



# INSTITUTO TECNOLÓGICO DE MORELIA

DOCTORADO EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA

**“SIMULACIONES NUMÉRICAS POR ELEMENTOS DISCRETOS  
DEL SINTERIZADO DE SISTEMAS COMPLEJOS PARA LA  
FABRICACIÓN DE MATERIALES ARQUIESTRUCTURADOS”**

TESIS PROFESIONAL

**QUE PARA OBTENER EL GRADO DE DOCTORA EN CIENCIAS DE  
LA INGENIERÍA**

PRESENTA

**M. en I. JORGE SERGIO TÉLLEZ MARTÍNEZ**

NÚMERO DE CONTROL: D04120873

DIRECTOR DE TESIS

**DR. HÉCTOR JAVIER VERGARA HERNÁNDEZ**

**MORELIA, MICHOACÁN.**

**MAYO DEL 2021**





Instituto Tecnológico de Morelia  
Subdirección Académica  
División de Estudios de Posgrado e Investigación  
Doctorado en Ciencias de la Ingeniería

Morelia, Michoacán, **29/junio/2021**

OFICIO N° DCI. 041/2021

**ACTA DE REVISIÓN DE TESIS**

En la ciudad de Morelia, Michoacán, siendo las **13:00** horas del día 29 de junio de 2021, se reunieron los Miembros del Comité Tutorial de Tesis, designados por el Claustro del Doctorado en Ciencias de la Ingeniería, para examinar la tesis de grado titulada:

**“SIMULACIONES NUMÉRICAS POR ELEMENTOS DISCRETOS DEL SINTERIZADO DE SISTEMAS COMPLEJOS PARA LA FABRICACIÓN DE MATERIALES ARQUIESTRUCTURADOS”**

Presentada por el(la) alumno(a):

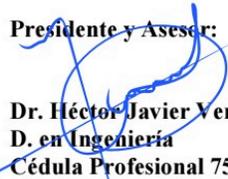
**M. C. JORGE SERGIO TÉLLEZ MARTÍNEZ, con número de Control D16121682**

Aspirante al grado de:

**DOCTOR EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA**

Después de intercambiar opiniones, los miembros de la comisión manifestaron su **APROBACIÓN PARA LA IMPRESIÓN FINAL DE LA TESIS**, en virtud de que satisface los requisitos señalados por las disposiciones reglamentarias vigentes.

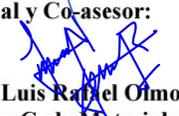
**Presidente y Asesor:**

  
**Dr. Héctor Javier Vergara Hernández**  
D. en Ingeniería  
Cédula Profesional 7562512

**Secretario**

  
**Dr. Pedro Garnica González**  
D. en C. con especialidad en Metalurgia y Materiales  
Cédula Profesional 4559101

**Vocal y Co-asesor:**

  
**Dr. Luis Rafael Omos Navarrete**  
D. en C. de Materiales  
Cédula Profesional 11273588

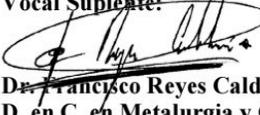
**Vocal:**

  
**Dr. Octavio Vázquez Gómez**  
D. en C. e Ingeniería de Materiales  
Cédula Profesional 11168930

**Vocal:**

  
**Dr. Julio César Villalobos Brito**  
D. en Ing. y Ciencias Aplicadas (Tecnología de Materiales) Cédula Profesional 11534042

**Vocal Suplente:**

  
**Dr. Francisco Reyes Calderón**  
D. en C. en Metalurgia y Ciencias de los Materiales  
Cédula Profesional 09059862

C. c. p. Archivo



Av. Tecnológico 1500, Col. Lomas de Santiaguito, C.P. 58120, Morelia, Michoacán. Tel. (443) 3-12-15-70 Ext. 316 / Email: depi@morelia.tecnm.mx | morelia.tecnm.mx





Instituto Tecnológico de Morelia  
Subdirección Académica  
División de Estudios de Posgrado e Investigación

Morelia, Michoacán, 30/JUNIO/2021

OFICIO N° DEPI/200/2021

**ASUNTO:** AUTORIZACION DE IMPRESIÓN  
DEFINITIVA DE TESIS

**C. JORGE SERGIO TÉLLEZ MARTÍNEZ**  
EGRESADO DEL DOCTORADO EN  
CIENCIAS DE LA INGENIERÍA  
PRESENTE

Le comunico que el jurado designado para que obtenga el grado de **DOCTOR EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA**, ha informado a esta División de Estudios de Posgrado e Investigación, su aceptación para la impresión definitiva de su trabajo de tesis, el cual lleva por nombre: **"SIMULACIONES NÚMERICAS POR ELEMENTOS DISCRETOS DEL SINTERIZADO DE SISTEMAS COMPLEJOS PARA LA FABRICACION DE MATERIALES ARQUIESTRUCTURADOS"**

Por lo anterior se le autoriza la impresión de su trabajo, esperando que el logro del mismo sea acorde con sus aspiraciones profesionales.

**A T E N T A M E N T E**

*Excelencia en Educación Tecnológica*  
*"Técnica, Progreso de México"®*

**C. HÉCTOR JAVIER VERGARA HERNÁNDEZ**  
JEFE DE LA DIVISION DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN

ccp. Archivo

HJVH\*laa.



Av. Tecnológico 1500, Col. Lomas de Santiaguito,  
C.P. 58120, Morelia, Michoacán. Tel. (443) 3-12-  
15-70 Ext. 316 / Email: [depi@morelia.tecnm.mx](mailto:depi@morelia.tecnm.mx)  
[tecnm.mx](http://tecnm.mx) | [morelia.tecnm.mx](http://morelia.tecnm.mx)



# Agradecimientos

Al Tecnológico Nacional de México/Instituto Tecnológico de Morelia (ITM) por ofrecer el espacio en sus programas y su infraestructura para dar continuidad a las metas profesionales.

Al Dr. Héctor Javier Vergara Hernández, por su gran apoyo y guía en la consolidación de este proyecto.

Al Dr. Luis Olmos, por abrir un campo de trabajo interesante y proporcionar toda la información necesaria para el desarrollo del trabajo.

Al Dr. Francisco Reyes Calderón por su gran apoyo en la gestión del proceso de obtención del grado y por sus aportaciones para el desarrollo del proyecto.

Al Dr. Octavio Gómez Vázquez, quien en conjunto con los ya mencionados formó parte del comité evaluador aportando sugerencias valiosas.

A todos los profesionales del ITM que se relacionaron con este proyecto para fortalecer esta línea de investigación aportando conocimientos de sus áreas de especialidad.

A la Universidad Politécnica Juventino Rosas por permitir combinar el trabajo docente con la intención de superación personal de sus colaboradores.

# Dedicatoria

A mi esposa Elvira quien apoya con paciencia y tolerancia nuestros proyectos de vida.

A la familia Vergara-Barrera, motivadores indiscutibles. Es un honor ser considerados parte de ellos.

A mis padres y a la familia Martell-Téllez con quienes comparto las experiencias y los logros personales.

# Resumen

La simulación numérica es esencial en la solución de planteamientos matemáticos complejos. Las técnicas adoptadas para el análisis numérico de las diferentes fenomenologías resultan en una serie de datos que adquieren sentido físico cuando se presentan de forma concreta. Sin embargo, la cantidad de información derivada de las simulaciones dependerá del número de variables de campo implícitas y del grado de precisión que se definan en relación con el intervalo de lo aceptable. Desde este punto de vista, el ciclo de observación, modelado fisicomatemático y cálculos, requiere de un proceso de validación con información correctamente medida del sistema estudiado.

En particular, para el análisis por simulación computacional del sinterizado de sistemas complejos compuestos por partículas en una escala mesoscópica, en el presente proyecto se generó un concepto de elaboración de estructuras físicas a través de las cuales fuera posible comprender su comportamiento mecánico influenciado por cargas externas y su capacidad de permear fluidos considerando la formación intencional de porosidad interconectada. De tal forma que se propuso una metodología innovadora de procesamiento de polvos de la aleación metálica Ti6Al4V para producir estructuras porosas graduadas y utilizarlas como modelos de análisis. Dentro de la metodología, se implementan dos distribuciones de partículas con diferentes intervalos de tamaño y se acoplan en dos diferentes configuraciones para obtener muestras cilíndricas bicapa que mimeticen características parciales de estructuras óseas. La sinterización de las muestras se controló mediante equipo de análisis de dilatometría, monitoreando la densificación en función de la configuración de las capas en forma axial y concéntrica. Posteriormente, en muestras representativas se determinaron las características de la porosidad generada a través del análisis con microscopía electrónica de barrido y microtomografía computarizada. Los datos obtenidos de esta última técnica se utilizaron para crear estructuras virtuales tridimensionales a través de las cuales fue posible realizar simulaciones de flujo de fluidos que determinaron las capacidades de permeabilidad. Adicionalmente, un análisis de las estructuras virtuales permitió realizar mediciones del tamaño de los fragmentos del material de enlace entre las partículas para asociarlas a las propiedades mecánicas de las muestras físicas. Al respecto, otras muestras fueron sometidas a ensayos mecánicos de compresión para concretar la correlación estimando las propiedades mecánicas de las curvas esfuerzo-deformación. Finalmente, se utilizó un desarrollo computacional cuya codificación implementa: 1) las teorías de fricción por la mecánica de interacción de cuerpos esféricos en contacto, 2) los conceptos de energía almacenada por deformación y fuerza de adherencia, así como, 3) las características de termofluencia en la formación de cuellos interpartículas definidos por difusión de las especies químicas de los materiales. Consecuentemente, con esta herramienta se crearon estructuras para análisis totalmente virtuales y para establecer una metodología de reproducción del estado de una muestra física. En ambos casos, los modelos se utilizaron para la simulación de compactación sin presión y sinterización partiendo de una nube de partículas inicialmente sin contacto en un espacio confinado.

Los resultados del análisis de las muestras físicas determinan que la porosidad graduada es una función del tamaño de la partícula utilizada. Asimismo, la anisotropía mecánica debida a la distribución del tamaño de los poros generados y la cinética de sinterización puede modificarse mediante la disposición de las capas de partículas.

En relación con las propiedades mecánicas estimadas en las pruebas de compresión, se establece que el módulo de elasticidad y el límite elástico dependen de la densidad relativa de las muestras y pueden predecirse aproximadamente mediante una ley de potencia. Lo cual resulta trascendente para definir modelos de predicción de estructuras asociando el concepto de deformación admisible; en el que el grado de deformación y la resistencia de una estructura obtienen un balance. Esta condición sumada a las características de permeabilidad que depende del tamaño medio de los poros generados en una condición también anisotrópica por la configuración de las capas con partículas pequeñas y gruesas, definen los criterios de diseño mecánico para la creación implantes útiles. Al respecto, las magnitudes obtenidas de estos parámetros concuerdan bien con mediciones reportadas para las estructuras óseas, siendo la configuración radial la más prometedora para las aplicaciones biomédicas. Por otra parte, la capacidad de diseño de estructuras se completa con el éxito de los resultados de la simulación a través del programa computacional denominado *dp3D*, puesto que es posible crear y reproducir sistemas aun con la limitante de contemplar partículas con geometría esférica. En este sentido, la línea de investigación como trabajo futuro en el entorno de simulación, se direcciona a la validación de modelos matemáticos de cálculo de propiedades mecánicas de las estructuras diseñadas.

# Abstract

Numerical simulation is essential in solving complex mathematical approaches. The techniques adopted for the numerical analysis of the different phenomenology's result in a series of data that acquire physical meaning when presented concretely. However, the amount of information derived from the simulations will depend on the number of implicit field variables and the degree of precision defined by the acceptable range. The observation cycle, the physical-mathematical modeling, and calculations require a validation process with correctly measured information for the studied system.

In this project, for the analysis by computational simulation of the sintering of complex systems composed of particles on a mesoscopic scale, physical samples were elaborated to understand their mechanical behavior influenced by external loads and their ability to permeate fluids considering the intentional formation of porosity interconnected. An innovative methodology for processing Ti6Al4V metal alloy powders was proposed to produce graded porous structures and use them as analysis models. In the method, two-particle distributions with different size ranges are implemented and coupled in two different configurations to obtain cylindrical bilayer samples that mimic partial characteristics of bone structures. The sintering of the test samples was controlled utilizing dilatometry analysis equipment. With this allowed monitoring the densification as a function of the axial and concentric configuration of the layers. Subsequently, the kind of porosity in samples was determined through analysis with scanning electron microscopy and computed microtomography. The data obtained from this last technique was used to create three-dimensional virtual structures through which it was possible to perform fluid flow simulations that determined the permeability capacities. Additionally, a virtual analysis made it possible to measure the size of the fragments of the binding material between the particles to associate them with the mechanical properties of the physical samples. Other samples were subjected to compression tests to determine the correlation by estimating the mechanical properties of the stress-strain curves. Finally, was used a computational development based on:

- 1) The theories of friction by the interaction mechanics of spherical bodies in contact.
- 2) The concepts of energy stored by deformation and adhesion force.
- 3) The creep characteristics in the formation of between particle necks by the diffusion of the chemical species of the materials.

Consequently, this tool was used to create structures for totally virtual analysis and establish a methodology for reproducing the state of a physical sample. In both cases, the models were used for simulation pressureless compaction and sintering, starting from a cloud of particles initially without contact in a confined space.

The results of the physical samples determine that the graded porosity is a function of the size of the particle used. Likewise, the mechanical anisotropy due to the size distribution of the generated pores and the sintering kinetics can be modified by the arrangement of the particle layers. Concerning the mechanical properties estimated in the compression tests, it is established that the modulus of elasticity and the elastic limit depends on the relative density of the samples and can be predicted approximately through a power law. This is transcendent to define prediction models of structures associating the concept of admissible deformation, in which the degree of deformation and the resistance obtain a balance. This condition establishes the mechanical design criteria for the creation of implants. In this regard, the magnitudes obtained from these parameters agree well with measurements reported for bone structures, with the radial configuration being the most promising for biomedical applications. On the other hand, the ability to design structures is completed with the success of the simulation results through the *dp3D* program since it is possible to create and reproduce systems even with the limitation of contemplating particles with spherical geometry. In this sense, the line of research as future work in the simulation environment is directed to the validation of mathematical models for mechanical properties calculation of the designed structures.

# Índice General

|   |    |
|---|----|
| CAPÍTULO 1 .....  | 1  |
| INTRODUCCIÓN .....  | 1  |
| 1.1 Semblanza del problema a resolver.....  | 4  |
| 1.2 Propuesta de investigación .....  | 5  |
| 1.3 Objetivos .....   | 6  |
| 1.3.1 Objetivo general.....   | 6  |
| 1.3.2 Objetivos específicos .....   | 6  |
| 1.4 Hipótesis .....   | 6  |
| 1.5 Justificación.....  | 7  |
| 1.6 Capitulado .....  | 7  |
| CAPÍTULO 2.....   | 8  |
| ANTECEDENTES.....   | 8  |
| CAPÍTULO 3.....   | 10 |
| MARCO TEÓRICO.....  | 10 |
| 3.1 Modelo matemático de fricción asociado a la deformación elástica de esferas en contacto (modelo Hertz-Mindlin [55, 56]).....                      | 11 |
| 3.2 Modelo matemático del cálculo de la fuerza de adherencia mientras se presentan deformaciones por contacto en una partícula (modelo DMT [60])..... | 14 |
| 3.3 Modelo matemático del cálculo de la fuerza de adherencia mientras se presentan deformaciones por contacto en una partícula (modelo JKR [63])..... | 18 |
| 3.4 Modelo matemático del cálculo de la deformación de cuellos interpartículas por termofluencia controlada por difusión [52].....                    | 21 |
| CAPÍTULO 4.....   | 24 |
| DESARROLLO .....  | 24 |
| 4.1 elaboración de muestras físicas .....   | 24 |
| 4.2 Caracterización de muestras .....   | 26 |
| 4.2.1 Visualización mediante Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) .....   | 26 |
| 4.2.2 Microtomografía de Rayos-X (micro-CT).....  | 26 |
| 4.2.3 Evaluación de propiedades mecánicas.....  | 27 |
| 4.3 Simulación computacional .....  | 27 |

|   |           |
|---|-----------|
| 4.3.1 Simulación de la permeabilidad.....                                     | 27        |
| 4.3.2 Simulación de la constitución de muestras .....                         | 28        |
| 4.3.3 Evaluación cualitativa de reproducción de muestras .....                | 32        |
| <b>CAPÍTULO 5 .....</b>   | <b>34</b> |
| <b>RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....</b>  | <b>34</b> |
| 5.1 Cinética de la sinterización.....   | 34        |
| 5.2 Caracterización de la microestructura .....                               | 37        |
| 5.2.1 Visualización a través de Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)..... | 37        |
| 5.2.2 Análisis a través de Microtomografía con Rayos X .....                  | 38        |
| 5.3 Evaluación de la permeabilidad.....                                       | 43        |
| 5.4 Propiedades mecánicas .....   | 44        |
| 5.5 Simulación de la constitución de muestras.....                            | 47        |
| <b>CAPÍTULO 6 .....</b>   | <b>59</b> |
| Conclusiones .....  | 59        |
| <b>REFERENCIAS .....</b>  | <b>62</b> |
| Apéndice A.....   | 66        |
| Apéndice B.....   | 68        |
| Anexos.....   | 69        |

# Índice de figuras

|   |    |
|---|----|
| <b>Figura 1.</b> Diagrama de cuerpo libre para definir el balance de fuerzas entre dos partículas en contacto. ....   | 11 |
| <b>Figura 2.</b> Un esquema reológico del modelo de deformación elástica de esferas. ....   | 12 |
| <b>Figura 3.</b> Límites de cambio de altura y radio de indentación debido a la deformación en curvatura de la partícula. ....  | 15 |
| <b>Figura 4.</b> Esquemmatización del balance de fuerzas en los fenómenos de contacto de las partículas. ....   | 17 |
| <b>Figura 5.</b> Definición del radio del círculo de contacto por efecto de la carga y la energía asociada al fenómeno de sinterización. ....   | 18 |
| <b>Figura 6.</b> Esquema de simetría de formación de cuello definiendo una orientación paralela de dos partículas. ....   | 21 |
| <b>Figura 7.</b> Micrografías obtenidas por microscopía electrónica de barrido (MEB) de polvos de aleación Ti6Al4V en dos distribuciones de tamaño de partícula: a) 20-45 $\mu\text{m}$ y b) 75-106 $\mu\text{m}$ . ....  | 24 |
| <b>Figura 8.</b> Carta de flujo del procesamiento de datos para las etapas de análisis en el programa dp3D. ....  | 29 |
| <b>Figura 9.</b> (a) Deformación axial como una función del tiempo y la temperatura durante el ciclo de sinterización y (b) rapidez de deformación como una función de la temperatura durante el calentamiento a una rapidez de 25 $^{\circ}\text{C min}^{-1}$ . Ciclos aplicados a las muestras MSP-25, MCP-25, BA-25, BR-25. .... | 34 |
| <b>Figura 10.</b> Curvas de deformación axial como función de la temperatura durante el ciclo de sinterización obtenido a velocidades de calentamiento de 5, 15 y 25 $^{\circ}\text{C min}^{-1}$ . ....   | 36 |
| <b>Figura 11.</b> Micrografías obtenidas por microscopía electrónica de barrido (MEB) de las muestras: a) y b) BA-25, y c) y d) BR-25, sometidas al ciclo de sinterización a la rapidez de calentamiento de 25 $^{\circ}\text{C min}^{-1}$ . ....   | 37 |
| <b>Figura 12.</b> Cortes en 3D y 2D de muestras de 1 y 2 mm de diámetro, respectivamente, sinterizadas a 1260 $^{\circ}\text{C}$ con un tiempo de retención de 5 min y una velocidad de calentamiento de 25 $^{\circ}\text{C / min}$ ; (a) TBA-25 y (b) TBR-25. ....  | 38 |
| <b>Figura 13.</b> Imágenes 2D de la muestra TBA-25; (a) imagen filtrada, (b) transformación a imagen binaria y (c) segmentación de imagen binaria. ....   | 39 |
| <b>Figura 14.</b> Representación 3D de secciones de las muestras: (a) TBA-25, (b) TBR-25 y (c) acercamiento en partículas ubicadas en la interfaz de la muestra TBR-25 posterior a la operación de segmentación. ....   | 39 |
| <b>Figura 15.</b> Distribución del tamaño de poro en las muestras bicapa: (a) TBA-25 y (b) TBR-25. ....   | 41 |
| <b>Figura 16.</b> Virtualización 3D de la porosidad y las líneas de corriente del flujo del fluido a través de los poros en las direcciones axial y radial en las muestras TBA-25 (a-c) y TBR-25 (d-f). ....  | 43 |
| <b>Figura 17.</b> Resultados de ensayos de compresión de las diferentes muestras: (a) curvas esfuerzo-deformación, (b) módulo de Young como función de la densidad relativa, (c) esfuerzo de fluencia como una función de la densidad relativa, y (d) módulo de Young como una función del esfuerzo de fluencia. ....               | 45 |

|   |    |
|---|----|
| <b>Figura 18.</b> Nubes de partículas de 18 y 65 $\mu\text{m}$ creadas considerando una densificación del 20% en el espacio confinado para la formación de muestras con capas en dirección axial (a y b) y radial (c y d).....  | 47 |
| <b>Figura 19.</b> Modelos de nubes de partículas creados con dos sistemas de distribución de tamaño de partícula diferentes a) normal y c) más-menos. Nótese que en el caso a) no hay convergencia a un estado de compactación y en el c) si se obtiene. ....   | 48 |
| <b>Figura 20.</b> Muestras con ensamble de capas en dirección axial y circunferencial en las etapas de nubes de partículas y en el estado de compactación sin presión. ....   | 49 |
| <b>Figura 21.</b> a) Ciclo térmico de un proceso de sinterizado parcial de un sistema estructurado con capas en dirección axial y b) historia del proceso de sinterización en términos de la densidad relativa. ....  | 50 |
| <b>Figura 22.</b> Modelado de la sinterización parcial de muestras de partículas estructuradas en capas, a) axial y b) radial, cuyo corte en un plano establece una evidencia de la unión de las partículas. ....   | 50 |
| <b>Figura 23.</b> Muestra virtual creada con una distribución de tamaño de partícula promedio de 18 $\mu\text{m}$ seccionada transversalmente a diferentes etapas del sinterizado. El caso (a) representa la estructura de inicio con una densidad relativa de 0.5208, y el resto, las microestructuras densificadas por sinterización con magnitudes relativas de: (b)0.5978, (c) 0.6496, (d) 0.68047, (e) 0.70137 y (f) 0.72467.....    | 51 |
| <b>Figura 24.</b> Muestra virtual creada con una distribución de tamaño de partícula promedio de 90 $\mu\text{m}$ seccionada transversalmente a diferentes etapas del sinterizado. El caso (a) representa la estructura de inicio con una densidad relativa de 0.55125, y el resto, las microestructuras densificadas por sinterización con magnitudes relativas de: (b)0.63092, (c) 0.66748, (d) 0.69315, (e) 0.71361 y (f) 0.72653..... | 52 |
| <b>Figura 25.</b> Perspectiva tridimensional de un corte en una muestra virtualmente sinterizada creada con una distribución de tamaño de partícula con promedio de 18 $\mu\text{m}$ .....  | 53 |
| <b>Figura 26.</b> Entorno de procesamiento de datos de coordenadas y tamaño de partículas, provenientes de un análisis de tomografía para su posterior ensamble y representación para análisis a través de las aplicaciones del programa dp3D para la reconstrucción del estado de sinterización del cual se partió. ....   | 53 |
| <b>Figura 27.</b> Resultado de la simulación de la compactación y sinterización de los datos procesados del análisis por tomografía de una muestra estructurada con dos capas en dirección axial. ....  | 54 |
| <b>Figura 28.</b> Relación del grado de indentación y del crecimiento de cuello respecto al grado de densificación durante la sinterización de una muestra estructurada con capas de partículas acopladas en dirección axial. ....  | 54 |
| <b>Figura 29.</b> Comparación de muestras a) real y b) virtual obtenido a través del análisis con el programa dp3D y sus herramientas auxiliares. ....  | 55 |
| <b>Figura 30.</b> Simulación de la sinterización de muestras con tamaños de partícula promedio de a) 32 $\mu\text{m}$ y b)90 $\mu\text{m}$ hasta la obtención de una densidad relativa de 0.7. ....   | 56 |
| <b>Figura 31.</b> Razón del radio de cuello respecto al radio de la partícula como una función de la densidad elativa en sistemas monopartícula con tamaño promedio de a) 32 $\mu\text{m}$ y b) 90 $\mu\text{m}$ .....  | 57 |

# Índice de tablas

|  |    |
|--|----|
| <b>Tabla 1.</b> Características y nomenclatura de las muestras elaboradas para el análisis con MEB y ensayos de compresión. Se elaboraron series de cuatro muestras de 10 mm de diámetro y 12 mm de altura.....          | 25 |
| <b>Tabla 2.</b> Características y nomenclatura de las muestras utilizadas para análisis de visualización del estado de las partículas mediante tomografías. Se elaboraron muestras de 1 y 2 milímetros de diámetro. .... | 26 |
| <b>Tabla 3.</b> Matriz de casos de estudio preliminares de compactación. ....  | 31 |
| <b>Tabla 4.</b> Matriz de casos de estudio preliminares de sinterización. ....   | 32 |
| <b>Tabla 5.</b> Densidades relativas de los estados en verde y sinterizado de las diferentes muestras procesadas a rapidezces de calentamiento diferentes. ....  | 36 |
| <b>Tabla 6.</b> Datos cuantitativos del empaquetamiento de partículas de las muestras bicapa. ....   | 40 |
| <b>Tabla 7.</b> Características de porosidad y propiedades de las muestras bicapa. ....  | 42 |

# Simbología

|               |  |
|---------------|--|
| $\alpha$      | Magnitud de indentación.   |
| $\alpha_p$    | Magnitud de indentación característica.  |
| $\beta$       | Constante de proporcionalidad.   |
| $\delta$      | Desplazamiento.  |
| $\delta_g$    | Espesor del cuello entre partículas.   |
| $\delta_s$    | Espesor de la capa superficial en la que la difusión toma lugar.   |
| $\delta_{ij}$ | Distancia entre los centros de las partículas $i$ y $j$ .  |
| $\epsilon$    | Altura de la superficie curva con respecto a un plano tangente sobre la indentación que ha generado deformación.         |
| $\phi$        | Ángulo que se forma entre el plano tangente en un punto con respecto al plano circular de contacto entre las partículas. |
| $\gamma$      | Energía de superficie.   |
| $\varphi$     | Energía de interacción por unidad de área de una superficie plana frente a la indentación que depende de $H$ y $x$ .     |
| $\mu_k$       | Coefficiente de fricción cinético.   |
| $\mu_s$       | Coefficiente de fricción estático.   |
| $\nu$         | Módulo de Poisson.   |
| $\Omega$      | Volumen atómico.   |
| $\pi$         | Constante Pi (3.141592).   |
| $\sigma$      | Esfuerzo mecánico.   |
| $\psi$        | Ángulo diedral.  |
| $a_0$         | Radio característico de contacto.  |
| $A$           | Constante de Hamaker.  |
| $b$           | Constante positiva.  |
| $C_{cr}$      | Amortiguamiento crítico.   |
| $c_n$         | Capacitancia o coeficiente de amortiguación viscoso definido en dirección normal.  |

|              |  |
|--------------|--|
| $c_t$        | Capacitancia o coeficiente de amortiguación viscoso definido en dirección tangencial.  |
| $D_g$        | Coeficiente de difusión en la frontera de contacto superficial entre partículas.   |
| $D_s$        | Coeficiente de difusión sobre la superficie de una partícula.  |
| $E$          | Módulo de elasticidad.   |
| $E^*$        | Módulo de elasticidad efectivo.  |
| $F_d$        | Fuerzas elásticas de repulsión.  |
| $F_m$        | Fuerza de atracción molecular.   |
| $F_n$        | Fuerza aplicada en dirección normal.   |
| $F_n^d$      | Componente de amortiguamiento viscoso de la fuerza normal.   |
| $F_n^e$      | Componente elástica de la fuerza normal.   |
| $F'_s$       | Fuerza relacionada a la superficie con contacto.   |
| $F''_s$      | Fuerza relacionada a la superficie deformada.  |
| $F_t$        | Fuerza de contacto tangencial.   |
| $\Delta F_t$ | Incremento de fuerza de contacto tangencial.   |
| $F_t^d$      | Componente de amortiguamiento viscoso de la fuerza tangencial.   |
| $F_t^e$      | Componente elástica de la fuerza tangencial.   |
| $G_i$        | Módulo de corte del elemento $i$ .   |
| $G_j$        | Módulo de corte del elemento $j$ .   |
| $G^*$        | Módulo de corte equivalente.   |
| $H$          | Magnitud de indentación por deformación de contacto entre partículas; altura de la deformación de la superficie curva de la partícula con referencia a un plano paralelo al plano de la indentación. |
| $j_r$        | Densidad de flujo másico en el punto de inicio de superficie libre.  |
| $k$          | Constante de Boltzmann.  |
| $k_n$        | Constante de rigidez de un resorte definido en dirección normal.   |
| $k_t$        | Constante de rigidez de un resorte definido en dirección tangencial.   |
| $K$          | Propiedad mecánica constitutiva en el régimen de rigidez, o, suma de curvaturas.   |
| $m_g$        | Cantidad de materia entregada a la zona del cuello por unidad de tiempo.   |
| $m_i$        | Masa del elemento $i$ .  |

|            |   |
|------------|---|
| $m_j$      | Masa del elemento $j$ .   |
| $P$        | Carga mecánica.   |
| $P_0$      | Carga mecánica específica aplicada.   |
| $P_1$      | Carga mecánica aparente definida para generar un radio de contacto $a_1$ por indentación.   |
| $Q$        | Magnitud de fricción superficial.   |
| $r$        | Radio de la huella de indentación o variable radio en sistema de coordenadas cilíndrico.  |
| $R^*$      | Radio efectivo.   |
| $s$        | Punto en un plano de contacto con geometría circular formado entre partículas.  |
| $\Delta t$ | Incremento de tiempo.   |
| $T$        | Temperatura absoluta.   |
| $U_1$      | Energía asociada a la carga desarrollada $P_1$ .  |
| $U_E$      | Energía elástica almacenada.  |
| $U_M$      | Energía mecánica potencial de una carga aplicada.   |
| $U_S$      | Energía de superficie perdida.  |
| $U_T$      | Energía total.  |
| $v_m$      | Velocidad relativa normal.  |
| $v_{rt}$   | Velocidad relativa tangencial.  |
| $v$        | Rapidez de desplazamiento de materia para generar nuevas superficies.   |
| $W_e$      | Energía de volumen de deformaciones elásticas.  |
| $W'_s$     | Energía de superficie en contacto.  |
| $W''_s$    | Energía de superficie libre.  |
| $x$        | Magnitud de distancia entre cuerpos moviéndose uno hacia el otro y magnitud del radio definido por el contacto entre partículas (inicio de superficie libre). |
| $x'$       | Magnitud respecto al centro geométrico de una partícula esférica deformada.   |
| $\dot{w}$  | Rapidez de contracción debida a enlace atómico.   |
| $z$        | Variable en el eje axial de un sistema de coordenadas cilíndrico.   |

# Abreviaturas y acrónimos

|             |   |
|-------------|---|
| ASTM        | Sociedad Americana de Pruebas de Materiales, de las siglas: <i>American Society for Testing and Materials</i> . |
| BA          | Muestra con estructura de bicapa axial.   |
| BR          | Muestra con estructura de bicapa concéntrica.   |
| CCD         | Dispositivo de carga acoplada, de las siglas: <i>Charge Coupled Device</i> .                                    |
| CCDM        | Método Continuo y Discreto Combinado  |
| <i>dp3D</i> | <i>discrete powder 3D</i> . Programa de cómputo.  |
| DEM         | Método de Elementos Discretos, de las siglas: <i>Discrete Element Method</i> .                                  |
| DMT         | Método <i>Derjaguin-Muller-Toporov</i>  |
| FGM         | Materiales con gradiente funcional, de las siglas: <i>Functional Gradient Materials</i> .                       |
| GNU         | GNU No es Unix (acrónimo recursivo).  |
| JKR         | Método <i>Johnson-Kendall-Roberts</i> .   |
| MCP         | Muestra con distribución de tamaños de partículas grandes.  |
| MEB         | Microscopía Electrónica de Barrido.   |
| MSP         | Muestra con distribución de tamaños de partículas pequeñas.   |
| micro-CT    | Microtomografía computarizada de la abreviatura: <i>Micro-Computed Tomography</i> .                             |
| OMS         | Organización Mundial de la Salud.   |
| PWA         | Atomización de Alambre fundido por Plasma, de las siglas: <i>Plasma Wire Atomization</i> .                      |
| TBA         | Muestra con estructura de bicapa axial para ensayo de compresión.   |
| TBR         | Muestra con estructura de bicapa concéntrica para ensayo de compresión.   |
| Ti          | Titanio.  |
| Ti6Al4V     | Aleación de titanio – 6 % aluminio – 4 % vanadio  |
| XDEM        | Método de Elementos Discretos Extendidos, de las siglas <i>eXtended Discrete Element Method</i> .               |

# CAPÍTULO 1

## INTRODUCCIÓN

Hoy en día, los procesos industriales demandan materiales con propiedades específicas y microestructuras localizadas para mejorar el rendimiento de los materiales. Para satisfacer tales necesidades particulares, se han desarrollado de materiales con propiedades mecánicas cambiantes originadas por microestructuras modeladas en las diferentes direcciones preferenciales de análisis. Estos Materiales con Gradiente Funcional (FGM de sus siglas en inglés) son referenciados ampliamente en la gama de materiales compuestos. Entre estos materiales, se clasifican a los que contienen una porosidad controlada en diversas secciones continuas de una pieza. Las aplicaciones de estos materiales son diversas en sectores industriales, tal como los orientados a la manufactura de componentes para: microfiltración [1], aplicaciones biomédicas [2-5] y dispositivos microelectrónicos [6].

La investigación de materiales FGM que se pueden utilizar como implantes óseos ha recibido mucha atención en la última década debido a su capacidad para mejorar la salud humana. Algunas investigaciones realizadas se centraron en resolver el desajuste de rigidez entre implantes metálicos de aleaciones de Ti y huesos humanos [6]. Un esfuerzo en este sentido ha consistido en el desarrollo de materiales porosos mediante diferentes técnicas cuyo análisis de comportamiento mecánico demuestra que la rigidez puede reducirse hasta acercarse a la de los huesos humanos [7-10]. Al respecto, se debe considerar que los huesos tienen propiedades mecánicas anisotrópicas y que la rigidez cambiará dependiendo de la dirección del análisis en la estructura [11,12]. Es decir, garantizar que el diseño de los materiales satisfaga los requisitos para producir un implante óseo mejorado y especializado.

Los procesos pulvimetalúrgicos se adaptan adecuadamente a la producción de materiales con gradiente de propiedades. Estos procesos permiten controlar los parámetros de sinterización, así como la introducción de partículas generadoras de espacio en las etapas de mezcla y dosificación. Por lo tanto, es posible diseñar las características de poro necesarias en una muestra. En particular, se han reportado procesos orientados a la elaboración de FGM de Ti y sus aleaciones con una porosidad graduada en la escala adecuada por similitud [4,13-16].

## SIMULACIONES NUMÉRICAS POR ELEMENTOS DISCRETOS DEL SINTERIZADO DE SISTEMAS COMPLEJOS PARA LA FABRICACIÓN DE MATERIALES ARQUIESTRUCTURADOS

M. Dewidar y Kim [13] y Lee *et al.* [14], produjeron muestras compactas de Ti que constan de un núcleo sólido y una capa exterior porosa para estudiar el comportamiento de la respuesta a la compresión de dichos componentes. Por otro lado, Ahmadi y Sadrnezhad [15] elaboraron un componente, con una configuración estructural similar a la de un hueso, compuesto por núcleos espumosos de diferentes diámetros de poro rodeados por capas compactas. La magnitud del diámetro de los núcleos porosos varió de 6 a 14 mm, mientras que la magnitud del diámetro exterior se mantuvo constante en 16 mm. El análisis de propiedades mecánicas determinó la existencia de una relación lineal entre el módulo de Young y el diámetro del núcleo poroso. De acuerdo con lo anterior, en una investigación más reciente Trueba *et al.* [16], inventaron un dispositivo para crear muestras de polvo de Ti con porosidad graduada en la dirección radial. En particular, lograron variar la cantidad y el tamaño de los poros desde el núcleo hasta la superficie.

Los trabajos mencionados se centraron en la respuesta mecánica de las FGM. De acuerdo con lo reportado, fue posible obtener materiales con una rigidez y resistencia cercana a la de los huesos humanos. Sin embargo, no se evaluaron a profundidad las características de biocompatibilidad y osteoconductividad; que son aún más importantes para producir un implante óseo exitoso.

Al respecto, la biocompatibilidad está referida a la aceptación del material dentro del cuerpo humano considerando, que, por interacción química con fluidos existentes, éstos liberen iones que impliquen riesgos de pérdida de salud. En este sentido se ha determinado que después del Ta, el Ti y sus aleaciones tienen una biocompatibilidad mayor [17].

En relación a la osteoconductividad, esta se refiere a la capacidad de un implante poroso para facilitar el crecimiento óseo por sí mismo. En este caso la permeabilidad en el material juega un papel primordial, ya que favorece el paso de nutrientes y minerales a los osteocitos al tiempo que también, se eliminan los desechos metabólicos que se llevan a cabo internamente en los huesos. Este proceso se asocia directamente con capacidades de adaptación y regeneración ósea [18]. De esta forma, se entiende que la generación de poros abiertos para su interconexión mejora el anclaje y la vascularización, promoviendo incluso una mejor adhesión mecánica entre hueso preexistente y algún implante adaptado [19-22].

La densidad relativa recomendada por investigadores en bioingeniería para utilizar materiales como implantes de hueso es de 0.6 aproximadamente. Una aproximación básica para la producción de material de porosidad graduada consiste en depositar secuencialmente diversas capas de polvos con una distribución de tamaño de partícula identificada. Cada distribución puede ser estrecha o amplia en función del diseño que se requiera. El método se fundamenta en el hecho de que normalmente el tamaño de poro en una estructura de procesos pulvimetalúrgicos en sistemas de compactación sin presión (densidad aparente o densidad *tap*), se aproxima a la tercera parte del tamaño de partícula considerando que en la sinterización se promueve una densidad relativa entre 0.53 y 0.7. Estratégicamente, el uso de técnicas avanzadas de microscopía contribuye a caracterizar las estructuras obtenidas para establecer métodos comparativos.

Actualmente, con la técnica no destructiva de microtomografía de rayos X es posible realizar análisis de materiales que presentan un buen contraste de fases; tal como lo es un cuerpo de polvos metálicos compactados o un metal poroso. La técnica consiste en hacer pasar un haz de rayos X a través de una muestra, la cual gira sobre un eje un cierto número de grados mientras se toman radiografías. La información registrada a través de un sistema de adquisición de imágenes se reconstruye en función del coeficiente de absorción de la muestra y como resultado, se puede obtener una imagen tridimensional con resolución de decenas de nanómetros, aunque, una precisión

## SIMULACIONES NUMÉRICAS POR ELEMENTOS DISCRETOS DEL SINTERIZADO DE SISTEMAS COMPLEJOS PARA LA FABRICACIÓN DE MATERIALES ARQUIESTRUCTURADOS

adecuada por el alcance de los dispositivos se asegura en el orden de micras. La imagen 3D puede proveer de datos cuantitativos de la estructura interna, tal como, ponderación de defectos, porcentaje presente de cada fase, y orientación en el espacio. Se han reportado aplicaciones de éxito en la evolución del sinterizado de polvos esféricos de cobre al comparar los resultados de mediciones experimentales de, microtomografía y dilatometría, con los resultados de simulaciones numéricas utilizando el método de elementos discretos [23]. Esta validación representa el primer logro en el acoplamiento de resultados experimentales y virtuales. La técnica se ha utilizado para estudiar el fenómeno de sinterizado en [23-25]. En algunos de los trabajos, se muestran resultados de mediciones in-situ sobre la evolución del sinterizado de polvos metálicos durante la formación de estructuras [23, 25]; lo que permitió cuantificar los parámetros de crecimiento de cuello y densificación. Adicionalmente se han estudiado in-situ, fenómenos de fractura en experimentos en los cuales se puede seguir su evolución [26, 27]. De la misma manera, otros estudios se centran en el efecto de la compactación para observar la deformación y la densificación de estructuras a partir de esferas de acero huecas [28].

En relación a la simulación computacional de componentes manufacturados por metalurgia de polvos (compactación-sinterización) iniciada en 1965, se determinó que una metodología adecuada consiste en simular primero la compactación o preformado para predecir los gradientes estructurales en “verde” y subsecuentemente, realizar la simulación de la sinterización utilizando la información de los gradientes de densidad obtenidos para predecir el tamaño final, la forma y las propiedades de la estructura. La técnica numérica preferida para el análisis se fundamenta en el método de elementos finitos estableciendo, modelos de mecánica del medio continuo, micromecánica, estados multipartícula, aproximaciones de dinámica molecular y mecánica estadística [29]. Cada modelo difiere en las escalas de análisis puesto que el problema para la sinterización se ha abordado desde considerar el modelo de Potts (donde se considera la interacción de *spins* sobre una red cristalina), pasando por una meso-escala (donde se evalúa la aniquilación de vacancias), hasta la macroescala (que define la forma final y distorsión) [30]. Los modelos de mecánica del medio continuo son los más populares debido a que los tiempos de cómputo son relativamente cortos, pero, aunque estos modelos incorporen los principios de conservación de masa, volumen y momentum, aún no son lo suficientemente sofisticados para eliminar la característica de abordar un problema mal comportado (*ill-behaved*). La simulación por elementos finitos se simplifica debido a que no se consideran, por ejemplo, los efectos de: 1) los agregados orgánicos en la conservación de volumen-masa y por ende en la densidad final, 2) el historial de temperatura local desde que inicia el proceso de conformación (fricción entre partículas y con paredes del molde), así como el generado por las condiciones experimentadas en el ciclo térmico dentro de un horno (dada una posición relativa en su interior), 3) determinar un campo de temperatura constante mientras que los gradientes térmicos debido al flujo de fluidos dentro del horno genera gradientes que derivan en distorsión y, 4) establecer relaciones constitutivas que permitan evaluar la mecánica de las etapas estableciendo criterios de fluencia, funciones de endurecimiento y reglas de flujo. Adicionalmente, no se consideran: transformaciones de fase, formación de aleaciones, cinética de crecimiento de grano y otros factores, que pueden depender del tamaño de partícula, distribución de tamaño y otras variaciones.

De acuerdo con lo anterior, en un periodo previo inmediato que comprende veinte años, se han desarrollado herramientas de análisis para la determinación de trayectorias de flujo de fragmentos de materiales dentro de fases fluidas a través de la implementación del método de elementos discretos (DEM de sus siglas en inglés [31]) adaptado a la solución de las ecuaciones de Navier-Stokes. Este método se denominó “método continuo y discreto combinado” (CCDM de sus siglas en inglés) y ha permitido establecer una herramienta eficaz para investigar la interacción entre partículas en dichas

fases [32, 33]. Más recientemente, el acoplamiento de termodinámica al análisis computacional de la dinámica de fluidos y método de elementos discretos dieron origen al método de elementos discretos extendidos (XDEM de sus iniciales en inglés [34]).

Fundamentalmente, las aplicaciones usuales del DEM abordan el flujo libre, es decir, flujo de partículas sin fenómenos de cohesión, sin embargo, existen también aplicaciones en las que se modela la interacción mecánica con fenómenos de fricción y adherencia hasta casos de unión entre las partículas que forman un arreglo de partículas. Tal es el caso del programa *dp3D* (*discrete powder 3D*) [35], que se fundamenta en el concepto de aproximación de esfera rígida y esfera suave, lo cual determina que en un flujo de partículas, previo a posibles colisiones, el sistema sea modelado por la ecuaciones de balance de momentum y, por otra parte, las colisiones de múltiples partículas puedan ser descritas en términos de la energía asociada a: el almacenamiento por la deformaciones, la mecánica por efecto de fuerzas externas y la interacción superficial, respectivamente.

## 1.1 SEMBLANZA DEL PROBLEMA A RESOLVER

El problema con la extensión de la esperanza de vida en humanos normalmente surge con el aumento natural de la incidencia de enfermedades por envejecimiento (crónico-degenerativas). De acuerdo con censos realizados en el sector salud en relación con la estructura ósea, la osteoporosis ocupa el quinto lugar de las afectaciones a nivel mundial. Recientemente, estudios de densitometría de estructura óseas realizados por la Organización Mundial de la Salud (OMS), un sector representativo de población muestra que la osteoporosis en la columna lumbar afecta en un 9% a hombres y en un 17% a mujeres y, que alrededor del 30% y del 43% de este sector presentaban, respectivamente, osteopenia. Por otra parte, un estudio de fémur reveló una afectación por osteoporosis del 6% y del 16%, además de presentar osteopenia en 56% y 41%, también respectivamente en hombres y mujeres. Adicionalmente, se encontró que las fracturas de muñeca son el tipo de afectaciones tratadas con más frecuencia, seguidas por las fracturas de cadera, húmero y pelvis.

El reemplazo de algunos componentes óseos deteriorados o dañados de forma irreversible determinó un campo de interés productivo de diversas compañías manufactureras. Derivado de sus propiedades mecánicas y su maleabilidad, las aleaciones metálicas surgieron como una respuesta inmediata para la fabricación de reemplazos óseos. Sin embargo, la fabricación por la ruta convencional adoptada fusión-colada-tratamiento termomecánico, ha originado especímenes de alta densidad (pesados) y dureza (rígidos) que normalmente repercute en el desgaste de otros componentes óseos con los cuales estarán en contacto una vez implantados. Por ejemplo, en relación con la estructura interna de un componente óseo de una extremidad, éste presenta zonas densas y porosas heterogéneamente, la porosidad de mayor tamaño se ubica en el eje central en una sección intermedia de su longitud y, de acuerdo con un análisis de contacto, la zona sometida a desgaste por fricción se ubica solo en los extremos de ensamble. Tal heterogeneidad estructural es difícil de obtener a partir de componentes metálicos solidificados a partir del vaciado de metal líquido en un molde y, esto significaba que la determinación de la arquitectura de la estructura interna del componente óseo no se tomaba en cuenta debidamente.

Como ya se ha comentado previamente, las características y tendencias de la metalurgia de polvos, así como el desarrollo de tecnologías y novedosas aplicaciones de sus productos ligeros y

resistentes, le infieren un grado de atención especial en el área de apoyo a las ciencias de la salud. En particular, debido a las capacidades que presenta este proceso de manufactura de componentes y, a la necesidad y al hecho comprobado, de que la sustitución de elementos anatómicos orgánicos puede realizarse en seres vivos; en especial en la raza humana gracias a que se han encontrado materiales con un porcentaje aceptable de compatibilidad biológica. De esta forma, las expectativas para solucionar un problema de salud y preservar la vida aumentan, no obstante, las exigencias de confiabilidad y funcionalidad de los dispositivos o partes intrusivas (prótesis) que se requieren para lograrlo.

## 1.2 PROPUESTA DE INVESTIGACIÓN

La necesidad de mostrar avances en la conformación y caracterización de materiales adaptativos en el campo de los materiales con gradiente funcional (FGM), contribuye significativamente al conocimiento de su desempeño, en particular, en el área de las aplicaciones ortopédicas. Al respecto, en este trabajo de investigación se propuso el desarrollo de muestras cilíndricas especiales de polvo de la aleación Ti6Al4V como sistemas de análisis para la comprensión del comportamiento mecánico y de mimetización de estructuras óseas porosas. De acuerdo con la caracterización de resistencia y grado de permeabilidad, la técnica de elaboración revelada puede sentar las bases de métodos fabricación a mayor escala.

En el desarrollo de muestras se previó que éstas presentaran gradientes de porosidad mediante la sinterización parcial de partículas de diferentes distribuciones de tamaño las cuales, fueron ubicadas en dos configuraciones principales direcciones: axial (capa sobre capa con interfaz de enlace plana) y radial (capas concéntricas alrededor de un núcleo cilíndrico implicando una interfaz curva). La cinética de sinterización de cada configuración se evaluó mediante ensayos de análisis de dilatación y, para determinar la distribución del tamaño de poro de los materiales sinterizados, se realizó la caracterización mediante microscopía electrónica de barrido (MEB) y microtomografía computarizada (micro-CT de su acrónimo en inglés). Las propiedades mecánicas de los materiales porosos graduados se evaluaron mediante ensayos de compresión estandarizados, mientras que la permeabilidad, se estimó mediante simulaciones numéricas en las muestras virtuales obtenidas por ensamblado de radiografías digitales registradas durante la rotación en los diferentes ejes de la muestra. Esta técnica de microtomografía permite caracterizar la anisotropía creada por la distribución de los tamaños de las distribuciones de partículas parcialmente sinterizadas dando origen a la porosidad. Los resultados obtenidos por esta metodología de caracterización generan la posibilidad de comparar el comportamiento mecánico de las estructuras artificiales en relación a las estructuras óseas en particular, el grado de rigidez y de permeabilidad del material que, en el caso de presentar similitud, se demostraría su uso potencial dada su capacidad de adaptación al estatus de biocompatibilidad.

En complemento del éxito experimental de la mimetización mecánica, mediante la disponibilidad de programas de aplicación del DEM, el trabajo de simulación puede extenderse al análisis del proceso de interacción física de partículas de materiales para diseñar arreglos estratégicos de partículas, es decir, de arquitecturas. Por lo tanto, evaluó si el alcance de los modelos matemáticos implementados en el código computacional del programa *dp3D* permitiría realizar tareas de análisis virtual previo al trabajo experimental. Particularmente, en este trabajo de investigación se definieron las bases de metodologías de emulación de muestras físicas relativamente pequeñas (cantidades

procesables de partículas) utilizando modelos matemáticos de contacto mecánico y de sinterización gobernada por fenómenos de transporte de masa. Lo anterior, debido a que el trabajo de simulación es extenso por la capacidad de procesamiento de millones o miles de millones de partículas que pueden constituir una muestra. Operaciones del análisis mecánico y de permeabilidad pueden continuarse en esta línea de investigación posteriormente.

## 1.3 OBJETIVOS

### 1.3.1 OBJETIVO GENERAL

Utilizar metodologías de caracterización y de simulación computacional para evaluar el comportamiento de muestras de la aleación Ti6Al4V creadas mediante pulvimetalurgia; con lo cual se pretende establecer las bases de análisis para diseño o mimetización de estructuras y su grado de aplicación ortopédica.

### 1.3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Establecer una metodología experimental para crear muestras a partir de polvos de la aleación Ti6Al4V con distribuciones de 20-45  $\mu\text{m}$  y de 75-106  $\mu\text{m}$  de diámetro, que puedan sinterizarse controladamente en un dilatómetro.
- Solicitar y asistir actividades del proceso de análisis por tomografía de las muestras de polvo creadas para este fin, para de esta forma obtener las muestras virtuales y poder procesarlas mediante software especializado para la simulación de flujo de fluidos.
- Preparar y realizar las pruebas mecánicas de compresión a las muestras creadas para este fin, registrando los datos de carga-desplazamiento para el análisis de deformación y estimación de propiedades de referencia (módulo de elasticidad y esfuerzo de fluencia).
- Realizar un análisis de la información generada en los dos objetivos anteriores para compulsar, el grado de permeabilidad y de rigidez de las estructuras artificiales como función de la densificación relativa, respecto a mediciones reportadas de estructuras óseas.
- Realizar trabajo de simulación del comportamiento de la interacción mecánica de partículas a través del programa computacional que implementa el método de elemento discreto para crear y reproducir estructuras con arreglos de partículas.
- Determinar a factibilidad de utilizar simulación para el diseño de sistemas de partículas estructurados para estudiar y optimizar estructuras, diseñando texturas con distribuciones de partículas y grados de sinterización relativos.

## 1.4 HIPÓTESIS

Es posible definir e implementar una metodología para el establecimiento de la arquitectura de la estructura de componentes metálicos y su fabricación, que emulen aproximadamente las características físicas deseadas de un modelo a través de las ventajas que ofrecen los procesos de metalurgia de polvos, en combinación, con técnicas de caracterización por microtomografía de rayos X y de simulación computacional.

## 1.5 JUSTIFICACIÓN

Puesto que es posible fabricar por metalurgia de polvos partes con formas complejas y materiales especiales, en particular, logrando un buen control de la porosidad y propiedades mecánicas específicas localizadas, la opción de implantar un componente ortopédico artificial que sustituya una estructura ósea presentando características similares ayudaría a mejorar la adaptación del mismo en relación a su confiabilidad (compatibilidad biológica) y funcionalidad. Lo anterior, al permitir que el flujo de fluidos y la actividad química al interior del organismo generen tejido muscular interno y externo. En consecuencia, se considera que la calidad de vida y la estética exterior del cuerpo del portador mejorarían al conservar una parte relativa de su masa muscular.

Aunque las estructuras creadas deben ser evaluadas desde un punto de vista de biotecnología, garantizar una posibilidad metódica de creación de estructuras fundamentando su integridad y funcionalidad se observa como la aportación científica en la línea de investigación de este proyecto.

## 1.6 CAPITULADO

En resumen, este capítulo (Capítulo 1) define el marco de la línea de investigación y el alcance del proyecto para contribuir científicamente a la solución de un problema que tiene una fuerte connotación social. En el capítulo subsecuente (Capítulo 2) se enuncian con brevedad antecedentes del desarrollo del programa *dp3D* que se utilizará para cumplir los objetivos de esta investigación. Se continuará con el capítulo 3 realizando una breve revisión de la fuente y desarrollo de formulaciones matemáticas que fundamentan el desarrollo de los algoritmos de cálculo del programa sin profundizar en el método de elemento discreto pues se considera un tema propio de alguna investigación propia. A su vez, en el capítulo 4 se detalla el desarrollo de los objetivos específicos planteados y finalmente los capítulos 5 y 6 contienen la discusión de los argumentos concluyentes del proyecto, respectivamente.

## CAPÍTULO 2

### ANTECEDENTES

Aunque el procesamiento de polvos para la manufactura de componentes es una técnica antigua que se remonta al auge de las culturas en medio oriente, sur y este de Asia, no había sido considerada como una tendencia tecnológica competitiva hasta el avance alcanzado en la fabricación de dispositivos de caracterización de materiales, así como, de tecnologías controladas para la producción de los polvos. Los avances en investigaciones en elementos de materiales impulsados por los actos bélicos del siglo XX establecieron un interés más amplio en los procesos pulvimetalúrgicos. En las últimas tres décadas del siglo mencionado se emitieron para divulgación una gran cantidad de teorías del proceso del comportamiento mecánico de estos sistemas, además de análisis a diferentes escalas de magnitud de los fenómenos de transporte de especies químicas afectados por diversas variables.

Es así que durante las primeras dos décadas del siglo XXI el compendio y la continuidad de las investigaciones ha originado productos de análisis acoplados al desarrollo informático. Tal como se requiere, el procesamiento de la gran cantidad de información de sistemas de partículas solo ha sido posible gracias al avance en sistemas de cómputo. Tal como otros procesos ya son dominados por el análisis virtual, el procesamiento de polvos para manufactura también se encuentra en la revolución digital de la industria [36].

En particular, el desarrollo *dp3D* es el producto de una línea de investigación desarrollada para simulación de sistemas multipartícula con capacidad de procesamiento a nivel de una computadora personal [35, 37-47], no obstante, el sistema al igual que la magnitud de datos de análisis puede ser expandido.

En el año 2003 C.L. Martin *et al.* [35, 37] responsables de la creación de *dp3D*, publicaron sus avances iniciales sobre el análisis de compresión isostática de un arreglo de partículas. Determinaron que el cálculo de la densidad relativa se asocia a diseño de los volúmenes del espacio y de las partículas, de tal forma que la distribución generada puede utilizarse para definir un agregado semi-compacto permitiendo que las partículas se acomoden al reducir espacios entre ellas sin opciones de desplazamiento. En este proceso, declaran la dificultad de establecer una relación

entre las fuerzas de contacto tangencial y normal sobre todo en el estado de rearrreglos (nuevas ubicaciones) de las partículas.

Para establecer un medio que considere el efecto del rearrreglo de partículas sobre el balance de fuerzas los investigadores definieron el comportamiento elasto-plástico de los materiales, estableciendo el modelo de endurecimiento por deformación para el régimen plástico. En particular, se considera que el material será perfectamente plástico, por lo que el exponente de endurecimiento tendrá un valor de cero y además se establece que la rapidez de deformación sea una cantidad lo suficientemente pequeña para asegurar condiciones cuasi-estáticas. Se dedujo que de este modo el número de coordinación es más regular en la distribución de partículas (leptocurtosis) debido incremento de la densidad relativa, cuyo valor se establece como parámetro para detener la ejecución en un caso de simulación de compactación [38, 39].

Complementariamente al análisis de parámetros relevantes de los procesos de compactación calculados con *dp3D*, puede utilizarse entornos gráficos mediante las herramientas: *ddp3D* (la cual depende de la aplicación *gnuplot* [48]) y de *vdp3D* y/o *ovdp3D* las cuales se apoyan en las aplicaciones de representación gráfica molecular *RasMol* [49] y *Ovito* [50], respectivamente.

El cálculo del proceso de sinterización [41] se aborda a través de los fenómenos de difusión en estado sólido en la interfaz de contacto entre partículas [51], la deformación de los cuellos interpartículas controlada por difusión y termofluencia [52], así como, por el estado de redes formadas por contactos entre partículas [53] definidos por el número de coordinación y las condiciones de adherencia siempre que superen los esfuerzos cortantes en los puntos de contacto para inmovilizar las partículas. En el pre-procesamiento de los cálculos de sinterización, se requiere la especificación del ciclo de temperatura de proceso y de los parámetros: energía de superficie, coeficiente difusión, energía de activación, ángulo diedral, volumen atómico y un factor de engrosamiento característicos del material de las partículas. Por otra parte, datos asociados la aleación Ti6Al4V se reportan en el trabajo de Froes [54].

## CAPÍTULO 3

### MARCO TEÓRICO

A medida que la evolución de las herramientas computacionales ha adquirido gran impacto en las últimas décadas, gracias al desarrollo de equipos personales altamente eficientes, el análisis de la fenomenología de diversos procesos tecnológicos puede realizarse en relativamente corto tiempo y con un volumen de información sustancial para un análisis bien detallado. En este sentido, el desarrollo de programas computacionales que resuelven casos de alta complejidad en diversas áreas de la ciencia es cada vez más común.

Lo anterior es posible también porque los planteamientos matemáticos se han consolidado al ser validados con éxito. En consecuencia, se fueron generando algoritmos de cómputo capaces de dar respuestas a diversos fenómenos físicos. Métodos de solución de sistemas de ecuaciones diferenciales implementando el DEM, permiten realizar estudios de sistemas dominados por movimiento de partículas sólidas fluyendo sin ser obstruidas físicamente por fenómenos aglomeración; es decir, en el sentido de que no se necesita plantear una hipótesis sobre el comportamiento reológico de la fase sólida y se pueden obtener resultados especialmente detallados en términos de propiedades microscópicas.

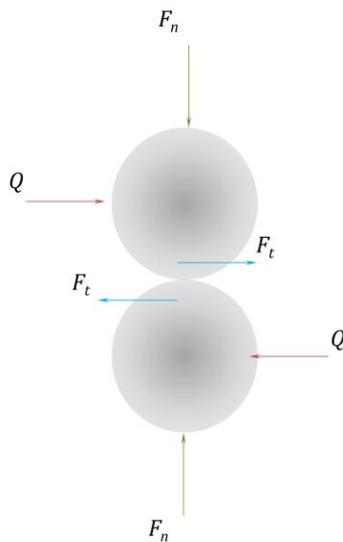
Las aplicaciones usuales del método abordan el flujo libre, es decir, flujo de partículas sin fenómenos de cohesión, sin embargo, existen también aplicaciones en las que se modela la interacción mecánica con fenómenos de fricción y adherencia hasta casos de unión entre las partículas que forman cúmulos. Tal es el caso del programa *dp3D* [35], que se fundamenta en el concepto de aproximación de esfera rígida y esfera suave, lo cual determina que en un flujo de partículas, previo a posibles colisiones, el sistema sea modelado por la ecuaciones de balance de momentum y, por otra parte, las colisiones de múltiples partículas puede ser descritas en términos de la energía asociada a: el almacenamiento por las deformaciones, la mecánica por efecto de fuerzas externas y la interacción superficial, respectivamente.

La disponibilidad de modelos para diversas aplicaciones del DEM es amplia. En el programa *dp3D* se han implementado diversas herramientas computacionales con las cuales se pretende desarrollar el proyecto fundamentado en los modelos matemáticos que se exponen a continuación.

### 3.1 MODELO MATEMÁTICO DE FRICCIÓN ASOCIADO A LA DEFORMACIÓN ELÁSTICA DE ESFERAS EN CONTACTO (MODELO HERTZ-MINDLIN [55, 56]).

Los principios de la mecánica de sistemas de materiales establecen los fundamentos que definen la dinámica de contacto de dos partículas esféricas experimentando una deformación elástica. Mientras que el contacto considerando una componente normal puede ser explicado por un modelo basado en la teoría de Hertz [55], la interacción tangencial del contacto asociado con la deformación elástica puede ser abordada con el modelo planteado por Mindlin-Deresiewicz [56].

El planteamiento de un modelo de dos esferas puede representarse en un diagrama de cuerpo libre para definir el balance de fuerzas como se muestra en la Fig. 1.



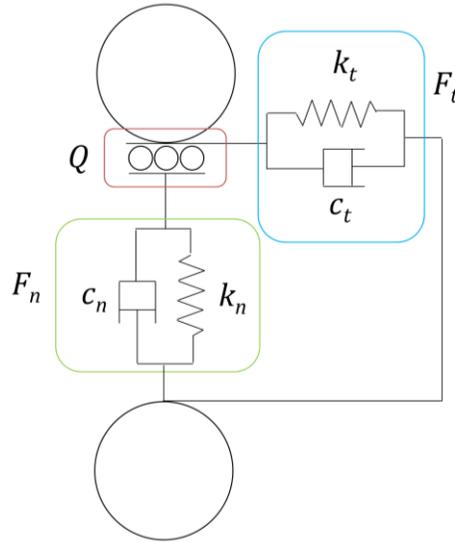
**Figura 1.** Diagrama de cuerpo libre para definir el balance de fuerzas entre dos partículas en contacto.

De acuerdo con la teoría de Hertz la distribución de la presión normal debido a la interacción puede calcularse sobre toda el área de contacto; la cual se considera adquiere forma elíptica una vez que se presenta el punto de interacción y este evoluciona a una indentación entre las partículas en función de la carga aplicada  $F_n$ .

La mayoría de los modelos supone que la fuerza de contacto normal es independiente de la fuerza de contacto tangencial pero no al contrario. Adicionalmente, en las fuerzas de contacto tangencial  $F_t$  se incluye el efecto de la fricción superficial  $Q$  entre las partículas.

En diversos planteamientos el efecto de la fricción puede ser modelado adecuadamente por la ley de fricción de Coulomb.

Un esquema reológico del modelo de deformación elástica de esferas puede esquematizarse con un arreglo de resortes ( $k_n$ ,  $k_t$ ) y amortiguadores viscosos ( $c_n$ ,  $c_t$ ) conectados en serie para las fuerzas normal y tangencial, así como también, de un mecanismo disipativo (deslizamiento) asociado a la fricción  $Q$  en la fuerza tangencial tal como se esquematiza en la Fig. 2.



**Figura 2.** Un esquema reológico del modelo de deformación elástica de esferas.

La fuerza tangencial  $F_t$  se acota por la ley de fricción de Coulomb de acuerdo con:

$$\|F_t\| \leq \mu_s |F_n| \quad (1)$$

Donde  $\mu_s$  es el coeficiente de fricción estático, pero en general puede definirse que:

$$F_t = \begin{cases} Q, & Q < \mu_s |F_n| \\ \mu_k |F_n|, & Q \geq \mu_s |F_n| \end{cases} \quad (2)$$

Donde  $\mu_k$  es el coeficiente de fricción cinético.

De esta forma, para fuerzas de corte (tangencial) bajas, no hay movimiento relativo (sin-deslizamiento). Al respecto, las dinámicas de interacción se regirán por la relación entre las componentes normal y tangencial del estado de la rigidez en un impacto.

Cada arreglo en el diagrama reológico compuesto por la suma del resorte y el amortiguador define la componente de fuerza correspondiente, es decir:

$$F_n = F_n^e + F_n^d \quad (3)$$

Y

$$F_t = F_t^e + F_t^d \quad (4)$$

Donde el superíndice e define la componente elástica (resorte) de la fuerza de contacto normal y el superíndice d, la componente de la fuerza asociada al amortiguamiento viscoso (*damping*, de su traducción al inglés).

De acuerdo con la teoría de Hertz, la componente elástica de la fuerza de contacto normal puede definirse como:

$$F_n^e = -\frac{4}{3} E^* \sqrt{R^*} |h|^{\frac{3}{2}} \quad (5)$$

La cual es una función no lineal de la magnitud de desplazamiento "h" de la curvatura de la superficie hacia el interior de la partícula por el contacto. El parámetro  $E^*$  es el módulo de elasticidad efectivo definido por el módulo de elasticidad  $E$  correspondiente al material de las partículas  $i$  y  $j$ , así como de las relaciones de Poisson  $\nu$  respectivas, de acuerdo con:

$$E^* = \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} + \frac{1 - \nu_j^2}{E_j} \quad (6)$$

$R^*$  es el radio efectivo definido en términos de los radios de las partículas de acuerdo con:

$$R^* = \frac{1}{R_i} + \frac{1}{R_j} \quad (7)$$

Como  $h$  es la magnitud de la indentación obtenida como resultado de la deformación debida al contacto de las partículas y como  $\delta_{ij}$  es la distancia entre los centros de las partículas, entonces:

$$h = \delta_{ij} - R_i - R_j \quad (8)$$

De esta forma, es posible definir la constante elástica del resorte o rigidez normal, a partir de:

$$k_n = \frac{dF_n^e}{dh} = 2E^* \sqrt{R^* |h|} = \sqrt[3]{6R^*(R^*)^2 |F_n^e|} \quad (9)$$

Por otra parte, la componente de la fuerza asociada al amortiguamiento se supone una función lineal de la velocidad relativa normal  $v_m$ .

$$F_n^d = -c_n v_m \quad (10)$$

Donde  $c_n$  es el coeficiente de amortiguamiento que de acuerdo con Rojek *et al.* [57] puede definirse como una fracción del amortiguamiento crítico  $C_{cr}$  considerado para el sistema de dos cuerpos rígidos de masa,  $m_i$  y  $m_j$ , conectados a través del resorte con rigidez  $k_n$  tal que:

$$c_n = \xi C_{cr} = 2\xi \sqrt{\frac{m_i m_j k_n}{m_i + m_j}} \quad (11)$$

En general, el modelo de fuerza tangencial incorpora además de la componente elástica y de la componente relacionada con el amortiguamiento, una componente asociada a la fricción que define las características de deslizamiento o no-deslizamiento (referirse a las Ecs. 1 y 2).

De acuerdo con la teoría de Minlin-Deresiewicz [56], que define una solución del problema de contacto considerando no-deslizamiento, la fuerza tangencial puede calcularse por la teoría incremental de acuerdo con la expresión:

$$\Delta F_t = -k_t v_{rt} \Delta t \quad (12)$$

Donde  $k_t$  representa la componente de rigidez tangencial,  $v_{rt}$  la velocidad relativa tangencial y  $\Delta t$  el paso de tiempo de cálculo. Análogamente al arreglo en la dirección normal, la componente de rigidez tangencial depende de la indentación en las partículas, tal que:

$$k_t = 8G^* \sqrt{R^* |h|} \quad (13)$$

Donde  $R^*$  ya ha sido definida por la Ec. 7 y el término  $G^*$  que representa el módulo de corte equivalente, se define por la relación siguiente:

$$\frac{1}{G^*} = \frac{2 - \nu_i}{G_i} + \frac{2 - \nu_j}{G_j} \quad (14)$$

Si la rigidez tangencial es significativa y el coeficiente de fricción es pequeño, entonces la componente de fricción de deslizamiento domina durante la mayor parte del contacto.

Finalmente, una estrategia para definir la componente relacionada con el amortiguamiento tangencial consiste en definir una relación proporcional con respecto a la componente de rigidez tangencial, tal que:

$$c_t = \beta k_t \quad (15)$$

Esta relación propuesta por Cundall and Strack [58] establece que el parámetro de proporcionalidad  $\beta$  no se relaciona con parámetros físicos; lo cual no significa un problema ya que solo consideraban sistemas cuasi-estáticos donde el amortiguamiento solo modificaba la rapidez a la que el sistema se encontraba estable. Incluso es común definir a la componente relacionada con el amortiguamiento tangencial con un valor nulo en la dinámica de sistemas empacados de alta densidad relativa.

De acuerdo con el modelo de Mindlin [59] la componente relacionada con el amortiguamiento tangencial  $c_t$  puede establecerse igual a su homóloga en la dirección normal  $c_n$ .

### 3.2 MODELO MATEMÁTICO DEL CÁLCULO DE LA FUERZA DE ADHERENCIA MIENTRAS SE PRESENTAN DEFORMACIONES POR CONTACTO EN UNA PARTÍCULA (MODELO DMT [60]).

La energía de interacción de una partícula elástica que experimenta un contacto bajo una carga externa y bajo fuerzas superficiales y elásticas se puede definir como la suma de dos partes. La energía de volumen de deformaciones elásticas y la energía de superficie o energía de fuerzas moleculares. Es decir, la energía de volumen de deformaciones elásticas puede formularse en función de la fuerza elástica  $F_e$  como:

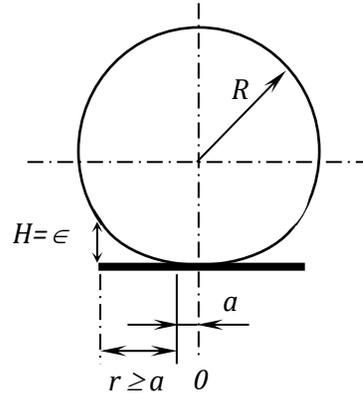
$$W_e = \int_0^\alpha F_e(\alpha) d\alpha \quad (16)$$

Con  $\alpha$  definiendo la magnitud de la indentación. Mientras que la energía de superficie como:

$$W_s = \int_0^L \varphi(H) 2\pi r dr \quad (17)$$

Donde  $\varphi(H)$  es la energía de interacción por unidad de área de una superficie plana frente a la indentación; lo cual es análogo a la tensión superficial cuando se evalúa una superficie de mojado.

Tal energía de interacción disminuye rápidamente a medida que se incrementa  $H$ ; que es la distancia medida en altura de la deformación de la superficie curva de la partícula con referencia a un plano paralelo al plano de la indentación. De acuerdo con la Ec. 17 una característica esencial es la determinación del límite superior de la integral. Esto ha sido resuelto definiendo a  $H$  como una función del radio de la huella de indentación  $r$  y de la magnitud de la indentación  $\alpha$ . En este sentido, la energía de interacción por unidad de área puede dividirse en la suma de la parte correspondiente a la energía de superficie en contacto  $W'_s$  y la energía de superficie libre  $W''_s$ . Es decir, en los límites definidos  $0 \leq r \leq a$  y  $r \geq a$  hasta donde  $H = \epsilon$  define la altura de la superficie curva con respecto a un plano tangente sobre la indentación que ha generado deformación de acuerdo con el esquema de la Fig. 3.



**Figura 3.** Límites de cambio de altura y radio de indentación debido a la deformación en curvatura de la partícula.

De esta forma:

$$W_s = W'_s + W''_s = \pi\alpha R\varphi(\epsilon) + 2\pi \int_0^\infty \varphi[H(x, \alpha)]x \, dx \quad (18)$$

Con los cambios de variable:  $a^2 = \alpha R$ ,  $y$ ,  $r^2 - a^2 = x^2$ , por otra parte:

$$H(x, \alpha) = \frac{1}{\pi R} \left[ ax + (x^2 - a^2) \arctan \frac{x}{a} \right] + \epsilon \quad (19)$$

De acuerdo con lo anterior, la fuerza generalizada puede calcularse a partir de:

$$F_s = \frac{dW_s}{d\alpha} = \frac{dW'_s}{d\alpha} + \frac{dW''_s}{d\alpha} = \pi R\varphi(\epsilon) + \frac{dW''_s}{d\alpha} = F'_s + F''_s \quad (20)$$

Donde la fuerza relacionada a la superficie con contacto  $F'_s$  se mantiene constante a pesar de la variación de  $\alpha$  cuando alcanza un punto característico. Por otra parte, en la zona de superficie deformada:

$$F''_s = \frac{dW''_s}{d\alpha} = 2\pi \int_0^\infty \varphi'_H[H(x, \alpha)] \frac{dH(x, \alpha)}{d\alpha} x \, dx \quad (21)$$

Tal que si la diferencia se expresa como:

$$\frac{dH(x, \alpha)}{d\alpha} = \frac{dH}{da} \frac{da}{d\alpha} = \frac{1}{\pi} \left( \frac{ax}{x^2 + a^2} - \arctan \frac{x}{a} \right) \quad (22)$$

Entonces al obtener la segunda derivada:

$$\frac{d^2H(x, \alpha)}{d\alpha^2} = \frac{Rx^3}{\pi a(x^2 - a^2)^2} \quad (23)$$

De esta forma, una solución de la Ec. 21 consiste en resolver el caso particular del punto de contacto inicial, es decir, cuando  $\alpha$  y  $a$  tienden a cero, entonces:

$$F_s''(\alpha = 0) = 2\pi \int_0^\infty \varphi_H'(H) \left(-\frac{1}{2}\right) R dH = \pi R \varphi(\epsilon) \quad (24)$$

Finalmente:

$$F_s(\alpha = 0) = \pi R \varphi(\epsilon) + \pi R \varphi(\epsilon) = 2\pi R \varphi(\epsilon) \quad (25)$$

En el caso de una partícula deformada (semiesférica) donde el centro geométrico se define como  $x' = R + \epsilon - \alpha$ :

$$\frac{dF_s''}{d\alpha} = 2\pi \int_0^\infty \left\{ \varphi_{HH}''[H(x, \alpha)] \left(\frac{dH}{d\alpha}\right)^2 + \varphi_H'[H(x, \alpha)] \frac{d^2H}{d\alpha^2} \right\} x dx \quad (26)$$

Por lo que para valores pequeños de  $\alpha$  independientemente de la forma específica de la función de la energía de interacción  $\varphi(H)$ :

$$F_s = 2\pi R \varphi(\epsilon) \left[ 1 - 2b(\alpha)^{\frac{1}{2}} + \dots \right] = F_0 \left[ 1 - 2b(\alpha)^{\frac{1}{2}} + \dots \right] \quad (27)$$

Donde  $b$  es una constante positiva y en la medida en la que  $\alpha$  aumenta hasta un valor característico  $\alpha_p$ ,  $F_s$  tiende a un valor constante definido prácticamente por  $F_s' = \frac{F_0}{2}$ .

De acuerdo con el planteamiento, la fuerza de atracción molecular experimentada dentro de la zona delimitada como circundante y de contacto, además de que en base a la teoría de Hertz se define que la fuerza elástica que actúa como la componente de repulsión de acuerdo con:

$$F_e = \frac{4(R)^{\frac{1}{2}} E}{3(1 - \sigma^2)} \alpha^{\frac{3}{2}} \quad (28)$$

Puede establecerse que el balance de fuerzas atractivas-repulsivas se represente por la fuerza de “desgarramiento” o fuerza externa que impide el contacto; el cual es determinado por la diferencia de los valores absolutos entre las fuerzas de atracción molecular y las elásticas. Naturalmente, el máximo valor de la fuerza de desgarramiento se alcanza en el instante del primer contacto, es decir, en  $\alpha = 0$ .

De esta forma, si es posible plantear una forma funcional de la energía de interacción por unidad de área, tal como la derivada de la teoría macroscópica y de experimentos de acuerdo con [61, 62]:

$$\varphi(H) = \frac{A}{12\pi H^2} \quad (29)$$

Donde A es la constante de Hamaker, la fuerza de atracción molecular puede calcularse a partir del sistema de ecuaciones dividido en los casos donde  $\alpha \ll \epsilon$  y  $\alpha \gg \epsilon$ , tal que para el primero:

$$\frac{F_s(\alpha)}{F_0} = \frac{1}{2} + \frac{2}{\pi} \int_0^\infty \frac{\left[ \arctan\left(\frac{\xi}{\alpha}\right) - \frac{\xi \alpha^{\frac{1}{2}}}{(\alpha + \xi^2)} \right] \xi d\xi}{(1/\pi) \left[ \xi \alpha^{\frac{1}{2}} - (\xi^2 - \alpha) \arctan\left(\frac{\xi}{\alpha}\right) \right] + 1} \quad (30)$$

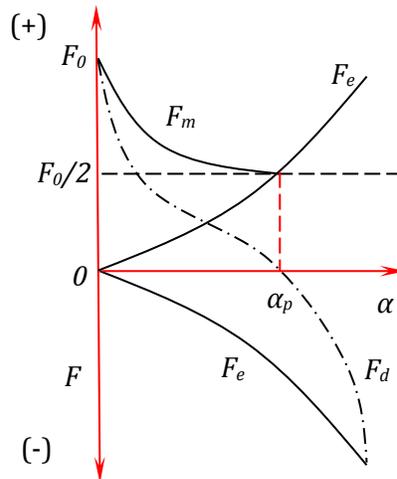
$$\bar{\alpha} = \frac{\alpha}{\epsilon}, \quad \xi = \frac{x}{(R\epsilon)^{\frac{1}{2}}}, \quad F_0 = 2\pi R\varphi(\epsilon) = \frac{AR}{6\epsilon^2} \quad (31)$$

Para  $\alpha \gg \epsilon$ :

$$\frac{F_s(\alpha)}{F_0} = \frac{1}{2} + \frac{4}{3\pi\bar{\alpha}^{\frac{3}{2}}} \int_0^\infty \frac{\xi^4 d\xi}{\left\{ \frac{4\xi^3}{(3\pi\bar{\alpha}^{\frac{1}{2}})} + 1 \right\}^3} + \dots = \frac{1}{2} + \frac{4}{3\pi\bar{\alpha}^{\frac{3}{2}}} \left[ \frac{3\pi\bar{\alpha}^{\frac{1}{2}}}{4} \right]^{\frac{5}{3}} \int_1^\infty \frac{t^4 dt}{(t^4 + 1)^3} + \dots \quad (32)$$

$$t = x \left[ \frac{4}{3} \pi \left( \bar{\alpha}^{\frac{1}{2}} \right) \right]^{\frac{1}{3}} \quad (33)$$

De acuerdo con los cálculos puede establecerse que, aunque el efecto de la fuerza de atracción molecular permite la formación de algunas áreas de contacto en el espacio donde se encuentran activas, la fuerza de adherencia que es equivalente a la fuerza que tiene que ser aplicada para romper el contacto (desgarramiento) no se incrementa por tal efecto. Su magnitud se mantiene igual a la calculada sobre las bases de suponer la presencia de puntos de contacto y la ausencia de cualquier deformación de contacto.



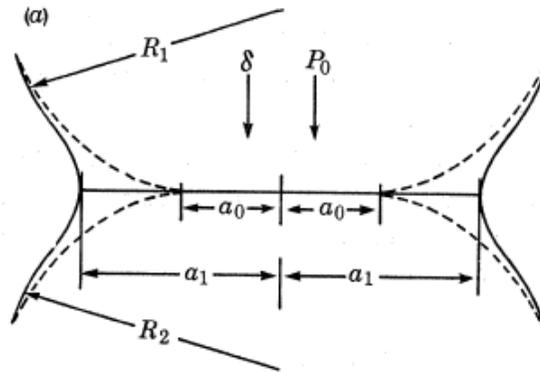
**Figura 4.** Esquematación del balance de fuerzas en los fenómenos de contacto de las partículas.

Un análisis gráfico como el de la Fig. 4 muestra la dependencia de la fuerza de desgarramiento  $F_d$  con respecto a  $\alpha$ . Se identifica que en un inicio esta fuerza adquiere el valor de  $F_0$  y decrece hasta cero en la medida en la que se establece el balance entre las fuerzas de atracción molecular  $F_m$  (adherencia) y las fuerzas elásticas de repulsión (línea segmentada y punto). Cuando  $F_d = 0$  la magnitud de  $\alpha$  encuentra un valor característico  $\alpha_p$  a partir del cual, la fuerza de atracción molecular tiende a mantenerse constante mientras que la fuerza de repulsión se incrementa a medida que incrementa la deformación elástica.

### 3.3 MODELO MATEMÁTICO DEL CÁLCULO DE LA FUERZA DE ADHERENCIA MIENTRAS SE PRESENTAN DEFORMACIONES POR CONTACTO EN UNA PARTÍCULA (MODELO JKR [63]).

Este análisis se describe teóricamente que, para condiciones de carga ligera entre sólidos elásticos, las fuerzas desarrolladas sobre la superficie interpartículas pueden hacer una contribución significativa al equilibrio de un contacto.

La Fig. 5, muestra esquemáticamente con líneas segmentadas la interacción entre dos partículas esféricas bajo una condición de carga  $P_0$  aplicada en dirección normal a la superficie común donde se unen. Asimismo, se muestra una evolución a un estado de incremento de la superficie de interacción (líneas continuas) originado por efecto de una carga aplicada  $P_1$ .



**Figura 5.** Definición del radio del círculo de contacto por efecto de la carga y la energía asociada al fenómeno de sinterización.

De acuerdo con la teoría de Hertz, el radio del círculo de contacto  $a_0$  entre dos esferas de radios  $R_1$  y  $R_2$  considerando un análisis de deformación elástica bajo una carga  $P_0$  puede determinarse de acuerdo con la expresión:

$$a_0^3 = \frac{3}{4} \pi \left( \frac{1 - \nu_1^2}{\pi E_1} + \frac{1 - \nu_2^2}{\pi E_2} \right) \frac{R_1 R_2}{R_1 + R_2} P_0 \quad (34)$$

Donde  $\nu$  y  $E$  representan la relación de Poisson y el módulo de elasticidad asociado respectivamente al material de cada partícula.

Sin embargo, se ha determinado que, en sistemas bajo el efecto de cargas ligeras, las áreas de contacto medidas experimentalmente fueron considerablemente más grandes que las predichas por la Ec. 34 y tienden hacia un valor fijo a medida que la carga se suspende. Las características de calidad de la superficie en las partículas tienen una influencia relevante ya que entre más limpias y secas se encuentren se promueve una fuerte adherencia.

Lo anterior sugiere que las fuerzas superficiales de atracción se vuelven significativas y notorias cuando después de aplicar una carga en el sistema di-partícula esta se suspende. De esta forma, al establecer que las fuerzas entre superficie producen un área de contacto con un radio característico  $a_0$ , se requiere balancear la energía elástica almacenada  $U_E$  y la energía de superficie perdida  $U_s$ .

Entonces si  $U_s$  se define como:

$$U_s = -\pi a^2 \gamma \quad (34)$$

La fuerza asociada puede obtenerse de acuerdo con:

$$F_s = -\frac{dU_s}{dx} \approx \frac{\pi R_1 R_2 \gamma}{R_1 + R_2} \quad (35)$$

Donde la variable  $x$  se define como el movimiento de las partículas una hacia la otra y fue introducida por la aproximación siguiente:

$$x \approx \frac{a^2(R_1 + R_2)}{R_1 R_2} \quad (36)$$

Para tomar en cuenta la modificación que las fuerzas de atracción superficiales tienen sobre la distribución de esfuerzos y que actúan en conjunto a la carga externa  $P_0$  se combinan las Ecs. 34 a 36. En teoría se define que la fuerza entre las superficies estará influenciada significativamente con el tamaño de contacto cuando:

$$P_0 \approx \frac{\pi R_1 R_2 \gamma}{R_1 + R_2} \quad (37)$$

En términos de la energía total  $U_T$  asociada a la fenomenología de contacto, ésta puede definirse por la suma de la energía elástica almacenada  $U_E$ , de la energía mecánica asociada a la carga aplicada  $U_M$  y de la energía de superficie  $U_s$ .

Por lo tanto, considerando que se desarrolla una curva de desplazamiento idealizada de acuerdo con el esquema de la Fig. 5, el cálculo de la energía elástica  $U_E$  puede definirse tentativamente despreciando las fuerzas de superficie como una energía de magnitud  $U_1$  asociada a la aplicación de una carga  $P_1$  para obtener un radio del círculo de contacto  $a_1$  y, una vez obtenido se reduce nuevamente la aplicación de la carga a  $P_0$  para establecer un estado de energía final en el sistema  $U_2$ .

Es decir, la energía  $U_1$  se define por:

$$U_1 = \int_0^{P_1} \frac{2}{3} \frac{P^{\frac{2}{3}}}{K^{\frac{2}{3}} R^{\frac{1}{3}}} dP = \frac{2}{5} \frac{P_1^{\frac{5}{3}}}{K^{\frac{2}{3}} R^{\frac{1}{3}}} \quad (38)$$

Considerando que:

$$K = \frac{3}{4}\pi \left( \frac{1 - \nu_1^2}{\pi E_1} + \frac{1 - \nu_2^2}{\pi E_2} \right), \quad R = \frac{R_1 R_2}{R_1 + R_2} \quad (39)$$

De acuerdo con la geometría esférica cuando las superficies de contacto se mantienen dentro de un área considerable por fuerzas de superficie, los esfuerzos en el contorno del círculo u orilla de contacto son de tensión mientras que en el centro del área de contacto se presentan esfuerzos compresivos. En observaciones experimentales mediante interferometría óptica se determinó que la relación carga-desplazamiento se establece de acuerdo con:

$$\delta = \frac{2}{3} \frac{P}{K a_1} \quad (40)$$

Por lo tanto, para el proceso de descarga de  $P_1$  a  $P_0$ :

$$U_2 = \int_{P_0}^{P_1} \frac{2}{3} \frac{P}{K a_1} dP = \frac{1}{3 K^{\frac{2}{3}} R^{\frac{1}{3}}} \left[ \frac{P_1^2 - P_0^2}{P_1^{\frac{1}{3}}} \right] \quad (41)$$

De esta forma la energía elástica almacenada será:

$$U_E = U_1 - U_2 = \frac{2}{5} \frac{P_1^{\frac{5}{3}}}{K^{\frac{2}{3}} R^{\frac{1}{3}}} - \frac{1}{3 K^{\frac{2}{3}} R^{\frac{1}{3}}} \left[ \frac{P_1^2 - P_0^2}{P_1^{\frac{1}{3}}} \right] = \frac{1}{K^{\frac{2}{3}} R^{\frac{1}{3}}} \left[ \frac{1}{15} P_1^{\frac{5}{3}} + \frac{1}{3} P_0^2 P_1^{-\frac{1}{3}} \right] \quad (42)$$

Por otra parte, la energía mecánica potencial de la carga aplicada  $P_0$  es:

$$\begin{aligned} U_M = -P_0 \delta_2 &= -P_0 \left[ \delta_1 - \frac{2(P_1 - P_0)}{3 K a_1} \right] = -P_0 \left[ \frac{P_1^{\frac{2}{3}}}{K^{\frac{2}{3}} R^{\frac{1}{3}}} - \frac{2}{3} \left( \frac{K}{R P_1} \right)^{\frac{1}{3}} \frac{(P_1 - P_0)}{K a_1} \right] \\ &= \frac{-P_0}{K^{\frac{2}{3}} R^{\frac{1}{3}}} \left[ \frac{1}{3} P_1^{\frac{2}{3}} + \frac{2}{3} P_0 P_1^{-\frac{1}{3}} \right] \end{aligned} \quad (43)$$

Con lo que la energía de superficie es:

$$U_s = -\gamma \pi a_1^2 = -\gamma \pi \left( \frac{R P_1}{K} \right)^{\frac{2}{3}} \quad (44)$$

Entonces la energía total:

$$\begin{aligned} U_T &= U_E + U_M + U_s \\ &= \frac{1}{K^{\frac{2}{3}} R^{\frac{1}{3}}} \left[ \frac{1}{15} P_1^{\frac{5}{3}} + \frac{1}{3} P_0^2 P_1^{-\frac{1}{3}} \right] + \frac{-1}{K^{\frac{2}{3}} R^{\frac{1}{3}}} \left[ \frac{1}{3} P_0 P_1^{\frac{2}{3}} + \frac{2}{3} P_0^2 P_1^{-\frac{1}{3}} \right] + -\gamma \pi \left( \frac{R P_1}{K} \right)^{\frac{2}{3}} \end{aligned} \quad (45)$$

Por lo tanto, en el equilibrio buscado:

$$\frac{dU_T}{da_1} \approx \frac{dU_T}{dP_1} = \frac{P_1^{-\frac{4}{3}}}{9K^{\frac{2}{3}}R^{\frac{1}{3}}} [P_1^2 - P_0^2 - 2P_1P_0 + 2P_0^2 - 6\gamma\pi RP_1] = 0 \quad (46)$$

La solución de la igualdad con cero debe considerar que la carga aparente  $P_1$  que actúa entre dos cuerpos elásticos de energía de superficie  $\gamma$  es más grande que la carga aplicada  $P_0$ . De acuerdo con la solución de la Ec. 46 la Ec. 34 se puede modificar para obtener el efecto de la energía superficial  $\gamma$ :

$$a_0^3 = \frac{R}{K} \left( P + 3\gamma\pi R + \sqrt{\{6\gamma\pi RP + (3\gamma\pi R)^2\}} \right) \quad (47)$$

Donde si  $\gamma = 0$  se regresa a la Ec. 34. Así, una solución real de la Ec. 47 debe cumplir que:

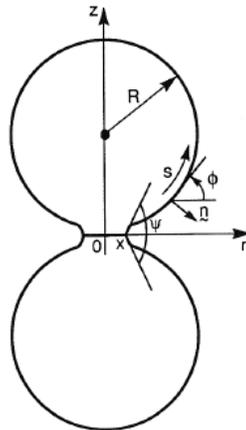
$$P \geq -\frac{3}{2}\gamma\pi R \quad (48)$$

Y la separación de las esferas se encuentra justo cuando:

$$P = -\frac{3}{2}\gamma\pi R \quad (49)$$

### 3.4 MODELO MATEMÁTICO DEL CÁLCULO DE LA DEFORMACIÓN DE CUELLOS INTERPARTÍCULAS POR TERMOFLUENCIA CONTROLADA POR DIFUSIÓN [52].

De acuerdo con el plano circular formado entre dos partículas que inicialmente se suponen del mismo radio, se presenta un sistema simétrico con respecto al eje axial, es decir, en la dirección perpendicular al plano circular donde la formación de la unión del material de las partículas se denomina cuello. AL establecer un sistema de coordenadas cilíndrico con un modelo axisimétrico  $(r, z)$  con centro en el plano circular, se define que el diámetro del cuello equivale a  $2x$  como lo esquematiza la Fig. 6.



**Figura 6.** Esquema de simetría de formación de cuello definiendo una orientación paralela de dos partículas.

De acuerdo con el esquema de la Fig. 6, una coordenada  $s$  definirá la posición sobre la curva de la circunferencia de la partícula a partir del inicio de la superficie libre la cual, hace referencia al trazo de un plano meridiano que definirá también el ángulo diedral  $\psi$ . Asimismo, la tangente sobre la curva en la posición de  $s$  genera la normal  $n$  hacia el exterior de la partícula.

Un análisis establecido por Johnson [64], y de forma similar por De Jonghe y Rahaman [65], indica que el gradiente de potencial químico en la frontera entre partículas está gobernado por el mecanismo de difusión de masa, tal que la densidad de flujo másico  $j_r$  por unidad de tiempo en el punto de inicio de la superficie libre ( $r = x$ ) puede formularse como:

$$j_r(x) = \frac{4D_g\Omega}{xkT} \left[ \sigma + \gamma_s K(x) + 2 \frac{\gamma_s}{x} \text{sen} \left( \frac{\psi}{2} \right) \right] \quad (50)$$

Donde  $D_g$  es el coeficiente de difusión en la frontera de partícula,  $\Omega$  es el volumen atómico,  $k$  la constante de Boltzman,  $T$  la temperatura absoluta,  $\sigma$  el esfuerzo de compresión sobre el cuello,  $\gamma_s$  la energía de superficie y  $K(x)$  es la suma de las curvaturas principales en la orilla del cuello.

En este sentido dependiendo de la forma de la superficie en el cuello, en la formulación matemática se define que si la curvatura se presenta hacia el eje axial del sistema entonces se considera negativa, en caso contrario será positiva. Finalmente, una medida de la cantidad de materia entregada a la zona del cuello por cada unidad de tiempo  $m_g$  y la rapidez de contracción debida al enlace atómico  $\dot{w}$ , ambas en función del espesor del cuello entre partículas  $\delta_g$ , se puede calcular a través de las relaciones siguientes:

$$m_g = 2\pi x \delta_g j_r(x), \quad \dot{w} = \delta_g \frac{j_r(x)}{x} \quad (51)$$

La fenomenología también implica considerar en la formulación matemática, que existe simultáneamente transporte de masa por difusión superficial a través de la curvatura libre cercana al cuello de las partículas. La masa en el área de la superficie es redistribuida por un mecanismo de difusión establecido por el gradiente de potencial químico que depende de la forma de la curva. Tal que:

$$j_s = \frac{\delta_s D_s \Omega \gamma_s}{kT} \frac{dK}{ds} \quad (52)$$

Donde la densidad de flujo se mide por unidad de volumen en un espacio definido por la superficie comprendida entre dos puntos distanciados una unidad de medida. Se considera que el espesor de la capa superficial en la que la difusión toma lugar se puede especificar con el parámetro  $\delta_s$ . A su vez  $D_s$  es el coeficiente de difusión sobre la superficie. En relación con la suma de las curvaturas principales definida por  $K$ , ésta se puede determinar como:

$$K_A = -\frac{d\phi}{ds}, \quad K_B = -\frac{(\text{sen}\phi)}{r} \quad (53)$$

Donde  $\phi$  es el ángulo que se forma entre el plano tangente en el punto elegible  $s$  con respecto al plano circular de contacto entre las partículas. Puede verse que la fenomenología implica el depósito de materia en algunos puntos de la superficie generándose un cambio de forma localizado, pero también la remoción de la materia desde donde se transportó, es decir, creándose nuevas superficies

de difusión. De tal forma que es de relativa importancia que la rapidez de desplazamiento de la materia con respecto a la normal de la superficie pueda cuantificarse.

Bouvard y McMeeking definieron que la rapidez de desplazamiento de la materia para generar nuevas superficies localizadas puede obtenerse a través de la ecuación siguiente:

$$v = -\frac{1}{2\pi r} \frac{d(2\pi r j_s)}{ds} = -\frac{1}{r} \frac{d(r j_s)}{ds} \quad (54)$$

La cual debe resolverse de forma acoplada con la Ec. 53.

De acuerdo con el tratamiento matemático el sistema formulado por las Ecs. 53 y 54, es posible plantear una solución mediante la implementación de técnicas numéricas. Las condiciones de frontera quedan establecidas por:

- El resultado del transporte de masa en el cuello hacia su superficie en términos de volumen.
- La suposición de simetría en el flujo de masa superficial por la definición del ángulo diedral.

En relación a lo anterior, la implementación de los fundamentos del proceso de sinterización definidos por las Ecs. 50 a 54 ha generado información que indica que la cinética del proceso se representa adecuadamente. Sin embargo, una limitación radica en la suposición de la simetría del cuello formado entre partículas. En consecuencia, la solución obtenida de dichas ecuaciones dependientes en cierta medida del ángulo diedral adquiere cierta incertidumbre cuando las partículas tienen diferentes tamaños. Pan *et al.* [51] desarrollaron un método numérico general para simular la evolución microestructural (partículas) controlada por la difusión en estado sólido y la migración en la frontera entre partículas en acuerdo con el análisis de Bouvard-McMeeking.

El método implementa una red de fronteras entre partículas aunado a superficies libres internas y externas. En particular, las fronteras entre partículas y las superficies libres, puede tomar cualquier forma arbitraria.

El principio utilizado para la simulación radica en que el potencial químico en la unión o límite entre la frontera de las partículas y la superficie libre es desconocido. En este sentido el principio de conservación de la materia en la vecindad de dicha unión puede utilizarse para determinarlo. Una vez cuantificado, el sistema formado por una capa superficial en la partícula se discretiza en un esquema de diferencias finitas centradas para determinar la velocidad de migración de la superficie libre. De esta forma, la velocidad de aproximación entre las dos partículas puede obtenerse analíticamente para el problema de difusión en el área circular de contacto en la frontera de partículas. Posteriormente, el perfil del sistema se actualiza utilizando un esquema de integración de Euler repitiéndose en función del número de pasos de tiempo requeridos.

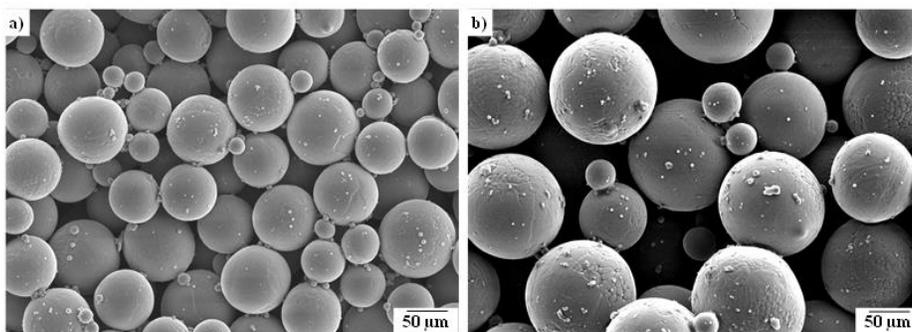
# CAPÍTULO 4

## DESARROLLO

### 4.1 ELABORACIÓN DE MUESTRAS FÍSICAS

En la elaboración de muestras se utilizaron polvos de la aleación Ti6Al4V con un grado de esfericidad elevada. Los polvos fueron fabricados por la compañía Raymor Industries Inc., ubicada en Boisbriand, Canadá, a través del proceso de atomización de alambre fundido por plasma (PWA de sus siglas en inglés). En el proceso gotas finas dispersadas de metal líquido se enfrían al caer dentro de una torre de altura considerable en una atmósfera de argón gaseoso. Una vez solidificadas las partículas adquieren la temperatura ambiente al enfriarse en contacto con una cortina de agua que cubre las paredes de la torre.

Los polvos fueron cribados para seleccionar dos distribuciones de tamaño de partículas, 20-45  $\mu\text{m}$  (referirse a la Fig. 7a) y 75-106  $\mu\text{m}$  (referirse a la Fig. 7b). Un análisis químico determinó que la composición promedio de los polvos fue: 6.35% Al, 4% V, 0.21% Fe, 0.0045% H, 0.02% N, 0.02% O, 0.01% C cerrando el balance con el contenido de Ti.



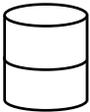
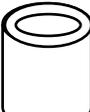
**Figura 7.** Micrografías obtenidas por microscopía electrónica de barrido (MEB) de polvos de aleación Ti6Al4V en dos distribuciones de tamaño de partícula: a) 20-45  $\mu\text{m}$  y b) 75-106  $\mu\text{m}$ .

**SIMULACIONES NUMÉRICAS POR ELEMENTOS DISCRETOS DEL SINTERIZADO DE SISTEMAS COMPLEJOS  
PARA LA FABRICACIÓN DE MATERIALES ARQUIESTRUCTURADOS**

De ambas distribuciones se estimó la masa para obtener muestras de 10 mm de diámetro y 12 mm de altura, respectivamente. Puesto que el principal objetivo de este estudio fue obtener materiales porosos, los polvos se vertieron en crisoles de zirconia (óxido de circonio) solo ejerciendo una ligera vibración y presión en la superficie a través de un pistilo. Una serie de 4 muestras se sinterizaron en un dilatómetro vertical *Linseis L75* (Equipo fabricado por Linseis Messgeraete GmbH, ubicada Selb, Alemania), a 1260 °C durante un tiempo de 5 minutos en una atmósfera de Argón de lata pureza (99.999%). Posteriormente se enfriaron a una rapidez constante de 20 °C min<sup>-1</sup>. La Tabla 1 resume los tipos y condiciones de la fabricación de las muestras sujetas a análisis identificadas por una nomenclatura adoptada.

De acuerdo con la cantidad de muestras elaboradas de cada serie, se utilizaron tres para los ensayos mecánicos y la muestra restante fue preparada para microscopia electrónica de barrido (MEB) seccionando la muestra y puliendo la superficie mediante la técnica metalográfica habitual.

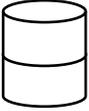
**Tabla 1.** Características y nomenclatura de las muestras elaboradas para el análisis con MEB y ensayos de compresión. Se elaboraron series de cuatro muestras de 10 mm de diámetro y 12 mm de altura.

| Tipo de Muestra   | Tamaño de partícula, $\mu\text{m}$               | Rapidez de calentamiento, °C/min | Nomenclatura | Metodología de elaboración   |
|---|--|----------------------------------|--------------|--|
|   | 20–45<br>(fracción volumen:1)                    | 5                                | MSP-5        | Muestras monolíticas elaboradas vertiendo las partículas en un crisol de zirconio, vibrando y posteriormente presionando ligeramente la superficie con un pistilo de zirconio.   |
|   |  | 15                               | MSP-15       |  |
|   |  | 25                               | MSP-25       |  |
|   | 75–106<br>(fracción volumen: 1)                  | 5                                | MCP-25       |  |
|   |  | 15                               | MCP-25       |  |
|   |  | 25                               | MCP-25       |  |
|  | 20–45<br>(fracción volumen superior: 0.5)        | 5                                | BA-5         | Las muestras bicapa en dirección axial se elaboraron vertiendo inicialmente los polvos de tamaño de partícula menor en un crisol de zirconio, vibrando y presionando la superficie de la capa con un pistilo de zirconio. A continuación, se vertieron las partículas de mayor tamaño nuevamente repitiendo el proceso de vibrado y presión.   |
|   | 75–106<br>(fracción volumen inferior: 0.5)       | 15                               | BA-15        |  |
|   |  | 25                               | BA-25        |  |
|  | 75–106<br>(fracción volumen del núcleo: 0.25)    | 5                                | BR-5         | Las muestras bicapa en dirección radial se elaboraron utilizando un tubo de cuarzo de 5 mm de diámetro interno colocándolo en el centro de un crisol de zirconio. Después se vertieron los polvos de mayor tamaño en el interior y los polvos de menor tamaño se vertieron en el exterior del tubo. Posteriormente, el tubo de cuarzo fue extraído y se presionó ligeramente la superficie con un pistilo de zirconio. |
|   | 20–45<br>(fracción volumen de la cubierta: 0.75) | 15                               | BR-15        |  |
|   |  | 25                               | BR-25        |  |

Adicionalmente se elaboraron muestras con diámetros de 1 y 2 milímetros que se utilizaron para realizar análisis de visualización a pequeña escala mediante tomografías. Las características de las muestras y su método de elaboración se detallan en la Tabla 2.

**SIMULACIONES NUMÉRICAS POR ELEMENTOS DISCRETOS DEL SINTERIZADO DE SISTEMAS COMPLEJOS  
PARA LA FABRICACIÓN DE MATERIALES ARQUIESTRUCTURADOS**

**Tabla 2.** Características y nomenclatura de las muestras utilizadas para análisis de visualización del estado de las partículas mediante tomografías. Se elaboraron muestras de 1 y 2 milímetros de diámetro.

| Tipo de muestra   | Tamaño de partícula, $\mu\text{m}$  | Rapidez de calentamiento $^{\circ}\text{C min}^{-1}$ | Nomenclatura | Metodología de elaboración   |
|---|---|--|--------------|--|
|  | 75–106<br>(fracción volumen superior: 0.5)<br>20–45<br>(fracción volumen inferior: 0.5)           | 25   | TBA-25       | La muestra se elabora vertiendo partículas finas en un crisol de 1 mm de diámetro y ejerciendo una presión ligera sobre la superficie con una barra de vidrio. Posteriormente, se vertieron las partículas de mayor tamaño repitiendo el proceso de presión anterior.  |
|  | 75–106<br>(fracción volumen del núcleo: 0.25)<br>20–45<br>(fracción volumen de la cubierta: 0.75) | 25   | TBR-25       | La elaboración de la muestra requiere del uso de dos tubos capilares de cuarzo. En el primero de ellos de 1 mm de diámetro se vierten los polvos de mayor tamaño, posteriormente, en esta condición el tubo se coloca al centro de otro tubo de 2 mm de diámetro donde también se vierten las partículas de menor tamaño. Finalmente, el tubo interior se extrae cuidadosamente. |

## 4.2 CARACTERIZACIÓN DE MUESTRAS

### 4.2.1 VISUALIZACIÓN MEDIANTE MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (MEB)

En el procedimiento de preparación de las muestras para MEB se realizó un corte longitudinal para obtener una sección de media caña. Sin realizar un montaje se desbastó la superficie expuesta con secuencias de grado de papel abrasivo. Finalmente, la muestra fue pulida en paño utilizando una suspensión de alúmina, con tamaño promedio de partículas de 50 nm, como abrasivo.

Después de la preparación de superficie las muestras se sometieron a una limpieza en baño ultrasónico por un periodo de 30 minutos. La mayor parte de la alúmina fue eliminada, sin embargo, una proporción significativa se mantuvo ubicada en los poros de la muestra. Las imágenes micrográficas del estado estructural de las partículas fueron obtenidas a través de un microscopio de emisión de campo *Tescan MIRA 3 LMU*.

### 4.2.2 MICROTOMOGRAFÍA DE RAYOS-X (MICRO-CT)

Las imágenes virtuales tridimensionales de las muestras de partículas sinterizadas se adquirieron con microscopio provisto de rayos X, *Zeiss Xradia 510 Versa 3D*. El microscopio fue operado con una intensidad de haz de 120 kV que incidió sobre la muestra en planos sobre los 360° que representa una rotación sobre su eje axisimétrico. Se adquirieron cerca de 1600 proyecciones con una cámara científica que contiene un dispositivo de carga acoplada (CCD de sus siglas en inglés), con una resolución máxima de imagen de 1024 x 1024 pixeles para tamaños de *voxel* de 1 y 2  $\mu\text{m}$ .

## SIMULACIONES NUMÉRICAS POR ELEMENTOS DISCRETOS DEL SINTERIZADO DE SISTEMAS COMPLEJOS PARA LA FABRICACIÓN DE MATERIALES ARQUIESTRUCTURADOS

Dependiendo del tamaño de la muestra el tiempo de adquisición se incrementa puesto que se incrementa el tiempo de exposición. En particular, debido a que se deseaba analizar con detalle la estructura de los poros originados en contraste con las partículas sinterizadas, fue necesario realizar adquisiciones con un tamaño de *voxel* de  $2\mu\text{m}$ .

Como parte del alcance descriptivo a través de la técnica es posible determinar la posición relativa de las partículas y con ello el estado de su interacción física en cada muestra. Al respecto, las referencias en el espacio de cada partícula se definen estableciendo un centro geométrico evaluando su grado de esfericidad, es decir, determinando un radio aproximado de esfera. La base de datos generada puede utilizarse para definir virtualmente un estado previo de dispersión de las partículas antes de confinarse en una condición de densidad aparente (compactación sin presión). Esta metodología de reconstrucción puede ser implementada como método de validación de los modelos matemáticos incluidos en los algoritmos de programa *dp3D*.

### 4.2.3 EVALUACIÓN DE PROPIEDADES MECÁNICAS

Las muestras de 12 mm de altura y 10 mm de diámetro fueron preparadas para evaluar las propiedades mecánicas de rigidez (módulo de elasticidad) y esfuerzo de fluencia, de las curvas esfuerzo-deformación. Las superficies transversales superior e inferior se pulieron para obtener paralelismo con las plataformas de ensayo. Los ensayos se realizaron de acuerdo con el procedimiento estándar ASTM D695-02 a través de una máquina de ensayos universal *Instron 1150*, a una rapidez de cabezal de  $0.5\text{ mm min}^{-1}$ . El esfuerzo registrado fue calculado corrigiendo el área de la superficie de contacto de la muestra asumiendo que el volumen se mantuvo constante durante la compresión. Por otra parte, la deformación se calculó como la razón del desplazamiento axial (considerando la corrección por rigidez de la máquina) respecto a la longitud inicial de la muestra.

## 4.3 SIMULACIÓN COMPUTACIONAL

### 4.3.1 SIMULACIÓN DE LA PERMEABILIDAD

Las propiedades de flujo de fluidos a través de las muestras porosas se estimaron por medio de simulación computacional de la permeabilidad en los poros interconectados. Las imágenes 3D obtenidas por la técnica de tomografía se procesaron para convertirse en archivos con formato binario que pueden acoplarse al entorno del programa computacional *Avizo*®. Antes de realizar la simulación de flujo se realizaron cortes para considerar imágenes de  $20 \times 20 \times 20$  voxels y optimizar el tiempo de cálculo una vez que se calcula el volumen de poros. Fue necesario incrementar el número de *voxels* gradualmente por lado de la imagen para encontrar el volumen mínimo en el cual, la densidad relativa se mantuviera constante por efecto de los cambios de tamaño de partícula en la estructura bicapa. Se determinó que un tamaño de  $300 \times 300 \times 300$  *voxels* constituía un esquema adecuado para la simulación utilizando las propiedades físicas de la sangre para identificar el fluido a transportarse.

Las simulaciones en el programa *Avizo* se estructuraron considerando la ley de Darcy y resolviendo las ecuaciones de Navier-Stokes a través del método de volumen finito. Como ya se ha mencionado se consideró como fluido a la sangre en un estado de una sola fase e incompresible. Además, se consideró un comportamiento newtoniano en un régimen de flujo laminar. La magnitud promedio de

la viscosidad del fluido se definió en 0.0045 Pa s. Las condiciones de frontera especificadas en los extremos de la muestra del eje axisimétrico fueron de entrada en la superficie inferior de 130 kPa y de salida en la superficie superior de 100 kPa.

#### 4.3.2 SIMULACIÓN DE LA CONSTITUCIÓN DE MUESTRAS

Una propuesta de validación de los modelos matemáticos la constitución de muestras se fundamenta en el procesamiento de datos de: la posición relativa de los centros geométricos de las partículas y, de sus respectivos radios; de acuerdo con un cierto grado de esfericidad determinado en el análisis de microtomografía. Al respecto, la posición relativa de cada partícula puede ser determinada en un sistema de coordenadas rectangular.

El desarrollo de este análisis considerando el uso del programa *dp3D*, requiere la definición de un estado de dispersión de las partículas “sin contacto” previo al estado final de densidad aparente. Es decir, se debe generar información de posiciones de las partículas en el que respecto a su tamaño no interactúen físicamente. En este sentido, se implementa una estrategia de separación de partículas, con similitud al estado de moléculas de un gas dispersas y distribuidas en un espacio confinado de dimensiones finitas.

En ambos casos, una vez obtenido el archivo de coordenadas fuente para *dp3D*, se utilizaron principalmente dos módulos del programa y diversas herramientas auxiliares. El modo “*jamming*” se utilizó para definir las características de compactación y el modo “*sintering*” para el proceso de unión de partículas definiendo una rampa de calentamiento. Con respecto a las herramientas auxiliares se utilizaron las funciones: *cdp3D*, *ddp3D* y *vdp3D*. El primero se utilizó para manipular el espacio confinado de modelación y los dos restantes se utilizaron para el análisis gráfico de datos en el post-procesamiento.

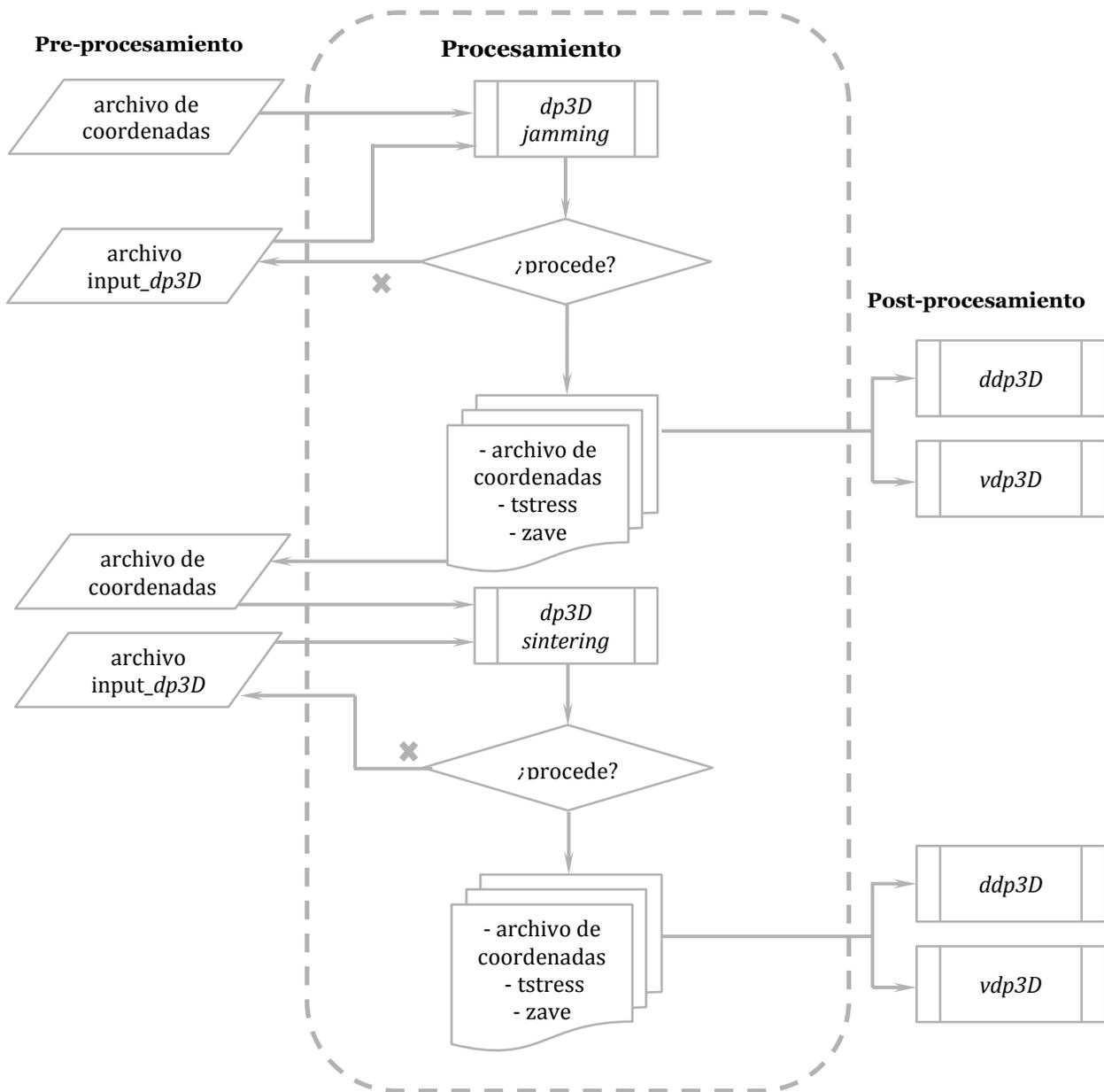
En la Fig. 8 se presenta la carta de flujo de las etapas de trabajo en el programa *dp3D*. La estructuración de los archivos de coordenadas y los archivos *input\_dp3D* representan el componente crítico de la simulación. En esta etapa de pre-procesamiento o de definición de la información necesaria para el cálculo, la especificación adecuada deriva en resultados coherentes.

El archivo de coordenadas puede ser evaluado mediante una representación gráfica obtenida con las herramientas de post-procesamiento. En particular, es posible ejecutar una instancia del programa *vdp3D* para utilizar los programas de licencia libre *RasMol* [49] u *Ovito* [50] para visualizar las estructuras. Las imágenes tridimensionales pueden ser procesadas con limitaciones únicamente para visualización; dada la capacidad actual de desarrollo de los programas con carácter GNU. Sin embargo, son de gran utilidad para detectar anomalías de intrusión entre partículas mediante códigos de color. Asimismo, pueden procesarse las imágenes de las ejecuciones.

De acuerdo con las bases teóricas en las que se fundamenta *dp3D* (referirse al capítulo 3), se definió el modelo de fricción Hertz-Mindlin y el de adhesión DMT respectivamente, para las leyes de contacto en la simulación de la compactación. En el proceso se evaluó la capacidad de compactación a baja presión y a la presión normal de 1 atm.

Subsecuentemente para el modelado de la sinterización se definió el uso del modelo Bouvard-Pan en conjunto con los modelos de: fricción “Coulomb” y de adhesión “JKR”, respectivamente, para las leyes de contacto (referirse al capítulo 3). En el procesamiento se establecieron los parámetros

adecuados para la obtención de una solución estable permitiendo modificar solo el tiempo del proceso de sinterización en función de una rampa de calentamiento.



**Figura 8.** Carta de flujo del procesamiento de datos para las etapas de análisis en el programa dp3D.

Durante el procesamiento es posible instruir el registro de diversos archivos de coordenadas. Cada archivo puede ser asociado a un cierto paso de cálculo. Esta característica secuencial permite evaluar la evolución en cada etapa de cálculo y puede utilizarse para generar un archivo de película a través de agrupar la visualización de imágenes ordenadas. La secuencia puede obtenerse con las vistas de proyección del modelo completo o en planos específicos con lo cual, es posible evidenciar el grado de interacción entre las partículas en diversos esquemas de la microestructura generada.

Alternativamente, a través de la aplicación *ddp3D* pueden generarse trazos de curvas relacionando dos variables de interés de acuerdo con el tipo de resultados. De forma general, es posible definir

gráficos de datos por dispersión o por barras. El programa *ddp3D* se auxilia con el desarrollo *gnuplot* [48] para la visualización. En el proceso, los datos de interés son extraídos de los archivos *tstress* y *zave* que se generan en cada ejecución. De tal forma que estos archivos constituyen la base de datos de resultados originados en cada caso de estudio y su análisis constituye la etapa post-procesamiento. En resumen, para el desarrollo de este trabajo se realizó:

- La generación de gráficos 3D para evaluar la evolución de las etapas de compactación sin presión y sinterización en los casos virtuales y de la referencia experimental.
- La generación de curvas en gráficos 2D para evaluar el comportamiento de las variables dependientes de los sistemas.
- La validación cualitativa de los resultados de la simulación computacional con respecto a la referencia experimental, a través de la comparación de gráficos 3D de planos generados con herramientas de visualización.

En casos de análisis previos a la reproducción virtual de las muestras físicas, la herramienta *cdp3D – gas* de *dp3D*, se utilizó para generar una nube de partículas dispersas en una distribución de tamaños definida por un modo de distribución estadístico que se caracteriza por un cierto grado de curtosis. Bajo una relación de aspecto de un espacio confinado (cilindro) se determinó la densidad de partículas considerando un cierto número de ellas en la distribución. El cálculo de la densidad relativa se asoció a los volúmenes del espacio y de las partículas. La distribución generada puede utilizarse para definir un agregado semi-compacto permitiendo que las partículas se acomoden al reducir espacios entre ellas con limitadas opciones de desplazamiento [37]. La metodología de cálculo se detalla en el apéndice A.

Cabe recordar que se evalúa la posibilidad de crear estructuras integrales o arquitectura de estructuras con gradiente tanto de partículas como de espacios no ocupados denominados porosidad. Es decir, estructuras en las que una distribución entre mesocurtosis a platycurtosis de tamaños de partícula, se crea intencionalmente para proveer una arquitecturación con propiedades características; tal como una estructura ósea. La distribución puede no ser general y localizarse en una interfaz que hace posible una transición en los cambios de propiedades o funciones de un componente; considerando que la porosidad puede estar interconectada al igual que las partículas cuando se somete al agregado a un proceso de sinterización.

La Tabla 3 define una matriz de condiciones de casos de estudio preliminares a la generación de un diseño de propósito particular. A partir de estos casos de “prueba” fue útil determinar que para la simulación de arreglos cilíndricos, compuestos y no compuestos (en capas), la especificación de objetos de pared circular para retener los arreglos es estrictamente necesaria para mantener la confinación y la forma de una muestra. De esta forma, se establece que esta condición debe prevalecer en la frontera más externa durante los procesos de la simulación de la compactación. La frontera entre capas concéntricas y en dirección axial solo se define por la interfaz de la capa de partículas, es decir, sin representación de ninguna barrera física.

Por otra parte, secuencialmente se definieron casos de análisis, algunos listados en la Tabla 4, para evaluar la evolución del proceso de sinterización. En estos ejercicios se propuso una rampa de calentamiento con una etapa inicial con un ascenso de la temperatura a una razón de  $0.5\text{ }^{\circ}\text{C s}^{-1}$  y un lapso a la máxima temperatura elegida ( $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) seguido de una alta rapidez de enfriamiento. El lapso puede ser variable en función de las propiedades asociadas con los mecanismos difusionales de transporte del material bajo estudio.

**SIMULACIONES NUMÉRICAS POR ELEMENTOS DISCRETOS DEL SINTERIZADO DE SISTEMAS COMPLEJOS  
PARA LA FABRICACIÓN DE MATERIALES ARQUIESTRUCTURADOS**

*Tabla 3. Matriz de casos de estudio preliminares de compactación.*

| Ejecución  | Diámetro promedio en sistema de partículas  | <i>dp3D</i>  |         |                    |                      |  |
|------------|---|--|---------|--------------------|----------------------|--|
|            |   | módulo   | modo    | Modelo de fricción | Modelo de adherencia | Parámetros relevantes  |
| <b>P1</b>  | 18 $\mu\text{m}^*$                          | <i>cdp3D-gas</i>   | ninguno | ninguno            | ninguno              | packing_density<br>0.2<br>boundary_conditions<br>0x0y0z<br>simulation box size x=<br>y= z= (variable)<br>size distribution<br>• normal<br>• plus-minus<br>number (variable)<br>particle_size<br>deviation 0.005* y 0.3 |
| <b>P2</b>  | 65 $\mu\text{m}^*$                          |  |         |                    |                      |  |
| <b>P3</b>  | 18 $\mu\text{m}$ y 65 $\mu\text{m}^*$       |  |         |                    |                      |  |
| <b>P4</b>  | 65 $\mu\text{m}^*$                          |  |         |                    |                      |  |
| <b>P5</b>  | 18 $\mu\text{m}^*$                          |  |         |                    |                      |  |
| <b>P6</b>  | 18 $\mu\text{m}$<br>Distribución normal     |  |         |                    |                      |  |
| <b>P7</b>  | 18 $\mu\text{m}$<br>Distribución plus_minus |  |         |                    |                      |  |
| <b>P8</b>  | 65 $\mu\text{m}$<br>Distribución normal     |  |         |                    |                      |  |
| <b>P9</b>  | 65 $\mu\text{m}$<br>Distribución plus_minus |  |         |                    |                      |  |
| <b>P10</b> | <b>P6 + P8</b>                              |  |         |                    |                      |  |
| <b>P11</b> | <b>P7 + P9</b>                              |  |         |                    |                      |  |
| <b>P12</b> | 65 $\mu\text{m}$<br>Distribución plus_minus | <i>cdp3D-gas</i><br><i>cdp3D-cut_cyl</i><br><i>cdp3D-merge</i><br><i>cdp3D-trans</i> | ninguno | ninguno            | ninguno              |  |
| <b>P13</b> | 18 $\mu\text{m}$<br>Distribución plus_minus |  |         |                    |                      |  |
| <b>P1</b>  | 18 $\mu\text{m}^*$                          |  |         |                    |                      |  |
| <b>P2</b>  | 65 $\mu\text{m}^*$                          |  |         |                    |                      |  |
| <b>P3</b>  | 18 $\mu\text{m}$ y 65 $\mu\text{m}^*$       |  |         |                    |                      |  |
| <b>P4</b>  | 65 $\mu\text{m}^*$                          |  |         |                    |                      |  |
| <b>P5</b>  | 18 $\mu\text{m}^*$                          |  |         |                    |                      |  |
| <b>P6</b>  | 18 $\mu\text{m}$<br>Distribución normal     |  |         |                    |                      |  |
| <b>P7</b>  | 18 $\mu\text{m}$<br>Distribución plus_minus |  |         |                    |                      |  |
| <b>P8</b>  | 65 $\mu\text{m}$<br>Distribución normal     |  |         |                    |                      |  |
| <b>P9</b>  | 65 $\mu\text{m}$<br>Distribución plus_minus |  |         |                    |                      |  |
| <b>P10</b> | <b>P6 + P8</b>                              |  |         |                    |                      |  |
| <b>P11</b> | <b>P7 + P9</b>                              |  |         |                    |                      |  |
| <b>P12</b> | 65 $\mu\text{m}$<br>Distribución plus_minus |  |         |                    |                      |  |
| <b>P13</b> | 18 $\mu\text{m}$<br>Distribución plus_minus |  |         |                    |                      |  |

**SIMULACIONES NUMÉRICAS POR ELEMENTOS DISCRETOS DEL SINTERIZADO DE SISTEMAS COMPLEJOS  
PARA LA FABRICACIÓN DE MATERIALES ARQUIESTRUCTURADOS**

**Tabla 4. Matriz de casos de estudio preliminares de sinterización.**

| Ejecución      | Diámetro promedio en sistema de partículas    | <i>dp3D</i>  |                 |         |                    |                      | Parámetros relevantes |   |
|----------------|---|--|-----------------|---------|--------------------|----------------------|-----------------------|---|
|                |   | módulo   | modo            | modelo  | Modelo de fricción | Modelo de adherencia |                       |   |
| <b>P1 (E1)</b> | 18 $\mu\text{m}^*$                            | <i>cdp3D</i> –<br><i>gas</i>                                     | ninguno         |         |                    | ninguno              | ninguno               | packing_density<br>0.2<br>boundary_conditions 0x0y0z<br>simulation box size x= y= z=<br>size distribution<br>plus-minus<br>number<br>particle_size<br>deviation |
| <b>P2 (E1)</b> | 65 $\mu\text{m}^*$                            |  |                 |         |                    |                      |                       |   |
| <b>P3 (E1)</b> | 18 $\mu\text{m}$ y 65 $\mu\text{m}^*$         | <i>cdp3D</i> –<br><i>gas</i><br><i>cdp3D</i> –<br><i>merge</i>   |                 |         |                    |                      |                       |   |
| <b>P4 (E2)</b> | 20-45 $\mu\text{m}$ y<br>75-106 $\mu\text{m}$ | <i>cdp3D</i> –<br><i>merge</i><br><i>cdp3D</i> –<br><i>trans</i> |                 |         |                    |                      |                       |   |
| <b>C1</b>      | 18 $\mu\text{m}^*$                            | <i>dp3D</i>  | jamming         | ninguno |                    | Hertz-<br>Mindlin    | DMT                   | periodic_conditions 1x1y1z<br>epsvdot = 0.1E-9<br>epsxdot=0.1E-3<br>epsydot=0.1E-3<br>epszdot=0.1E-3<br>pressure=0.2E5  |
| <b>C2</b>      | 65 $\mu\text{m}^*$                            |  |                 |         |                    |                      |                       |   |
| <b>C3</b>      | 18 $\mu\text{m}$ y 65 $\mu\text{m}^*$         |  |                 |         |                    |                      |                       |   |
| <b>C4</b>      | 18 $\mu\text{m}$                              |  |                 |         |                    |                      |                       |   |
| <b>C5</b>      | 65 $\mu\text{m}$                              |  |                 |         |                    |                      |                       |   |
| <b>C6</b>      | 18 $\mu\text{m}$ y 65 $\mu\text{m}$           |  |                 |         |                    |                      |                       |   |
| <b>C7</b>      | 20-45 $\mu\text{m}$ y<br>75-106 $\mu\text{m}$ |  |                 |         |                    |                      |                       |   |
| <b>S1</b>      | 18 $\mu\text{m}$                              | sintering  | Pan-<br>Bouvard |         |                    | Coulomb              | JKR                   | periodic_conditions 1x1y1z<br>temperatures<br>frict(1,1)  |
| <b>S2</b>      | 65 $\mu\text{m}$                              |  |                 |         |                    |                      |                       |   |
| <b>S3</b>      | 18 $\mu\text{m}$ y 65 $\mu\text{m}$           |  |                 |         |                    |                      |                       |   |
| <b>S4</b>      | 20-45 $\mu\text{m}$ y<br>75-106 $\mu\text{m}$ |  |                 |         |                    |                      |                       |   |

#### 4.3.3 EVALUACIÓN CUALITATIVA DE REPRODUCCIÓN DE MUESTRAS

Diversas pruebas continuaron realizándose hasta implementar el mismo procedimiento de análisis a una muestra caracterizada por tomografía (último de los objetivos específicos; referirse al capítulo 1, sección 1.32.). Los datos de posición de las partículas en una condición de compactación sin presión y ligeramente sinterizados (para conservar la esfericidad de las partículas), se procesaron para crear una nube de partículas y aplicar posteriormente las funciones de compactación sin presión y sinterización a través del programa *dp3D*.

En el procedimiento de reproducción fue necesario ensamblar grupos de partículas, de forma similar al proceso de creación de capas, como consecuencia de la cantidad de datos procesables en función del número de partículas que conformen un corte en la muestra. Esta condición requiere tener una referencia adecuada de la orientación de los cortes en el programa del tomógrafo para el ensamble posterior. Además, de que es necesario un grado de depuración que permita eliminar segmentos de particular al repartir adecuadamente las partículas en las fronteras.

Como parte del procedimiento de conformación se debe definir la ausencia de contacto entre las partículas, lo cual requiere de una estrategia de desplazamiento similar a una función de presentación de ensambles en modo de explosión dentro de un dibujo CAD.

## **SIMULACIONES NUMÉRICAS POR ELEMENTOS DISCRETOS DEL SINTERIZADO DE SISTEMAS COMPLEJOS PARA LA FABRICACIÓN DE MATERIALES ARQUIESTRUCTURADOS**

En una primera aproximación una estrategia adoptada para conservar el diámetro total de la muestra consistió en la aplicación de un factor de escalamiento para reducir el diámetro de las partículas. Las intrusiones entre partículas aun presentes después del escalamiento fueron procesadas particularmente para que, de esta forma, fuera posible ejecutar los módulos de *dp3D* y realizar la simulación de: ensamble, compactación a través de nubes de partículas y de sinterización parcial.

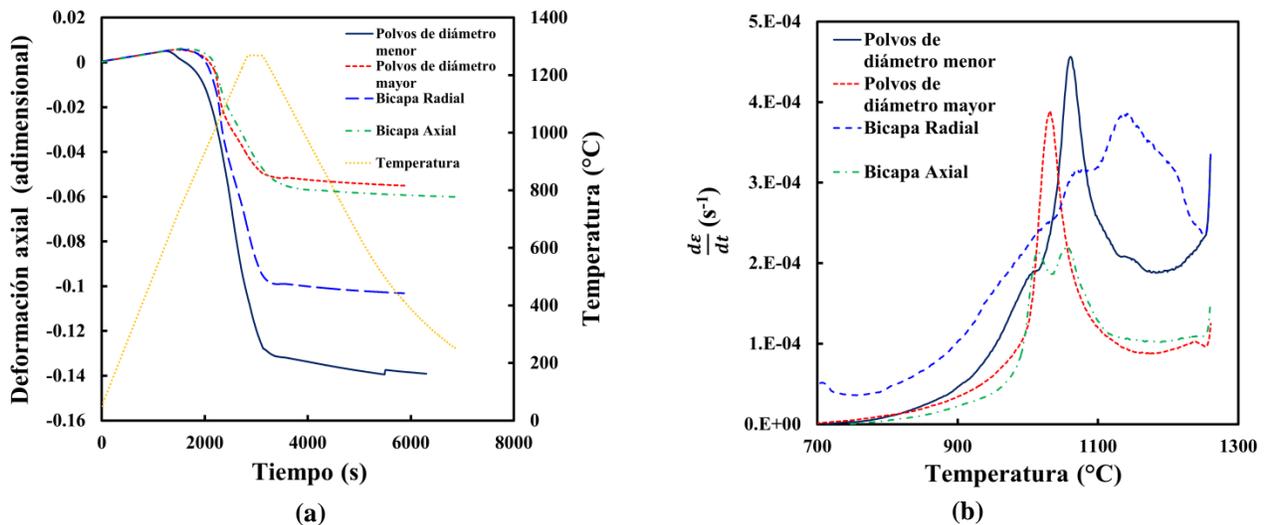
Alternativamente, resulta complejo generar un algoritmo para generar un proceso de desplazamiento de las partículas para evitar el escalamiento. En este caso, considerando el sistema axisimétrico diseñado en este proyecto puede deducirse la estrategia de separación de partículas conservando la geometría del cilindro se debe realizar solo en la dirección axial. Sin embargo, en este proyecto se presenta una propuesta que puede ser sujeta a pruebas en trabajos futuros de esta línea de investigación. Los detalles del algoritmo pueden consultarse en el Apéndice B.

# CAPÍTULO 5

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### 5.1 CINÉTICA DE LA SINTERIZACIÓN

La curva del ciclo térmico definido para el proceso de sinterización se describe a través d curvas en los gráficos de la Fig. 9.



**Figura 9.** (a) Deformación axial como una función del tiempo y la temperatura durante el ciclo de sinterización y (b) rapidez de deformación como una función de la temperatura durante el calentamiento a una rapidez de 25 °C min<sup>-1</sup>. Ciclos aplicados a las muestras MSP-25, MCP-25, BA-25, BR-25.

En la Fig. 9a se presenta el trazo de las curvas deformación axial versus tiempo registradas en el dilatómetro durante el ciclo térmico definido (línea segmentada en amarillo) para la sinterización de las muestras MSP-25, MCP-25, BA-25, BR-25. Todas las muestras muestran tendencias similares. Puede notarse que en un inicio presentan una deformación positiva debida a la dilatación del material. Sin embargo, a medida que la temperatura supera los 600 °C inicia el proceso contrario (deformación negativa) debido a la eliminación de poros por un ajuste de la distribución de las

partículas. En los breves minutos en los que la temperatura permanece constante a 1260 °C la deformación negativa continúa de forma exponencial. En particular, puede notarse que la muestra de polvos con diámetro menor (curva: línea negra continua) se contrae a temperatura más baja que la muestra de polvos de diámetro mayor (curva: línea roja segmentada), esta característica indica que la sinterización se inició con anticipación en la primera. Las partículas pequeñas poseen mayor área superficial y por lo tanto las dimensiones de contacto con otras partículas son más altas. De esta forma la energía de superficie promueve la difusión atómica desarrollándose la sinterización en esta condición de estado sólido [23]. La deformación final es 2.5 veces mayor en la muestra que contiene solo polvos de partículas de diámetro pequeño respecto a la muestra con solo polvos de diámetro mayor. Un efecto similar fue reportado para polvos de zirconio estabilizados con itrio en procesos de sinterizado acelerado [24].

Por otra parte, se aprecia que el comportamiento de las muestras bicapa es una combinación del comportamiento de las muestras elaboradas con una sola distribución de tamaño de partícula, respectivamente. De acuerdo con el análisis efectuado, el inicio de la sinterización se desarrolla en primera instancia en las capas de polvos de diámetro mayor; ya que la contracción generada por la sinterización se activa a la misma temperatura que la de la muestra con solo polvos de diámetro mayor. Sin embargo, a pesar de que la sinterización se activa al mismo tiempo, se nota un claro efecto de la posición de la capa porque la deformación final es mayor cuando se utiliza la configuración radial. Esto indica que los polvos de diámetro menor inducen esfuerzos en la interfaz entre las capas lo cual, acelera la contracción. En el seno de cada capa la sinterización se desarrolla independientemente, aunque puede notarse que el comportamiento general de la muestra con bicapa axial emula estrechamente el de la muestra de solo partículas de diámetro mayor.

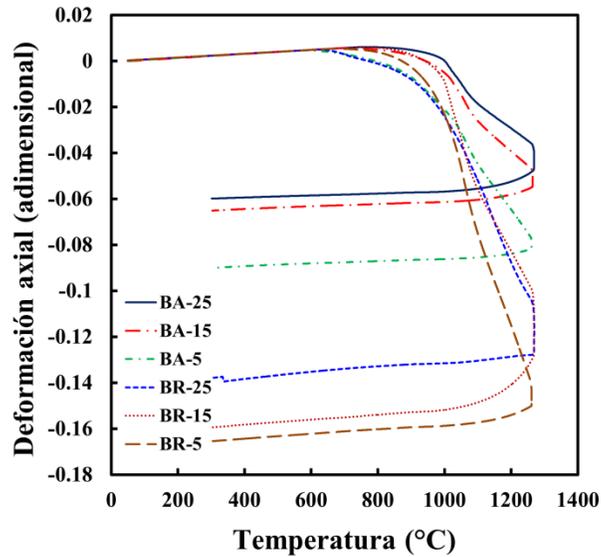
La Fig. 9b muestra el trazo de las curvas de rapidez de deformación como una función de la temperatura durante el calentamiento de las muestras a una razón de 25 °C min<sup>-1</sup>. El análisis gráfico permite determinar que se presenta solo un valor máximo para cada muestra de un solo tipo de distribución de tamaño de partícula. Entre los dos sistemas evaluados el valor del máximo mayor se presenta en la muestra que contiene solo partículas de diámetro menor.

Una peculiaridad de la curva correspondiente a la muestra con bicapa axial (curva: línea verde segmentada) son los dos máximos locales los cuales, se presentan muy cercanamente a la temperatura en la que se presentan los máximos de las muestras con solo una distribución de tamaño de partícula, respectivamente (curvas: línea roja segmentada y línea negra continua). Esto indica que el efecto de la interfaz de capas no influye significativamente.

Por otro lado, en la muestra de capas concéntricas el valor máximo de la rapidez de deformación se obtuvo a una temperatura mayor respecto de las muestras con solo una distribución de tamaño de partícula (curva azul segmentada). Asimismo, los datos de rapidez de deformación de la muestra con bicapa radial siempre se mantuvieron más por arriba de la muestra con bicapa axial. Esto sugiere nuevamente que la sinterización se encuentra afectada por la superficie de interfaz a lo largo del eje axisimétrico lo cual, retarda la máxima rapidez de deformación.

El efecto de la velocidad de calentamiento sobre la deformación axial se muestra en la Fig. 10. Como se esperaba, una velocidad de calentamiento más lenta aumenta la deformación final y, como se ha discutido, las bicapas en la configuración radial muestran deformaciones mayores. Sin embargo, la relación entre los valores máximos de la deformación disminuye de 2.5 a 1.9 veces a medida que la velocidad de calentamiento disminuye de 25 a 5 °C min<sup>-1</sup>.

**SIMULACIONES NUMÉRICAS POR ELEMENTOS DISCRETOS DEL SINTERIZADO DE SISTEMAS COMPLEJOS  
PARA LA FABRICACIÓN DE MATERIALES ARQUIESTRUCTURADOS**



**Figura 10.** Curvas de deformación axial como función de la temperatura durante el ciclo de sinterización obtenido a velocidades de calentamiento de 5, 15 y 25 °C min<sup>-1</sup>.

Las densidades relativas de estados en verde y sinterizado de todas las muestras estudiadas, se estimaron obteniendo la masa con una balanza analítica y midiendo el volumen de los cilindros. Los valores obtenidos se enumeran en la Tabla 5. La muestra MSP-25 muestra una densidad de estado en verde más baja que la muestra MCP-25 lo cual, se esperaba puesto que las partículas más pequeñas son más difíciles de empaquetar que las más gruesas (sobre todo en conductos estrechos). Sin embargo, la densidad en estado de sinterizado es un 8% más alta para el MSP-25 porque la sinterización avanza rápidamente a medida que disminuye el tamaño de las partículas. Esto confirma los hallazgos sobre la deformación axial.

**Tabla 5.** Densidades relativas de los estados en verde y sinterizado de las diferentes muestras procesadas a rapidezces de calentamiento diferentes.

| Muestra | Densidad en verde ( $D_0$ ) | Densidad de sinterizado ( $D_f$ ) |
|---------|-----------------------------|-----------------------------------|
| MSP-25  | 0.6121                      | 0.7413                            |
| MCP-25  | 0.6257                      | 0.6902                            |
| BA-25   | 0.6008                      | 0.6949                            |
| BA-15   | 0.6033                      | 0.7003                            |
| BA-5    | 0.6004                      | 0.7178                            |
| BR-25   | 0.6000                      | 0.7308                            |
| BR-15   | 0.6016                      | 0.7516                            |
| BR-5    | 0.6021                      | 0.7859                            |

Las muestras bicapa tienen densidades relativas de estado en verde más bajas que las obtenidas para las con solo una distribución de tamaño de partícula, lo que indica que el empaquetamiento se ve afectado por la interfaz de las capas. No obstante, la densidad de estado en verde de todas las muestras de bicapa tiene el mismo valor lo cual, no se esperaba porque las diferencias en el empaquetado entre cada capa deberían afectar el empaquetado final. Los valores numéricos de la Tabla 5 demuestran que las muestras con configuración axial (BA-X) alcanzan menores densidades después de la sinterización respecto a las muestras con configuración radial (BR-X); esto independiente de la velocidad de calentamiento.

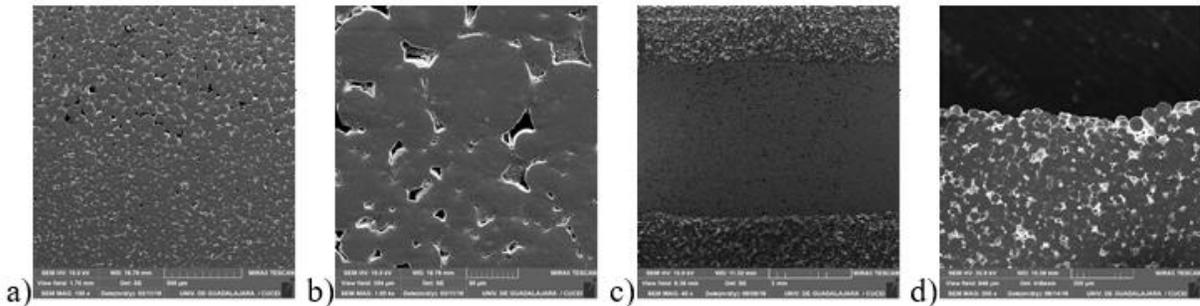
Se puede notar de forma consistente que las velocidades de calentamiento más bajas producen una alta densificación, aunque la densidad de BA-5 sea menor que la de BR-25. El valor más alto de la densidad relativa sinterizada se obtiene para la muestra BR-5, con un valor de 78.59%.

Se establece que las densidades relativas de las muestras bicapa BA-25 y BR-25 son cercanas a las de las muestras de solo una distribución de tamaño de partícula MCP-25 y MSP-25, respectivamente. Al respecto, los resultados confirman que la densificación volumétrica tiene una fuerte relación con la deformación axial medida por dilatometría como se observa en la Fig. 9a.

## 5.2 CARACTERIZACIÓN DE LA MICROESTRUCTURA

### 5.2.1 VISUALIZACIÓN A TRAVÉS DE MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (MEB)

Las microestructuras de muestras bicapa axial y radial se presentan en la Fig. 11. La muestra BA-25, Figs. 11a y 11b, muestran una clara división entre ambas capas (interfaz). La capa superior expone el dominio de la distribución de partículas de mayor diámetro asociada a una mayor densidad de poros. A pesar de la alta definición de las imágenes, con el formato 2D no es posible establecer claramente la diferencia en las características de los poros. La Fig. 11b es un acercamiento a la interfaz entre ambas capas; puede notarse que los cuellos entre las partículas están mejor desarrollados para las partículas de distribución de tamaño más pequeño y que los poros más grandes se originan en la capa superior entre las partículas de la distribución de tamaño mayor. Debido a la preparación de la superficie al cortar y pulir con partículas de alúmina como medio abrasivo, algunos poros parecen estar obstruidos.



**Figura 11.** Micrografías obtenidas por microscopía electrónica de barrido (MEB) de las muestras: a) y b) BA-25, y c) y d) BR-25, sometidas al ciclo de sinterización a la rapidez de calentamiento de  $25\text{ }^{\circ}\text{C min}^{-1}$ .

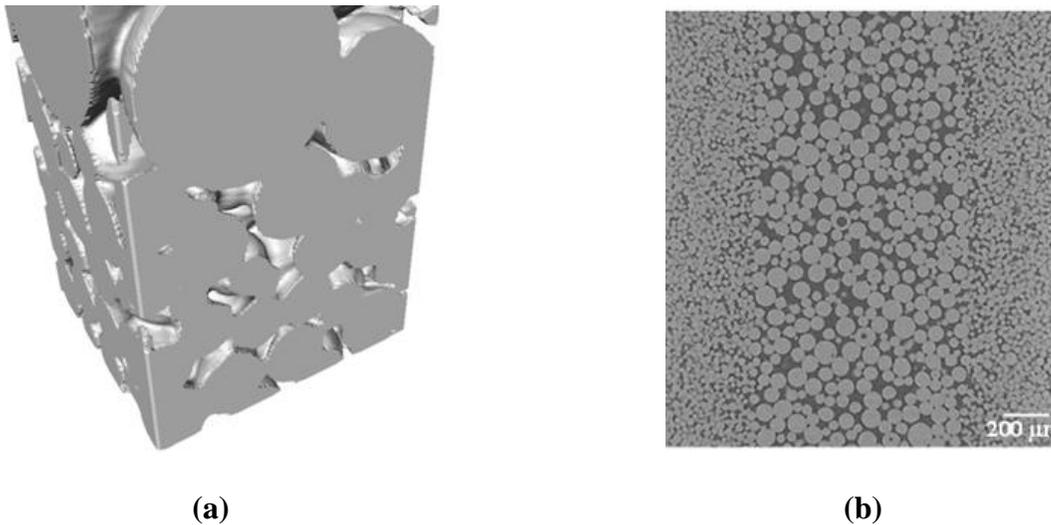
Las Figs. 11c y 11d muestran la superficie pulida de la muestra BR-25. La imagen de la Fig. 11c, muestra una mayor densidad de poros en la zona del núcleo la cual, está compuesta por partículas de la distribución de diámetros de mayor tamaño. En un acercamiento, la Fig. 11d muestra una sección del contorno superior entre el borde exterior y el núcleo. En este límite, es posible notar que la capa de partículas más pequeñas ha sufrido una mayor contracción en la dirección del eje axisimétrico en comparación con el núcleo de la muestra.

Gracias a la evaluación de esta evidencia visual se pudo determinar que no se formaron fracturas en los límites o interfaz de las capas durante la sinterización; esto a pesar de la gran diferencia en la

deformación y la velocidad de deformación de ambas capas. Esta condición representa un resultado adecuado para la menor densificación requerida para la posible aplicación biomédica.

### 5.2.2 ANÁLISIS A TRAVÉS DE MICROTOMOGRAFÍA CON RAYOS X

Para obtener un análisis con mayor profundidad de la porosidad generada por la configuración radial y axial de las bicapas, se adquirieron imágenes 3D de las muestras TBA-25 y TBR-25, utilizando los filtros de máscara *Median* y *Unsharp* con el software de código abierto *Image J*. La Fig. 12 muestra un corte virtual en 3D y 2D de ambas muestras después de la reconstrucción de datos obtenidos por la secuencia de exposición a rayos X de acuerdo con el procedimiento de la técnica de tomografía para materiales.



**Figura 12.** Cortes en 3D y 2D de muestras de 1 y 2 mm de diámetro, respectivamente, sinterizadas a 1260 °C con un tiempo de retención de 5 min y una velocidad de calentamiento de 25 °C / min; (a) TBA-25 y (b) TBR-25.

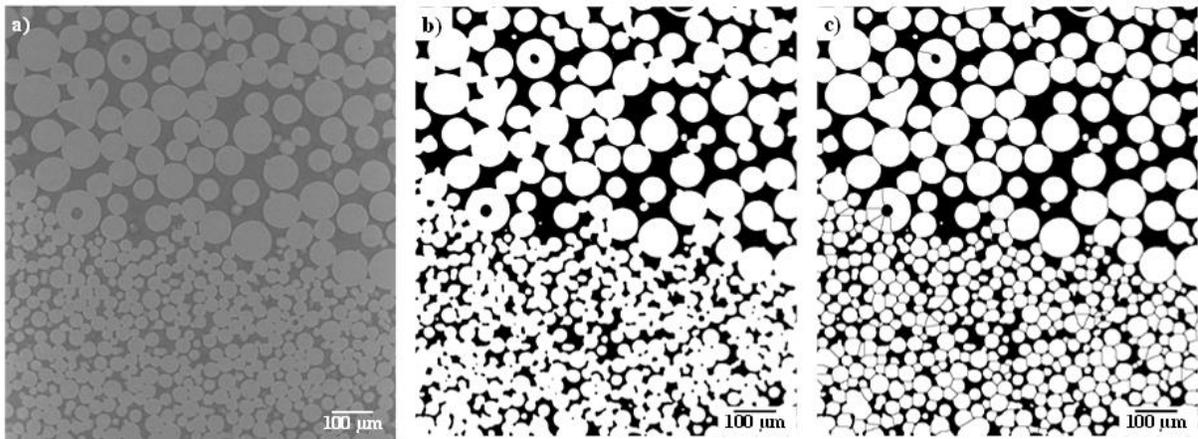
La Fig. 12a presenta un corte de la virtualización 3D de la muestra TBA-25. En ella se puede discernir claramente que la capa superior está compuesta por la distribución de partículas de tamaño mayor y a su vez, una interfaz que pierde la horizontal, permite identificar una capa inferior formada por la distribución de partículas de tamaño menor. La interfaz no es completamente plana lo cual, se debe a la dificultad de obtenerla durante el vertido de los polvos debido a la naturaleza frágil del capilar utilizado. En general, la aplicación de la técnica permite visualizar mejor la porosidad sin modificaciones superficiales como las necesarias para la observación a través del microscopio electrónico de barrido.

En la Fig. 12b se presenta la imagen digitalizada 2D de un plano de corte sobre la muestra TBR-25. La aplicación de contraste permite identificar claramente las diferencias de acumulación de las dos distribuciones de tamaño de partículas utilizadas. En el corte seleccionado puede notarse que la interfaz que definen las capas puede delinearse con una trayectoria vertical. Esto indica que el método de procesamiento de polvos es óptimo para la elaboración de muestras con este tipo de configuración.

Para optimizar el contraste entre las fases sólida y vacía, las imágenes 3D se procesaron con filtros de máscara sustentada en transformaciones no lineales de mediana y sin nitidez; con lo cual se obtiene una buena calidad en escala de grises tal como se demuestra en la Fig. 13a. Posteriormente,

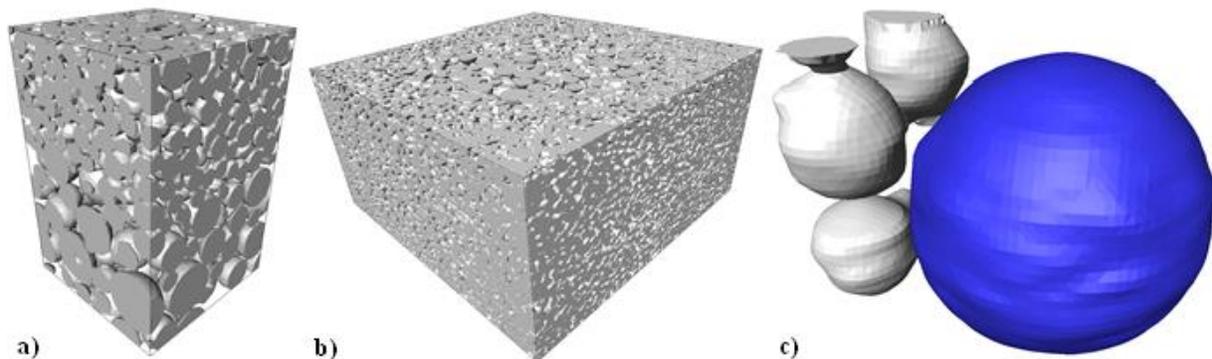
**SIMULACIONES NUMÉRICAS POR ELEMENTOS DISCRETOS DEL SINTERIZADO DE SISTEMAS COMPLEJOS  
PARA LA FABRICACIÓN DE MATERIALES ARQUIESTRUCTURADOS**

las imágenes en escala de grises se transformaron en imágenes binarias para obtener información cuantitativa. En la transformación se aplicó un método de umbral, separando el sólido de los espacios vacíos asignando a la fase sólida el valor de 1 y al vacío un valor de 0; lo que generó como resultado la imagen de la Fig. 13b. Este método permitió medir la fracción de volumen de poro y la distribución de sus tamaños, por lo que, en consecuencia, se definieron las regiones de flujo para ejecutar las simulaciones de permeabilidad. Asimismo, con esta técnica también fue posible obtener información sobre: el número de coordinación, el tamaño de cuello y su distribución en el volumen analizado realizando un proceso de segmentación siguiendo el método de cuenca utilizado por Olmos *et al.* [26, 27]. Después de este proceso, las partículas se consideran objetos individuales como se muestra en la Fig. 13c.



**Figura 13.** Imágenes 2D de la muestra TBA-25; (a) imagen filtrada, (b) transformación a imagen binaria y (c) segmentación de imagen binaria.

Las Figs. 14a y 14b son una representación 3D de las muestras TBA-25 y TBR-25. Las secciones delimitadas se reconstruyeron debido al tamaño total de la muestra para permitir la identificación de las distribuciones de partículas. De esta forma, la distribución de partículas de diámetro mayor se ubica en la parte inferior de la Fig. 14a y en el centro de la Fig. 14b. La digitalización también permite realizar un acercamiento para definir la interacción de una partícula ubicada en la interfaz de la muestra de TBR-25 con las partículas de menor diámetro tal como se aprecia en la Fig. 14c. El nivel de detalle ayuda a ilustrar los aspectos físicos a nivel de partículas.



**Figura 14.** Representación 3D de secciones de las muestras: (a) TBA-25, (b) TBR-25 y (c) acercamiento en partículas ubicadas en la interfaz de la muestra TBR-25 posterior a la operación de segmentación.

**SIMULACIONES NUMÉRICAS POR ELEMENTOS DISCRETOS DEL SINTERIZADO DE SISTEMAS COMPLEJOS  
PARA LA FABRICACIÓN DE MATERIALES ARQUIESTRUCTURADOS**

Puesto que es posible seleccionar virtualmente las secciones de interés para análisis, los datos cuantitativos del empaquetamiento de partículas se separan por capas. El objetivo de este procedimiento fue establecer las diferencias estructurales obtenidas después de la sinterización de cada capa de las muestras bicapa. La Tabla 6 enumera los resultados de algunas características relacionados con las partículas y su entorno, tales como: la densidad relativa, el tamaño del cuello ( $\frac{a}{R}$ ), el número de coordinación ( $Z$ ) y la esfericidad de las partículas.

**Tabla 6.** Datos cuantitativos del empaquetamiento de partículas de las muestras bicapa.

| Nomenclatura | Capa según distribución de tamaño | Densidad relativa | $\frac{a}{R}$ | Z    | Esfericidad |
|--------------|-----------------------------------|-------------------|---------------|------|-------------|
| TBA-25       | Diámetro menor                    | 0.7221            | 0.43          | 7.52 | 0.7484      |
|              | Diámetro mayor                    | 0.6564            | 0.25          | 5.83 | 0.8847      |
|              | Completas                         | 0.6909            | -             | 6.77 | -           |
| TBR-25       | Diámetro menor                    | 0.7494            | 0.48          | 7.95 | 0.7088      |
|              | Diámetro mayor                    | 0.7063            | 0.39          | 6.46 | 0.7927      |
|              | Completas                         | 0.7315            | -             | 7.54 | --          |

Los valores de densidad relativa calculados a partir de las imágenes 3D de las muestras TBA-25 y TBR-25 corresponden a los medidos a partir del volumen y las dimensiones referidas en la Tabla 5. Los valores obtenidos por sección para cada capa en ambas muestras indican que la capa con la distribución de partículas con diámetro menor es más densa que la capa que contiene la distribución de partículas de diámetro mayor. A su vez, se puede notar que la densidad relativa para cada capa en la muestra de TBA-25 es menor que la obtenida en las muestras elaboradas con una sola distribución de tamaño de partículas para las mismas condiciones de sinterización (referirse a la Tabla 5). Esto sugiere que las tensiones desarrolladas en la interfaz de las capas reducen la densificación en la capa correspondiente; como se ha reportado que sucede en la sinterización de sustratos sólidos [28].

Por otro lado, los valores de la densidad medidos en cada capa de la muestra TBR-25 presentan mayor correspondencia con los obtenidos para las muestras respectivas elaboradas con una sola distribución de tamaño de partículas, lo que indica que la configuración radial reduce el efecto de interfaz durante la densificación.

La relación entre el radio del cuello y el radio de la partícula ( $\frac{a}{R}$ ) medida en promedio a partir de los datos 3D para cada capa en las muestras TBA-25 y TBR-25 tiende a aumentar a medida que aumenta la densidad relativa de la capa; tal como se esperaba debido a que el tamaño del cuello es responsable de la densificación. Para verificar los valores obtenidos de las imágenes 3D, el dato de ( $\frac{a}{R}$ ) se puede estimar a partir de la relación geométrica entre la contracción axial y la relación del cuello propuesta por German [29] de acuerdo con la relación siguiente:

$$\frac{a}{R} = \left( \frac{\Delta l}{l_0} b \right)^{1/2}, \quad (55)$$

Dónde ( $\frac{\Delta l}{l_0}$ ) se interpreta como la contracción axial de la muestra y  $b$  es un parámetro determinado por procedimientos experimentales con un valor de 3.6.

Asimismo, suponiendo que los cambios de volumen  $\left(\frac{\Delta V}{V_0}\right)$  son isotrópicos durante la sinterización y, debido a que la masa permanece constante durante la sinterización [29], el valor de densidad relativa alcanzado ( $D$ ) depende de la densidad en verde inicial y la contracción de acuerdo con la relación siguiente:

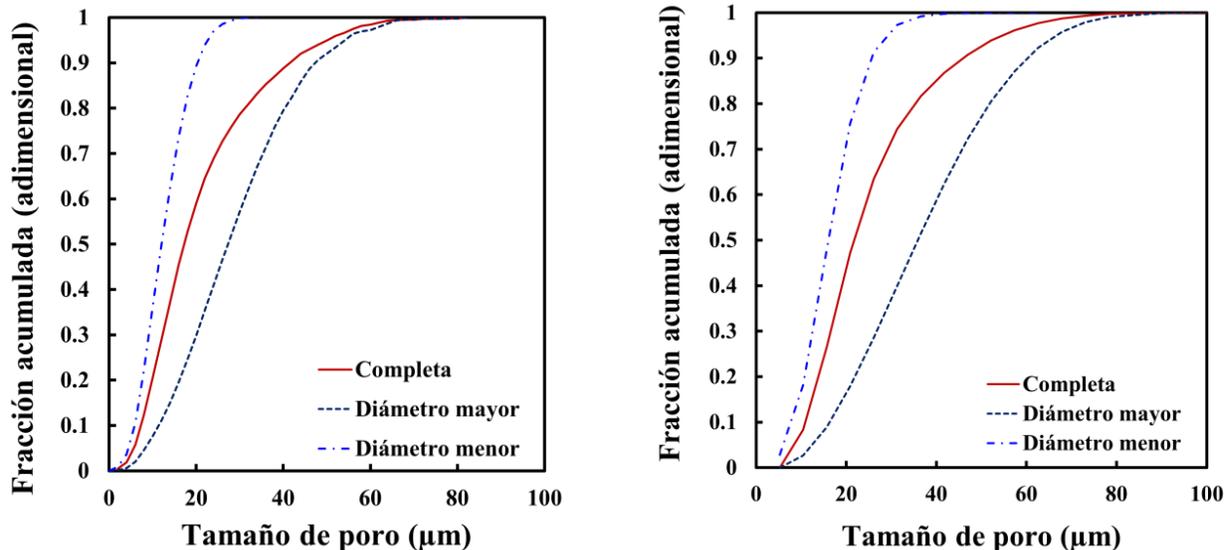
$$D = \frac{D_0}{\left(1 + \frac{\Delta l}{l_0}\right)^3}, \quad (56)$$

Dónde  $D_0$  es la densidad relativa inicial o valor de densidad en verde. Por lo tanto, se puede estimar, el tamaño del cuello y la relación del radio de la partícula  $\left(\frac{a}{R}\right)$ , si se conocen los valores de densidad relativa al combinar las Ecs. 55 y 56, respectivamente. Para ello se midieron los valores de densidad relativa en verde  $D_0$  para cada capa de las muestras MSP-25 y MCP-25 y se consideraron los valores de la densidad relativa  $D$  compendiados en la Tabla 5. Los valores de  $\left(\frac{a}{R}\right)$  obtenidos para las capas de cada distribución de tamaño de partículas de la muestra TBA-25 fueron 0.44 y 0.24. Mientras que para las capas correspondientes de la muestra TBR-25 fueron 0.49 y 0.38, respectivamente. Esto demuestra que la relación geométrica de la Ec. 55 es una buena aproximación para determinar densidades relativas bajas que se representa en las primeras etapas de sinterización.

El número de coordinación ( $Z$ ) de partículas se calculó después de la sinterización para cada capa de las muestras de TBA-25 y TBR-25 siguiendo la metodología utilizada por Vagnon *et al.* [30]. Los valores tienden a aumentar a medida que aumenta la densidad relativa para cada capa sin importar su configuración. La evaluación de las muestras completas sigue la misma tendencia.

La esfericidad de las partículas es otro indicador del avance de la sinterización porque cuanto menor es la esfericidad de las partículas mayor es la densidad relativa lo cual, puede deducirse de los valores en la Tabla 6. De acuerdo con ellos puede definirse que donde se encuentra el menor valor promedio de esfericidad (que se afecta por la sinterización) se establece la capa que presenta la mayor densificación.

La distribución del tamaño de poro de las muestras de TBA-25 y TBR-25 se muestra en la Fig. 15.



**Figura 15.** Distribución del tamaño de poro en las muestras bicapa: (a) TBA-25 y (b) TBR-25.

**SIMULACIONES NUMÉRICAS POR ELEMENTOS DISCRETOS DEL SINTERIZADO DE SISTEMAS COMPLEJOS  
PARA LA FABRICACIÓN DE MATERIALES ARQUIESTRUCTURADOS**

Para mostrar las diferencias en la porosidad que permaneció después de la sinterización en cada capa, las distribuciones de tamaño de poro se estimaron en subvolúmenes que contienen solo las características de la capa en ambos tipos de muestra. Como era de esperar, los tamaños de poros más pequeños se encuentran en las capas con distribución de tamaño de partículas de diámetro menor. La distribución del tamaño de poros de la muestra completa (tamaño promedio) se estableció entre los valores correspondientes de cada capa. Para obtener una comparación adecuada de la porosidad después de la sinterización en ambas muestras, se midió la fracción de volumen de poro, el tamaño medio de poro ( $d_{50}$ ) y la tortuosidad a partir de los volúmenes 3D. La Tabla 7 compendia los datos registrados.

*Tabla 7. Características de porosidad y propiedades de las muestras bicapa.*

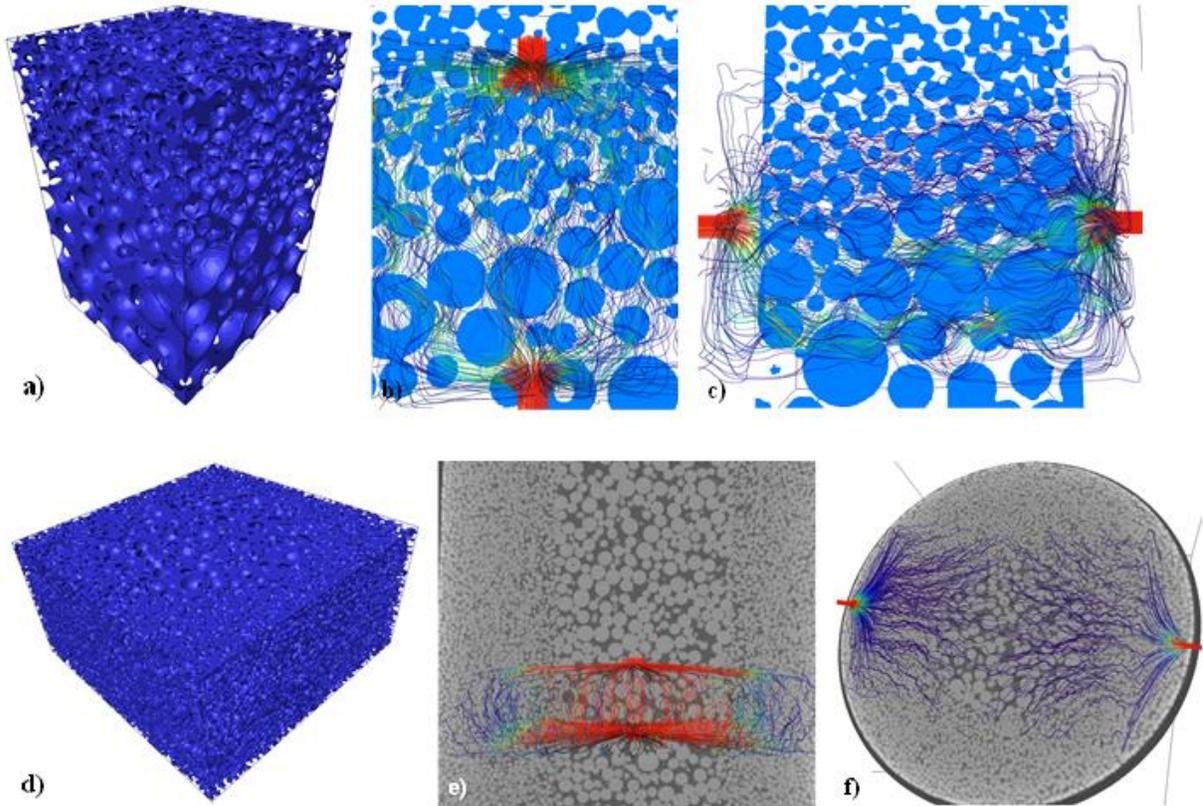
| Capa según distribución de tamaño | Fracción volumen de poro (%) | Tamaño medio de poro ( $\mu\text{m}$ ) | Tortuosidad | Permeabilidad axial ( $1 \times 10^{-12} \text{ m}^2$ ) | Permeabilidad radial ( $1 \times 10^{-12} \text{ m}^2$ ) |
|-----------------------------------|------------------------------|--|-------------|---|--|
| TBA-25                            |                              |  |             |   |  |
| Diámetro menor                    | 27.78                        | 14.01                                  | 1.13        | 0.4233  | 0.4380   |
| Diámetro mayor                    | 34.36                        | 29.27                                  | 1.22        | 2.2956  | 2.5903   |
| Completa                          | 30.90                        | 17.24                                  | 1.18        | 0.8110  | 1.3368   |
| TBR-25                            |                              |  |             |   |  |
| Diámetro menor                    | 25.05                        | 16.03                                  | 1.27        | 0.4814  | 0.3985   |
| Diámetro mayor                    | 29.39                        | 35.86                                  | 1.08        | 3.0523  | 2.9721   |
| Completa                          | 26.84                        | 21.77                                  | 1.17        | 2.0911  | 0.4854   |

En general, los valores más altos de la fracción volumen de poros se determinaron en la muestra TBA-25. No obstante, se encontró que el tamaño medio de poro más alto, en cada capa y en promedio de ambas, corresponde a la muestra de TBR-25; lo que indica que el empaquetamiento de partículas en tal configuración es más complejo en comparación con la configuración axial.

Cualitativamente, la distribución del tamaño de poro de la muestra TBR-25 es ligeramente mayor que la del TBA-25 como se puede deducir en la Fig. 15. El  $d_{50}$  de tamaño de poro obtenido para la capa con distribución de tamaño de partículas de diámetro menor varía entre 14-16  $\mu\text{m}$  y el  $d_{50}$  de tamaño de partículas es de 36  $\mu\text{m}$ , lo que significa que el tamaño de poro  $d_{50}$  está cerca del 38% del tamaño de partícula.

De manera similar, el tamaño de poro  $d_{50}$  para las partículas de distribución de tamaño de partículas de diámetro mayor varía entre 29 y 35  $\mu\text{m}$ . Mientras tanto, el  $d_{50}$  de tamaño de partícula es de 76  $\mu\text{m}$ . Esto define la misma relación para el tamaño de poro del 38% respecto al tamaño de partícula. Esto indica que el tamaño medio de los poros se puede predecir a partir de la distribución del tamaño de partícula inicial cuando la sinterización tiene lugar solo en las primeras etapas [26].

Respecto a los valores de tortuosidad estos son muy cercanos para las capas de ambas muestras 1.08-1.27 y más para el promedio de ambas capas, lo que indica que la porosidad muestra una trayectoria similar en cada capa. Esto puede explicarse porque las partículas son esféricas y la sinterización se encuentra en la etapa inicial, lo que implica que la porosidad está completamente interconectada como se puede confirmar en la representación 3D de las Figs. 16a, 16b y 16c.



**Figura 16.** Virtualización 3D de la porosidad y las líneas de corriente del flujo del fluido a través de los poros en las direcciones axial y radial en las muestras TBA-25 (a-c) y TBR-25 (d-f).

### 5.3 EVALUACIÓN DE LA PERMEABILIDAD

Como ya se indicó las Figs. 16a y 16d son una representación 3D de la porosidad encontrada en las muestras TBA-25 y TBR-25, respectivamente, donde es posible distinguir poros más grandes en la parte inferior y central como consecuencia de la configuración de las capas, axial y radial. Para identificar la conectividad de los poros se utilizó un pseudocódigo de color, puede notarse que se obtuvo únicamente el color azul, lo que significa que la porosidad está totalmente conectada en ambas muestras. Las Figs. 16b y 16c muestran las líneas de trayectoria de flujo a lo largo de la muestra de TBA-25 obtenidas de las simulaciones numéricas en las direcciones axial y radial, respectivamente. A su vez, el código de color de la simulación de flujo indica la velocidad del fluido en cualquier punto del volumen, en este caso el rojo representa la velocidad más alta y el azul la más lenta. Al respecto, se determinó que la permeabilidad en la dirección radial es mayor que en la axial para la muestra TBA-25 cuando la simulación se realiza en toda la muestra (referirse a la Tabla 6).

Para comprender el comportamiento de la permeabilidad se realizaron simulaciones en subvolúmenes que contienen solo características de cada capa en ambas direcciones, axial y radial. El valor de permeabilidad en la capa con distribución de tamaño de partículas de mayor diámetro es cinco veces mayor que en la capa con distribución de tamaño de partículas de menor diámetro. Sin embargo, los valores de permeabilidad estimados en las direcciones axial y radial muy similares para cada capa, lo que indica una distribución de porosidad homogénea en la muestra.

Por lo tanto, cuando el fluido pasa a través de la muestra en la dirección axial, la permeabilidad es impulsada por el impedimento de flujo en la capa con la permeabilidad más baja. En otras palabras, el fluido se ve obligado a pasar a través de la capa con menor resistencia. Para la dirección radial, la mayor parte del fluido pasa a través de la capa con los poros más grandes y la permeabilidad es mayor que en la dirección axial como puede notarse en las líneas casi horizontales de la Fig. 16e.

Se puede deducir cualitativamente de las líneas de trayectoria de flujo mostradas en las Figs. 16b y 16c, que el fluido puede alcanzar una velocidad más tortuosa y lenta cuando pasa a través de la capa con poros más pequeños. En el caso de flujo en la dirección radial representado en la Fig. 16c, puede notarse una mayor cantidad de líneas de trayectoria en la capa inferior.

Los valores de permeabilidad para la muestra TBR-25 son ligeramente más altos que los estimados para la muestra TBA-25 pero están en el mismo orden de magnitud. Como se discutió anteriormente, la permeabilidad muestra una mayor anisotropía cuando se evalúa la muestra completa. Para este caso, los valores más altos de permeabilidad se obtienen cuando se evalúa la dirección axial. Esto se debe a que la mayor cantidad de fluido pasa por toda la capa con poros más grandes que se ubican en el centro de la muestra; tal como se puede notar en la Fig. 16e. El valor de permeabilidad en la dirección axial se reduce en un tercio del valor obtenido para la capa con partículas más gruesas. La Fig. 16f muestra las líneas de la trayectoria del flujo del fluido en la dirección radial. Como se mencionó, las rutas se vuelven más tortuosas en la capa con distribución de tamaño de partículas de diámetro menor (capa externa). En ese caso, como el fluido fluye pasando dos veces por la esta capa, la permeabilidad promedio en la muestra completa se aproxima al valor característico.

Los valores de permeabilidad medidos para las muestras fabricadas en este trabajo están subestimados en tres órdenes de magnitud en comparación con los medidos por Grimm y Williams [31] para el hueso trabecular humano ( $0,4-11 \times 10^{-9} \text{ m}^2$ ), y los medidos experimentalmente por Nauman *et al.* [11] en huesos humanos vertebrales y proximales del fémur, los cuales, tienen un amplio intervalo de valores de permeabilidad ( $2,68 \times 10^{-11} - 2 \times 10^{-8} \text{ m}^2$ ).

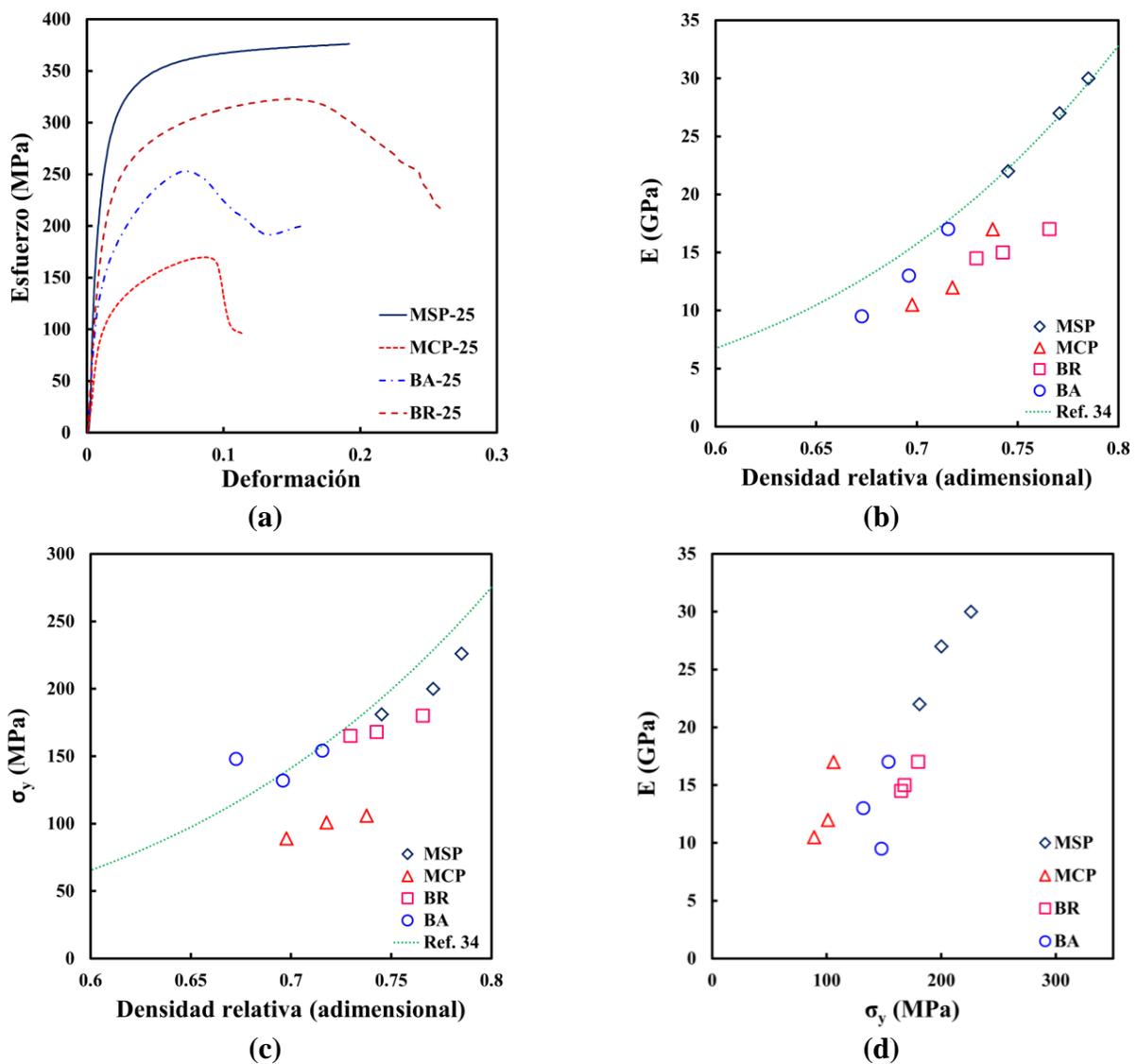
Por otro lado, los valores de permeabilidad concuerdan bien con el rango medido para el hueso esponjoso natural ( $3 \times 10^{-13} - 7.4 \times 10^{-12} \text{ m}^2$ ) [32], que también tiene una anisotropía máxima en la permeabilidad, axial – radial, de cinco veces; similar a lo obtenido por la configuración radial de capas. Esto está de acuerdo con lo informado por Nauman *et al.* [11], quien señaló que la permeabilidad en los huesos humanos puede alcanzar una alta anisotropía en los valores de permeabilidad, hasta 22 veces la diferencia entre las direcciones axial y radial.

## 5.4 PROPIEDADES MECÁNICAS

El comportamiento de la compresión de las muestras bicapa se muestra en la Fig. 17. Asimismo, las curvas de tensión-deformación de las muestras MSP-25, MCP-25, BA-25 y BR-25 se representan en la Fig. 17a. Todas las muestras presentan un comportamiento similar, iniciando con un incremento lineal del esfuerzo a medida que aumenta la deformación (régimen elástico), más allá de este comportamiento el esfuerzo se incrementa hasta alcanzar un valor máximo para volver a disminuir hasta la señal de rotura. Las muestras MSP-25 y MCP-25 difieren en ser la más resistente y la más débil. Esto se debe principalmente a que la densidad relativa y la relación  $\left(\frac{a}{R}\right)$  es mayor para la muestra de MSP-25, lo que indica que los cuellos interpartículas tienen una conexión más robusta.

**SIMULACIONES NUMÉRICAS POR ELEMENTOS DISCRETOS DEL SINTERIZADO DE SISTEMAS COMPLEJOS  
PARA LA FABRICACIÓN DE MATERIALES ARQUIESTRUCTURADOS**

Como se esperaba las muestras BA-25 y BR-25 presentan grados de resistencia ubicada entre las muestras elaboradas con una sola distribución de tamaño de partículas. El análisis cualitativo indica que la muestra BA-25 se comporta como la MCP-25 y la BR-25 se asimila a la MSP-25. Para el caso de la configuración axial de capas (BA-25), está claro que la resistencia mecánica se rige por la capa más débil con un pequeño incremento en la resistencia debido a la combinación de ambas capas. De esta forma, los valores de resistencia son más cercanos a los de la muestra MCP-25. Para la configuración radial de capas, se puede notar que la resistencia de la muestra BR-25 está influenciada por ambas capas y los valores presentan la tendencia de la muestra MSP-25. Esto indica que la capa más resistente es la externa. Estos resultados muestran una tendencia similar a la informada por Ahmadi y Sadrnezhaad [15] para el comportamiento de compresión de las muestras de núcleo espumoso. Los investigadores sugieren que la resistencia mecánica está relacionada con comportamiento y dimensión del diámetro del núcleo espumoso.



**Figura 17.** Resultados de ensayos de compresión de las diferentes muestras: (a) curvas esfuerzo-deformación, (b) módulo de Young como función de la densidad relativa, (c) esfuerzo de fluencia como una función de la densidad relativa, y (d) módulo de Young como una función del esfuerzo de fluencia.

Respecto al módulo de Young los datos fueron estimados a partir de la zona elástica (comportamiento lineal) de las curvas esfuerzo-deformación para todas las muestras calculando la pendiente. Los resultados se presentan en la Fig. 17b como función de la densidad relativa de la muestra correspondiente. El valor más alto del módulo de Young (E) es 30 GPa y corresponde a la muestra MSP-5 que es la de mayor densidad relativa. La disminución de los valores de E para las muestras de una sola distribución de tamaño de partícula se establece cuando la densidad relativa disminuye, tal como se dedujo previamente. De acuerdo con este análisis puede definirse que los valores de E en función de la densidad relativa se ajustan una ley de potencia que podría asociarse con la propuesta por Gibson y Ashby [33] y modificada por Cabezas *et al.* [34].

De la Fig. 17b puede notarse que los valores de E calculados para las muestras BA-X (con X: 5, 15 y 25 °C min<sup>-1</sup>) presentan una buena concordancia con la ley de potencia (círculos azules vacíos), lo cual indica que la respuesta mecánica de las muestras bicapa con configuración axial tiende a emular la microestructura de una sola distribución de tamaño de partícula con grado de porosidad homogénea a medida que se incrementa la densidad relativa. En contraste, los valores de E para las muestras BR-X (cuadrados rojos vacíos) son inferiores a los calculados por la ley de potencias para cada densidad relativa obtenida en las muestras. Esto sugiere que la rigidez está controlada por la muestra con mayor porosidad. Los valores de E obtenidos para ambos tipos de muestras bicapa oscilaron entre 9-17 GPa, coincidiendo con los reportados para el hueso compacto [9].

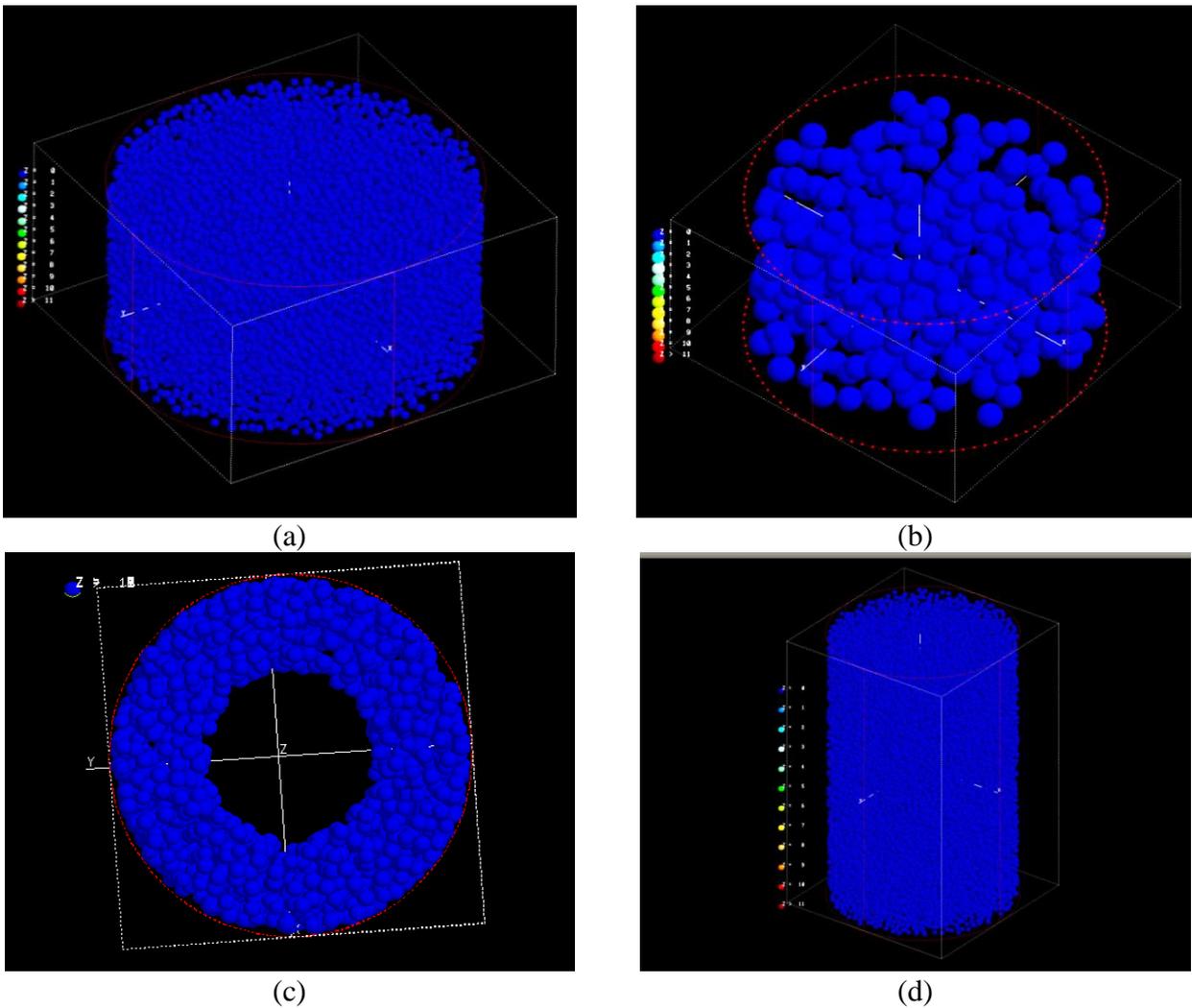
Un parámetro relevante de resistencia a la compresión se especifica mediante el esfuerzo de fluencia en las muestras. Los valores obtenidos de las curvas esfuerzo-deformación se presentan como una función de la densidad relativa de las muestras en la Fig. 17c. Los valores de las muestras de una sola distribución de tamaño de partículas muestran una tendencia similar a E, lo que significa que el esfuerzo de fluencia  $\sigma_y$  disminuye a medida que lo hace la densidad relativa. Los resultados también definen que los esfuerzos de fluencia de las muestras con la distribución de tamaño de partículas de diámetro menor se ajustan mejor a la ley de potencia propuesta por Cabezas *et al.* [34], mientras que para las muestras con distribución de tamaño de partículas de diámetro mayor los datos de la ley de potencia están sobreestimados. Esto se puede atribuir al avance en la sinterización porque la relación  $\left(\frac{a}{R}\right)$  es aproximadamente dos veces menor para las partículas de diámetro mayor respecto a un incremento del 3% en la densidad relativa. Esto sugiere que los cuellos entre las partículas son más débiles y la falla de tales muestras se debe a la rotura de los cuellos percibida en la Fig. 17a. En relación a las muestras bicapa, éstas presentan una buena concordancia con respecto a la ley de potencia. Puede notarse que las muestras de BR-X con aproximadamente la misma densidad relativa que las muestras de MSP-X muestran un esfuerzo de fluencia ligeramente menor. Por lo que parece haber equivalencia entre los sistemas de combinación de capas con un efecto asociado a la relación  $\left(\frac{a}{R}\right)$  y el efecto de interfaz de capa.

Para establecer si este tipo de muestra podría adaptarse adecuadamente en aplicaciones ortopédicas, los valores del módulo de Young (E) se presentan en función del esfuerzo de fluencia ( $\sigma_y$ ) en la Fig. 17d. Esta vinculación denominada "deformación admisible" se define como la relación resistencia-módulo. Un estudio numérico considerando el efecto de varios elementos metálicos en materiales fue realizado por Song *et al.* [35]. El estudio sugiere que cuanto mayor sea la deformación admisible más deseables serán los materiales para aplicaciones de implantes. Respecto a las muestras analizadas, puede notarse que la rigidez (E) y la resistencia a la fluencia tienen un comportamiento con tendencia lineal. En este caso E aumenta a medida que aumenta  $\sigma_y$ . Los valores de deformación admisibles para todas las muestras oscilan entre 6 y  $15 \times 10^{-3}$ . Estos valores son más altos que los

reportados por Zhou y Niinomi [36] para muestras de fundición de aleaciones de Ti-Ta. Por otro lado, representan valores más bajos que los reportados para materiales porosos [8], principalmente porque la generación de poros grandes reduce la rigidez de los materiales. En este sentido, aunque la fase sólida sea más estable el efecto de la porosidad reduce la resistencia de los materiales. El valor más alto de la deformación admisible se obtuvo para la muestra BA-25 ( $15 \times 10^{-3}$ ) y el segundo corresponde a la muestra BR-25 ( $11 \times 10^{-3}$ ).

## 5.5 SIMULACIÓN DE LA CONSTITUCIÓN DE MUESTRAS

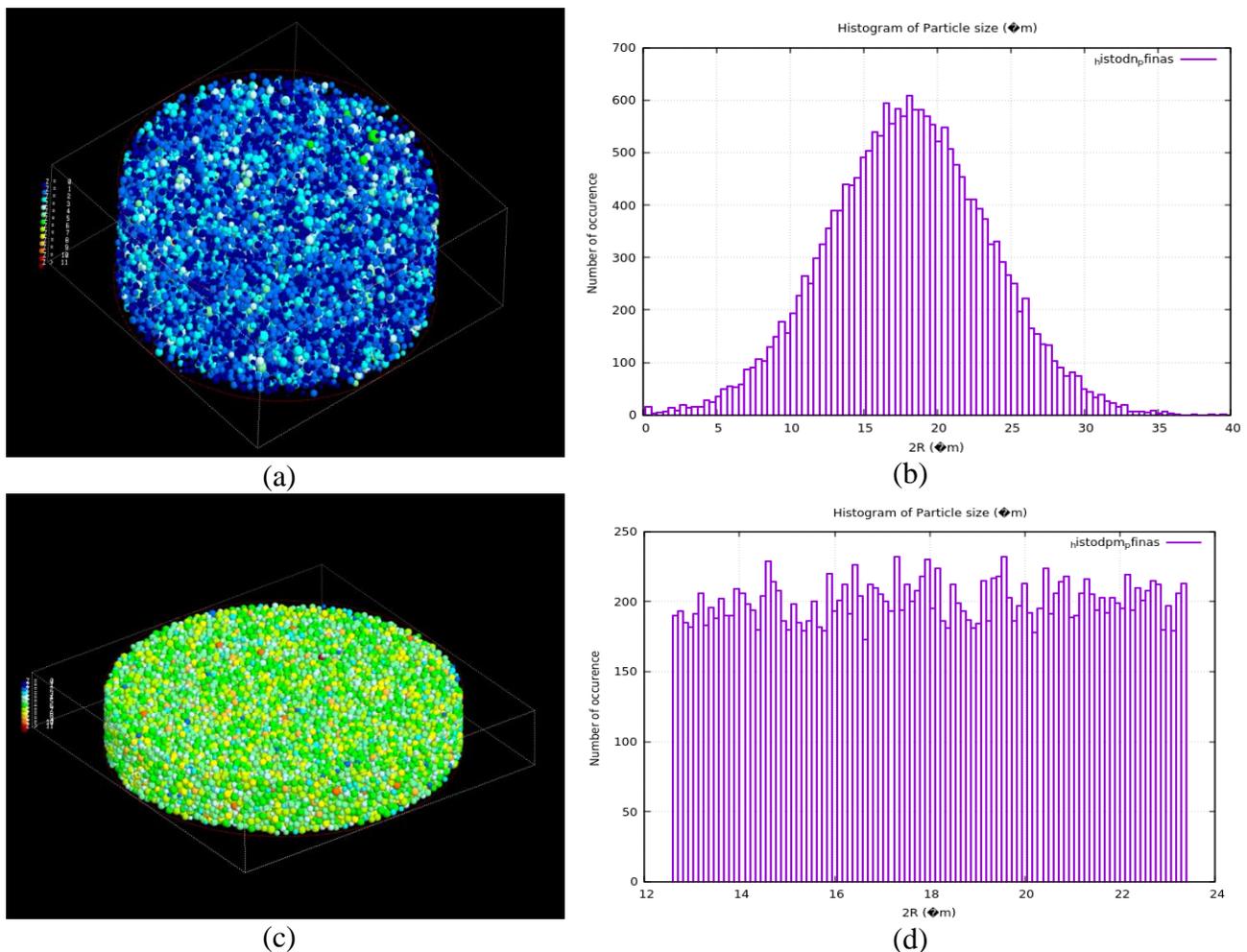
A través de un análisis asociado a la ejecución del de la herramienta *cdp3D -gas*, de *dp3D*, se originaron nubes de partículas dispersas en una distribución de tamaños de 18 más-menos 0.05  $\mu\text{m}$  y 65 más-menos 0.05 para obtener una densificación del 20 % en relación con un espacio confinado con geometría cilíndrica. Estos ejemplos para formación de muestras con capas en dirección axial y radial se presentan gráficamente en la Fig. 18 (Casos del conjunto compendiado en la Tabla 3 del capítulo 4, sección 4.3.2).



**Figura 18.** Nubes de partículas de 18 y 65  $\mu\text{m}$  creadas considerando una densificación del 20% en el espacio confinado para la formación de muestras con capas en dirección axial (a y b) y radial (c y d).

## SIMULACIONES NUMÉRICAS POR ELEMENTOS DISCRETOS DEL SINTERIZADO DE SISTEMAS COMPLEJOS PARA LA FABRICACIÓN DE MATERIALES ARQUIESTRUCTURADOS

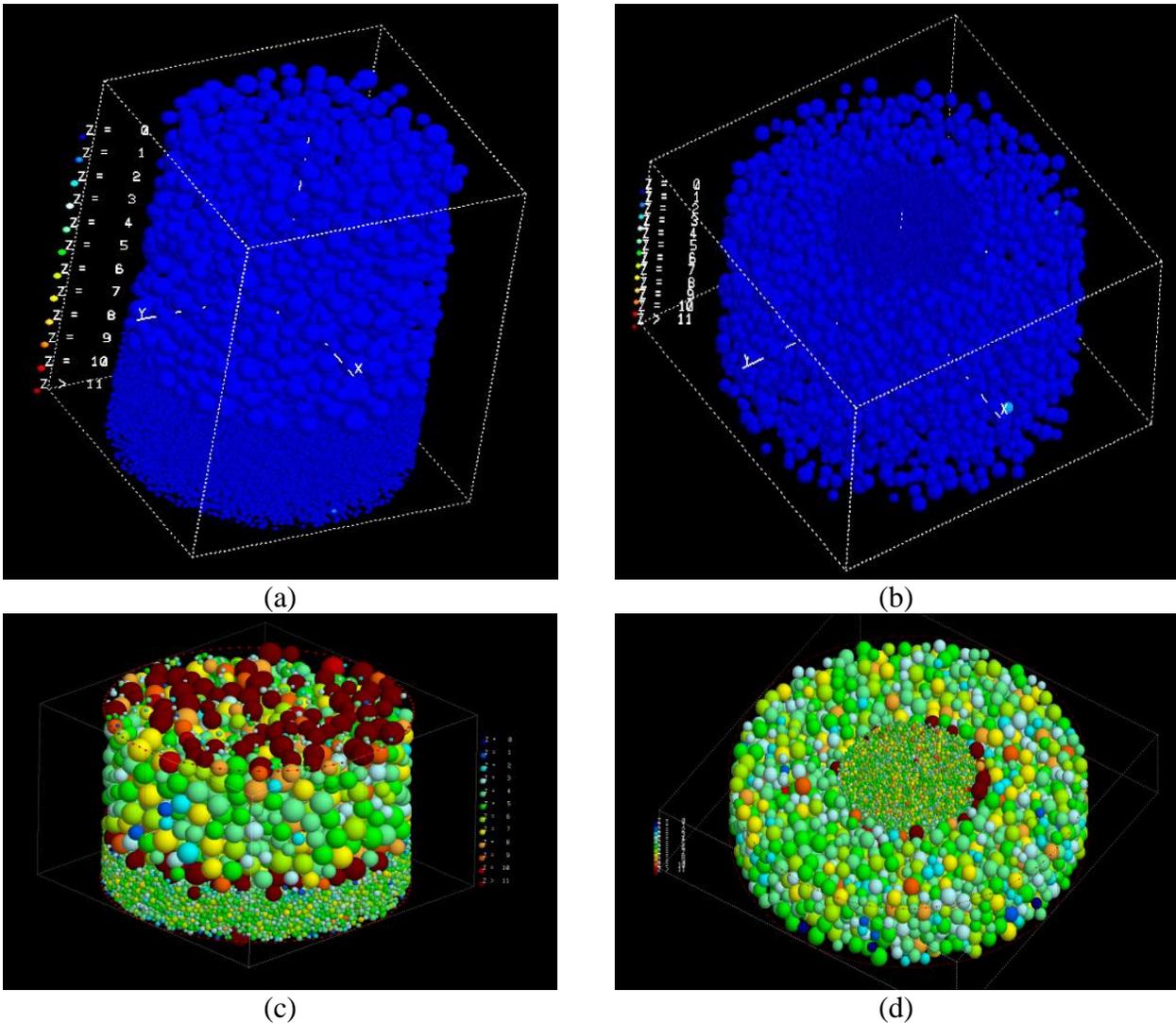
En el análisis de las simulaciones con distribución de tamaños de partículas para formar arreglos con gradientes virtualmente delimitados por una interfaz, se clarifica que una distribución normal de tamaños de partícula no es una condición apropiada para implementar una simulación de su estado físico. Esta condición obliga a cuidar más estrictamente los tamaños de partícula durante la selección de mallas en el procesamiento de polvos metálicos, es decir, en el diseño de las arquitecturas debido a que si una muestra física posee un amplio intervalo de tamaños de partícula difícilmente puede ser estudiada en el plano virtual. En el caso de amplias distribuciones de tamaños de partícula, la convergencia de los modelos matemático de movimiento e interacción queda expuestas a la condición de que las partículas con radios cercanos a cero siempre estarán moviéndose a velocidades que correspondan a las partículas de mayor tamaño. En este sentido, las partículas pequeñas no encuentran reposo o zonas de estancamiento fácilmente entre partículas de mayor tamaño, puesto que la condición natural por efecto de la gravedad es su sedimentación al fondo de un recipiente. La Fig. 19 define un ejemplo del mismo sistema de partículas creado con dos distribuciones de tamaño de partícula diferentes: normal (ver figura 19b) y más-menos (ver figura 19d). Mientras que con el caso asociado a la distribución normal no se logra la convergencia a condiciones de compactación o contacto máximo entre partículas, con el caso de una distribución más-menos si se obtiene.



**Figura 19.** Modelos de nubes de partículas creados con dos sistemas de distribución de tamaño de partícula diferentes a) normal y c) más-menos. Nótese que en el caso a) no hay convergencia a un estado de compactación y en el c) si se obtiene.

**SIMULACIONES NUMÉRICAS POR ELEMENTOS DISCRETOS DEL SINTERIZADO DE SISTEMAS COMPLEJOS  
PARA LA FABRICACIÓN DE MATERIALES ARQUIESTRUCTURADOS**

Un estado de capas ensambladas en dirección axial y radial de la muestra cilíndrica se presenta en la Fig. 20, tanto en el modo de nube de partículas, como, en su estado de compactación sin presión (solo por efecto de la gravedad) simulada. El código de color en las Figs. 18, 19 y 20, se asocia al número de coordinación el cual, indica la cantidad de partículas que interaccionan con alguna otra. Mientras que el color azul indica la ausencia de contactos, el color rojo intenso indica el número máximo de interacciones entre partículas. Como puede notarse en las Figs. 20c y 20d el número de coordinación más elevado se genera en la interfaz de las secciones de partículas de menor y mayor tamaño. Tal condición es apropiada puesto que podría implicar una fuerte condición de enlace.

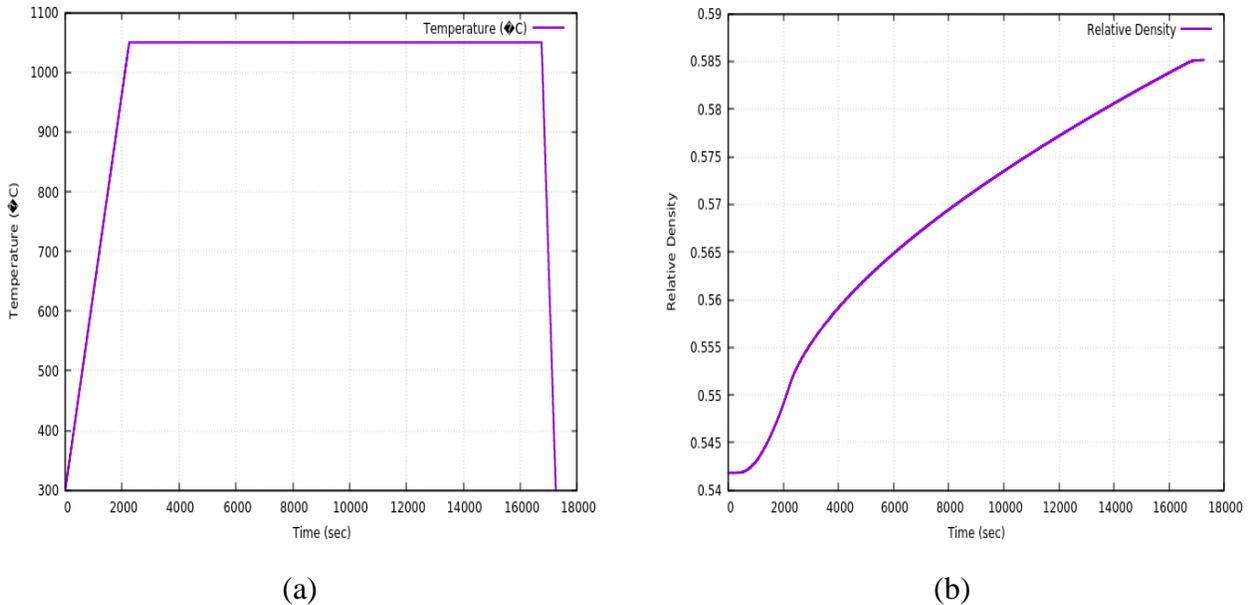


**Figura 20.** Muestras con ensamble de capas en dirección axial y circunferencial en las etapas de nubes de partículas y en el estado de compactación sin presión.

Derivado del análisis de los casos planteados en la Tabla 4 del capítulo 4, sección 4.3.2, se determinó en relación con las curvas de la tasa de deformación en el proceso de sinterización, que, en el incremento de temperatura inicial hasta antes de la meseta de la rampa de calentamiento, la densidad relativa aumenta exponencialmente y, posteriormente, en la etapa de temperatura constante, tiende a un comportamiento incremental lineal. Mientras que en la etapa de enfriamiento no se tiene ninguna influencia significativa adicional a la interrupción del proceso de sinterización.

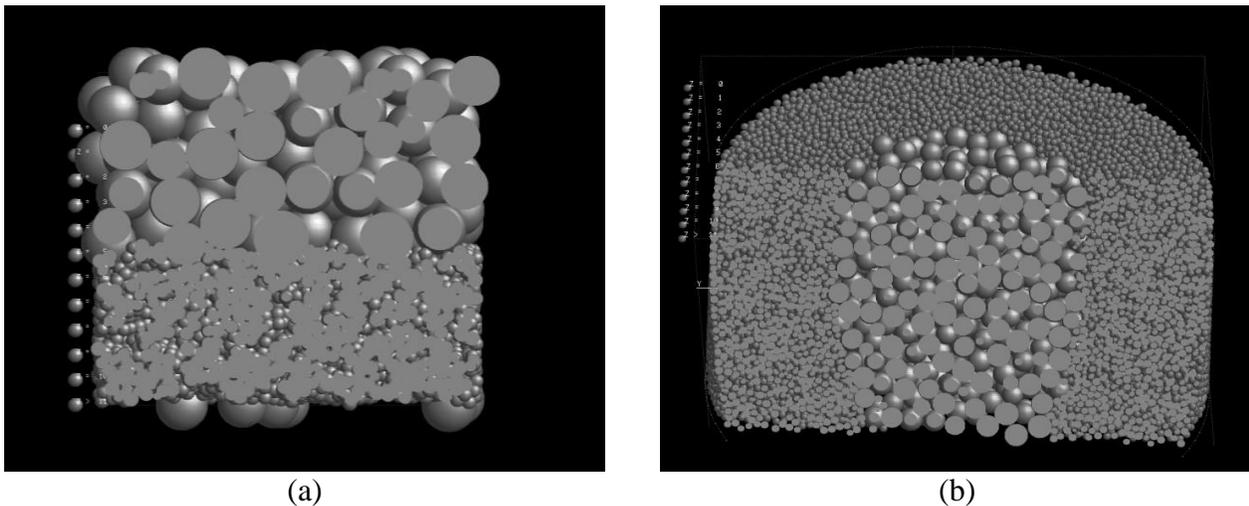
## SIMULACIONES NUMÉRICAS POR ELEMENTOS DISCRETOS DEL SINTERIZADO DE SISTEMAS COMPLEJOS PARA LA FABRICACIÓN DE MATERIALES ARQUIESTRUCTURADOS

De acuerdo con lo anterior, un comportamiento promedio en un estado de sinterización parcial en sistemas estructurados con capas en dirección axial puede tener similitud con la Fig. 21b. Nótese el ciclo térmico definido para el proceso por la curva del gráfico mostrado en la Fig. 21a.



**Figura 21.** a) Ciclo térmico de un proceso de sinterizado parcial de un sistema estructurado con capas en dirección axial y b) historia del proceso de sinterización en términos de la densidad relativa.

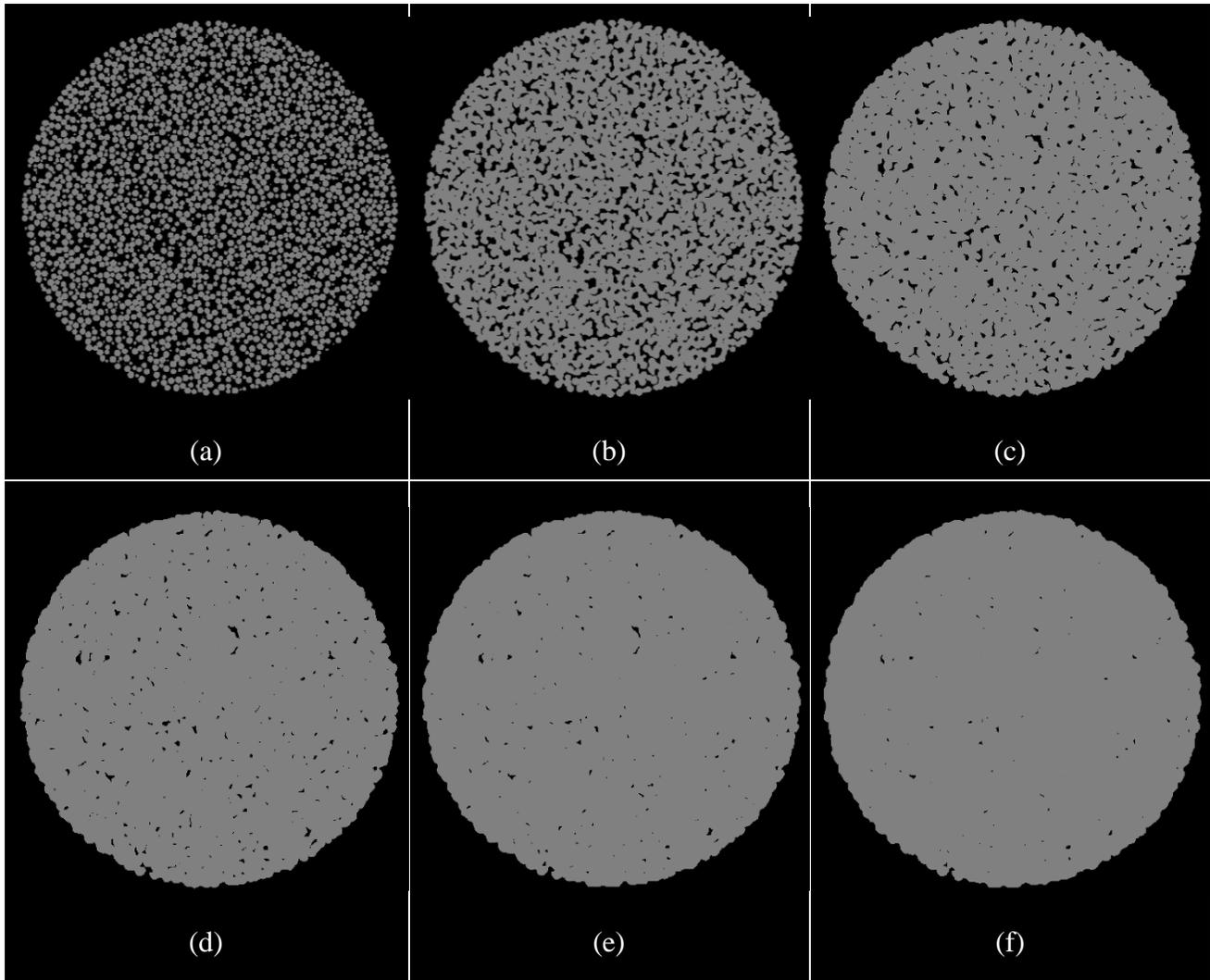
Las muestras virtuales estructuradas con capas en las direcciones: a) axial y b) radial, sinterizadas parcialmente pueden visualizarse en la Fig. 22. De acuerdo con la perspectiva en cada caso, el corte en un determinado plano permite distinguir el proceso de unión entre las partículas. Tal como se mencionó en el análisis experimental, la tendencia a la unión de las partículas más pequeñas se realiza a una rapidez mayor debido a la mayor cantidad de área superficial en contacto con las partículas en sus vecindades; aunque el número de coordinación es relativamente similar para ambos subsistemas de partículas.



**Figura 22.** Modelado de la sinterización parcial de muestras de partículas estructuradas en capas, a) axial y b) radial, cuyo corte en un plano establece una evidencia de la unión de las partículas.

**SIMULACIONES NUMÉRICAS POR ELEMENTOS DISCRETOS DEL SINTERIZADO DE SISTEMAS COMPLEJOS  
PARA LA FABRICACIÓN DE MATERIALES ARQUIESTRUCTURADOS**

Un análisis de imágenes secuenciadas del incremento de densificación durante el proceso de sinterización se presenta en las Figs. 23 y 24, para muestras creadas con una única distribución de tamaño de partícula promedio de 18  $\mu\text{m}$  y 90  $\mu\text{m}$ , respectivamente.

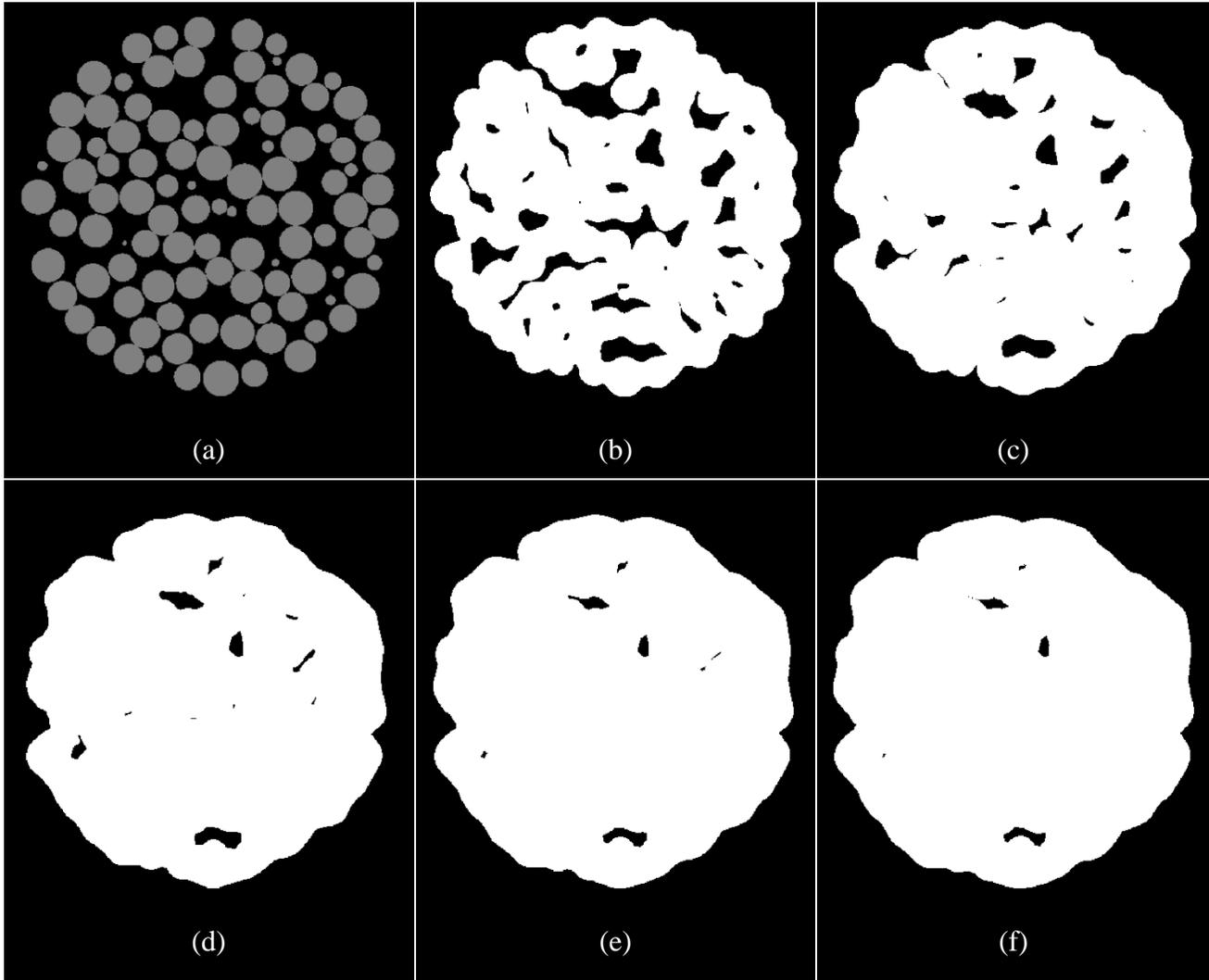


**Figura 23.** Muestra virtual creada con una distribución de tamaño de partícula promedio de 18  $\mu\text{m}$  seccionada transversalmente a diferentes etapas del sinterizado. El caso (a) representa la estructura de inicio con una densidad relativa de 0.5208, y el resto, las microestructuras densificadas por sinterización con magnitudes relativas de: (b) 0.5978, (c) 0.6496, (d) 0.68047, (e) 0.70137 y (f) 0.72467.

Puede observarse que al final del proceso de sinterización calculado (ver figura 23f), la cantidad de poros dispersos es poco significativa y, por lo tanto, una posible interconexión entre estos espacios no ocupados para formar túneles disminuye drásticamente. Esta característica impedirá o limitará la permeabilidad a través de la muestra en las posibles direcciones de flujo tal como se evidenció en el análisis de las muestras experimentales. Sin embargo, representa la sección de la muestra que más resistencia presentará a las cargas externas.

El análisis análogo en la muestra la distribución de tamaño partícula promedio de 90  $\mu\text{m}$  en la Fig. 24 muestra la tendencia inicial a desarrollar poros de mayor tamaño. Naturalmente el número de

poros dispersos disminuye, pero la posibilidad de formar interconexiones aumenta a bajos grados de sinterización.

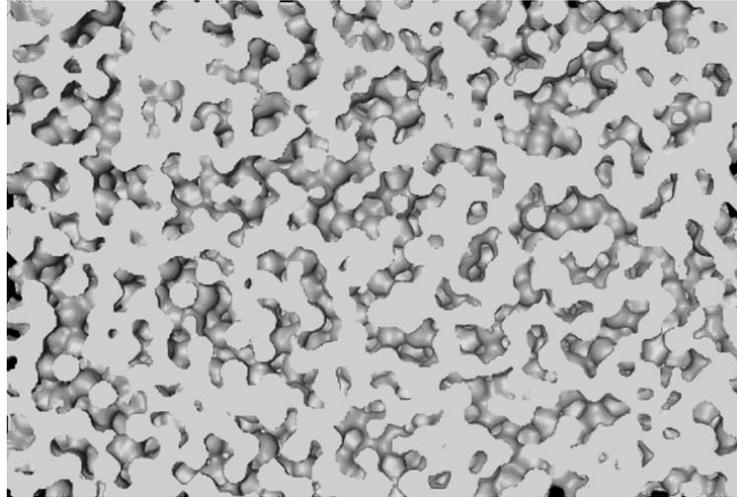


**Figura 24.** Muestra virtual creada con una distribución de tamaño de partícula promedio de  $90 \mu\text{m}$  seccionada transversalmente a diferentes etapas del sinterizado. El caso (a) representa la estructura de inicio con una densidad relativa de 0.55125, y el resto, las microestructuras densificadas por sinterización con magnitudes relativas de: (b) 0.63092, (c) 0.66748, (d) 0.69315, (e) 0.71361 y (f) 0.72653.

De acuerdo con el tiempo del proceso de sinterización, el incremento en magnitud del radio del círculo de contacto respecto al radio de la partícula presenta un incremento logarítmico. La pérdida de curvatura de las partículas definida por el concepto de indentación en la zona de contacto se incrementa de forma aproximadamente lineal. En cualquier caso, el incremento en la magnitud de ambas variables determina el grado de contacto y unión entre las partículas. En principio, la relación en cada partícula será diferente debido a la distribución de tamaño de esta según la distribución definida en cada sección de un componente diseñado, adicionalmente, a la evidencia de que cada partícula tiene más de una zona de contacto de acuerdo con la información proporcionada por el número de coordinación.

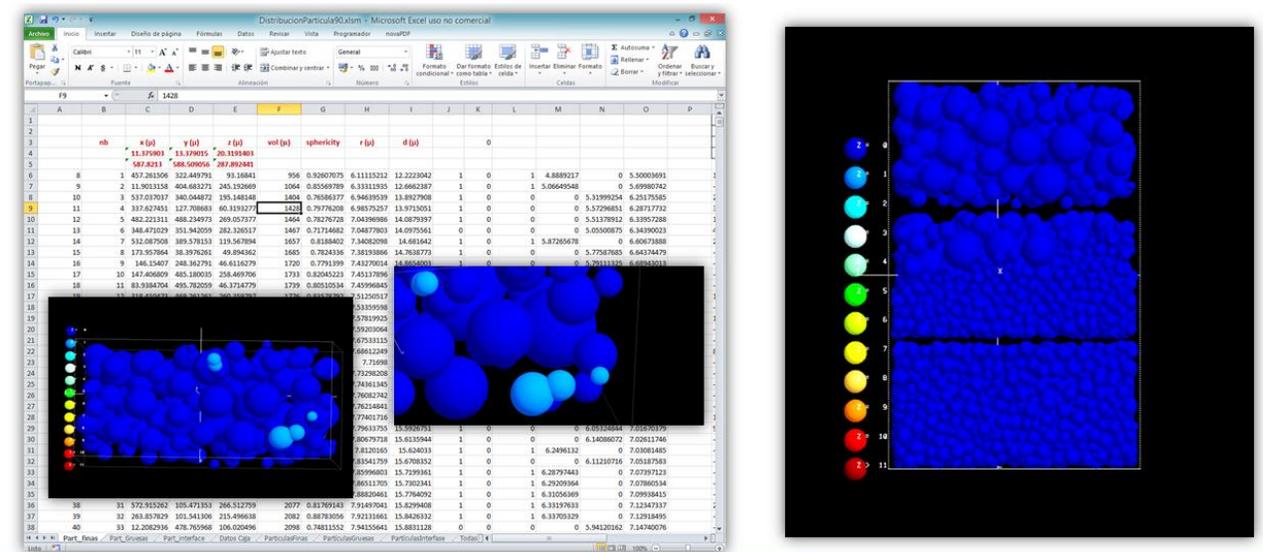
**SIMULACIONES NUMÉRICAS POR ELEMENTOS DISCRETOS DEL SINTERIZADO DE SISTEMAS COMPLEJOS  
PARA LA FABRICACIÓN DE MATERIALES ARQUIESTRUCTURADOS**

La Fig. 25 es una magnificación 3D de una sección de la muestra de la Fig. 23 que evidencia claramente las uniones interpartícula y la estructuración comunicación entre poros.



*Figura 25. Perspectiva tridimensional de un corte en una muestra virtualmente sinterizada creada con una distribución de tamaño de partícula con promedio de 18  $\mu\text{m}$ .*

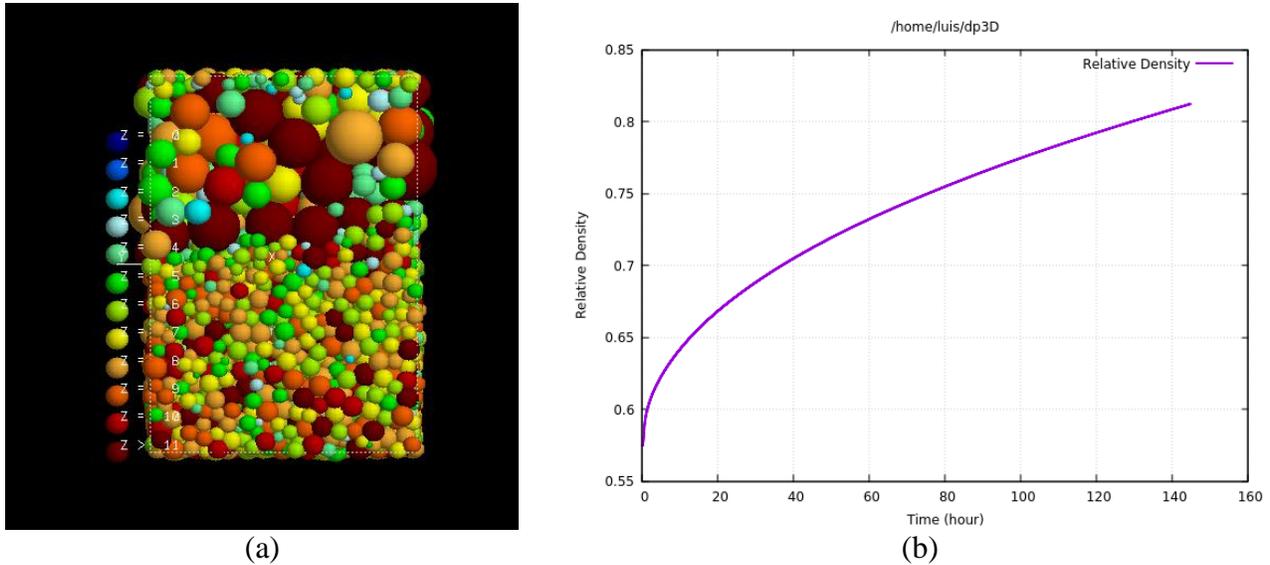
Los resultados de los análisis previos pueden enfocarse en la reproducción de muestras reales teniendo como punto de partida el conocimiento de la ubicación y tamaño de las partículas en una muestra que se encuentra sinterizada incipientemente. La Fig. 26 presenta el resultado de procesar datos provenientes de una inspección por tomografía de una muestra física mediante escalamiento y depuración de casos aislados de intrusión entre partículas; dadas la condición de partir de una nube para simular los fenómenos de compactación y sinterización a través de las funciones del programa *dp3D*. En el escalamiento, las partículas fueron reducidas un 20 % de su dimensión original



*Figura 26. Entorno de procesamiento de datos de coordenadas y tamaño de partículas, provenientes de un análisis de tomografía para su posterior ensamble y representación para análisis a través de las aplicaciones del programa *dp3D* para la reconstrucción del estado de sinterización del cual se partió.*

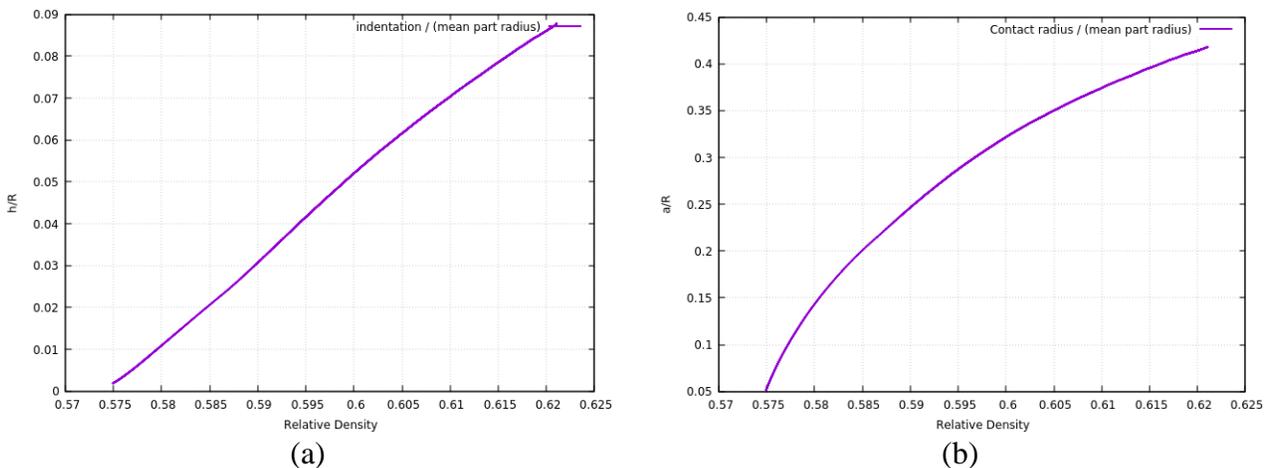
**SIMULACIONES NUMÉRICAS POR ELEMENTOS DISCRETOS DEL SINTERIZADO DE SISTEMAS COMPLEJOS  
PARA LA FABRICACIÓN DE MATERIALES ARQUIESTRUCTURADOS**

El resultado de la simulación de la sinterización se presenta en la Fig. 27a. Además, el proceso se ejecutó hasta obtener el máximo nivel de densificación promedio como lo muestra la curva del gráfico de la Fig. 27b. La tendencia de esta curva no muestra la influencia de la diferencia de la distribución de tamaño de partícula de una sección respecto a la otra.



**Figura 27.** Resultado de la simulación de la compactación y sinterización de los datos procesados del análisis por tomografía de una muestra estructurada con dos capas en dirección axial.

Como se mencionó previamente, a una razón relativamente baja de densificación la relación  $h/R$  promedio en la muestra, definida como la indentación respecto al radio de la partícula presenta un comportamiento proporcional al grado de densificación. Lo que indica que la sección con mayor cantidad de partículas domina el proceso o bien, se determina a partir de las partículas que responden más rápidamente al proceso de enlace lo cual, naturalmente se asocia con las partículas de menor tamaño. Al igual que la indentación, es posible que el crecimiento del cuello de unión entre las partículas a bajos niveles de densificación, pueda estar dominado por la razón de interacción y el mecanismo de transporte en las partículas de menor tamaño (referirse a la figura 28).



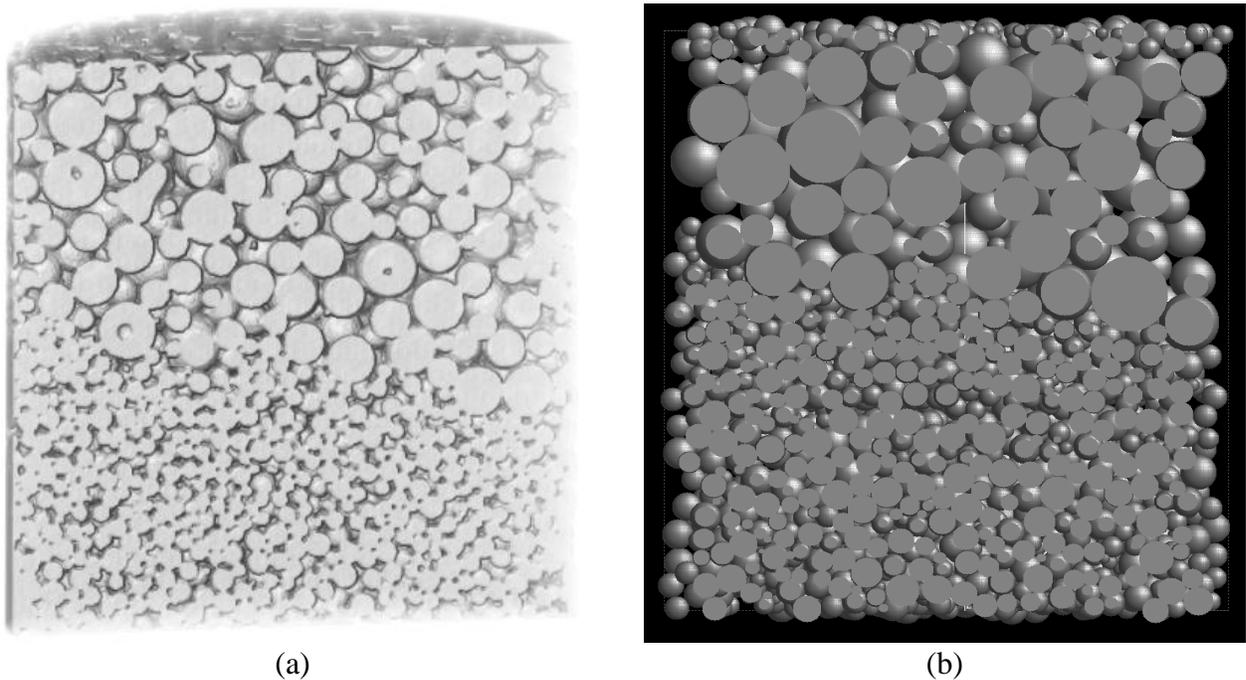
**Figura 28.** Relación del grado de indentación y del crecimiento de cuello respecto al grado de densificación durante la sinterización de una muestra estructurada con capas de partículas acopladas en dirección axial.

## SIMULACIONES NUMÉRICAS POR ELEMENTOS DISCRETOS DEL SINTERIZADO DE SISTEMAS COMPLEJOS PARA LA FABRICACIÓN DE MATERIALES ARQUIESTRUCTURADOS

Diversos análisis enfocados en la medición y validación de los parámetros de interacción en las partículas, como la indentación y el tamaño de cuello, pueden considerarse como trabajo futuro en esta línea de investigación para correlacionar los con las propiedades mecánicas y validar los modelos matemáticos correspondientes.

La estrategia adoptada para la simulación de la muestra virtual, creada a partir de la inspección de una muestra real por la técnica de microtomografía, dio origen a un procedimiento inverso de análisis de datos que permitirá obtener una menor incertidumbre en la validación de modelos matemáticos. El grado de incertidumbre puede disminuirse asegurando la similitud de las muestras construyendo partícula a partícula el cuerpo de la muestra. En el avance presentado en este trabajo se obtuvo con éxito la representación de una muestra, aunque con ligeras diferencias debido a que no fue posible referenciar estrictamente los puntos de corte de los datos asociados a los planos de seccionamiento. La Fig. 29 muestra el esfuerzo de hallar el plano de comparación en ambas muestras (a) real y (b) virtual. Es evidente que se encuentran grados de coincidencias en relación a la distribución y enlace de las partículas, incluso creando una perspectiva de aumento de tamaño de la imagen de reproducción, puede compensarse el escalamiento realizado para obtener una separación de las partículas para el inicio del proceso de simulación con el programa *dp3D*.

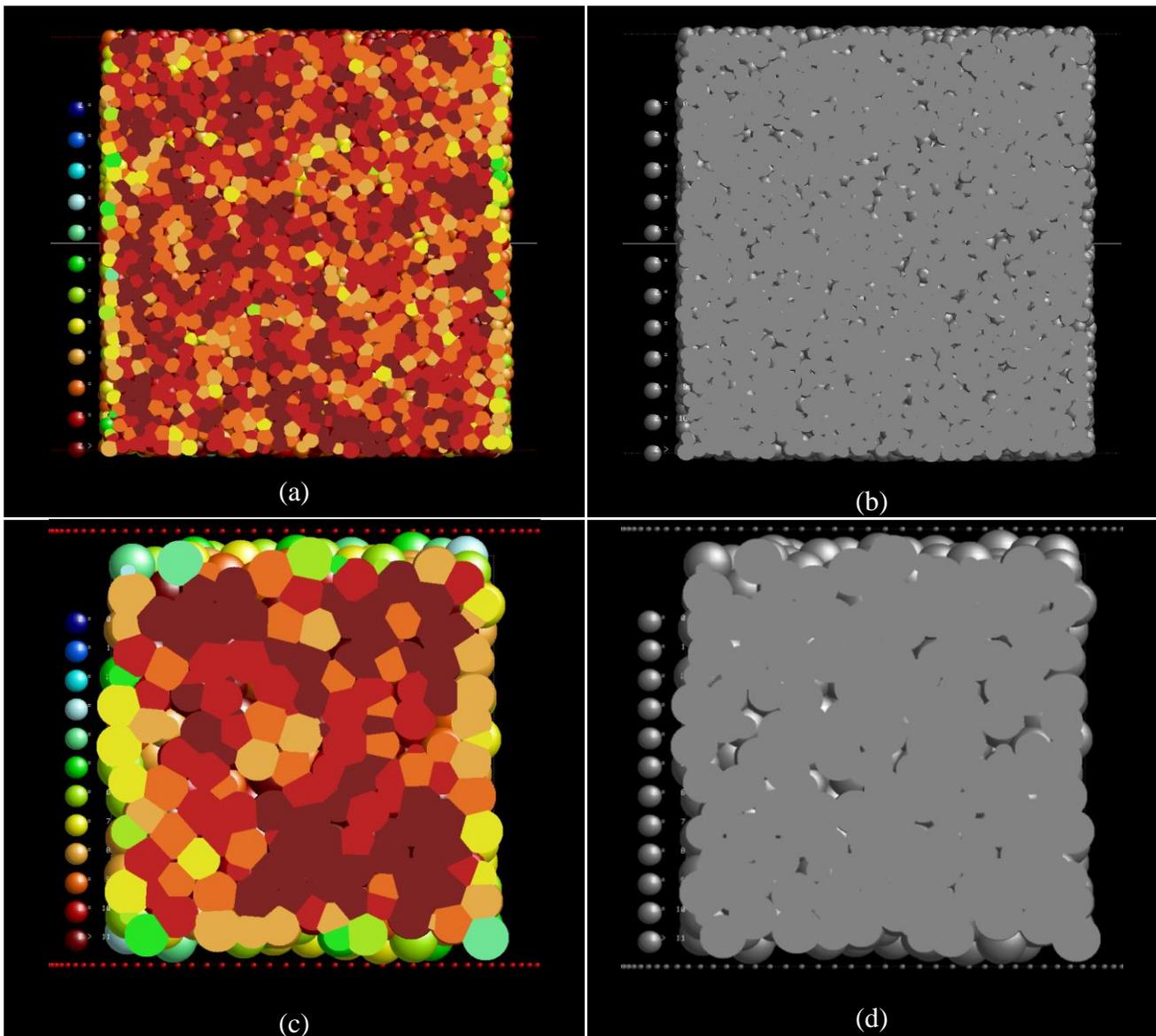
Adicionalmente a la compatibilidad en la ubicación de las partículas debe interpretarse el grado de unión entre las partículas a través de las magnitudes de la indentación y el tamaño de cuello, puesto que la capacidad de representación visual aún no tiene una alta fidelidad.



**Figura 29.** Comparación de muestras a) real y b) virtual obtenido a través del análisis con el programa *dp3D* y sus herramientas auxiliares.

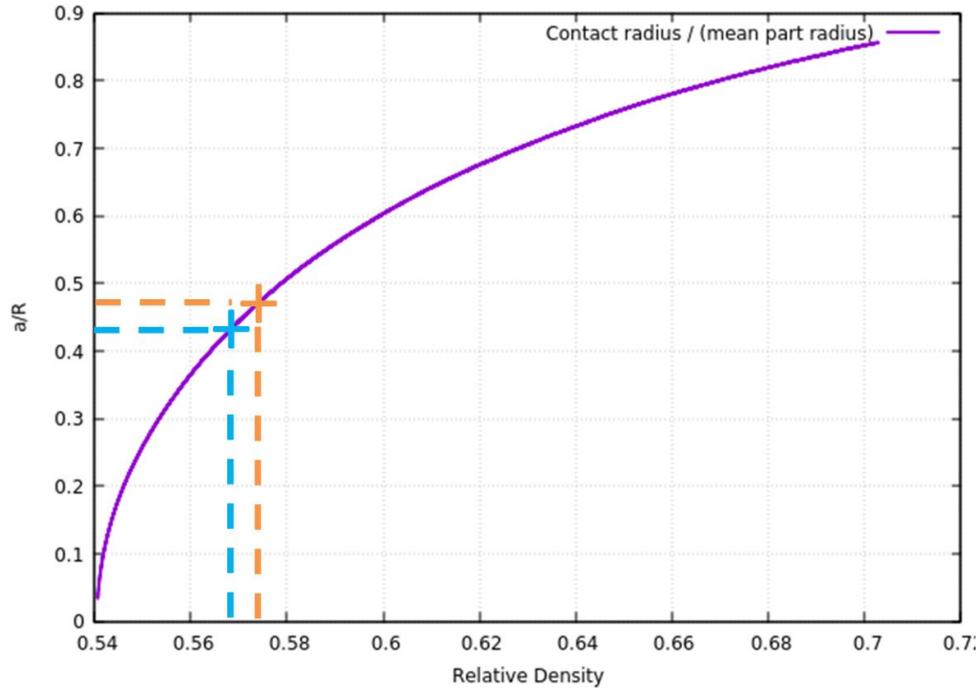
Las Figs. 30a a 30d muestran el plano de corte longitudinal de muestras cilíndricas de partículas de tamaño promedio de 32  $\mu\text{m}$  y 90  $\mu\text{m}$ , respectivamente, que fueron diseñadas y procesadas en el programa *dp3D*. Los tamaños de partícula se encuentran en el promedio de las distribuciones de tamaño de los polvos utilizadas en el desarrollo experimental y fueron seleccionados para analizar el

desarrollo de la relación entre el radio de cuello y el radio de partícula  $\left(\frac{a}{R}\right)$ . Como puede notarse en las Figs. 30a y 30c, después de la simulación de la sinterización cercana a una densidad relativa promedio de 0.7 en estas muestras, aún es posible analizar el número de coordinación (9-12) e interpretarse el grado de deformación debido a la indentación en referencia al plano de contacto inicial por la unión entre partículas. El corte muestra como cada partícula culmina con una forma de prisma poligonal y las curvaturas en el límite de los planos de uniones interpartícula no evidencian curvaturas como las definidas en la Fig. 5. Por lo tanto, se puede argumentar que la interpretación gráfica del proceso de sinterización aún no cuenta con características de implementación de los detalles de enlace comparados con la fenomenología real; sin embargo, se aproxima significativamente tal como se revela en la imagen 3D presentada en la Fig. 25.

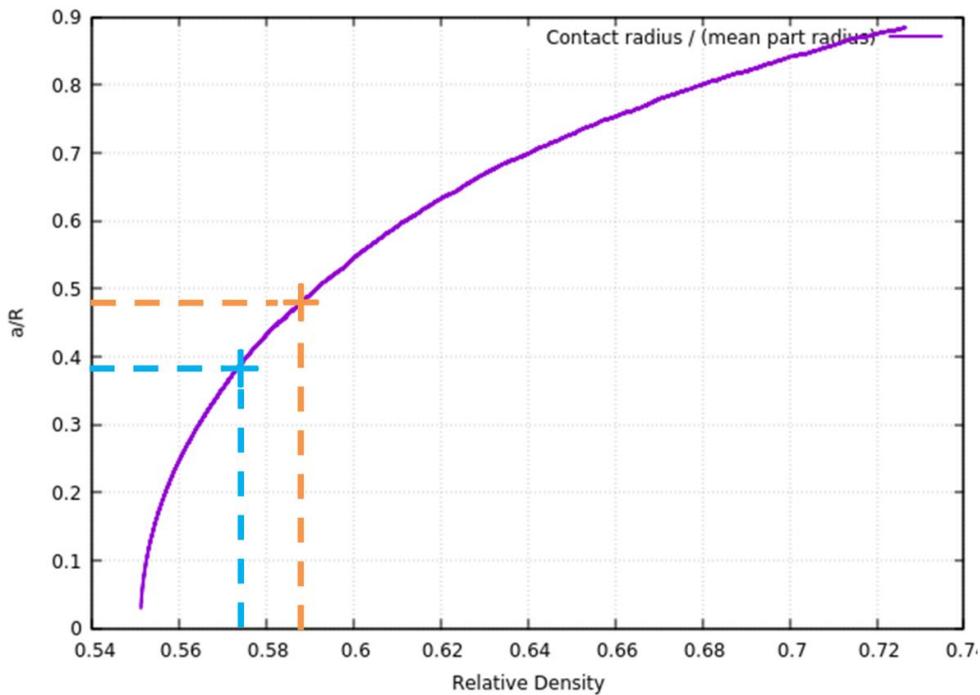


**Figura 30.** Simulación de la sinterización de muestras con tamaños de partícula promedio de a) 32  $\mu\text{m}$  y b) 90  $\mu\text{m}$  hasta la obtención de una densidad relativa de 0.7.

Por otra parte, las Figs. 30b y 30d equivalen a las Figs. 30a y 30c utilizando una representación en un solo color y un patrón de iluminación para resaltar las áreas superficiales las partículas. Puede notarse que con este formato se define adecuadamente la continuidad del sólido formado y las características de porosidad local.



(a)



(b)

**Figura 31.** Razón del radio de cuello respecto al radio de la partícula como una función de la densidad relativa en sistemas monopartícula con tamaño promedio de a)  $32 \mu\text{m}$  y b)  $90 \mu\text{m}$ .

**SIMULACIONES NUMÉRICAS POR ELEMENTOS DISCRETOS DEL SINTERIZADO DE SISTEMAS COMPLEJOS  
PARA LA FABRICACIÓN DE MATERIALES ARQUIESTRUCTURADOS**

Un análisis a profundidad de ésta última característica resulta complejo debido a la forma irregular de los poros, sin embargo, pueden desarrollarse representaciones equivalentes a las Figs. 16a y 16d que permiten hacer un análisis de su grado de interconexión y morfología. La estimación de  $\left(\frac{a}{R}\right)$  promedio como función de la densidad relativa en estas muestras se puede analizar en la Fig. 31.

Una comparación de las magnitudes de la relación  $\left(\frac{a}{R}\right)$  de estas simulaciones respecto a los valores registrados en la Tabla 5 para las muestras experimentales, muestra que las densidades relativas asociadas son más bajas. Mientras que el que para el promedio de tamaño de la distribución de partículas considerada pequeñas es de 0.568 a 0.573 aproximadamente, para el promedio de tamaño de la distribución de partículas considerada grade es de 0.576 a 0.583 aproximadamente. Estos valores difieren sensiblemente de los 0.72 a 0.74 y 0.65 a 0.70, en los casos de muestras con capas acopladas en forma axial y concéntrica, respectivamente. Sin embargo, si se toma en cuenta que el número de coordinación es mayor en las simulaciones por el flujo “idealizado” del material entre las partículas, entonces se justifica una menor razón de densificación para obtener magnitudes menores de las relaciones de tamaño de cuello respecto al radio de la partícula  $\left(\frac{a}{R}\right)$ .

En este sentido, puede definirse que un sistema de polvos de diferente material metálico puede presentar características similares de enlace entre partículas partiendo de una geometría idéntica. Lo que cambia es la rapidez a la cual se desarrolla el proceso de sinterización (cinética) controlado por los mecanismos de transporte y de fluencia por efecto de esfuerzos termomecánicos. Por esta razón, es necesario continuar el trabajo de análisis de resultados de simulaciones reproduciendo microestructuras reales para realizar mediciones más detalladas.

# CAPÍTULO 6

## CONCLUSIONES

Como parte del desarrollo de este trabajo de investigación, se propuso una nueva metodología experimental para fabricar materiales con gradientes de porosidad controlada mediante pulvimetalurgia. El manejo de muestras de orden milimétrico pudo ser controlado a través del uso de tubos capilares y de controlar las condiciones de humedad en las superficies de los tubos, crisol-pistilo y del entorno. Se elaboraron dos tipos de muestra, un tipo presenta solo una distribución de tamaño de partícula y el otro tipo, presenta una combinación de dos distribuciones identificadas por el intervalo de tamaño de partículas denominadas bicapa. Las muestras bicapa se diseñaron con dos configuraciones principales, axial (capa sobre capa) y radial (núcleo rodeado de capa) conservando una geometría cilíndrica. Existe un mayor grado de dificultad para crear una interfaz regular entre capas de distribuciones de partículas cuando se distribuyen axialmente, sin embargo, no es un problema crítico debido a que el número de coordinación generado permitirá tener un enlace entre capas con alta resistencia. En la preparación de la muestra la compactación ejercida puede modificar ligeramente la densidad aparente. Las mediciones cuantitativas determinaron que la densidad relativa inicial promedio es equivalente a 0.6 aproximadamente; lo cual es ligeramente mayor al estado de asentamiento únicamente por efecto de la gravedad y se acerca a un valor de densidad *tap*. De acuerdo con lo anterior, se diseñaron muestras colocando cantidades específicas de partículas con diferentes distribuciones de tamaño en una ubicación determinada, pero se puede lograr cualquier configuración deseada siguiendo esta metodología.

El proceso de sinterización debe realizarse en una atmósfera inerte debido a que la presencia de oxígeno podría causar la formación de una capa superficial de óxidos de titanio y aluminio principalmente, que inhibirían el intercambio atómico de los elementos entre las partículas. Por el desarrollo de diversos casos, se obtuvo evidencia que confirma que la distribución del tamaño de los poros está determinada por el tamaño de partícula inicial de los polvos y los parámetros de tiempo y ciclo de temperatura de sinterización de las muestras. Como característica esencial del proceso de elaboración se verificó que no se desarrollan grietas en la interfaz de las bicapas, debido a que la formación de cuellos entre las partículas producto de la sinterización, aun cuando aumenta por el número de coordinación, pueden no ser lo suficientemente robustos para soportar las tensiones generadas por las diferentes tasas de densificación de las capas.

## SIMULACIONES NUMÉRICAS POR ELEMENTOS DISCRETOS DEL SINTERIZADO DE SISTEMAS COMPLEJOS PARA LA FABRICACIÓN DE MATERIALES ARQUIESTRUCTURADOS

El desarrollo de preparación de muestras y de MEB permite identificar las regiones de enlace o cuellos entre las partículas en cada capa y en la interfaz creada entre ellas. En las observaciones se puede identificar que las capas con partículas más pequeñas sufren una mayor contracción debido a la mayor rapidez a la que se desarrolla la sinterización. Esta condición está ligada estrechamente a la cantidad de área superficial disponible para contacto entre las partículas. Por lo que, entre menor sea el tamaño de partícula se dispone de más área superficial para el contacto, de tal forma que se optimiza el transporte de especie por la cercanía de las partículas y por ende la rapidez de la sinterización. Existe la dificultad de identificar claramente algunos límites de dominio del material metálico debido a la acumulación de alúmina proveniente de la preparación metalográfica, por lo que realizar mediciones de los cuellos interpartícula puede incluir una incertidumbre elevada. Además, existe la limitación de la orientación y ubicación apropiada de un plano de corte para tener la confiabilidad de medir justo el diámetro que determina la unión.

La limitación de la observación bidimensional fue superada con la aplicación del análisis morfológico a través de la técnica de microtomografía de rayos X. Los resultados de la superposición de capturas de imágenes permiten obtener el esquema 3D de la estructura de las partículas sinterizadas. Aunque aún es complejo establecer un punto de referencia en el espacio las mediciones de la superficie de enlace entre las partículas se cuantifican con mayor precisión. Adicionalmente se define el espacio de análisis para la simulación de flujo de fluidos con lo cual, se determina la capacidad de permeabilidad de fluidos con características clínicas, contribuyendo a la comprensión de transporte convectivo de especies químicas en un sistema a escala nanométrica. En particular, la anisotropía en la permeabilidad aumenta con la diversidad de capas de partículas con diferentes tamaños.

Por otra parte, la evaluación física de las propiedades mecánicas y la permeabilidad estimada por simulación, demuestran estar influenciadas significativamente por la configuración de las capas en configuración radial o axial. Con los resultados de análisis para ambos sistemas se determinó que la configuración radial de las capas se aproxima muy bien a las características reportadas de las estructuras óseas; además de que mimetizan mejor la configuración natural de un hueso.

El módulo de Young (E) el esfuerzo de fluencia ( $\sigma_y$ ) medidos en las muestras se ajustan a los descritos por ley de potencia a través de la cual se establece el grado de identificación del potencial de aplicación de las estructuras porosas. Aunque la tendencia fue definida para sistemas monopartícula, en el análisis de las estructuras bicapa se encuentra un comportamiento similar a medida que se incrementa la densificación en las muestras. También se determinó que las estructuras con tamaños de partícula relativamente grandes, los datos de la ley de potencia están sobreestimados debido a las características de baja área superficial para contacto y a la disminución de la relación de radio de cuello y radio de partícula. De acuerdo con este comportamiento, estratégicamente, una reducción del grado de rigidez de una estructura bicapa consistiría en generar una cantidad de poros adicional o un grado de sinterización bajo, aunque con ello se disminuya la resistencia a las cargas mecánicas. Sin embargo, bajo el concepto de deformación admisible la relación entre la rigidez y la resistencia a la fluencia queda determinada por los valores más altos posibles, lo que significa que en implantes se requiere una deformación restringida con buena resistencia. En este sentido los valores más elevados de se registraron en las estructuras bicapa axial y concéntrica procesadas a la mayor rapidez de sinterización.

La caracterización de sistemas de capas de partículas demostró que el grado de mimetización respecto a las estructuras óseas se puede lograr con un grado elevado de capacidades. Por lo tanto,

## SIMULACIONES NUMÉRICAS POR ELEMENTOS DISCRETOS DEL SINTERIZADO DE SISTEMAS COMPLEJOS PARA LA FABRICACIÓN DE MATERIALES ARQUIESTRUCTURADOS

de acuerdo con la disponibilidad de programas de cómputo especializados en desarrollo para el análisis de partículas a partir de la aplicación del método de elemento discreto, fue posible procesar muestras diseñadas para evaluar el alcance de los modelos matemáticos implícitos relacionados con los mecanismos de flujo de fluidos, interacción mecánica y transporte de especies. Durante el uso del programa *dp3D* aplicado a los modelos abordados en esta investigación, se determinó su efectividad controlando los sistemas confinados y la generación de sistemas iniciales de partículas dispersas con densidades relativas entre 20 y el 30 %, de acuerdo con la característica de adoptar un tipo de distribución más-menos y una desviación pequeña para evitar la inestabilidad de la solución. Adicionalmente, funciones de procesamiento de muestras fueron utilizadas para obtener acoplamiento de capas de partículas con la precaución de evitar intrusiones parciales o totales (dos o más partículas ocupando el mismo espacio). En general, diversos esquemas para simulación computacional pueden ser generados de acuerdo con los planteamientos requeridos.

Los modelos matemáticos de interacción y de sinterización muestran resultados de simulación congruentes con las muestras físicas, el análisis de indentación y de la relación radio de cuello-radio de partícula, así como el número de coordinación, representan parámetros útiles de para la validación. Los sistemas reales también pueden ser reestructurados para simulación conociendo características de la ubicación y tamaño de las partículas originadas por lo análisis de microtomografía. Su implementación requiere de procesamiento de los datos para iniciar con un sistema disperso. No obstante, pueden crearse herramientas informáticas que se ajusten a los requerimientos de desplazamiento de partículas para emulación. De esta forma, es posible continuar el concepto de diseñar estructuras (arquiestructuras) virtuales en los que sea posible simular gradientes funcionales en el aspecto de comportamiento mecánico, de flujo de fluidos y de estabilidad química en sistemas orgánicos, en particular, para el diseño de objetos ortopédicos.

Los resultados de este trabajo de investigación contribuyen al conocimiento de la caracterización de materiales y al enlace con los avances en el desarrollo de programas de cómputo especializados a través de la implementación de metodologías de análisis fundamentados en el método científico, así como también, a la consolidación de métodos de diseño y creación de estructuras que mimetizan objetos de necesidad esencial para el desarrollo humano y la conservación de la salud. No obstante, a través de los procesos pulvimetalúrgicos es posible diversificar las aplicaciones a diversas áreas de la ingeniería, de tal forma que, al virtualizar los elementos de estudio, se establecen los modelos para el análisis la fenomenología de interés.

## REFERENCIAS

- [1] Meulenberg, W.A.; Mertens, J.; Bram, M.; Buchkremer, H.-P.; Stöver, D. “Graded porous TiO<sub>2</sub> membranes for microfiltration”. *J. Eur. Ceram. Soc.* (26) (2006), 449–454, <https://doi:10.1016/j.jeurceramsoc.2005.06.035>.
- [2] Reig, L.; Amigó, V.; Busquets, D.J.; Calero, J.A. “Development of porous Ti6Al4V samples by microsphere sintering”. *J. Mater. Process. Technol.* (212) (2012), 3–7, <https://doi:10.1016/j.jmatprotec.2011.06.026>.
- [3] Bender, S.; Chalivendra, V.; Rahbar, N.; el Wakil, S. “Mechanical characterization and modeling of graded porous stainless-steel specimens for possible bone implant applications”. *Int. J. Eng. Sci.* (53) (2012), 67–73, <https://doi:10.1016/j.ijengsci.2012.01.004>.
- [4] Torres, Y.; Trueba, P.; Pavón, J.J.; Chicardi, E.; Kamm, P.; García-Moreno, F.; Rodríguez-Ortiz, J.A. “Design, processing and characterization of titanium with radial graded porosity for bone implants”. *Mater. Des.* (110) (2016), 179–187.
- [5] Miao, X.; Sun, D. “Graded/gradient porous biomaterials”. *Materials* (3) (2010), 26–47.
- [6] Bahraminasab, M.; Sahari, B.B.; Edwards, K.L.; Farahmand, F.; Arumugam, M.; Hong, T.S. “Aseptic loosening of femoral components—A review of current and future trends in materials used”. *Mater. Des.* (42) (2012), 459–470.
- [7] Tirta, A.; Baek, E.R.; Chang, S.S.; Kim, J.H. “Fabrication of porous material for micro component application by direct X-ray lithography and sintering”. *Microelectron Eng.* (98) (2012), 297–300, <https://doi:10.1016/j.mee.2012.05.016>.
- [8] Cabezas-Villa, J.L.; Olmos, L.; Bouvard, D.; Lemus-Ruiz, J.; Jiménez, O. “Processing and properties of highly porous Ti6Al4V mimicking human bones”. *J. Mater. Res.* (33) (2018), 650–661.
- [9] Wang, X.; Xu, S.; Zhou, S.; Xu, W.; Leary, M.; Choong, P.; Xie, Y.M. “Topological design and additive manufacturing of porous metals for bone scaffolds and orthopedic implants: A review”. *Biomaterials* (83) (2016), 127–141.
- [10] Torres, Y.; Rodríguez, J.A.; Arias, S.; Echeverry, M.; Robledo, S.; Amigo, V.; Pavón, J.J. “Processing, characterization and biological testing of porous titanium obtained by space-holder technique”. *J. Mater. Sci.* (47) (2012), 6565–6576.
- [11] Nauman, E.; Fong, K.; Keaveny, T. “Dependence of intertrabecular permeability on flow direction and anatomic site”. *Ann. Biomed. Eng.* (27) (1999), 517–524.
- [12] Daish, C.; Blanchard, R.; Gulati, K.; Losic, D.; Findlay, D.; Harvie, D.J.E.; Pivonka, P. “Estimation of anisotropic permeability in trabecular bone based on micro-CT imaging and pore-scale fluid dynamics simulations”. *Bone Rep.* (6) (2017), 129–139.
- [13] Dewidar, M.M.; Lim, J.K. “Properties of solid core and porous surface Ti–6Al–4V implants manufactured by powder metallurgy”. *J. Alloys Compd.* (454) (2008), 442–446.
- [14] Lee, J.H.; Park, H.J.; Hong, S.H.; Kim, J.T.; Lee, W.H.; Park, J.M.; Kim, K.B. “Characterization and deformation behavior of Ti hybrid compacts with solid-to-porous gradient structure”. *Mater. Des.* (60) (2014), 66–71.
- [15] Ahmadi, S.; Sadrnezhaad, S.K. “A novel method for production of foamy core@ compact shell Ti6Al4V bone-like composite”. *J. Alloys Compd.* (656) (2016), 416–422.

- [16] Trueba, P.; Chicardi, E.; Rodríguez-Ortiz, J.A.; Torres, Y. “Development and implementation of a sequential compaction device to obtain radial graded porosity cylinders”. *J. Manuf. Process.* (50) (2020), 142–153.
- [17] Matsuno, H.; Yokoyama, A.; Watari, F.; Uo, M.; Kawasaki, T. “Biocompatibility and osteogenesis of refractory metal implants, titanium, hafnium, niobium, tantalum and rhenium”. *Biomaterials* (2001), DOI:10.1016/S0142-9612(00)00275-1.
- [18] Woodard, J.R.; Hildore, A.J.; Lan, S.K.; Park, C.J.; Morgan, A.W.; Eurell, J.A.C.; Clark, S.G.; Wheeler, M.B.; Jamison, R.D.; Johnson, A.J.W. “The mechanical properties and osteoconductivity of hydroxyapatite bone scaffolds with multi-scale porosity”. *Biomaterials.* (2007), [https://doi:10.1016/j.biomaterials.2006.08.021](https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2006.08.021).
- [19] Takemoto, M.; Fujibayashi, S.; Neo, M.; Suzuki, J.; Kokubo, T.; Nakamura, T. “Mechanical properties and osteoconductivity of porous bioactive titanium”. *Biomaterials* (26) (2005), 6014–6023.
- [20] Dabrowski, B.; Swieszkowski, W.; Godlinski, D.; Kurzydowski, K.J. “Highly porous titanium scaffolds for orthopedic applications”. *J. Biomed. Mater. Res. B Appl. Biomater.* (95) (2010), 53–61.
- [21] Le, H.; Wang, C.A.; Huang, Y. “Biomimetics Learning from Nature”; InTechOpen, (2010). DOI: 10.5772/198
- [22] Kienapfel, H.; Sprey, C.; Wilke, A.; Griss, P. “Implant fixation by bone ingrowth”. *J. Arthroplasty* (14) (1999), 355–368.
- [23] L. Olmos, C.L. Martin, D. Bouvard, D. Bellet y M. Di-Michiel. “Investigation of the sintering of heterogeneous powder systems by synchrotron microtomography and discrete element simulation”, *Journal of the American Ceramic Society.* (92) (7) (2009), 1492-1499.
- [24] D. Bernard, D. Gendron, J.M. Heintz, S. Bordère and J. Etourneau. “First direct 3d visualisation of microstructural evolutions during sintering through x-ray computed microtomography” *Acta Mater.*, (53) (1) (2004), 121-128.
- [25] L. Olmos, T. Takahashi, D. Bouvard, C.L. Martin, L. Salvo, D. Bellet y M. Di-Michiel, “Analysing the sintering of heterogeneous powder structures by *in situ* microtomography” *Philosophical Magazine*, (89) (32) (2009), 2949-2965.
- [26] E. Ferrié, J.Y. Buffière y W. Ludwig, “3D Characterization of the nucleation of a short fatigue crack at a pore in a cast Al alloy using high resolution synchrotron microtomography” *International Journal of Fatigue*, (27) (10-12) (2005), 1215-1220.
- [27] H. Zhang, H. Toda, P.C. Qu, Y. Sakaguchi, M. Kobayashi, K. Uesugi y Y. Suzuki, “Three-dimensional fatigue crack growth behavior in an aluminum alloy investigated with *in situ* high-resolution synchrotron x-ray microtomography”, *Acta Mater.*, (57) (11) (2009), 3287-3300.
- [28] P. Richard, P. Philippe, F. Barbe, S. Bourles, X. Thibault y D. Bideau, “Analysis by X-Ray microtomography of a granular packing undergoing compaction”, *Physical Review. E, Statistical, Nonlinear, and Soft Matter Physics*, (68) (2) (2003), 020301(R).
- [29] S.H. Chung, Y.S. Kwon, S.J. Park y R.M. German, **Modeling and simulation of press and sinter powder metallurgy**. ASM Handbook, Powder Metallurgy. Vol. 22, D.U. Ferrer y S.L. Semiatin (Ed.), ASM International, 2010, pp. 323-334.
- [30] E. Olevsky, V. Tikare y T. Garino, “Multi-Scale modeling of sintering: a review”, *J. American Ceramic Society*, (89) (6) (2006), 1914-1922.
- [31] I. Iturrioz, G. Doz y J.D. Riera, “Método de los elementos discretos (DEM): una alternativa interesante en el análisis numérico de sistemas estructurales no lineales” *Mecánica Computacional*, (17) (2) (Structural Analysis A) (1996), 63-72.
- [32] B.H. Xu y A.B. Yu, “Particle-Scale modelling of gas-solid flow in fluidization”, *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*, (78) (2003), 111-121.

- [33] N.G. Deen, M.V.S. Annaland, M.A. Van Der Hoef, y J.A.M. Kuipers, “Review of discrete particle modeling of fluidized beds”, *Chemical Engineering Science.*, (62) (2007), 28-44.
- [34] B. Peters, **Classification of combustion regimes in a packed bed based on the relevant time and length scales. Combustion and Flame.** Vol. (116) (1999), 297-301.
- [35] Christophe Martin, “dp3D – discrete powder 3D”, SIMaP CNRS Grenoble INP, Información en línea: <http://simap.grenoble-inp.fr/gpm2/m-christophe-martin--430244.kjsp>
- [36] E. Oztemel, y S. Gursev, S. Literature review of Industry 4.0 and related technologies. *J Intell Manuf* (31) (2020), 127–182. <https://doi.org/10.1007/s10845-018-1433-8>
- [37] C.L. Martin y R.K. Bordia, “Influence of adhesion and friction on the geometry of packing of spherical particles”, *Physical Review E*, (77) (2008), 031307\_1-031307\_8.
- [38] C.L. Martin, D. Bouvard y S. Shima, “Study of particle rearrangement during powder compaction by discrete element method”, *Journal of Mechanics and Physics of Solids*, (51) (2003), 667-693.
- [39] C.L. Martin y D. Bouvard, “Isostatic compaction of bimodal powder mixtures and composites”, *International Journal of Mechanical Sciences*, (46) (2004), 907-927.
- [40] X. Liu, C.L. Martin, G. Delette y D. Bouvard, “Elasticity and strength of partially sintered ceramics”, *J. Mech. Phys. Solids.* (58) (2010), 829-842.
- [41] D. Jauffrès, C.L. Martin, A. Lichtner y R.K. Bordia, “Simulation of the toughness of partially sintered ceramics with realistic microstructures”, *Acta Mater.*, (60) (2012), 4685-4694.
- [42] C.L. Martin, L.C.R. Schneider, L. Olmos y D. Bouvard, “Discrete element modeling of metallic powder sintering”, *Scripta Mater.*, (55) (2006), 425-428.
- [43] C.L. Martin y R.K. Bodia, “The effect of a substrate on the sintering of constrained films”, *Acta Mater.*, (57) (2009), 549-558.
- [44] Martin Christophe, Camacho-Montes Hector, Olmos Luis, Bouvard Didier y Bordia Rajendra. “Evolution of defects during sintering: discrete element simulations”. *Journal of the American Ceramic Society*, (92) (2009) 1435-1441. <https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2009.03014.x>.
- [45] C.L. Martin, R.K. Bordia, “The effect of a substrate on the sintering of constrained films”, *Acta Mater.*, (57) (2009), 549-558. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2008.09.041>.
- [46] S. Martin, M. Guessasma, J. Léchelle, J. Fortin, K. Saleh, F. Adenot, “Simulation of sintering using a non-smooth discrete element method. Application to the study of rearrangement”, *Computational Materials Science*, (84) (2014), 31-39, <https://doi.org/10.1016/j.commatsci.2013.11.050>.
- [47] Martin, Christophe & Yan, Zilin & Jauffres, David & Bouvard, Didier & BORDIA, Rajendra. “Sintered ceramics with controlled microstructures: Numerical investigations with the Discrete Element Method”. *Journal of the Ceramic Society of Japan.* (124) (2016), 340-345. 10.2109/jcersj2.15269.
- [48] gnuplot homepage, Información en línea: <http://www.gnuplot.info/>
- [49] Home Page for RasMol and OpenRasMol, Información en línea: <http://www.openrasmol.org/>
- [50] OVITO Open Visualization Tool, “Scientific visualization and analysis software for atomistic simulation data”, Información en línea: <http://ovito.org/>
- [51] J. Pan, H. Le, S. Kucherenko y J.A. Yeomans, “A Model for the sintering of spherical particles of different sizes by solid state diffusion”, *Acta Meter.*, (46) (1998), 4671-4690.
- [52] D. Bouvard and R.M. McMeeking, “The deformation of interparticle necks by diffusion controlled creep”, *J. Am. Ceram. Soc.*, (79) (1996), 666-672.
- [53] F. Paharmi and R.M. McMeeking, “A network model for initial stage sintering”, *Mech. Mater.*, (27) (1998), 111-124.
- [54] F.H. Froes, **Titanium – Physical Metallurgy Processing and Applications**, ASM International, USA, (2015), Caps. 6 y 8.

- [55] H. Hertz, “On the contact of elastic solids”, *Journal fur Die Reine und Angewandte Mathematik*. (92) (1882), 156-171.
- [56] R.D. Mindlin y H. Deresiewicz, “Elastic spheres in contact under varying oblique forces”, *ASME J Appl Mech*. (20) (1) (1953), 327-344.
- [57] J. Rojek, S. Nosewicz, K. Jurezak, M. Chmielewski, K. Bochenek y K. Pietrzak, “Discrete element simulation of powder compaction in cold uniaxial pressing with low pressure”, *Comp. Part. Mech*. (3) (2016), 513-524.
- [58] P.A. Cundall y O.D.L. Strack. “A discrete numerical model for granular assemblies”, *Géotechnique*. (29) (1979), 47-65.
- [59] R.D. Mindlin, “Compliance of elastic bodies in contact”, *Journal of Applied Mechanics*. (16) (1949), 259-268.
- [60] B.V. Derjaguin, V.M. Muller y Y.P. Toporov. “Effect of contact deformations on adhesion of particles”, *J. Colloid Interface Sci*. (53) (1975), 314-326.
- [61] E.M. Lifshitz, *Zh. Eksp. Teor. Fiz*. (29) (1955), 94.
- [62] B.V. Derjaguin, I.I. Abrikosova y E.M. Lifshitz. *Quart. Rev*. (10) (1956), 295.
- [63] K.L. Johnson, K. Kendall y A.D. Roberts. “Surface Energy and the Contact of Elastic Solids”, *Proc. R. Soc. Lond. A*, (A324) (1971), 301-313.
- [64] D.L. Johnson, “New method of obtaining volume, grain boundary and surface diffusion coefficients from sintering data”, *J. Appl. Phys.*, (40) (1969), 192.
- [65] L. De Jonghe and M.N. Rahaman, “Sintering stress of homogeneous and heterogeneous powder compacts”, *Acta Metall*. (36) (1988), 223.

## APÉNDICE A

La densidad relativa se define como:

$$\rho_r = \frac{\rho}{\rho_0} \quad (\text{A1})$$

Donde  $\rho$  es la densidad absoluta y  $\rho_0$  una densidad de referencia. Si se considera dos masas de idéntico volumen:

$$\rho_r = \frac{\rho}{\rho_0} = \frac{\frac{m}{V}}{\frac{m_0}{V}} = \frac{m}{m_0} \quad (\text{A2})$$

Por otra parte, considerando la densidad relativa a los cuerpos:

$$\frac{\rho_1}{\rho_2} = \frac{\frac{m_1}{V_1}}{\frac{m_2}{V_2}} = \frac{m_1 V_2}{m_2 V_1} \quad (\text{A3})$$

Si  $\rho_1 = \rho_2$ , entonces se tiene el mismo material. Por lo tanto:

$$1 = \frac{m_1 V_2}{m_2 V_1} \quad (\text{A4})$$

De acuerdo con la Ec. A1, la Ec. A4 puede escribirse como:

$$1 = \rho_r \frac{V_2}{V_1} \quad (\text{A4})$$

De tal forma que:

$$V_1 = \rho_r V_2; \quad V_1 < V_2 \quad (\text{A5})$$

**Ejemplo:**

Radio promedio de partícula:

$$r = 0.698231 u \quad (A6)$$

El volumen de la partícula considerando la esférica es:

$$V = \frac{4}{3} \pi r^3 = \frac{4}{3} \pi (0.698231)^3 = 1.4256 u^3 \quad (A7)$$

Ahora, considerando un volumen de 500 partículas:

$$V_{ps} = V_1 = (1.4256 u^3) 500 = 712.945 u^3 \quad (A8)$$

Es posible definir la razón del espacio confinado de acuerdo con una relación de aspecto, tal que si se considera un contenedor rectangular con lados  $x$  y  $y$  de igual magnitud pero con el doble de altura, entonces normalizando respecto al valor menor:

$$x = 1k, \quad y = 1k, \quad z = 2k \quad (A9)$$

Por lo tanto el volumen del paralelepípedo se estima como el producto de los tres lados.

$$V = V_2 = x \cdot y \cdot z = k \cdot k \cdot 2k = 2k^3 \quad (A10)$$

De esta forma, utilizando los datos de las ecuaciones A8 y A10 en la Ec. A5 y determinando una densidad relativa de 0.3:

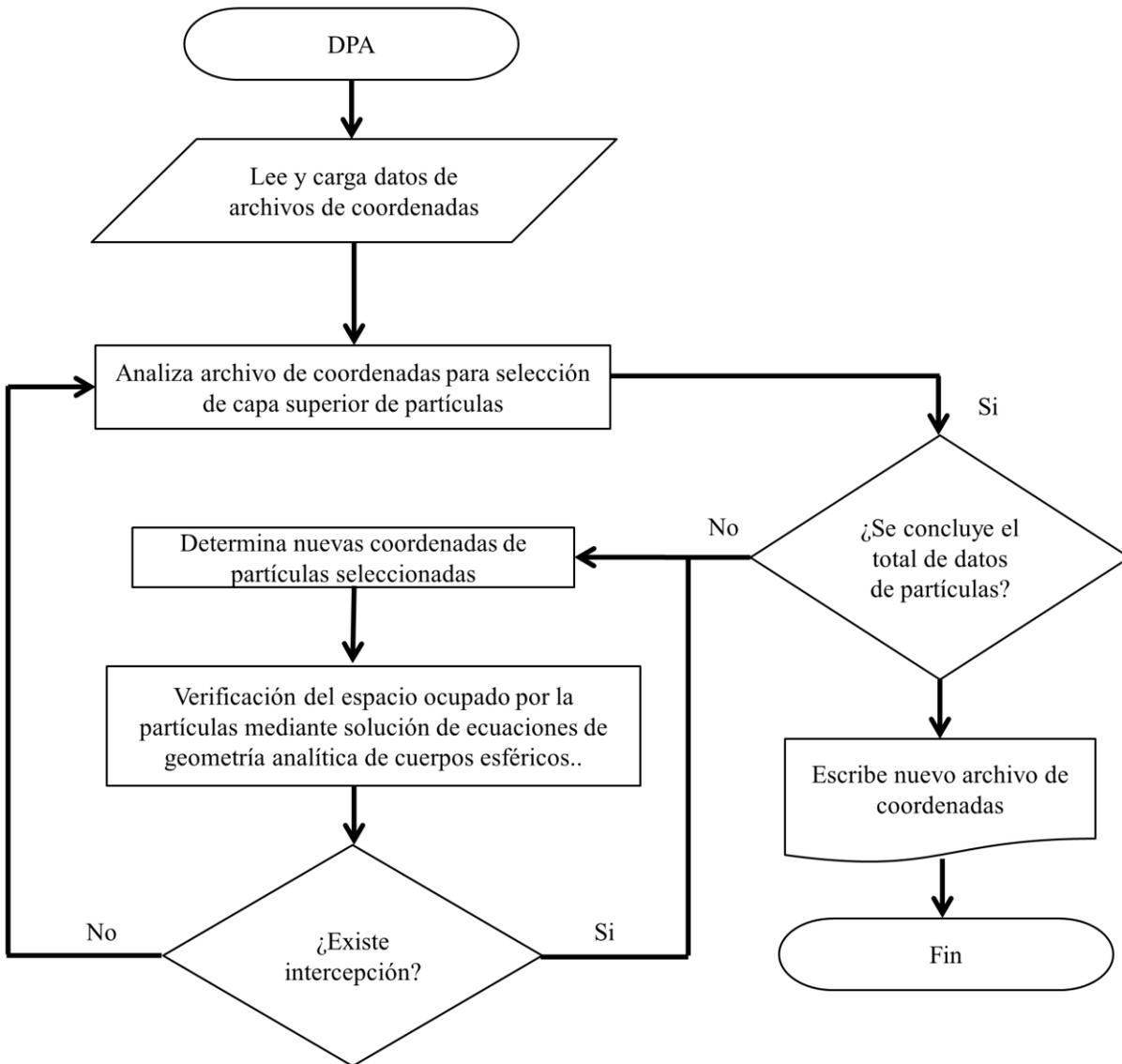
$$V_2 = 2k^3 = \frac{V_1}{\rho_r} = \frac{712.945 u^3}{0.3} = 2376.48 u^3 \quad (A11)$$

Por lo tanto de la Ec. 11:

$$k = \left( \frac{2376.48 u^3}{2} \right)^{\frac{1}{3}} = 10.59 u \quad (A12)$$

Con lo cual se define el tamaño del paralelepípedo para alojar una nube dispersa de 500 partículas.

## APÉNDICE B



# ANEXOS

## Publicaciones y Aportes

Article

# Processing and Characterization of Bilayer Materials by Solid State Sintering for Orthopedic Applications

Jorge Sergio Téllez-Martínez <sup>1</sup>, Luis Olmos <sup>2</sup>, Víctor Manuel Solorio-García <sup>1</sup>, Héctor Javier Vergara-Hernández <sup>1,\*</sup>,  
Jorge Chávez <sup>2</sup> and Dante Arteaga <sup>3</sup>

- <sup>1</sup> Tecnológico Nacional de México/ITMorelia, Av. Tecnológico # 1500, Colonia Lomas de Santiaguillo, Morelia C.P. 58120, Mexico; D16121682@morelia.tecnm.mx (J.S.T.-M.); v\_ms\_g@hotmail.com (V.M.S.-G.)  
<sup>2</sup> INICT, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, Fco. J. Mujica S/ N, Morelia C.P. 58060, Mexico; luisra24@gmail.com (L.O.); jomachag@gmail.com (J.C.)  
<sup>3</sup> Centro de Geociencias, Universidad Nacional Autónoma de México, Blvd. Juriquilla No. 3001, Querétaro C.P. 76230, Mexico; darteaga@geociencias.unam.mx  
\* Correspondence: hector.vh@morelia.tecnm.mx; Tel: +52-443-335-7888

**Abstract:** A new processing route is proposed to produce graded porous materials by placing particles of Ti6Al4V with different sizes in different configurations to obtain bilayer samples that can be used as bone implants. The sintering behavior is studied by dilatometry and the effect of the layers' configuration is established. To determine pore features, SEM and computed microtomography were used. Permeability is evaluated by numerical simulations in the 3D real microstructures and the mechanical properties are evaluated by compression tests. The results show that a graded porosity is obtained as a function of the size of the particle used. The mechanical anisotropy due to the pore size distribution and the sintering kinetics, can be changed by the particle layer arrangements. The Young modulus and yield stress depend on the relative density of the samples and can be roughly predicted by a power law, considering the layers' configuration on the compression behavior. Permeability is intimately related to the median pore size that leads to anisotropy due to the layers' configuration with smaller and coarser particles. It is concluded that the proposed processing route can produce materials with specific and graded characteristics, with the radial configuration being the most promising for biomedical applications.

**Keywords:** Functional Graded Materials; sintering; porosity; permeability; mechanical properties



Citation: Téllez-Martínez, J.S.; Olmos, L.; Solorio-García, V.M.; Vergara-Hernández, H.J.; Chávez, J.; Arteaga, D. Processing and Characterization of Bilayer Materials by Solid State Sintering for Orthopedic Applications. *Metals* 2021, 11, 207. <https://doi.org/10.3390/met11020207>

Received: 31 December 2020  
Accepted: 19 January 2021  
Published: 23 January 2021

**Publisher's Note:** MDPI stays neutral with regard to jurisdictional claims in published maps and institutional affiliations.



Copyright © 2021 by the authors. Licensee MDPI, Basel, Switzerland. This article is an open access article distributed under the terms and conditions of the Creative Commons Attribution (CC BY) license (<https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).

## 1. Introduction

Nowadays, industrial processes demand materials with specific properties and localized microstructures to improve material performance. To satisfy particular needs, the development of materials with changing mechanical properties and/or microstructures along a preferential direction has been developed. These are called Functional Graded Materials (FGMs). Among these materials, a variation on the porosity along the part is very useful for different industrial applications, such as microfiltration [1], biomedical applications [2–5] and microelectronic devices [6]. Research into materials that can be used as bone implants has received a lot of attention in the past decade due to their capacity to improve human health. Some earlier investigations focused on solving the mismatch stiffness between metallic implants and human bones [6]. Therefore, there is a need to develop porous materials by using different techniques showing that the stiffness of Ti and its alloys can be reduced to close to that of human bones [7–10]. Nevertheless, it is worth noting that bones have anisotropic mechanical properties and that stiffness will change depending on the direction of analysis in the structure [11,12]. Thus, it is necessary for the design of FGMs to satisfy the requirements to produce an improved and specialized bone implant.



**UPJR**  
UNIVERSIDAD POLITÉCNICA  
JUVENTINO ROSAS

Otorga el presente

**RECONOCIMIENTO**

a

**Mtro. Jorge Sergio Téllez Martínez**

*Por su valiosa participación en el 1er. Simposio Internacional de Maestría en Ingeniería con la ponencia:*

***“Procesamiento y Caracterización de Materiales Bicapa por Sinterización en Estado Sólido para Aplicaciones Ortopédicas”***

***“Formación para una vida mejor”***



**M.I. JOSÉ GABRIEL AGUILERA GONZÁLEZ**  
**SECRETARIO ACADÉMICO**  
Santa Cruz de Juventino Rosas, Gto. a 12 mayo de 2021





## IX Congreso Nacional de Ciencia e Ingeniería en Materiales otorga

la presente Constancia a:

**JORGE SERGIO TÉLLEZ MARTÍNEZ**

quien presentó la contribución:

Metalurgia de Polvos

en el VIII Congreso Nacional de Ciencia e Ingeniería en Materiales

celebrado en la Universidad Tecnológica del Centro de Veracruz, Ver del 21 al 23 de marzo de 2018.

**ELIZABETH REYES CHÁVEZ**

RECTORA



CONGRESO NACIONAL DE CIENCIA  
E INGENIERÍA EN MATERIALES

SEP | Centro de Trabajo: 30EUT00020  
Clave de la Institución: 30MSU90272 | STPS UTC041109TU4-0013