauer, E., *et al.* (2016). Titanium Matrix Composites with High Specific Stiffness. *Key Engineering Materials*, 704, 38.
- [4] Leyens, C. y Peters, M. (2003). *Titanium and Titanium Alloys: Fundamentals and Applications*. Colonia: Wiley.
- [5] Lutjering, J.C.W.G. (2007). *Titanium*. Berlin: Springer.
- [6] Montealegre-Meléndez, I., *et al.* (2010). Consolidation of titanium matrix composites to maximum density by different hot pressing techniques. *Materials Science and Engineering*, 527(16–17), p. 4466.
- [7] Balaji, V.S. y Kumaran, S. (2014). Densification and microstructural studies of titanium–boron carbide ( $B_4C$ ) powder mixture during spark plasma sintering. *Powder Technology*, 264, p. 536.
- [8] Vadayar, K.S., *et al.* (2014). Effect of Boron Carbide Particle Size and Volume Fraction of TiB-TiC Reinforcement on Fractography of PM Processed Titanium Matrix Composites. *Procedia Materials Science*, 6, p. 1329.
- [9] Sabahi Namini, A., *et al.* (2017). Effect of  $TiB_2$  content on the characteristics of spark plasma sintered Ti-TiBw composites. *Advanced Powder Technology*, 28 (6), 1564.
- [10] Popov, V.A., *et al.* (2017). Particulate metal matrix composites development on the basis of in situ synthesis of TiC reinforcing nanoparticles during mechanical alloying. *Journal of Alloys and Compounds*, 707, 365.

- [11] Montealegre-Meléndez, I., *et al.* (2016). Study of Titanium Metal Matrix Composites Reinforced by Boron Carbides and Amorphous Boron Particles Produced via Direct Hot Pressing. *Key Engineering Materials*, 704, 85.
- [12] Arévalo, C., *et al.* (2016). Development of Ti-MMCs by the use of different reinforcements via conventional Hot-Pressing. *Key Engineering Materials*, 704, 400.
- [13] Montealegre-Meléndez, I., *et al.* (2018). Microstructural and XRD Analysis and Study of the Properties of the System Ti-TiAl-B<sub>4</sub>C Processed under Different Operational Conditions. *Metals*, 8, 367.
- [14] Davis, J.R. (1989). *Nondestructive Evaluation and Quality Control*. ASM Handbook. ASM-International: Novelty (USA).