



**UNIVERSIDAD MICHOACANA DE SAN  
NICOLÁS DE HIDALGO**



**INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN  
METALURGIA Y MATERIALES**

---

**MICROESTRUCTURA Y COMPORTAMIENTO MECÁNICO  
DEL MATERIAL COMPUESTO Al-6061/TiCp**

**TESIS PARA OBTENER EL GRADO DE:  
MAESTRO EN METALURGIA Y CIENCIAS DE LOS MATERIALES**

**PRESENTA**

**REYNALDO MORALES HERNÁNDEZ**

**ASESOR**

**Ph D. VÍCTOR HUGO LÓPEZ MORELOS**

**MORELIA MICHOACÁN, MÉXICO, AGOSTO, 2014**

## **AGRADECIMIENTOS.**

Al Instituto de Investigaciones en Metalurgia y Materiales de la UMSNH por brindarme la oportunidad de realizar mis estudios. Por todos los recursos y facilidades brindadas durante mi estancia para lograr este proyecto.

Agradezco a mi asesor el Dr. Víctor Hugo López Morelos por el apoyo, esfuerzo, dedicación y conocimientos brindados en la realización de este proyecto.

A mis asesores de tesis por su experiencia y consejos que ayudaron a que se confluiera esta tesis.

Por qué compartieron sus conocimientos y experiencias, logrando despertar inquietudes y así esforzarme para lograr mis objetivos doy gracias a todos mis profesores.

A cada uno de los encargados de los equipos de caracterización microestructural y de pruebas mecánicas gracias por su ayuda.

Agradezco al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) por el apoyo económico brindado para llevar a cabo mis estudios de posgrado.

## **DEDICATORIA.**

Con mucho cariño y una gran admiración a mis padres, Clementina Hernández Morales y Martiniano Morales García por brindarme todo su apoyo, comprensión, motivación y estar conmigo en todo momento.

A mi esposa Erella García Espino por su paciencia, comprensión, motivación y sacrificio que mostró para concluir esta meta y estar siempre a mi lado.

A mis hermanos Mariela y Martín porque en todo momento han estado y sé que estarán conmigo.

A mis compañeros y amigos que siempre estuvieron conmigo.

## ÍNDICE GENERAL.

AGRADECIMIENTOS.....	ii
DEDICATORIA.....	iii
ÍNDICE GENERAL.....	iv
ÍNDICE DE TABLAS.....	7
ÍNDICE DE FIGURAS.....	8
RESUMEN.....	12
ABSTRACT.....	13
CAPÍTULO I: INTRODUCCIÓN.....	14
OBJETIVO GENERAL.....	16
OBJETIVOS PARTICULARES.....	16
JUSTIFICACIÓN.....	17
HIPÓTESIS.....	19
CAPÍTULO II: REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA.....	20
2.1 MATERIALES COMPUESTOS.....	20
2.1.1 CLASIFICACIÓN DE LOS MATERIALES COMPUESTOS.....	21
2.2 INTERFASE.....	22
2.3 MOJABILIDAD.....	23
2.4 MÉTODOS DE FABRICACIÓN DE MCM.....	24
2.4.1 MÉTODO DE VÓRTICE Y COMPO-COLADO.....	25
2.4.2 INCORPORACIÓN ASISTIDA POR FUNDENTE.....	26
2.4.3 MÉTODO DE ROCIADO.....	27
2.4.4 MÉTODO IN-SITU.....	28
2.4.5 TÉCNICAS DE INFILTRACIÓN.....	29
2.4.5.1 INFILTRACIÓN SIN PRESIÓN.....	29

2.4.5.2 INFILTRACIÓN POR PRESIÓN. ....	29
2.4.6 APLICACIONES DE LOS MCMM. ....	30
2.5 PREDICCIÓN DE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE LOS MATERIALES COMPUESTOS.....	31
2.6 TRATAMIENTO TÉRMICO T6 EN ALEACIÓN Al-6061.....	32
2.6.1 TRATAMIENTO TÉRMICO DE SOLUCIÓN. ....	33
2.6.2 TEMPLE.....	34
2.6.3 ENVEJECIDO NATURAL Y ARTIFICIAL.....	34
2.7 MCMM REFORZADOS CON TiC.....	35
2.7.1 MOJABILIDAD DE LAS ALEACIONES DE ALUMINIO SOBRE EL TiC.....	35
2.7.2 PROCESAMIENTO Y CARACTERÍSTICAS MICROESTRUCTURALES. ....	39
2.7.3 COMPORTAMIENTO MECÁNICO DE MCMM.....	46
CAPÍTULO III. DESARROLLO EXPERIMENTAL. ....	48
3.1 MATERIALES.....	49
3.2 PREPARACIÓN DE LOS COMPACTADOS. ....	49
3.2.1 FABRICACIÓN DEL MATERIAL COMPUESTO MAESTRO Al/TiC POR INFILTRACIÓN ASISTIDA POR FUNDENTE. ....	50
3.3 INCORPORACIÓN Y DILUCIÓN DEL MATERIAL COMPUESTO MAESTRO Al/TiC/40p EN LA ALEACIÓN Al-6061. ....	51
3.4 TRATAMIENTO TÉRMICO T6.....	53
3.5 CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL.....	54
3.5.1 MICROSCOPIA ÓPTICA.....	54
3.5.2 DIFRACCIÓN DE RAYOS X. ....	55
3.5.3 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO.....	56
3.6 CARACTERIZACIÓN MECÁNICA.....	56
3.6.1 MICRODUREZA VICKERS.....	56

3.6.2 ENSAYOS DE TENSIÓN.....	56
CAPÍTULO IV: RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	58
4.1 CARACTERIZACIÓN DE LOS POLVOS DE TiC Y K-Al-F.....	58
4.2 CARACTERIZACIÓN DEL COMPUESTO MAESTRO Al/TiC/40p.....	60
4.3 INCORPORACIÓN Y DISPERSIÓN DEL MATERIAL COMPUESTO MAESTRO Al/TiC/40p EN LA ALEACIÓN Al-6061. ....	63
4.3.1 CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL DEL MATERIAL COMPUESTO Al-6061/TiCp POR MICROSCOPIA ÓPTICA. ....	63
4.3.2 CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL DEL MATERIAL COMPUESTO Al-6061/TiCp POR MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO.....	70
4.3.3 CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL DEL MATERIAL COMPUESTO Al-6061/TiCp POR DIFRACCIÓN DE RAYOS X.....	74
4.4 CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL POR MICROSCOPIA ÓPTICA DEL MATERIAL COMPUESTO Al-6061/TiCp LAMINADO EN CALIENTE. ....	76
4.4.1 CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL POR MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO DEL MATERIAL COMPUESTO Al-6061/TiCp LAMINADO EN CALIENTE.....	76
4.5 CARACTERIZACIÓN MECÁNICA.....	80
4.5.1 ENSAYOS DE TENSIÓN.....	81
CAPÍTULO V: CONCLUSIONES.....	88
5.1 RECOMENDACIONES Y TRABAJO A FUTURO.....	90
CAPÍTULO VI: REFERENCIAS.....	91
ANEXOS.....	96
ANEXO A. 1: DIAGRAMA DE EQUILIBRIO DEL SISTEMA KF-AlF <sub>3</sub> [57].....	96
ANEXO A. 2: DIAGRAMA DE EQUILIBRIO DEL SISTEMA Ti-Al [58].....	97

## ÍNDICE DE TABLAS.

### CAPÍTULO III

Tabla III. 1: Composición química del aluminio de pureza comercial y Al-6061 (% peso).....49

### CAPÍTULO IV

Tabla IV. 1: Tamaño de los polvos del TiC y fundente. ....60

Tabla IV. 2: Promedio de tamaño de grano ( $\mu\text{m}$ ) de la aleación Al-6061 y de los materiales compuestos con 6 y 12 % vol. de TiC.....67

Tabla IV. 3: Composición cuantificada por EDX de los precipitados, formados en el material compuesto laminado Al-6061/TiC/12p.....80

Tabla IV. 4: Resultados de los ensayos de tensión de la aleación, material compuesto laminado Al-6061/TiCp-T6.....82

Tabla IV. 5: Módulo de elasticidad en función del contenido de refuerzo. ....87

## ÍNDICE DE FIGURAS.

### CAPÍTULO II

Figura 2. 1: Esquema de la constitución de un material compuesto [6].	20
Figura 2. 2: Clasificación de materiales compuestos [6, 24, 28].	21
Figura 2. 3: Un líquido en equilibrio con un sólido con un ángulo de contacto $\theta$ [24].	23
Figura 2. 4: Esquema del principio básico del método de vórtice [39].	26
Figura 2. 5: Esquema del proceso de rociado para la manufactura de MCMM [25].	27
Figura 2. 6: Esquema del proceso de la solidificación direccional para obtener un compuesto in-situ [26].	28
Figura 2. 7: Descripción esquemática del proceso de infiltración con presión hidráulica usado para la producción de MCMM [21].	30
Figura 2. 8: Aplicaciones de los MCMM [4, 28].	31
Figura 2. 9: Diagrama cuasi binaria de la aleación Al-6061 [44].	33
Figura 2. 10: Variación del ángulo de contacto con el tiempo y temperatura [16].	35
Figura 2. 11: a) Comportamiento de mojabilidad de las aleaciones de aluminio sobre el TiC a 900°C y b) interfase del Al-1010 [13].	36
Figura 2. 12: Comportamiento del esparcimiento del fundente a 660°C en aire [18].	37
Figura 2. 13: Características de la interfase; a) bajas y b) altas temperaturas [18].	38
Figura 2.14: Termogramas del Al-7wt%Si, fundente y TiC en aire [18].	38
Figura 2. 15: Comportamiento de mojabilidad del Al-6063/TiC a 900°C en Ar [15].	39
Figura 2. 16: Esparcimiento del Al-6063/fundente/TiC en aire a 900°C [15].	39
Figura 2. 17: Interfase del Al-6063/TiC a 900°C en aire [15].	39
Figura 2. 18: Microestructura del material compuesto infiltrado a 680°C en Ar [18].	40
Figura 2. 19: Microestructura de las muestras infiltradas a diferentes temperaturas [15].	41
Figura 2. 20: a) Macrografías del aluminio con las adiciones de las aleaciones maestras, b) tamaño de grano en función del tiempo de permanencia correspondiente a Al-6Ti (a), Al-5Ti-1B (b) y Al-6Ti-0.8C (c) con 0.2% en peso [35].	42
Figura 2. 21: Nucleación de la cristalización observada por: a) Imagen de electrones secundarios de la estructura del subgrano, b) núcleo, c) barrido elemental Ti y C [35].	43
Figura 2. 22: Microestructura de la aleación maestra Al-5Ti-0.25C [50].	43

Figura 2. 23: Variación del tamaño de grano en función del tiempo. A una temperatura de 690°C con la adición de la aleación maestra [50]. .....	44
Figura 2. 24: a) Micrografía de la aleación maestra con partículas de TiC de aproximadamente de 1-5 $\mu\text{m}$ y b) Micrografía del material compuesto Al-6061/TiC/6p [51]. .....	44
Figura 2. 25: Micrografías muestran que las partículas son incorporadas exitosamente; a) TiC, b) $\text{TiB}_2$ y c) TiN [8]. .....	45
Figura 2. 26: Micrografías del material compuesto Al/TiC tratado térmicamente por 48 h correspondiente a; a) 700°C d) 800°C y f) 900°C [37]. .....	46

### CAPÍTULO III.

Figura 3. 1: Diagrama de bloques de la secuencia experimental para la fabricación y caracterización del material compuesto laminado Al-6061/TiCp-T6. ....	48
Figura 3. 2: Arreglo para la fabricación el material compuesto maestro por infiltración asistida por fundente.....	50
Figura 3. 3: Equipo experimental para la fabricar las pastillas del material compuesto maestro Al/TiC/40p. ....	51
Figura 3. 4: Dimensiones del molde donde se coló el material compuesto Al-6061/TiC.....	52
Figura 3. 5: Pieza en condiciones de; a) colada y b) laminada.....	53
Figura 3. 6: Representación esquemática del ciclo del tratamiento térmico T6.....	54
Figura 3. 7: Dimensiones de las piezas obtenidas de la colada e indicación del lugar donde se tomaron muestras para la caracterización microestructural. ....	55
Figura 3. 8: Dimensiones de las probetas para ensayos de tensión de acuerdo a la norma ASTM E 08M.....	57

### CAPÍTULO IV.

Figura 4. 1: Morfología de los polvos; a, c) menor y b, d) mayores magnificaciones del TiC y fundente base K-Al-F, respectivamente. ....	58
Figura 4. 2: Distribución del tamaño de partícula de los polvos; a) TiC y b) fundente. ....	59
Figura 4. 3: a) Microestructura del material compuesto maestro Al/TiC/40p infiltrado a 800°C por 30 min, b) atrapamiento de fundente y presencia de intermetálico, acicular.....	61
Figura 4. 4: Mapeo elemental del material compuesto maestro Al/TiC/40p.....	62

Figura 4. 5: Estructura de grano a) y b) Al-6061, c) y d) Al-6061/TiC/6p, e) y f) Al-6061 TiC/12p.....	65
Figura 4. 6: Detalle de la estructura de grano en a) la aleación monolítica Al-6061, y en los MCM b) Al-6061/TiC/6p y c) Al-6061/TiC/12p.....	66
Figura 4. 7: Histogramas de frecuencia de tamaño de grano; a) Al-6061, b) Al-6061/TiC/6p, c) Al-6061/TiC/12p.....	69
Figura 4. 8: Microestructura del material compuesto Al-6061/TiC/6p; a) PI, b) PS y Al-6061/TiC/12p: c) PI y d) PS.....	71
Figura 4. 9: Microestructura del material compuesto; a) Al-6061/TiC/6p y b) Al-6061/TiC/12p. ....	71
Figura 4. 10: Mapeo elemental del material compuesto Al-6061/TiC/12p.....	73
Figura 4. 11: Patrones de difracción de rayos X de; Al-6061, TiC y fundente base K-Al-F. ...	75
Figura 4. 12: Patrones de difracción de rayos X de; Al-6061, Al-6061/TiC/6p, Al-6061/TiC/12p. ....	75
Figura 4. 13: Microestructura de; Al-6061 a) y b), c) y d) Al-6061/TiC/6p, e) y f) Al-6061/TiC/12p en condiciones de laminado en caliente. A 100 y 200 magnificaciones, respectivamente.....	77
Figura 4. 14: Microestructura del material compuesto Al-6061/TiC/6p a)-b) y Al-6061/TiC/12p c)-d) en condiciones de laminado en caliente.....	78
Figura 4. 15: Formación de productos de reacción en el material compuesto laminado Al-6061/TiC/12p. ....	79
Figura 4. 16: Espectros obtenidos por EDX del material compuesto laminado Al-6061/TiC/12p correspondiente a los puntos 1 a) y 2 b), de la figura 4.15.....	79
Figura 4. 17: Efecto del tiempo de envejecido en la microdureza Vickers de la aleación Al-6061 a 160°C.....	81
Figura 4. 18: Curva esfuerzo-deformación de la aleación Al-6061 y el material compuesto Al-6061/TiCp, en condiciones de laminado y tratados térmicamente.....	83
Figura 4. 19: Fractografías de la aleación Al-6061 en condiciones de; a) colada y b) tratada térmicamente T6, c) laminada en caliente y d) tratada térmicamente T6. Con 6 e) y f) 12% en vol. de TiC ambos en condiciones de laminado y con tratamiento térmico T6. ....	84

Figura 4. 20: Fractografías de la aleación laminada Al-6061-T6 a) y el material compuesto laminado Al-6061/TiC/12p-T6. ....85

Figura 4. 21: Fractura del material compuesto laminado Al-6061/TiC/12p-T6 a) baja y b) alta magnificación. ....85

## RESUMEN.

En este estudio, se llevó a cabo la manufactura de materiales compuestos con una matriz Al-6061 reforzados con 6 y 12 % vol. de partículas de TiC a partir de la incorporación y dilución de un compuesto maestro Al/TiC/40p. Los materiales compuestos fueron caracterizados microestructuralmente y mecánicamente para evaluar los efectos de la adición de partículas de TiC en una matriz Al-6061-T6. El material compuesto maestro fue fabricado por un proceso de infiltración asistida por fundente, para lo cual se mezclaron polvos de TiC (8.3 $\mu$ m) y fundente base K-Al-F (11.2 $\mu$ m) en una relación en masa 3:1. Esta mezcla fue compactada uniaxialmente e infiltrada con Al de pureza comercial a 800°C por 30 min. bajo una atmósfera dinámica de Ar. La caracterización microestructural del material compuesto maestro reveló que los compactados fueron completamente infiltrados, sin embargo, una fracción de la masa de fundente quedó atrapada en la matriz y se observó la presencia de agujas de Al<sub>3</sub>Ti. Una vez obtenido el material compuesto maestro, Al/TiC/40p, este fue adicionado en la aleación Al-6061 ajustando la cantidad de refuerzo a 6 y 12% en vol. de partículas de TiC a 750°C por tiempos de permanencia de 10 y 18 minutos, respectivamente. La incorporación y dispersión de las partículas de TiC en la matriz fue exitosa, mediante cuantificación por análisis de imágenes, se estimó una retención del 93.4% y 89% de las partículas de refuerzo correspondientes a los materiales compuestos Al-6061/TiC/6p y Al-6061/TiC/12p, respectivamente. La caracterización microestructural mostró una distribución bastante homogénea de las partículas de TiC con muy pocas aglomeraciones y libre de productos de reacción para la adición del 6% de partículas. La microestructura para las muestras con la adición de 12% de partículas exhibió también buena distribución de las partículas pero con mayor número de aglomeraciones y la presencia de precipitados aciculares Al<sub>3</sub>Ti. Para los dos contenidos de refuerzo, se observó la presencia de fundente atrapado en la matriz, en mayor cantidad para el material compuesto Al-6061/TiC/12p. Tanto la aleación monolítica como los materiales compuestos fueron sometidos a un proceso de laminado en caliente y a un tratamiento térmico T6. Con referencia a la aleación Al-6061-T6, los materiales compuestos mostraron menos resistencia a la tensión pero un mayor módulo de elasticidad. La fractografía realizada indica que este comportamiento es debido a la presencia de fundente en la matriz.

**Palabras clave:** Materiales compuestos, infiltración, fundente, TiC, aluminio.

**ABSTRACT.**

In this study, manufacturing of Al-6061 matrix composites reinforced with 6 and 12% vol. of TiC particles was carried out by incorporating and diluting an Al/TiC/40p master composite. The composites were microstructurally and mechanically characterized in order to assess the effects of adding TiC particles into the Al-6061-T6 matrix. The master composite was fabricated by a flux assisted infiltration process. Powders of TiC (8.3 $\mu$ m) and K-Al-F based flux (11.2  $\mu$ m) were mixed in a 3:1 mass ratio. This mixture was uniaxially pressed and infiltrated with aluminium of commercial purity at 800°C and held at temperature for 30 minutes under flowing Ar. The microstructural characterization revealed that the green compacts were fully infiltrated, however, a mass fraction of the flux was trapped within the matrix and the presence of Al<sub>3</sub>Ti needles was observed. The fabricated Al/TiC/40p master composite was added into a molten Al-6061 alloy, targeting a reinforcement content of 6 and 12% vol. of TiC particles, at 750°C for holding times of 10 and 18 minutes, respectively. The incorporation and dispersion of the TiC particles was successful and by using image analysis a yield of 93.4% and 89% for the Al-6061/TiC/6p and Al-6061/TiC/12p composites, respectively, was estimated. Moreover, the microstructural characterization showed a quite even distribution of the TiC particles with few clusters and free of reaction products for the Al-6061/TiC/6p composite. The microstructure of the Al-6061/TiC/12p samples also exhibited good distribution of the particles but with a larger number of particles agglomerated and with the presence of acicular Al<sub>3</sub>Ti intermetallics. For both contents of reinforcement, the presence of entrapped flux was observed within the matrix, for the Al-6061/TiC/12p composite, these occurrence was more evident. In the other hand, the monolithic alloy and the composites were subjected to a hot rolled process and subsequently to a T6 heat treatment. With respect to the Al-6061-T6 alloy, the composites exhibited a lower tensile strength but a larger elastic modulus. Fractography in the scanning electron microscope indicated that this behavior is due to the presence of flux in the matrix.

**Keywords:** Composites, infiltration, flux, TiC, aluminium.

## **CAPÍTULO I: INTRODUCCIÓN.**

El diseño de materiales compuestos de matriz metálica (MCMM) involucra la combinación de las propiedades deseables de la matriz tal como su ductilidad y resistencia, mientras que del cerámico su alto módulo de elasticidad y dureza[1, 2]. Esta combinación resulta en un material con alta resistencia específica, alto módulo de elasticidad, excelente resistencia al desgaste, bajo coeficiente de expansión térmica, baja densidad y propiedades atractivas a elevadas temperaturas en comparación con las aleaciones monolíticas [3-6]. En base a estas propiedades los materiales compuestos han sido desarrollados para aplicaciones en la industria automotriz, aeroespacial, militar así como también en la industria del equipamiento deportivo, entre otras[3-5, 7].

Las principales dificultades para la fabricación de MCMM reforzados con partículas cerámicas, por la ruta de procesamiento en estado líquido tales como la técnica de infiltración e incorporación de partículas en metal fundido son dos: la dificultad mecánica y la dificultad termodinámica. La mecánica es referida por la formación de una película de óxido sobre la superficie del metal y del refuerzo cerámico. La termodinámica es referida en términos de mojabilidad o ángulo de contacto entre una fase líquida y una sólida [1, 7-15]. Para superar estas barreras se han implementado el uso de atmósferas no oxidantes o vacío[3, 16, 17], agitación vigorosa[2, 12], fundentes[8-11, 14, 15, 18], aplicación de elevadas presiones[19-21], altas temperaturas[2, 16, 22, 23] y adición de elementos aleantes[13]. Otro de los problemas es asociado con la formación de aglomerados o agrupamientos de partículas[7, 12].

Los MCMM pueden ser fabricados usando una fase de refuerzo en forma de partículas, fibras o láminas, que va incrustada en una matriz la cual puede ser polimérica, metálica o cerámica[6, 24]. Para su fabricación se han desarrollado varios métodos tales como; vórtice[1, 11], incorporación asistida por fundente[8, 9], rociado[24, 25], in-situ[24, 26] e infiltración[26].

En el presente trabajo, para lograr incorporar las partículas en el metal líquido y superar el problema asociado con la mojabilidad, se fabricó un material compuesto maestro por la técnica de infiltración asistida por fundente con alto contenido de TiC para luego ser adicionado y diluido en la masa fundida de la aleación Al-6061 en composiciones con un

menor contenido de refuerzo, los materiales en estas condiciones fueron laminados en caliente y sometidos a un tratamiento térmico T6. Los materiales compuestos, así producidos, se caracterizaron microestructuralmente y se evaluaron algunas de sus propiedades mecánicas.

**OBJETIVO GENERAL.**

El principal objetivo de este trabajo es desarrollar una ruta de procesamiento versátil, económica y escalable a nivel industrial para la fabricación de materiales compuestos en base a la aleación de aluminio 6061 con diferentes contenidos de TiC e incrementar sus propiedades mecánicas mediante un proceso de laminación en caliente y un tratamiento térmico T6.

**OBJETIVOS PARTICULARES.**

- Fabricar un material compuesto maestro con alto contenido de partículas de TiC, por la técnica de infiltración asistida por fundente.
- Incorporar y adicionar diferentes contenidos de partículas de TiC en el metal líquido, vía disolución de un compuesto maestro, teniendo como límite máximo 12% en vol.
- Lograr obtener una distribución homogénea de las partículas de TiC dentro de la aleación de aluminio 6061 en condiciones de laminado.
- Evaluar en términos de microestructura, aspectos como: distribución de TiC, estructura de grano del material compuesto y reactividad.
- Estudiar las propiedades mecánicas como son: dureza y tensión, para valorar el efecto de la adición de las diferentes cantidades de TiC, laminación y tratamiento térmico T6, en los materiales fabricados.

## JUSTIFICACIÓN.

En general los materiales compuestos de matriz metálica ofrecen una combinación atractiva de propiedades, sin embargo, su uso comercial se limita por la dificultad en encontrar tecnología y métodos económicos para su fabricación y poder producir fácilmente componentes con apropiadas características microestructurales y mecánicas[27].

Los materiales compuestos de matriz metálica reforzados con partículas son fabricados por la ruta de procesamiento en estado líquido ya que son generalmente más simples de implementar, más económicos y más versátiles que los procesados por metalurgia de polvos[5, 10, 21, 28], además de que presentan propiedades relativamente isotrópicas [5, 21, 28].

La mayoría de los trabajos sobre MCM se han enfocado a estudiar el aluminio y sus aleaciones como matriz, debido a la combinación de su baja densidad y propiedades mecánicas[28, 29]. En particular las aleaciones de la serie 6000 son tratables térmicamente y exhiben alta resistencia mecánica mientras que las aleaciones de colada permiten la fabricación de piezas complejas por los procesos de fundición en virtud de su alta fluidez. Estas propiedades hacen que el aluminio sea muy atractivo para usarlo como matriz[30-32].

El TiC es un cerámico que ha sido usado exitosamente como refuerzo en matrices de aluminio y sus aleaciones, en virtud de su buena mojabilidad[15, 33, 34], baja densidad[15, 17, 33, 34], alta dureza[17, 33, 34] y alto módulo de elasticidad[15, 33, 34]. Por otro lado, cuando el TiC es adicionado en aluminio y sus aleaciones, este actúa como nucleante para producir una estructura de grano más fina[11, 35, 36]. El TiC a pesar de sus buenas características reacciona con el aluminio líquido formando  $Al_3Ti$  y  $Al_4C_3$ . En el caso del aluminio puro, la reacción es lenta y se requieren tiempos muy prolongados de contacto para que el grado de disolución sea considerable, caso contrario al comportamiento del SiC en donde en tiempos muy cortos se observa excesiva degradación. Otra diferencia del SiC es que a elevadas temperaturas el SiC se degrada más rápido[29, 37] mientras que el TiC parece ser estable a temperaturas mayores [28, 29, 34, 37].

El concepto de materiales compuestos permite diseñar y fabricar materiales con propiedades para aplicaciones específicas[1, 2, 28]. La propuesta de esta investigación es incorporar las partículas de TiC en el metal líquido de la aleación Al-6061 por medio de un material

compuesto maestro, fabricado por la técnica de infiltración asistida por un fundente base K-Al-F que facilite la infiltración del aluminio al remover el óxido del aluminio como de la superficie de las partículas para luego ser adicionado y diluido en el baño fundido de la aleación Al-6061, el material compuesto fabricado en estas condiciones será laminado y tratado térmicamente para elevar sus propiedades mecánicas.

## **HIPÓTESIS.**

Se propone el uso de un fundente base K-Al-F, que permitirá la infiltración de partículas de TiC con aluminio para producir un material compuesto con alto contenido de partículas de TiC mojables. Que posteriormente permitirá su adición y retención en una aleación Al-6061 para producir materiales con bajos contenidos de refuerzo.

## CAPÍTULO II: REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA.

### 2.1 MATERIALES COMPUESTOS.

Un material compuesto es un sistema de materiales constituido por dos o más fases en una escala macroscópica, cuyas propiedades mecánicas son designadas a ser superiores a la de los materiales constituyentes actuando independientemente. La figura 2.1 muestra las fases por las que está constituido un material compuesto, una de las fases es discontinua, rígida y dura, la cual es referida como la fase de refuerzo, proporcionando niveles superiores de resistencia y rigidez al material compuesto, mientras que la fase menos rígida y débiles llamada matriz que está en forma continua y su función es unir al refuerzo en virtud de sus características de cohesión y adhesión, otro de sus propósitos es transferir la carga al refuerzo. Algunas veces, por una interacción química u otros efectos de procesamiento se produce una fase, llamada interfase, la cual existe entre el refuerzo y la matriz[6, 28].

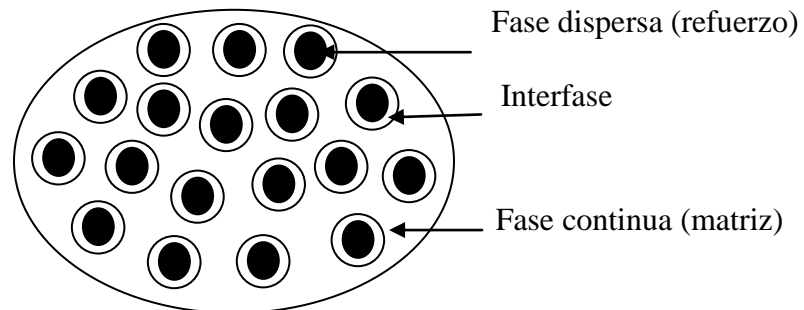


Figura 2. 1: Esquema de la constitución de un material compuesto[6].

Los materiales compuestos tienen una gran ventaja sobre los materiales monolíticos, tal como alta resistencia, alta rigidez, baja densidad, alta resistencia al desgaste y estabilidad térmica. Sin embargo, estas propiedades dependen de las características de los materiales que lo constituyen como son; la geometría, fracción volumétrica y distribución del refuerzo. La no uniformidad de la distribución del refuerzo da una alta probabilidad de que falle el material, mientras que la geometría y orientación del refuerzo afecta la anisotropía del sistema[6, 28].

### 2.1.1 CLASIFICACIÓN DE LOS MATERIALES COMPUESTOS.

Los materiales compuestos se pueden clasificar en base al tipo de refuerzo, dependiendo de la geometría y orientación de la fase de refuerzo [6, 24, 28], como se muestra en la figura 2.2.

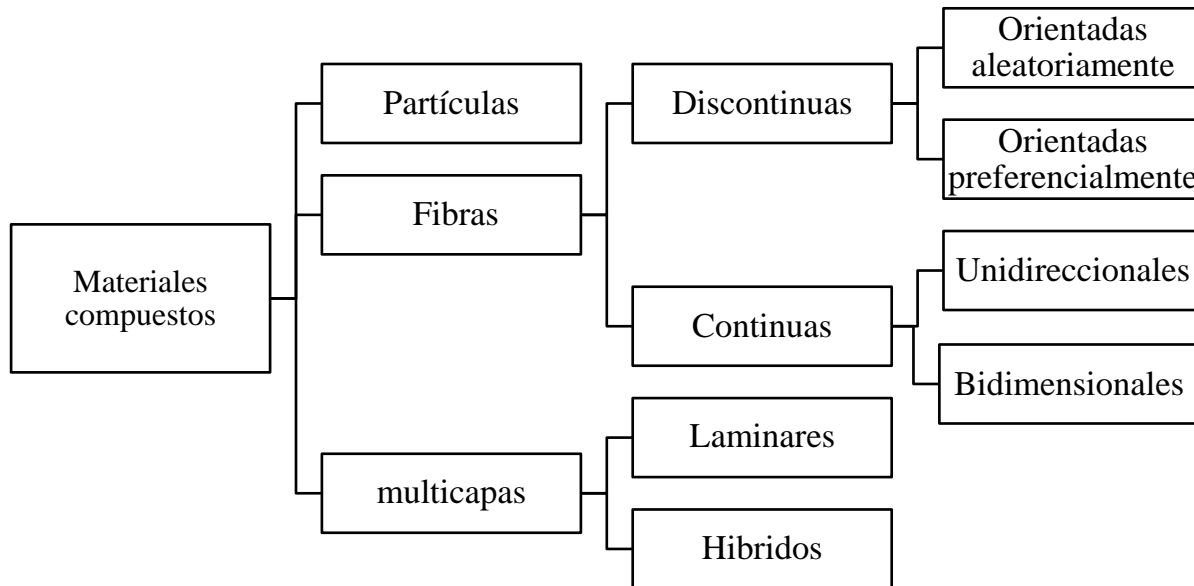


Figura 2. 2: Clasificación de materiales compuestos [6, 24, 28].

Los materiales compuestos también son clasificados de acuerdo al material usado como matriz el cual puede ser de; polímero, metal ó cerámica. Una de las principales características de los polímeros es que generalmente tienen baja resistencia y módulo de Young, los cerámicos son resistentes, rígidos y quebradizos, mientras que los metales tienen resistencia intermedia y bajo módulo de Young, pero con buena ductilidad [24].

Los materiales compuestos de matriz polimérica se han fabricado usando matrices termoestables o termoplásticas reforzadas con fibras de vidrio del tipo E (pertenecen a la familia de vidrios de composición de calcio-aluminio-boro-silicatos, con un máximo contenido de alcalinos de 2%) y S (son fibras de composición de magnesio-aluminio-silicatos) y carbono entre otras, estos son usados principalmente en aplicaciones a bajas temperaturas [6].

Los MCMM pueden ser fabricados usando aleaciones de aluminio, magnesio, titanio y cobre, reforzado con boruros, nitruros, carburos, óxidos o fibras cerámicas. Su uso es limitado por el reblandecimiento al aumentar la temperatura de trabajo[6].

Los materiales compuestos de matriz cerámica están constituidos de una matriz cerámica la cual puede ser de carburo de silicio, alúmina y nitruro de silicio reforzado con fibras cerámicas, estos materiales son adecuados para aplicaciones donde las temperaturas de trabajo son elevadas[6].

## 2.2 INTERFASE.

Los átomos o moléculas de dos componentes de un material compuesto pueden desplazarse a la interfase para dar lugar a una reacción. Para sistemas metal-cerámico la interdifusión puede producir una interfase de diferente composición y estructura a partir de los dos componentes. Como resultado se tiene una interfase con diferentes propiedades mecánicas a la matriz y del refuerzo. En los MCMM la interfase frecuentemente es un compuesto intermetálico frágil o quebradizo con una composición estequiométrica alrededor de  $AB$ ,  $A_2B$ ,  $A_3B$ [24].

Una de las principales razones de la formación de la interfase en materiales compuestos es el uso de elevadas temperaturas de procesamiento y prolongados tiempos de contacto. La difusión es rápida a altas temperaturas y el coeficiente de difusión  $D_d$  incrementa exponencialmente con la temperatura de acuerdo a la ecuación tipo Arrhenius[24].

$$D_d = D_0 \exp\left(-\frac{E_a}{RT}\right) \text{ (Ec. 1)}$$

Donde  $E_a$  es la energía de activación para la difusión,  $D_0$  es una constante,  $R$  es la constante universal de los gases ideales y  $T$  es la temperatura.

La medida de la interdifusión  $x$ , y por lo tanto el espesor de la capa de reacción, depende del tiempo  $t$ , así como de la temperatura y está dada por;

$$x = (D_d t)^{\frac{1}{2}} \text{ (Ec. 2)}$$

Por lo tanto el espesor de la reacción interfacial degrada las propiedades mecánicas. Además, la carga que actúa sobre la matriz tiene que ser transferida al refuerzo a través de la interfase.

Así, el refuerzo debe tener una unión fuerte con la matriz. Es claro que una reacción interfacial extensa debe ser evitada para optimizar el rendimiento del material[24].

### 2.3 MOJABILIDAD.

La mojabilidad del refuerzo cerámico por la matriz es tomada necesariamente como un requisito para la fabricación de cualquier material compuesto por la ruta en estado líquido. Por lo tanto la mojabilidad es definida como la capacidad de un líquido para esparcirse sobre una superficie sólida. Esto describe el alcance de un contacto íntimo entre un líquido y un sólido. Por lo tanto, esta propiedad es muy importante para el procesamiento de uniones de materiales avanzados y MCM [1, 28].

Un átomo o molécula en la superficie de un líquido o sólido tiene una fuerza neta que actúa sobre él tirando hacia el interior de la fase, la manifestación de esta fuerza es comúnmente llamada tensión superficial. En un líquido donde el reordenamiento de las moléculas toma lugar en una escala de microsegundos, la tensión superficial puede ser observada como la formación de una película sobre el líquido que impide el esparcimiento o penetración[28].

Para medir el ángulo de contacto,  $\theta$ , se ha usada la ecuación de Young [1], la cual dice que cuando un líquido con tensión superficial,  $\gamma_{LG}$ , es colocado sobre una superficie sólida con una tensión superficial,  $\gamma_{SG}$ , el líquido espontáneamente formará una gota como se muestra en la figura 2.3[28].

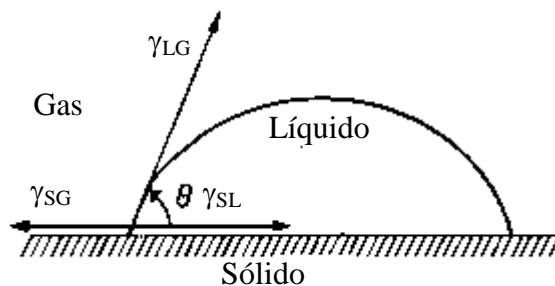


Figura 2. 3: Un líquido en equilibrio con un sólido con un ángulo de contacto  $\theta$ [24].

A partir de la gota formada, se puede derivar una relación entre la tensión superficial del sólido y la tensión superficial del líquido, si la tensión superficial es considerada como un

vector actuando sobre el borde de la gota. Entonces el equilibrio puede ser expresado como [28];

$$\gamma_{SG} = \gamma_{SL} + \gamma_{LG} \cos \theta \quad (\text{Ec. 3})$$

Donde  $\theta$  es el ángulo formado por la superficie de la gota con la superficie sólida, medida a través del líquido. Varios métodos físico-químicos son válidos para la medición de la tensión superficial de un líquido. Los métodos óptico y gravimétrico están disponibles para la medición del ángulo que la gota forma con la superficie sólida [28].

El líquido que forma un ángulo de contacto mayor de  $90^\circ$  se considera que no moja la superficie sólida. Si el líquido forma un ángulo de contacto menor que  $90^\circ$  la superficie sólida es mojable. Si el líquido no forma una gota, es decir, el ángulo de contacto es  $0^\circ$ , se dice que el líquido se esparcirá y resultará en una elevada afinidad del sistema metal-cerámico, al existir un mojado perfecto [28].

## 2.4 MÉTODOS DE FABRICACIÓN DE MCMM.

En general, los MCMM pueden ofrecer una combinación atractiva de propiedades, sin embargo, su uso comercial se ha limitado por la dificultad en encontrar tecnología y métodos económicos de preparación de materiales con características microestructurales y mecánicas apropiadas [27]. Esto se debe a la no mojabilidad del refuerzo, así como a la distribución no homogénea de la fase de refuerzo [5, 11, 27], para superar este problema se han usado métodos de fabricación como; el vórtice, compocolado, incorporación asistida por fundente, rociado e infiltración, los cuales se describen a continuación.

La mayoría de los trabajos sobre MCMM se han enfocado en usar el aluminio como el material matriz debido a la combinación de bajo peso y sus propiedades mecánicas lo cual ha hecho que las aleaciones de aluminio sean muy populares [28, 29]. Muchos de los primeros trabajos de MCMM de aluminio se fabricaron con fibras continuas, sin embargo, la mayoría de los trabajos actuales se han enfocado sobre los MCMM de aluminio reforzado con partículas, por su mayor facilidad de manufactura, más bajos costos de producción y propiedades isotrópicas [28].

### **2.4.1 MÉTODO DE VÓRTICE Y COMPO-COLADO.**

Este método involucra la mezcla de partículas cerámicas con una matriz de metal líquido. Es uno de los mejores métodos usado para crear y mantener una buena distribución del material de refuerzo en la matriz[1]. Este método consiste en dar una agitación vigorosa al metal líquido, con el objetivo de crear un vórtice sobre la superficie de la masa fundida mientras el refuerzo es adicionado debajo de la superficie del metal líquido, la agitación es continua por unos pocos minutos antes de llevar a cabo la colada como se muestra en la figura 2.4. La agitación ayuda a la transferencia de partículas en el metal líquido y mantener las partículas en estado de suspensión[1, 11]. Se asume que las partículas que no son mojadas por el metal líquido se han introducido en la masa fundida por este método, el alto corte inducido por la agitación mejora la mojabilidad debido a la acción mecánica y por lo tanto las partículas son retenidas en el líquido después de la solidificación[11]. Este método es generalmente simple, versátil, aplicable a grandes cantidades de producción, además es muy económico y permite fabricar componentes de tamaños muy grandes[1, 4, 5]. Uno de los problemas es el tiempo prolongado de la agitación vigorosa que provoca oxidación, atrapamiento de gases, y no hay garantía que el 100 % de las partículas sean transferidas al metal líquido o que sean totalmente retenidas en la matriz durante la solidificación[11]. Además, la máxima cantidad de fracción volumétrica de refuerzo que se puede adicionar es alrededor del 30 %[1].

El compo-colado es un proceso en estado líquido en el cual las partículas de refuerzo son adicionadas a un líquido solidificando mientras se agita vigorosamente. Se ha demostrado que las partículas sólidas primarias ya formadas en el estado semisólido pueden mecánicamente atrapar las partículas de refuerzo, evitando la segregación y reduciendo la aglomeración [38].

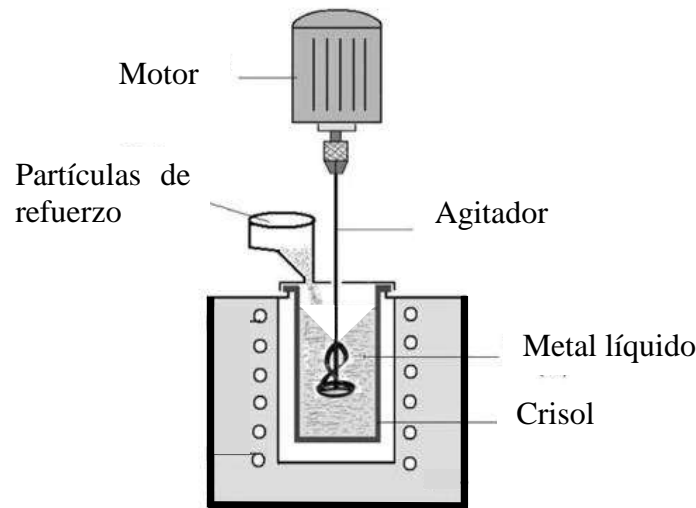


Figura 2. 4: Esquema del principio básico del método de vórtice[39].

#### 2.4.2 INCORPORACIÓN ASISTIDA POR FUNDENTE.

Bajo condiciones normales de fundición, donde la superficie del metal líquido está cubierta por una película de óxido, pocos metales líquidos mojan al cerámico y pocos cerámicos pueden ser fácilmente incorporados. Debido a esta dificultad, ha surgido una alternativa para lograr la incorporación de los cerámicos en el metal líquido por medio del uso de fundentes. Este método consisten usar una mezcla de polvos de partículas cerámicas y fundente para después ser adicionados a la masa fundida de aluminio. El uso de fundente permite incorporar las partículas cerámicas en el líquido, debido a que tiene la capacidad de disolver el óxido de Al que cubre a la superficie del aluminio fundido facilitando la incorporación espontánea de las partículas dentro del líquido sin agitación, proporcionando así una fuerte unión interfacial entre las dos fases, por lograr obtener superficies limpias[8-11]y como resultado se obtiene un material compuesto con alta resistencia[11].Partículas tales como TiC[8, 9, 11], TiB<sub>2</sub>[11]y TiN[8]han sido introducidas espontáneamente en Al líquido, sin la aplicación de fuerzas externas, mediante el uso de un fundente base K-Al-F[8, 9, 11], el fundente es una mezcla de KAlF<sub>4</sub> y K<sub>3</sub>AlF<sub>6</sub> correspondiente a la composición eutéctica en el sistema KF-AlF<sub>3</sub>que tiene un punto de fusión de 560°C [8, 10, 11].

### 2.4.3 MÉTODO DE ROCIADO.

Es un proceso de depositación, el cual consiste en la atomización de una masa fundida y partículas de refuerzo introducidas dentro del rociado de gotas metálicas las cuales son propulsadas lejos de la región de atomización por el rápido flujo del gas atomizado. La trayectoria del metal y las partículas de refuerzo son interrumpidas por un substrato en el cual se colectan y solidifican tal comose ilustra en la figura 2.5. El metal atomizado existe como gotas discretas por cortos tiempos, del orden de pocos milisegundos y la rápida solidificación conduce a características microestructurales con granos finos (10- 100  $\mu\text{m}$ ) y reduce las posibilidades de reacciones químicas extensas. Esta técnica se ha usado principalmente para partículas de SiC reforzando las aleaciones de aluminio [24, 25]. En general el método de rociado conduce a significantes niveles de porosidad y dificulta la obtención de una distribución homogénea del refuerzo. La velocidad promedio de gotas es alrededor de 20-40 m/s. Entre sus características microestructurales se tiene fuerte unión interfacial, poca o sin reacción y muy bajo contenido de óxido. La porosidad es alrededor de 5-10% [27].

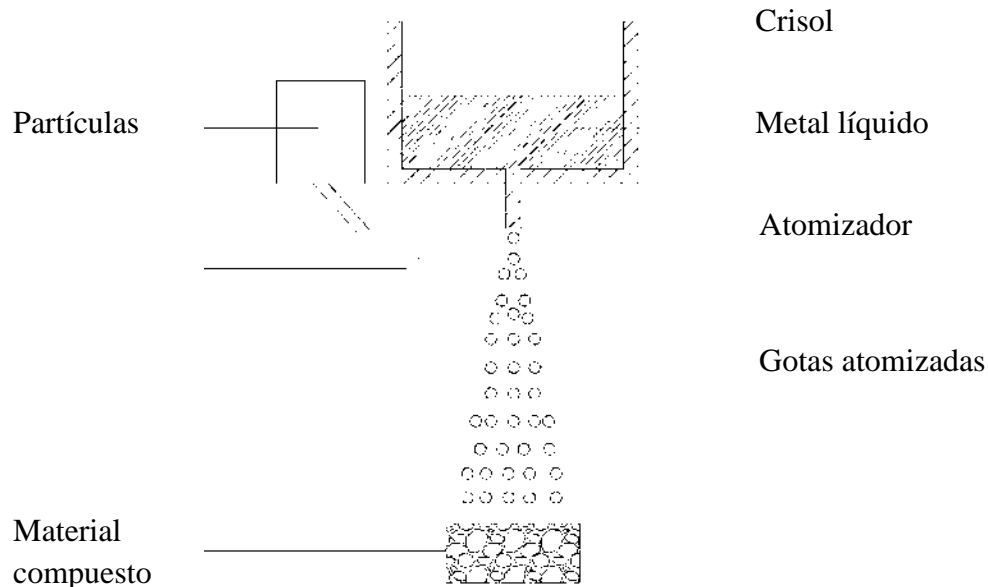
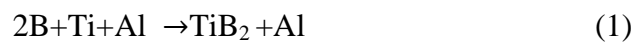


Figura 2. 5:Esquema del proceso de rociado para la manufactura de MCM[25].

#### 2.4.4 MÉTODO IN-SITU.

Este método cae dentro de dos categorías: reactivo y no reactivo. En el proceso reactivo se exponen dos componentes para que reaccionen exotérmicamente para formar la fase de refuerzo. Típicamente, un alto volumen fraccional de partículas cerámicas se está formado en la matriz para obtener un compuesto con la cantidad de refuerzo deseado. Un ejemplo típico involucra  $TiB_2$  y  $TiC$  como partículas de refuerzo, los cuales son formados por las reacciones (1) y (2). La temperatura de reacción puede ser usada para ajustar el tamaño de las partículas del refuerzo, el cual usualmente está en rangos de  $0.25 - 1.5 \mu m$  [24, 26].



El proceso in situ no reactivo toma ventaja de un sistema de dos fases. Tal como una aleación monolítica o eutéctica, para formar la fase de refuerzo in situ. El control de la solidificación direccional es controlado para separar las dos fases como se muestra en la figura 2.6. La solidificación direccional de aleaciones eutécticas puede conducir a una microestructura de dos fases donde una de las fases tiene una morfología laminar o de tipo cilíndrica y generalmente es lograda por medio de inducción de calor. El eutéctico que es entre dos soluciones sólidas de composiciones  $\alpha_e$  y  $\beta_e$  pero para la mayoría de los compuestos in situ la matriz es una solución sólida y la fase de refuerzo son compuestos intermetálicos o carburos [24, 26].

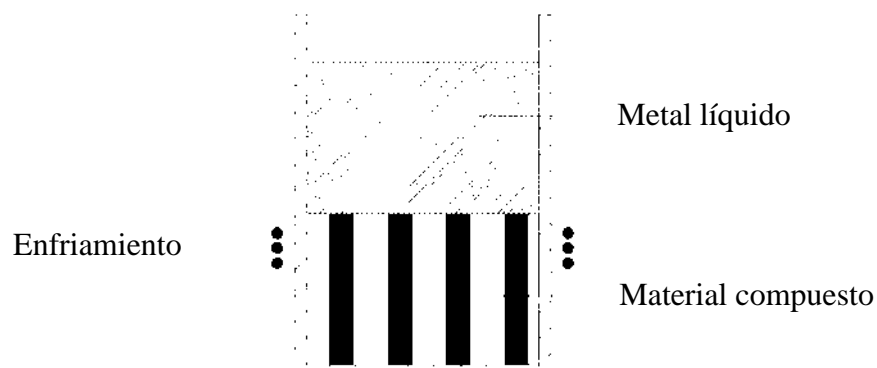


Figura 2. 6: Esquema del proceso de la solidificación direccional para obtener un compuesto in-situ [26].

## **2.4.5 TÉCNICAS DE INFILTRACIÓN.**

La infiltración es el proceso por medio del cual un metal líquido reemplaza espacios de poros abiertos dentro de un material sólido poroso (preforma)[40] que permite la fabricación de materiales compuestos con alto contenido de refuerzo cerámico[16]. En la mayoría de los casos la mojabilidad del sistema metal-cerámico es pobre y el resultado es que se requieren fuerzas externas para infiltrar el metal líquido entre los intersticios de las partículas cerámicas[10].

### **2.4.5.1 INFILTRACIÓN SIN PRESIÓN.**

En este proceso las preformas son infiltradas con aleaciones de Al-Mg debido a que el magnesio reacciona con la atmósfera de nitrógeno para formar nitruro de magnesio ( $Mg_3N_2$ ) el cual mejora las características de mojabilidad permitiendo que la aleación infiltre sin la necesidad de aplicar presión o vacío. Durante la infiltración el  $Mg_3N_2$  es reducido por el aluminio para formar una pequeña cantidad de nitruro de aluminio (AlN), que es encontrado como pequeños precipitados y como una capa delgada sobre la superficie de la fase de refuerzo[26, 28].

### **2.4.5.2 INFILTRACIÓN POR PRESIÓN.**

Se ha demostrado que en la mayoría de los casos la mojabilidad del metal-cerámico es pobre y el resultado es que se requieren fuerzas externas para infiltrar el metal líquido en preformas de partículas cerámicas [8]. Entonces para producir el material compuesto por infiltración, una fuerza debe ser aplicada por un medio externo para conducir el metal líquido hacia el interior de la preforma[40]. La infiltración por presión es una técnica que involucra la infiltración de un metal líquido en un preformado, por medio de un gas inerte aplicando una presión en un rango de 2 a 10 MPa. Los componentes de aluminio reforzados discontinuamente han sido fabricados exitosamente usando aleaciones de aluminio, tales como 2024, 6061 y A356 como matriz. El uso de preformas proporciona una distribución uniforme del refuerzo, actuando como sitios de nucleación e inhibe el crecimiento de grano durante la solidificación, resultando una microestructura muy fina. Los preformados han sido fabricados en un rango de niveles de refuerzo de 30 o mayor que 70% en vol. Comúnmente los refuerzos más usados son las partículas de SiC y  $Al_2O_3$ [28].

La técnica de infiltración por presión hidráulica consiste en la aplicación de una presión que se aplica por medio de un pistón sobre el metal líquido que fuerza a que se infiltre dentro de una preforma, como se muestra en la figura 2.7, la cual es diseñada con una forma específica. Las presiones aplicadas varían de 70 a 100 MPa. La presión se mantiene sobre el metal hasta que se completa la solidificación. Esto no solo incrementa la velocidad del flujo de calor, sino también puede eliminar la macro/micro porosidad. Finalmente, el pistón es retirado y el componente es removido [24, 41].

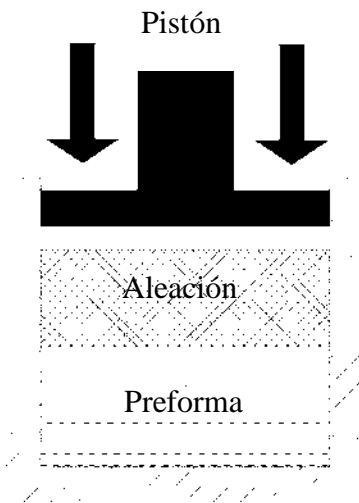


Figura 2. 7: Descripción esquemática del proceso de infiltración con presión hidráulica usado para la producción de MCMM [21].

#### 2.4.6 APLICACIONES DE LOS MCMM.

Los MCMM se han aplicado en la industria del sector automotriz donde se han fabricado pistones, bloques de cilindros de aluminio, ejes de transmisión, componentes de freno (discos, rotores, pastillas y pinzas), válvulas de admisión y de escape, debido a que ofrecen atractivos beneficios tal como alta conductividad térmica, buena resistencia al desgaste y baja densidad para aumentar el ahorro de combustible [4, 5]. En la industria aeroespacial se han fabricado algunos componentes del avión F-16 como la aleta de la parte inferior, puerta de acceso de combustible, hoja del rotor, y platos distribuidores del helicóptero EC129 y N4, todos estos componentes son materiales compuestos de matriz de aluminio. Así como en antenas y

estructuras de satélites. En la industria del deporte se han usado en cuadros de bicicletas como se muestra en la figura 2.8 y raquetas de tenis en aplicaciones estructurales[4, 5, 7].



Figura 2. 8: Aplicaciones de los MCM[4, 28].

## 2.5 PREDICCIÓN DE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE LOS MATERIALES COMPUESTOS.

Uno de los objetivos en el desarrollo de materiales compuestos es incrementar el módulo de elasticidad o módulo de Young. El cual puede ser estimado por la regla de las mezclas mediante el modelo de HalpinTsai(Ec. 4) aplicado a partículas por la implementación de un factor geométrico, el cual puede ser determinado de la estructura del material compuesto como una función de la dirección de la carga, la geometría y la orientación del refuerzo:

$$E_C = \frac{E_M(1+2Sq \phi_p)}{1-q\phi_p} \text{ (Ec. 4)}$$

Con:

$$q = \frac{(E_p/E_M)-1}{(E_p/E_M)+2S} \text{ (Ec. 5)}$$

Donde

$\phi_p$  = Es el contenido en volumen de partículas

$E_c$  = Módulo de Young del material compuesto

$E_p$  = Módulo de Young de las partículas

$E_M$  = Módulo de Young de la matriz

$S$  = Factor geométrico de las partículas ( $1/d$ ) y del diámetro de la partícula[42].

## **2.6 TRATAMIENTO TÉRMICO T6 EN ALEACIÓN Al-6061.**

La aleación Al-6061 tiene como elementos principales de aleación el silicio y magnesio aproximadamente en una proporción requerida para la formación de siliciuro de magnesio ( $Mg_2Si$ ) lo que la hace tratable térmicamente. Esta aleación puede ser tratada térmicamente por T4 y T6 (que consiste de un tratamiento térmico de solución, temple y envejecido artificial)[43, 44].

Un tratamiento térmico se refiere a cualquier proceso de calentamiento y enfriamiento que es aplicado a un material con el propósito de cambiar sus propiedades mecánicas. Cuando el término es aplicado a aleaciones de aluminio, su uso es frecuentemente restringido a operaciones empleadas para incrementar la resistencia y la dureza de las aleaciones de forja y de colada endurecibles por precipitación. Los procesos para incrementar la resistencia en las aleaciones de aluminio por medio de un tratamiento térmico son; tratamiento térmico de solución, temple y envejecido los cuales se describen a continuación. El tratamiento térmico T6 es aplicado a productos que no son trabajados en frío después del tratamiento térmico de solución[43, 44].

### 2.6.1 TRATAMIENTO TÉRMICO DE SOLUCIÓN.

Para tomar ventaja de la reacción de endurecimiento por precipitación, es necesario producir una solución sólida. El proceso para el cual esto se cumple se denomina tratamiento térmico de solución y su objetivo es tomar o colocar la máxima cantidad de soluto endurecedor tal como Mg y Si en la aleación como se muestra en la figura 2.9. Para algunas aleaciones, la temperatura a la cual la máxima cantidad es soluble corresponde a la temperatura eutéctica. El proceso consiste en el calentamiento de productos de fundición o forjados, a una temperatura lo suficientemente alta y mantenerlos por un tiempo lo suficiente prolongado para permitir que los constituyentes entren en solución sólida y así obtener una solución sólida bastante homogénea. Esta estructura es retenida a temperatura ambiente por un enfriamiento rápido para evitar la formación de precipitados. Habrá una tendencia de exceso de soluto sobre la cantidad actual soluble a más bajas temperaturas para precipitar. Las fuerzas para precipitar incrementan con el grado de sobresaturación y disminución de la temperatura. Las propiedades mecánicas y físicas no solo dependen de si el soluto está en o fuera de solución sino también del arreglo atómico, así como del tamaño y dispersión de la fase precipitada [43, 44].

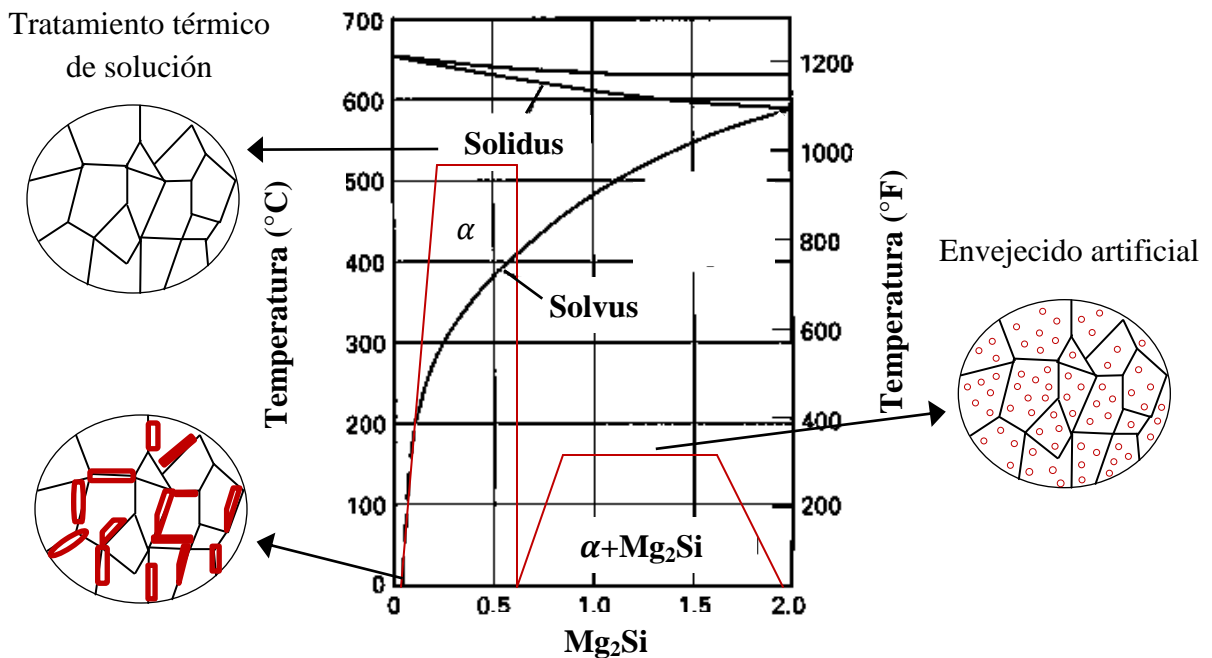


Figura 2. 9: Diagrama cuasi binaria de la aleación Al-6061[44].

### **2.6.2 TEMPLE.**

El objetivo es mantener la solución sólida formada a altas temperaturas en un estado de supersaturación por medio de un enfriamiento con suficiente rapidez, usualmente hasta la temperatura ambiente como se muestra en la figura 2.9, para minimizar la precipitación de los átomos de soluto como partículas grandes incoherentes. Este enunciado no solo aplica para mantener los átomos de soluto en solución, sino también para mantener un cierto número mínimo de vacantes en los sitios de la red, para promover la difusión asistida a bajas temperaturas para la formación de zonas GP (Guinier-Preston)[43, 44].

### **2.6.3 ENVEJECIDO NATURAL Y ARTIFICIAL.**

La mayoría de las aleaciones exhiben cambios de propiedades a temperatura ambiente después del temple. Esto es llamado como envejecido natural y puede comenzar inmediatamente después del temple. La velocidad varía de una aleación a otra sobre un amplio rango, así que la aproximación de las condiciones estables puede requerir solo pocos días o varios años. La precipitación puede ser acelerada en estas aleaciones, y su resistencia incrementarse mucho más por el calentamiento sobre la temperatura ambiente; esta operación es referida como envejecido artificial o tratamiento térmico por precipitación y la temperatura a la cual se realiza es entre 95 y 205°C por tiempos de 16 a 20 h a 160 °C o 6 a 10 h a 170° C para aleaciones 6061 dependiendo de la forma del producto. Uno de los efectos del envejecido artificial, es la liberación de esfuerzos residuales que se generan durante el tratamiento térmico de solución y subsecuente temple. El grado de relajación de esfuerzos es altamente dependiente del tiempo, temperatura del tratamiento térmico de precipitación y composición de la aleación. En general el envejecido artificial en condiciones de T6 proporciona solo moderada reducción de esfuerzos cerca de un rango de 10 a 35%[43, 44].

Durante el proceso del envejecido, los precipitados que se forman son coherentes con la matriz de aluminio, sobre el eje *b* y semicoherente en los ejes *a* y *c* [45, 46], ya que estos precipitados tienen una estructura cristalina monoclinica centrada en las bases[45-49]. Estos precipitados introducen tensiones en la matriz, que son barreras eficaces contra la deformación plástica por movimiento de dislocaciones. Una vez que los precipitados son lo suficiente grandes, con una estructura diferente a la matriz, forman una segunda fase separada dando como resultado una reducción en las tensiones por lo que el metal se vuelve más suave[43, 44].

## 2.7 MCMM REFORZADOS CON TiC.

### 2.7.1 MOJABILIDAD DE LAS ALEACIONES DE ALUMINIO SOBRE EL TiC.

Contreraset al. [16] estudiaron la mojabilidad de las aleaciones de Al-1010 y Al-2024 sobre el TiC. Los experimentos de mojabilidad se realizaron en condiciones de vacío en rangos de temperaturas de 850-1000°C. Observaron que la aleación Al-1010 presenta mejor mojabilidad que la Al-2024 y que existe una gran dependencia de la temperatura como se muestra en la figura 2.10.

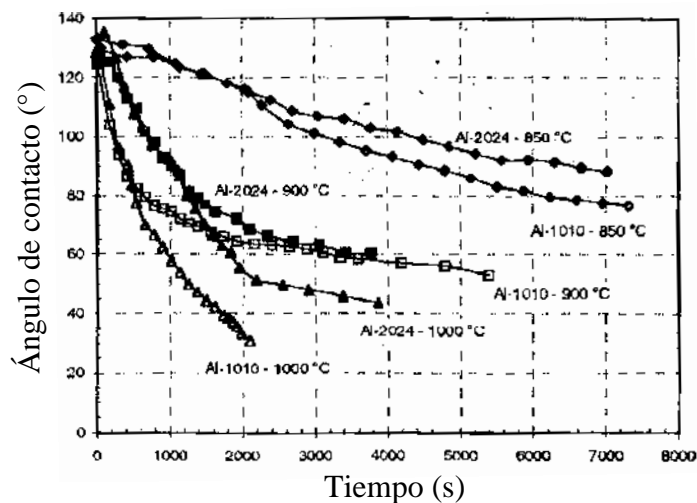


Figura 2. 10: Variación del ángulo de contacto con el tiempo y temperatura[16].

Observaron que la transición de no mojado a mojado se da por la ruptura de la película de óxido que cubre al aluminio líquido seguido por una reacción que ocurrió en la interfase formando  $Al_4C_3$  para ambos sistemas. Lo que sugiere que el esparcimiento de la gota se da por reacción química, resultando en la disminución del ángulo de contacto. Se observó que en la aleación Al-2024 el proceso de desoxidación se tarda más por la presencia de los elementos de aleación evitando el esparcimiento de la gota y conduciendo a que la disminución del ángulo de contacto sea más lento comparada con el aluminio puro.

También se ha investigado el efecto de los elementos de aleación en el comportamiento de la mojabilidad sobre el sustrato de TiC a través de las aleaciones de aluminio (1010, 2024, 6061 y 7075) y su relación con la formación de fases en la interfase metal – cerámico, por medio de

la técnica de la gota a  $900^{\circ}\text{C}$  en atmósfera de Ar, observando que la aleación Al-1010 presenta una mejor mojabilidad y una velocidad de esparcimiento mayor, seguida por la Al-2024 como se muestra en la figura 2.11 a)[13].

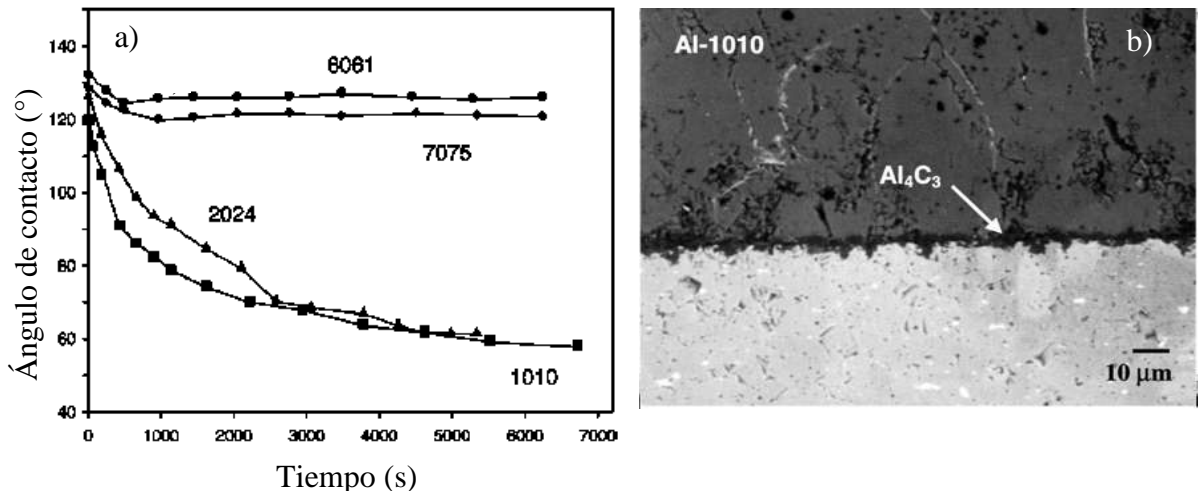


Figura 2. 11: a) Comportamiento de mojabilidad de las aleaciones de aluminio sobre el TiC a  $900^{\circ}\text{C}$  y b) interfase del Al-1010[13].

Estos investigadores observaron que la disminución en el ángulo de contacto tiene lugar a una velocidad específica (desoxidación de la gota de aluminio), seguido por un cambio en la cinética de mojabilidad (reacción química) para después alcanzar un valor constante. Observaron que la presencia de los elementos de aleaciones en las aleaciones de aluminio 6061 y 7075 incrementa la tendencia a la oxidación, conduciendo a una película de óxido estable y compacta, difícil de romper incluso después de extensos periodos de tiempo resultando en el retraso en el esparcimiento. Cuando el metal líquido está en contacto con la superficie del TiC, el esparcimiento es conducido solamente por la reacción química en la interfase lo cual reduce la tensión interfacial sólido/líquido, como resultado de esto el ángulo de contacto disminuye. Una vez que la capa de óxido de aluminio ha sido removida, el TiC y Al reaccionan para formar  $\text{Al}_4\text{C}_3$  en la interfase como se muestra en la figura 2.11 b) conduciendo a una disminución de la energía interfacial sólido/líquido y como resultado de esto, también del ángulo de contacto[13].

López et al.[18] estudiaron el comportamiento de la mojabilidad del Al-7wt%Si sobre sustratos de TiC mediante el uso de un fundente base K-Al-F. El estudio fue realizado entre 660°C y 900°C con atmósferas de Ar y aire con y sin fundente. Observaron un alto ángulo de contacto sin el uso de fundente después de permanecer por 90 min a 900°C en Ar. Mientras que con fundente se observó un esparcimiento completo de la aleación y perfectas condiciones de mojabilidad en menos de 2 min a 900°C en ambas atmósferas. Durante los experimentos de mojabilidad en los intervalos de temperatura y en ambas atmósferas observaron que cuando el fundente es completamente líquido, ver figura 2.12, este crea una atmósfera local que previene de la contaminación de oxígeno la interfase. Además, el fundente disuelve y debilita la capa de óxido sobre el Al exponiendo una superficie limpia y brillante como lo indica la flecha blanca, en la figura 2.12.

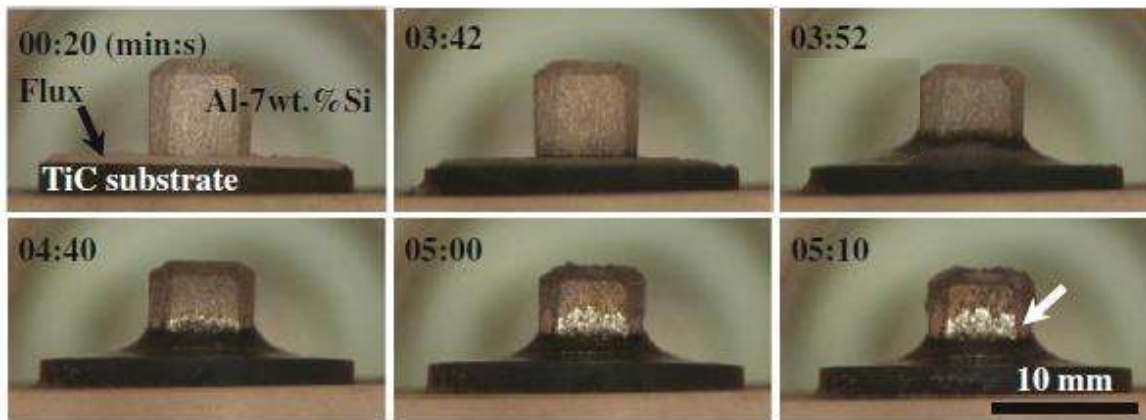


Figura 2. 12: Comportamiento del esparcimiento del fundente a 660°C en aire[18].

Por medio del microscopio electrónico de barrido (MEB), observaron una interfase libre de productos de reacción en ambas atmósferas y en todas las temperaturas de estudio como se muestra en la figura 2.13. Por medio de termogramas, determinaron que ocurre oxidación exotérmica del TiC a 430°C, pero se detiene hasta que el fundente es líquido como se muestra en la figura 2.14.

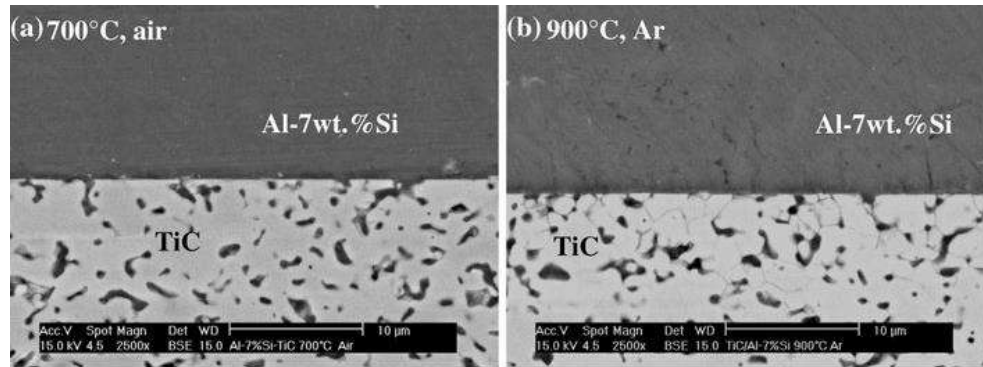


Figura 2. 13: Características de la interfase; a) bajas y b) altas temperaturas[18].

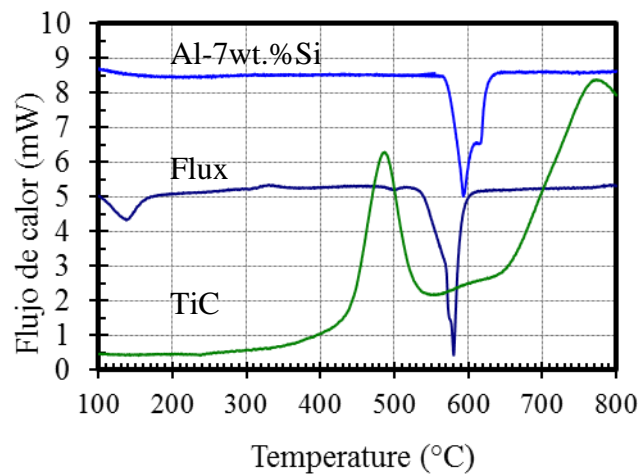


Figura 2.14: Termogramas del Al-7wt%Si, fundente y TiC en aire[18].

Por otro lado, también se ha estudiado el ángulo de contacto en la aleación Al-6063 sobre el TiC, con y sin el uso de fundente base K-Al-F. Obteniendo como resultado un alto ángulo de contacto entre la aleación Al-6063 y TiC sin el uso de fundente. Mientras que con la presencia de fundente, se tiene un esparcimiento completo y mojabilidad del Al-6063 sobre el TiC como se observa en la figura 2.15 y 3.16. Observando que la mojabilidad ocurre cuando la capa de óxido ha sido disuelta por el fundente, logrando un contacto íntimo entre el metal líquido y el substrato de TiC, dando como resultado una interfase libre de productos como se observa en la figura 2.17. Lo cual indica que la reacción interfacial, no es un prerequisite para el esparcimiento y mojabilidad en el sistema aleación Al/TiC y que tiene una alta afinidad en términos de mojabilidad y adhesión entre estas fases[15].



Figura 2. 15: Comportamiento de mojabilidad del Al-6063/TiC a 900°C en Ar[15].

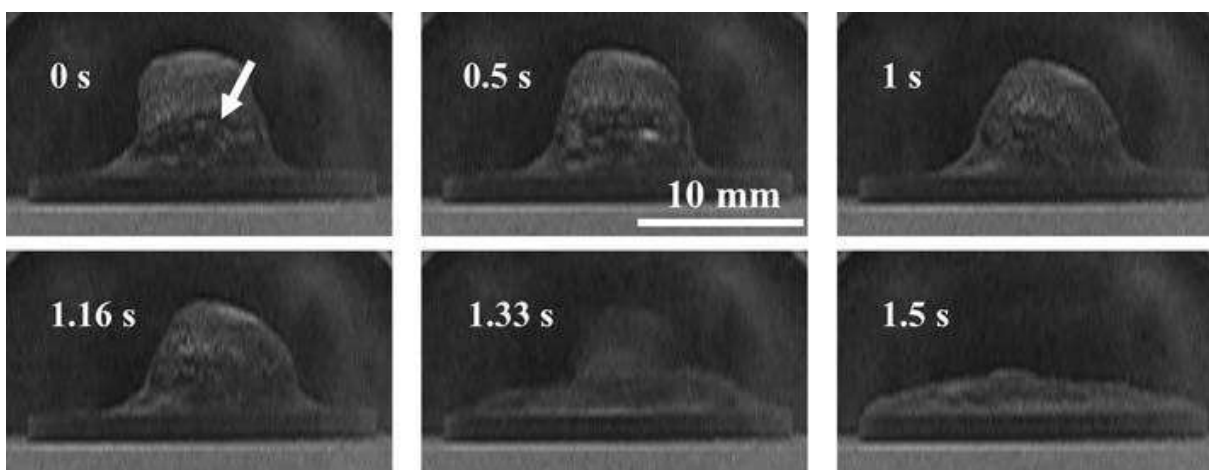


Figura 2. 16: Esparcimiento del Al-6063/fundente/TiC en aire a 900°C[15].

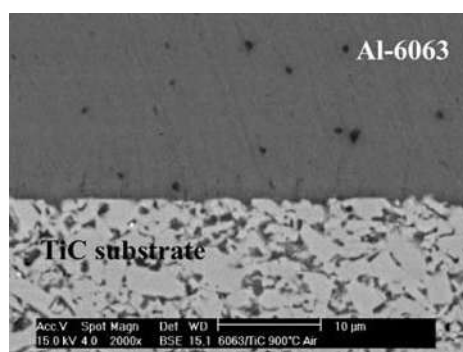


Figura 2. 17: Interfase del Al-6063/TiC a 900°C en aire[15].

### 2.7.2 PROCESAMIENTO Y CARACTERÍSTICAS MICROESTRUCTURALES.

Para el procesamiento de MCM sea ha usado la técnica de infiltración asistida por fundente base K-Al-F. Utilizando un tamaño de partícula de TiC de 15 µm con temperaturas de

infiltración de 660°C y 800°C para el Al y 680°C y 700°C para Al-7wt%Si bajo Ar, utilizando una relación 3:1 (TiC:fundente) con una concentración de refuerzo de 56%. Como resultados se logró infiltrar el Al a 660°C y 750°C una vez que la película de óxido ha sido disuelta por el fundente, observando que el tiempo de infiltración se reduce con el aumento de la temperatura. Mientras que la infiltración de la aleación Al-7wt%Si a 680°C ocurre más rápido en comparación con el Al. Esto es debido a que el Si disminuye la tensión superficial, viscosidad, y acelera el esparcimiento de la aleación sobre el TiC. Se observó atrapamiento de fundente dentro de la matriz de Al y Al-7wt%Si. El material compuesto Al/TiC fue encontrada libre de producto de reacción mientras que en el Al-7wt%Si/TiC se encontró  $TiAl_{2.43}Si_{0.38}$  y microporosidades asociadas al atrapamiento de fundente como se ve en la figura 2.18[18].

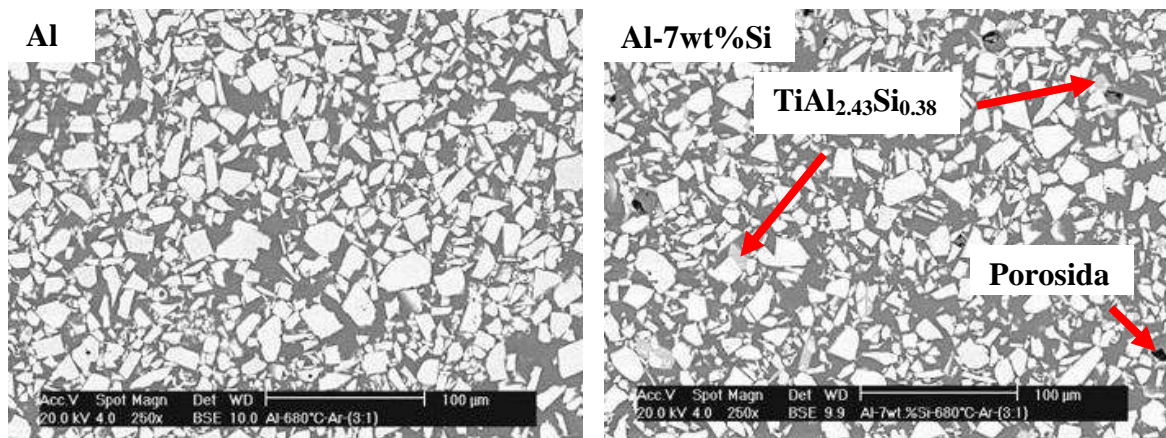


Figura 2. 18: Microestructura del material compuesto infiltrado a 680°C en Ar[18].

López y Kennedy[15] también fabricaron un MCM de Al-6063/TiC con tamaño de partículas de 15 µm por medio de la técnica de infiltración asistida por fundente base K-Al-F, utilizando compactados de TiC/fundente con relación en masa 2:1 y 1:1 y sin fundente, en una atmósfera de aire a 680, 820 y 1100 °C por 60 min. Encontraron que sin fundente en los compactados no ocurre infiltración de la aleación Al-6063 en los intervalos de temperatura de estudio, debido a la presencia de la película de óxido que cubre al aluminio líquido impidiendo así su esparcimiento sobre el TiC, mientras que cuando el fundente está presente, la infiltración ocurre a 680 °C para la relación 1:1. Es evidente que el fundente en las capas de TiC juega un papel decisivo en el proceso de infiltración por la eliminación de la capa de óxido que envuelve al aluminio líquido. Encontraron que el TiC reacciona con la matriz para

formar  $TiAl_{2.3}Si_{0.1}$  y  $Al_4C_3$ , así como atrapamiento de fundente y porosidad, observando una mayor reactividad a  $820^{\circ}C$  como se observa en la figura 2.19. Reportaron que el Si acelera la disolución del TiC en el Al líquido.

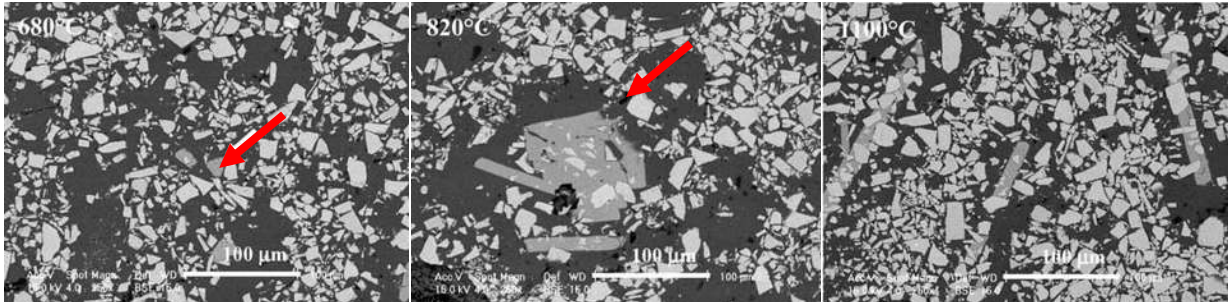


Figura 2. 19: Microestructura de las muestras infiltradas a diferentes temperaturas[15].

Jiang et al. [22] fabricaron un material compuesto de Al/TiC/5ppor el método in-situ utilizando una preforma de aluminio de pureza comercial y polvos de Ti y C con tamaño de partícula de  $44 \mu m$ , los polvos fueron prensados uniáxialmente a 500 MPa. Posteriormente, la preforma fue adicionada sobre el baño de aluminio utilizando una atmósfera de Ar, permaneciendo por 10 min a 800, 900 y  $1050^{\circ}C$ , para después ser agitada y vaciada en el molde. Mediante el MEB observaron que a  $1050^{\circ}C$  se forma la mayor cantidad de TiC sin la presencia de  $Al_3Ti$ , mientras que a 800 y  $900^{\circ}C$  se observó una gran cantidad de bloques de  $Al_3Ti$ . Esto sugiere que la reacción para la formación de TiC en el aluminio líquido es arriba de  $900^{\circ}C$  y que la formación de  $Al_3Ti$  ocurre primero que el TiC.

Por otro lado, también se han fabricado MCMm mediante las adiciones de aleaciones maestras, Zhang et al.[35] adicionaron tres aleaciones maestras correspondientes a Al-Ti, Al-Ti-B y Al-Ti-C en cantidades de 0.05 a 0.2 % en peso en aluminio a una temperatura de  $720^{\circ}C$  permaneciendo por 5 min. Mediante macrográficas, observaron que la aleación sin la adición de las aleaciones maestras tiene una estructura de grano columnar. Sin embargo, cuando se adicionan las aleaciones maestras resulta una estructura de granos equiaxiales, favoreciéndose mucho más con el incremento en los niveles adicionados y con la aleación maestra de Al-Ti-C como se muestra en la figura 2.20 (a), mientras que en la figura 2.20 (b) observaron que el tamaño de grano disminuye durante los primeros 5 min y cuando el tiempo de permanencia se

prolonga resulta una incremento en el tamaño de grano, principalmente con las aleaciones de Al-Ti, Al-Ti-B.

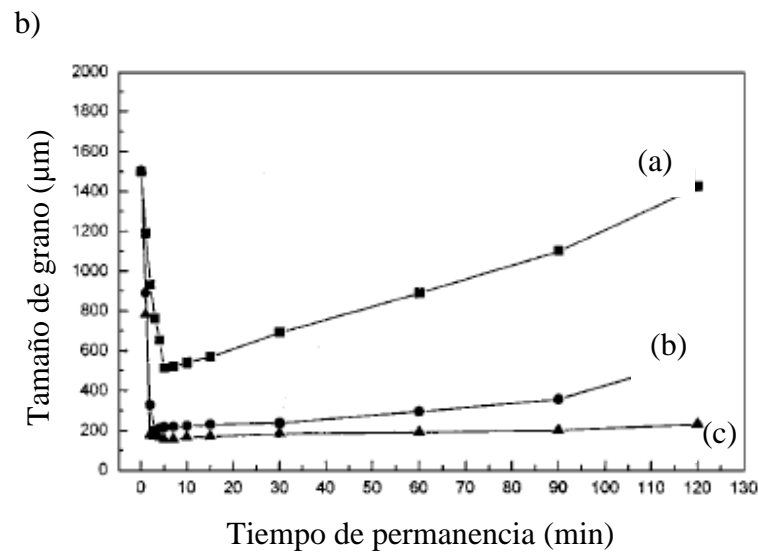
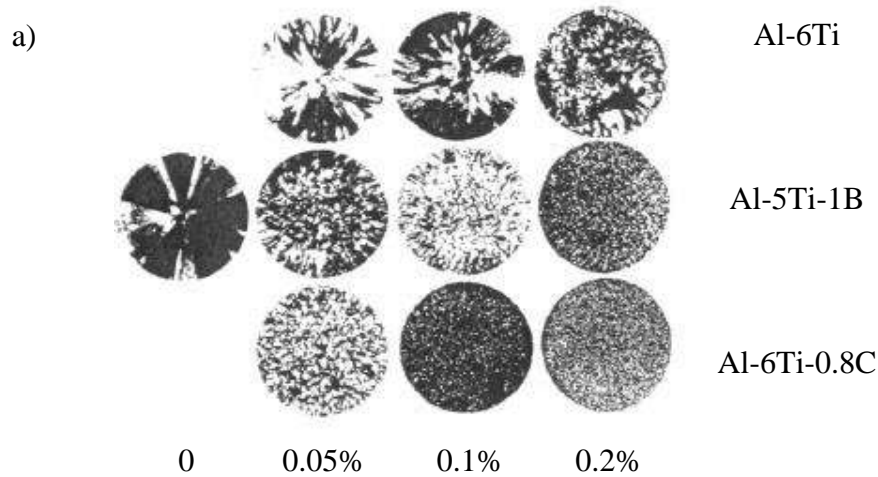


Figura 2. 20: a) Macrográficas del aluminio con las adiciones de las aleaciones maestras, b) tamaño de grano en función del tiempo de permanencia correspondiente a Al-6Ti (a), Al-5Ti-1B (b) y Al-6Ti-0.8C (c) con 0.2% en peso[35].

En las diferentes composiciones el TiC fue observado en el centro del grano del aluminio como se observa en la figura 2.21. Confirmando que el TiC, es un excelente inoculador durante el proceso de solidificación del aluminio líquido.

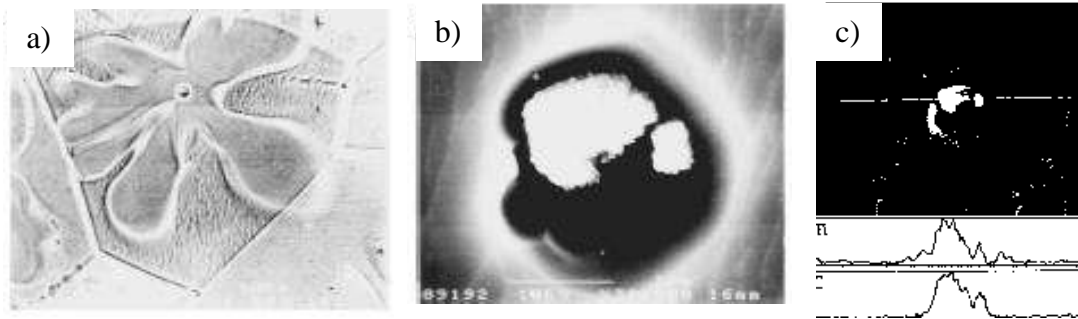


Figura 2. 21: Nucleación de la cristalización observada por: a) Imagen de electrones secundarios de la estructura del subgrano, b) núcleo, c) barrido elemental Ti y C[35].

También en la aleación Al-10Mg se ha adicionado Al-5Ti-0.25C con un contenido de 0.2% a una temperatura de 690°C. Mediante el MEB se observó la morfología de las partículas que se formaron en la aleación maestra, correspondientes a  $AlTi_3$  en formas de barras y partículas de TiC, que están estrechamente aglomeradas como se muestra en la figura 2.22[50].

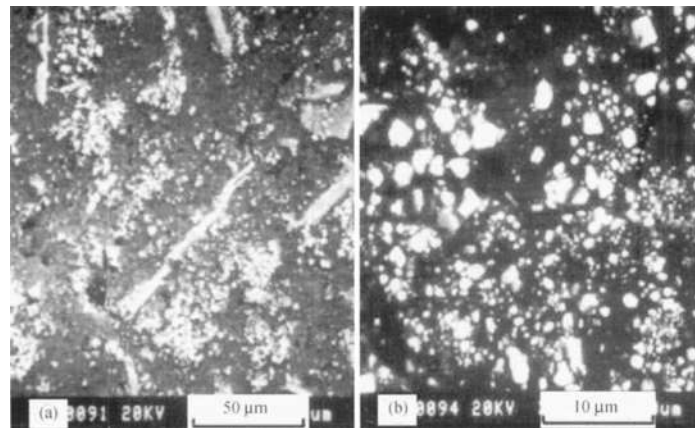


Figura 2. 22: Microestructura de la aleación maestra Al-5Ti-0.25C[50].

Con la adición de la aleación maestra, se obtiene un refinamiento de grano muy extenso durante los primeros 5 min de permanencia, como se muestra en la gráfica de la figura 2.23 y pasando este tiempo, el tamaño de grano tiende a incrementar debido a la formación del  $Al_4C_3$  que tiene estructura diferente con respecto a la matriz y el TiC. Mediante el MEB se encontró que el TiC actúa directamente como nucleante en la aleación, debido a que partículas de TiC fueron observadas en el centro del grano[50].

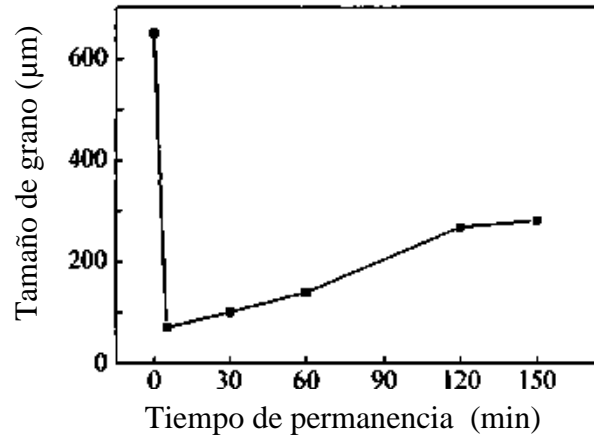


Figura 2. 23: Variación del tamaño de grano en función del tiempo. A una temperatura de  $690^{\circ}\text{C}$  con la adición de la aleación maestra[50].

Por otro lado, también se ha fabricado el material compuesto de Al-6061/TiC/6p, para lo cual se fabricó una aleación maestra de Al/TiC usando polvos de Al, Ti y C por medio del método in-situ, obteniendo un tamaño de partícula de TiC de aproximadamente  $1\text{-}5\ \mu\text{m}$  como se muestra en la figura 2.24 a). Posteriormente se adicionó en la aleación Al-6061 a  $750^{\circ}\text{C}$ , para después darle un tratamiento térmico T6 (tratamiento de solución a  $525^{\circ}\text{C}$  seguido por un envejecido a  $180^{\circ}\text{C}$  por 8 h). Mediante el MEB observaron intermetálicos  $\text{Al}_3\text{Ti}$  como se indica en la figura 2.24 b)[51].

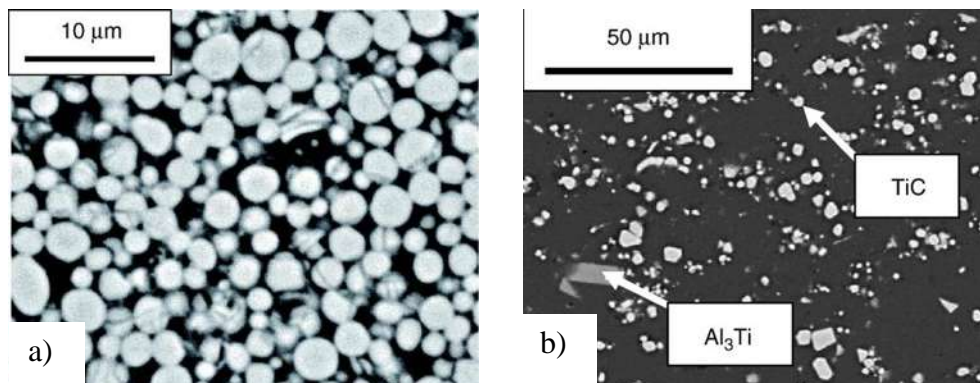


Figura 2. 24: a) Micrografía de la aleación maestra con partículas de TiC de aproximadamente de  $1\text{-}5\ \mu\text{m}$  y b) Micrografía del material compuesto Al-6061/TiC/6p[51].

También se han fabricado materiales compuestos de Al/TiC/5p, Al/TiB<sub>2</sub>/5p y Al/TiN/5p por medio del proceso de incorporación asistida por fundente base K-Al-F, usando temperaturas entre 790 y 810°C en una atmósfera de aire. Para su fabricación los polvos del material de refuerzo con el fundente fueron mezclados y esparcidos sobre la superficie del líquido sin agitación permaneciendo entre 2 -5 min. Además, a las partículas de TiB<sub>2</sub>, TiN y TiC se les realizó un tratamiento térmico a 800°C por 10 min en aire para ver el efecto sobre el comportamiento de la incorporación. A través de las micrografías por medio del microscopio óptico (MO) se observó que una mayor cantidad de partículas de TiC fueron incorporadas, seguida del TiB<sub>2</sub> y el TiN como se observa en la figura 2.25[8].

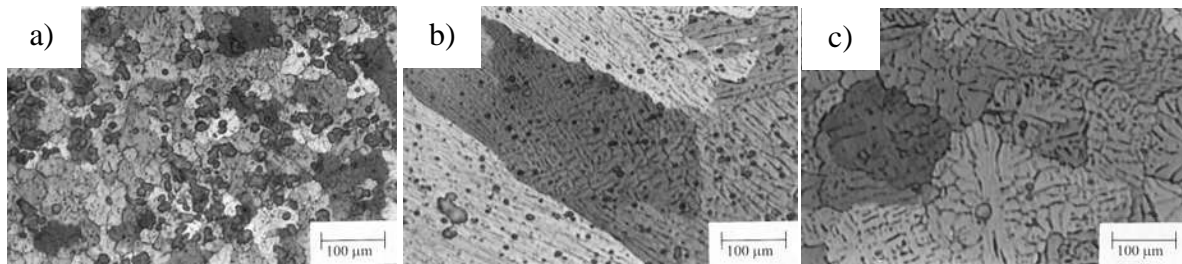


Figura 2. 25: Micrografías muestran que las partículas son incorporadas exitosamente; a) TiC, b)TiB<sub>2</sub> y c) TiN[8].

Después del tratamiento térmico y mediante difracción de rayos X, en las partículas de TiC, TiB<sub>2</sub> y TiN se identificaron la formación de TiO<sub>2</sub> y B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, por lo que no fue posible la incorporación de estas partículas, indicando que el fundente efectivamente previene la oxidación de las partículas durante su incorporación[8].

También se han investigado los productos de reacción en el material compuesto Al/TiC entre 600-900°C en aire por 48 h. La figura 2.26 muestra los productos de reacción durante el tratamiento térmico. A 700°C es donde se tiene una mayor reactividad, mientras que a 900°C no se observó Al<sub>3</sub>Ti y Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub> lo cual muestra que aparentemente el TiC es estable con Al a 900°C. También se observó que a tiempos de permanencia más prolongados da como consecuencia un incremento en los productos de reacción y por lo tanto la fracción de partículas de TiC disminuye[37].

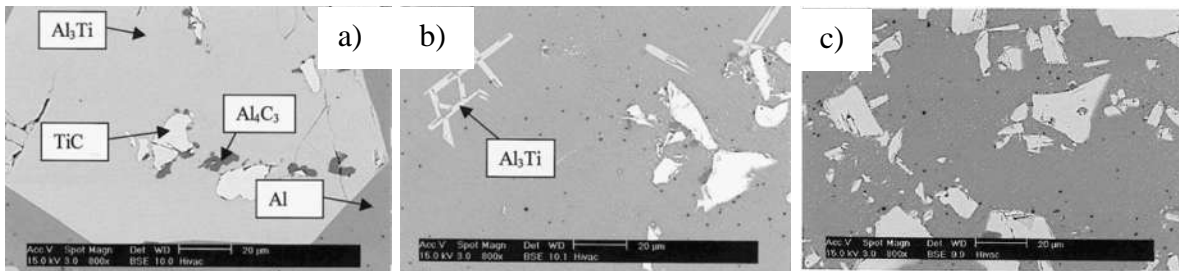


Figura 2. 26: Micrografías del material compuesto Al/TiC tratado térmicamente por 48 h correspondiente a; a) 700°C d) 800°C y f) 900°C[37].

### 2.7.3 COMPORTAMIENTO MECÁNICO DE MCM.

Yin et al.[50]adicionaron una aleación maestra con 0.2% de Al-5Ti-0.25C en una aleación de Al-10Mg a una temperatura de 690°C. La dureza promedio que obtuvieron fue de 87 HV para la aleación Al-10Mg y con la adición de la aleación maestra por un tiempo de permanencia de 5 min fue de 98 HV, mientras que con un tiempo de 150 min su dureza fue de 93 HV.

Selcuk y Kennedy[51] fabricaron un material compuesto Al-6061/TiC/6p para someterlo luego a un tratamiento térmico T6. Las propiedades de tensión muestran un incremento en el límite de elasticidad de 240 a 301 MPa, resistencia última de 280 a 328 MPa, módulo de elasticidad de 70 a 84 GPa y una disminución en la ductilidad de 8 a 7 para la aleación y el material compuesto, respectivamente. El incremento en la rigidez, es atribuido a la adición del TiC, así como a la buena mojabilidad lograda entre el Al y el TiC, dando como resultado una unión interfacial fuerte entre ambas fases.

También se han fabricado materiales compuestos Al-4%Cu/TiCp con 5, 10, 15 y 20% en vol. de TiC usando un tamaño de partícula de 2.3μm por medio del proceso de incorporación asistida por fundente, para lo cual fue usada una relación 1:2 de TiC y K-Al-F para después ser adicionado en la aleación a 800°C por 5 min. Como resultado se obtuvo un incremento en la dureza de 0.646 a 2.337 GPa correspondiente a la aleación y al material compuesto Al-4%Cu/TiC/20p. Estos resultados son principalmente atribuidos al incremento en la fracción volumétrica del TiC, debido a que al incrementar el volumen fraccional del refuerzo conduce a una disminución en el espacio interparticular, debido a esto el material compuesto Al-

4%Cu/TiC/20p resulta en una mayor cantidad de interfases partícula-matriz y una reducción en los espacios interparticulares, dando como resultado un mayor esfuerzo para el paso de las dislocaciones a través del TiC [34].

También en la fabricación del material compuesto de Al/TiC/10p, con un tamaño de partícula de 5  $\mu\text{m}$  por medio de incorporación asistida por fundente base K-Al-F. Se obtuvo un incremento en el módulo de elasticidad de  $69\pm 1$  a  $89\pm 1$  GPa, límite de elasticidad de  $33\pm 2$  a  $63\pm 3$  MPa, resistencia última de  $66\pm 3$  a  $105\pm 6$  MPa y con una disminución en la ductilidad de  $37\pm 2$  a  $25\pm 3$  correspondiente al aluminio y al material compuesto, respectivamente. Este incremento en propiedades es atribuido a la disminución del tamaño de grano, mientras que el incremento en el módulo de Young es atribuido al mejoramiento de la unión interfacial al favorecerse la mojabilidad y al incremento en la tendencia para la nucleación del sólido en la superficie de las partículas, por otro lado la alta ductilidad es resultado de la combinación de menos agrupamientos de partículas y mejor unión interfacial [11].

## CAPÍTULO III. DESARROLLO EXPERIMENTAL.

En el presente capítulo se da una descripción de los materiales utilizados, procedimientos y técnicas empleadas para la fabricación del material compuesto laminado Al-6061/TiCp-T6, así como los equipos que fueron utilizados para su fabricación, caracterización microestructural y pruebas mecánicas. En la figura 3.1 se describe en términos generales, la secuencia experimental adoptada para la fabricación del material compuesto.

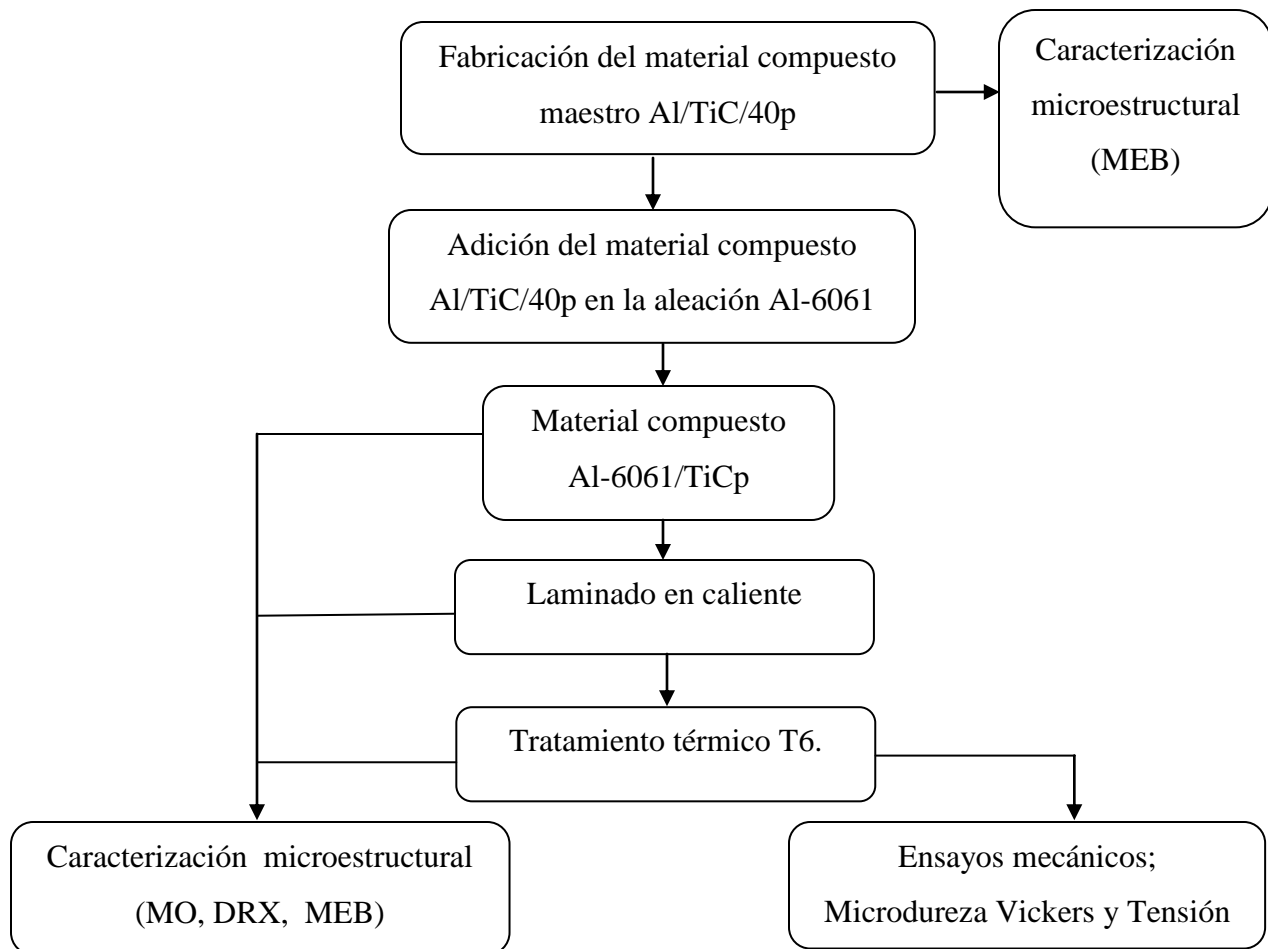


Figura 3. 1: Diagrama de bloques de la secuencia experimental para la fabricación y caracterización del material compuesto laminado Al-6061/TiCp-T6.

### 3.1 MATERIALES.

Para la fabricación del material compuesto maestro Al/TiCp se utilizaron polvos de TiC como refuerzoy polvo de fundente base K-Al-F, el cual es un subproducto de la reacción de las sales fluoruras para producir aleaciones maestras Al-Ti-B. Este fundente es una mezcla de  $KAlF_4$  y  $KAlF_6$  con una composición cercana al eutéctico en el sistema KF- $AlF_3$  con un punto de fusión de  $545^\circ\text{C}$ , como se muestra en el anexo A.1. Los polvos de TiC grado 120 HV fueron adquiridos de la compañía H.C. Starck de Alemania, con una composición de  $TiC_{0.98}$ . A estos polvos se les midió la distribución del tamaño de partícula y su tamaño promedio en el equipo COULTER modelo LS 100 Q. El tiempo de análisis fue de 15 a 50 segundos. El principio de funcionamiento de este equipo consiste en hacer incidir un rayo láser sobre los polvos y de acuerdo al ángulo del haz difractado sobre una malla, esta información se registra y procesa mediante software que proporciona la distribución del tamaño de partícula y algunos datos estadísticos. El material que se utilizó como matriz fue aluminio de pureza comercial (99.5%). Para el material compuesto Al-6061/TiCp fue una aleación de Al-6061 (Al-Mg-Si) la cual fue fabricada a partir del lingote de Al de pureza comercial. A los materiales usados como matriz se les realizó un análisis químico para determinar su composición, la cual se muestra en la tabla III.1.

Tabla III. 1: Composición química del aluminio de pureza comercial y Al-6061 (% peso).

Aluminio de pureza comercial							
Si	Fe	Cu	Mg	Zn	Ti	V	Al
0.063	0.296	0.028	0.004	0.017	0.013	0.012	Bal.
Al-6061							
0.751	0.304	0.052	1.212	0.016	0.016	0.009	Bal.

### 3.2 PREPARACIÓN DE LOS COMPACTADOS.

Los polvos de TiC y fundente en una relación 3:1 fueron mezclados, para después ser compactados utilizando una prensa hidráulica con un dado de 25.4 mm de diámetro interno. A una masa de 20 g, correspondiente a la mezcla de TiC/fundente, se le aplicó una carga

uniaxialde 3.5 toneladas (40 MPa) por un periodo de 15 s para obtener compactos con dimensiones de 25.4 mm de diámetro y 15 mm de espesor.

### 3.2.1 FABRICACIÓN DEL MATERIAL COMPUESTO MAESTRO Al/TiC POR INFILTRACIÓN ASISTIDA POR FUNDENTE.

Una vez obtenidos los compactados se procedió a infiltrar el aluminio. Para esto, el compactado fue colocado en un crisol de grafito mientras que el Al con una masa de 12.31 g se colocó sobre el compactado como se presenta en la figura 3.2. La infiltración se llevó a cabo en un horno de tubo horizontal.

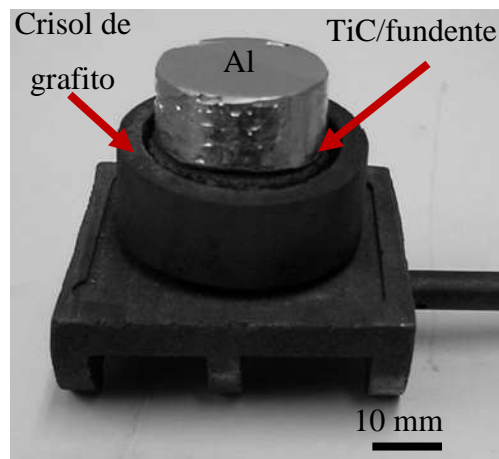


Figura 3. 2: Arreglo para la fabricación el material compuesto maestro por infiltración asistida por fundente.

Para la infiltración, el portamuestra fue colocado dentro de la zona fría del horno como se muestra en el arreglo experimental de la figura 3.3, una vez precalentado el horno, el portamuestra de la figura 3.2 fue desplazado dentro de la zona caliente a temperatura de 800°C y permaneció por 30 min bajo una atmósfera dinámica de Ar, con la finalidad de disminuir en lo posible la oxidación, para después ser removido a la zona fría. El material compuesto maestro producido de esta manera, tiene aproximadamente 40 % en vol de TiC. Las muestras de material compuesto maestro fueron preparadas metalográficamente, siguiendo los procedimientos estándar para ser observadas en el MEB.

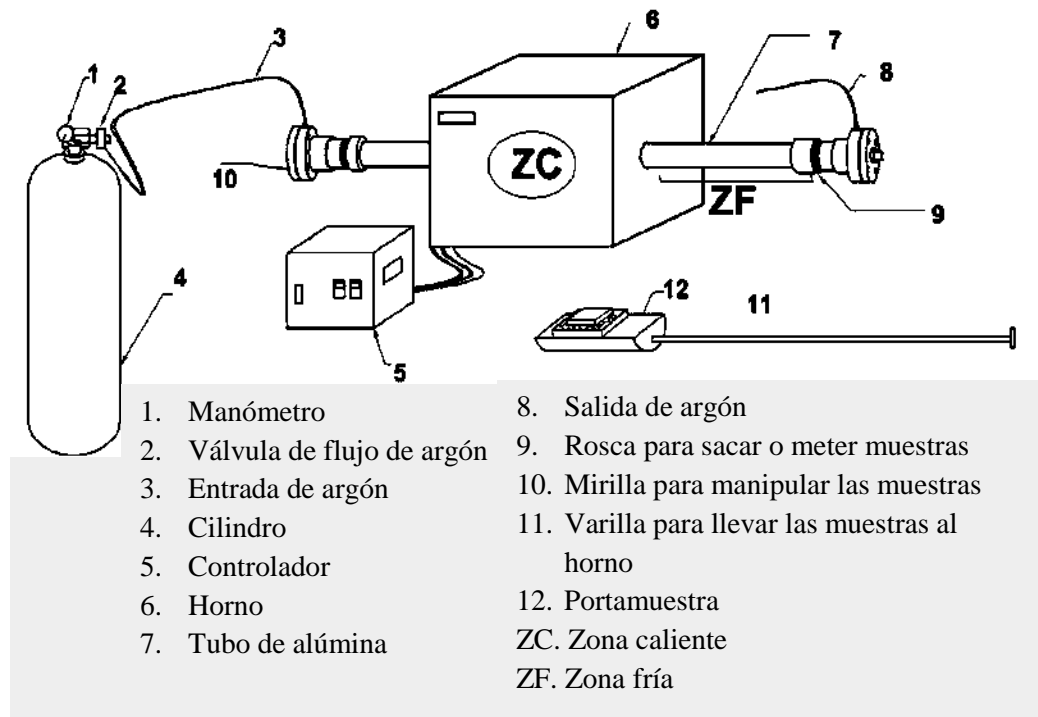


Figura 3. 3: Equipo experimental para la fabricación de las pastillas del material compuesto maestro Al/TiC/40p.

### 3.3 INCORPORACIÓN Y DILUCIÓN DEL MATERIAL COMPUESTO MAESTRO Al/TiC/40p EN LA ALEACIÓN Al-6061.

Una vez fabricado el material compuesto maestro Al/TiC/40p, se incorporó y diluyó en una aleación Al-6061, para lo cual se utilizó un horno mufla. Para este propósito, se prepararon cargas de aluminio de pureza comercial de 371 g que se colocaron en un crisol de SiC. La carga de aluminio se introdujo en el horno, precalentado a 750°C en aire, con la finalidad de alcanzar el estado líquido del aluminio. Una vez fundido el aluminio, se adicionó 2.32 g silicio y en seguida el material compuesto Al/TiC/40p ajustando la cantidad a 6 y 12% en vol de TiC. El crisol fue nuevamente colocado en el interior del horno por un tiempo de permanencia de 10 min para la adición de 6% TiC y 18 min para la adición de 12% TiC. Durante estos tiempos, tanto el Si, como el compuesto maestro se disolvieron y las partículas de TiC se incorporaron en el aluminio, para después adicionar el Mg con el fin de ajustar la composición

química de la aleación Al-6061. Posteriormente, el crisol fue retirado del horno, para dar una agitación ligera con una barra de acero por un periodo de aproximadamente 15 segundos al baño líquido para que las partículas de TiC se dispersaran de manera homogénea en el baño del aluminio. Finalmente, la fundición fue vaciada en un molde metálico de acero previamente precalentado a 750°C por 3 min, el cual se muestra en la figura 3.4, previa limpieza de impurezas en la superficie del aluminio fundido (parte de fundente liberado durante la adición del material compuesto maestro). Con el propósito de establecer las condiciones óptimas del tratamiento térmico T6 y tener una referencia para establecer el efecto de la incorporación de las partículas de TiC en la matriz Al-6061, se fabricó la aleación monolítica con los mismos materiales que la matriz del material compuesto.

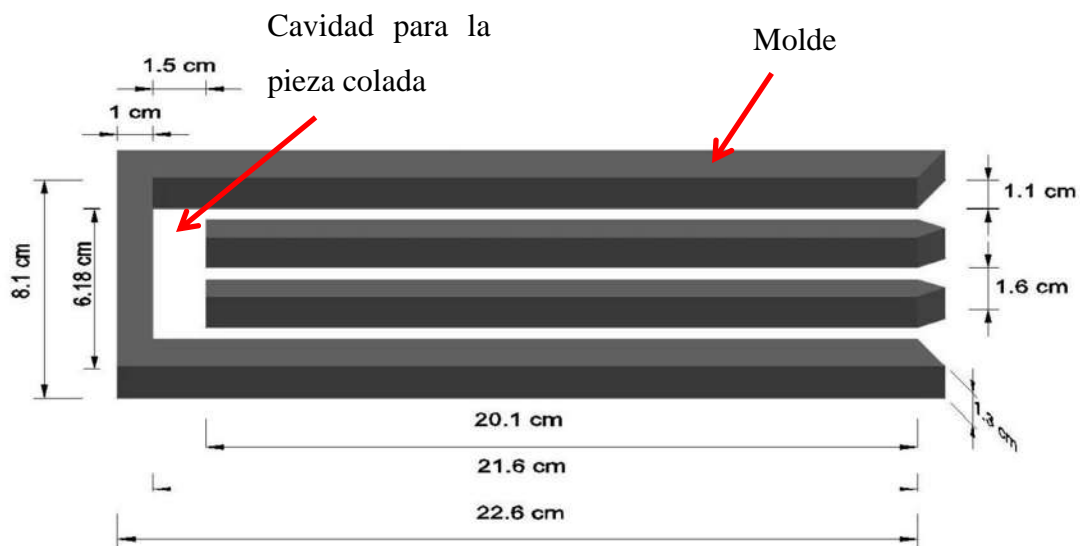


Figura 3. 4: Dimensiones del molde donde se coló el material compuesto Al-6061/TiC.

Una vez fabricado el material compuesto Al-6061/TiC/6p y Al-6061/TiC/12 pasé como la aleación monolítica Al-6061, las piezas coladas fueron calentadas a una temperatura de 450°C por un tiempo de permanencia de 40 min, para después ser laminadas en caliente. La carga aplicada fue 50 toneladas con una velocidad de 25 rpm, para aplicar un porcentaje de deformación de 28% como se muestra en la figura 3.5.



Figura 3. 5: Pieza en condiciones de; a) colada y b) laminada.

### 3.4 TRATAMIENTO TÉRMICO T6.

De la aleación Al-6061 se cortaron secciones pequeñas para darles un tratamiento térmico T6. El cual consistió de un tratamiento térmico de solución a una temperatura de 530°C por un tiempo de permanencia de 4h, con la finalidad de poner en solución sólida la máxima cantidad de elementos solutos endurecedores para que precipiten posteriormente, seguido de un temple en agua a temperatura ambiente y envejecido artificialmente a 160°C por tiempos de 13 a 27 h, el ciclo térmico del tratamiento térmico se muestra en la figura 3.6. Esto fue realizado en un hornosado para la aleación en condiciones de colada y uno de tubo horizontal que se ocupó para la aleación y materiales compuestos en condiciones de laminado. Ambos hornos fueron calibrados con un termopar externo. Para determinar el tiempo óptimo de envejecido, las muestras fueron ensayadas por medio de la microdureza Vickers, y en base al valor más alto de microdureza se determinó el tiempo óptimo de envejecido tanto para la aleación en condiciones de colada, laminada y para el material compuesto Al-6061/TiCp.

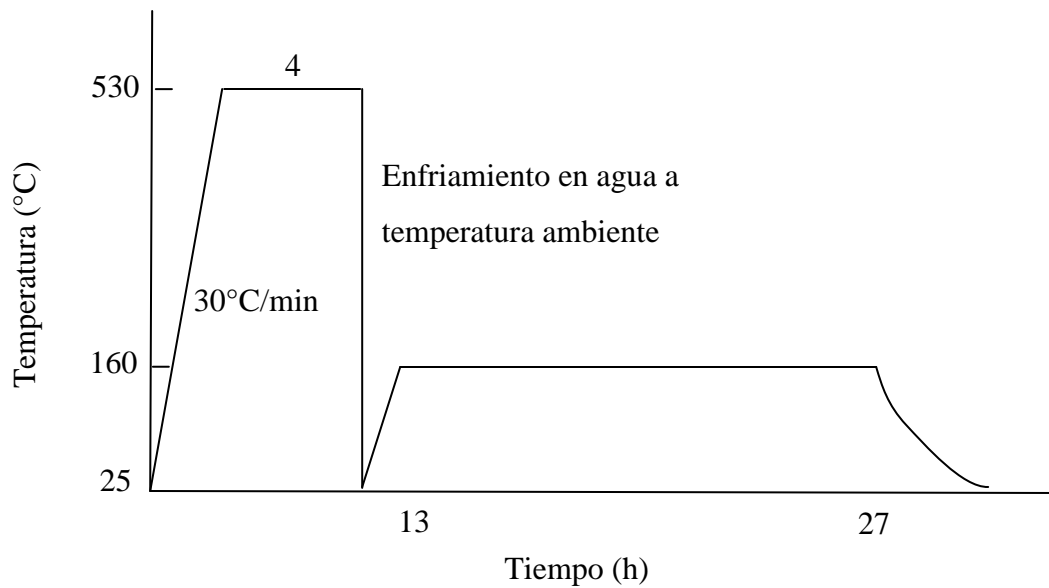


Figura 3. 6: Representación esquemática del ciclo del tratamiento térmico T6.

### 3.5 CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL.

Para realizar la caracterización microestructural de los materiales fabricados estos fueron seccionados, como se indica por las flechas en la figura 3.7, correspondiente a la parte inferior (PI) y superior (PS). Con la finalidad de observar la estructura de grano, distribución de las partículas de TiC y reactividad, por medio de la microscopía óptica, electrónica de barrido y difracción de rayos X. El resto de la pieza fue cortada y las secciones fueron usadas para maquinar probetas de tensión.

#### 3.5.1 MICROSCOPIA ÓPTICA.

La preparación metalográfica comenzó con el proceso de desbaste con lijas de SiC del grado 100, 180 240, 400, 600, 1500 y 2000. Posteriormente, las muestras fueron pulidas a espejo, por medio de un pulido en paño con pastas de diamante de 6, 3 y 1  $\mu\text{m}$  en una pulidora, empleando como medio lubricante alcohol etílico. El uso de agua en este proceso fue emitido para preservar, en caso de estar presente en los materiales compuestos, la presencia de  $\text{Al}_4\text{C}_3$ .

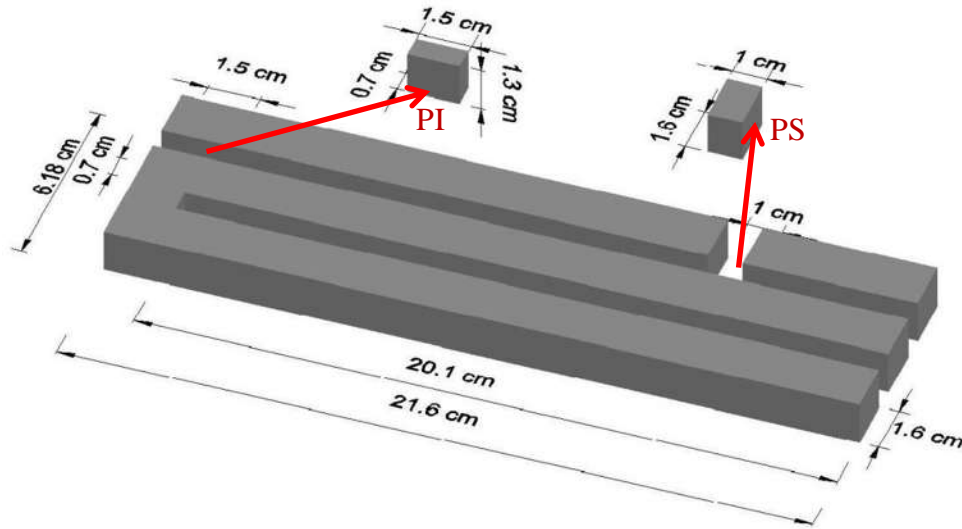


Figura 3. 7: Dimensiones de las piezas obtenidas de la colada e indicación del lugar donde se tomaron muestras para la caracterización microestructural.

Los especímenes pulidos a espejo fueron anodizados en una solución de  $\text{HBF}_4$  al 4% aplicando un voltaje de 14 V. Los tiempos de inmersión en la solución variaron de 100 a 145 segundos. El propósito del anodizado fue revelar la estructura de grano, distribución de las partículas de TiC y su ubicación con respecto a la estructura de grano. Para la observación de las muestras se utilizó el microscopio óptico con luz polarizada para generar el contraste entre granos y mediante el software libre SigmaScan Pro 5 se realizaron las mediciones del tamaño de grano.

### 3.5.2 DIFRACCIÓN DE RAYOS X.

La técnica de difracción de rayos X se utilizó como método para complementar el análisis de la microestructura, debido a que permite identificar las fases presentes en los materiales fabricados. Los análisis de difracción de rayos X, se realizaron sobre las muestras desbastadas hasta la lija del 2000. Se analizó la aleación monolítica Al-6061, Al-6060/TiC con 6 y 12% de vol de TiC, así como los polvos de TiC y fundente con radiación  $\text{Cu } K\alpha$  para  $2\theta$  de 20 a  $70^\circ$  con pasos de  $0.01^\circ$  por 1 s.

### **3.5.3 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO.**

Las muestras pulidas fueron analizadas mediante el microscopio electrónico de barrido y con el microscopio electrónico de barrido de emisión de campo, que fueron usados para observar la distribución de las partículas en los materiales compuestos Al/TiC, Al-6061/TiC, y observar si a mayores magnificaciones se presentan productos de reacción. La identificación de fases se llevó a cabo a través de análisis químicos puntuales por medio de energía dispersiva de rayos X (EDX, por sus siglas en inglés, energy dispersive X ray) y mapeos elementales. También, el MEB de emisión de campo fue usado para cuantificar la cantidad de TiC retenido en el material compuesto Al-6061/TiC/6p y Al-6061/TiC/12p, obteniendo 8 imágenes por muestra lo que corresponde a una área total de 1.74 mm<sup>2</sup>. Para la cuantificación se utilizó el software libre Scion, mediante la técnica de segmentación.

### **3.6 CARACTERIZACIÓN MECÁNICA.**

Para conocer el comportamiento mecánico de la aleación Al-6061-T6 en condiciones de colocada se le realizaron mediciones de microdureza Vickers, mientras que a los materiales compuestos con diferentes contenidos de partículas de TiC se les realizaron ensayos de tensión como se describe a continuación.

#### **3.6.1 MICRODUREZA VICKERS.**

Los ensayos de microdureza de la aleación fueron realizados en muestras pulidas a espejo para lo cual se utilizó el indentador Vickers. Para las mediciones se usó una carga de 0.1 kg y esta fue aplicada durante 15 segundos. El procedimiento del ensayo consistió en colocar la probeta en el porta muestra, para después enfocar con la lente del microscopio el área donde se realizaría la indentación, una vez hecho esto se aplicó la carga. El número de indentaciones que se hicieron a cada una de las muestras fue de al menos 5.

#### **3.6.2 ENSAYOS DE TENSIÓN.**

Para realizar los ensayos de tensión se obtuvieron 3 piezas de la aleación en condiciones de colada, laminada y tratada térmicamente así como de los materiales compuestos laminados Al-6061/TiC/6p-T6 y Al-6061/TiC/12p-T6. Las dimensiones de las probetas se muestran en la figura 3.8. Estas fueron preparadas de acuerdo a la norma ASTM E08M. Los ensayos de

tensión, se hicieron en la máquina universal, con una velocidad de desplazamiento del cabezal de 0.16 mm/s. Como resultado se obtuvo el módulo de elasticidad, límite de fluencia, resistencia a la tensión y el porcentaje de deformación. La observación de la superficie de las fracturas de los materiales ensayados se llevó a cabo en el MEB.

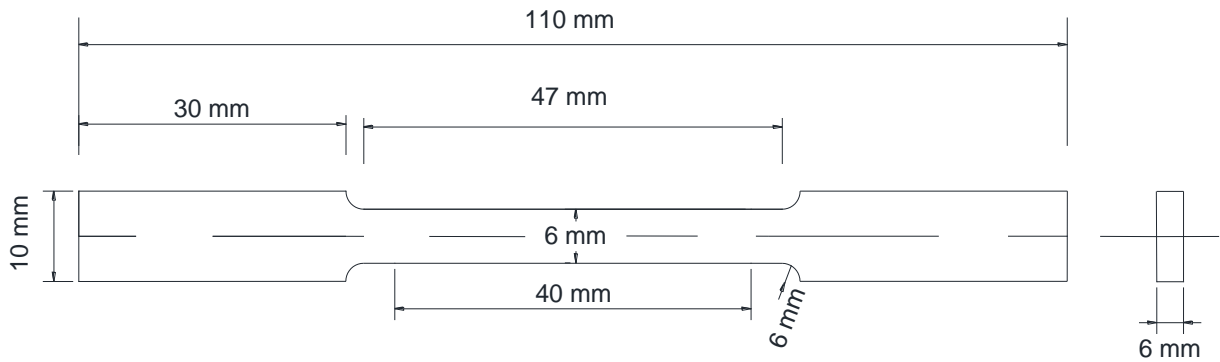


Figura 3. 8: Dimensiones de las probetas para ensayos de tensión de acuerdo a la norma ASTM E 08M.

## CAPÍTULO IV: RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

### 4.1 CARACTERIZACIÓN DE LOS POLVOS DE TiC Y K-Al-F.

Las características morfológicas de los polvos de TiC y fundente que fueron usados en la fabricación del material compuesto se muestran en la figura 4.1.

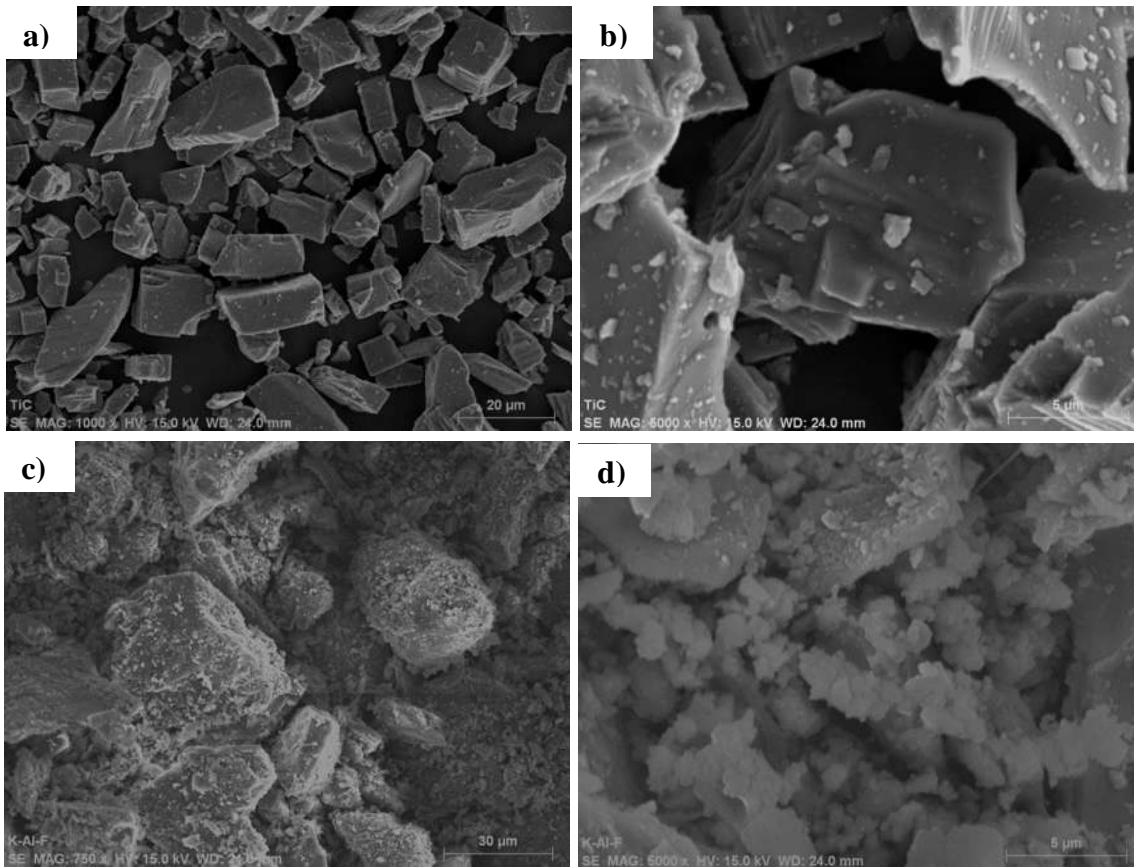
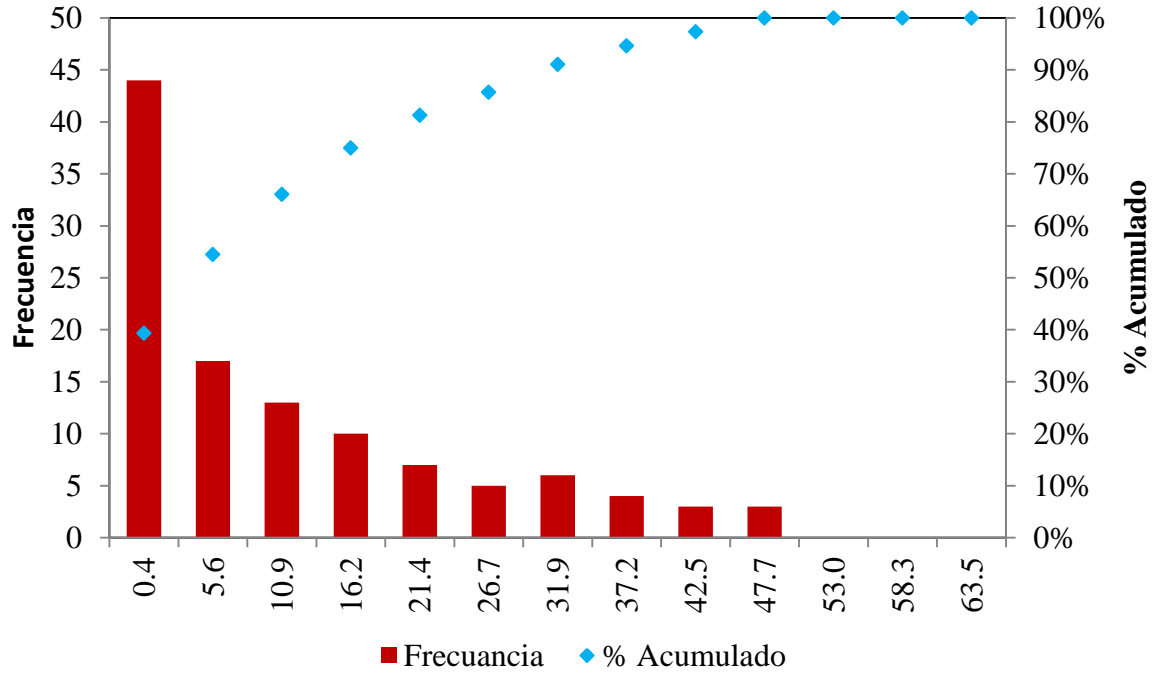


Figura 4. 1: Morfología de los polvos; a, c) menor y b, d) mayores magnificaciones del TiC y fundente base K-Al-F, respectivamente.

Las partículas de TiC presentan una morfología irregular y angular, con un tamaño promedio de 8.3 μm como se muestran en la tabla IV.1 y una variación en la distribución de tamaño de partícula entre 0.4 a 47.7 μm como se indica en la figura 4.2 a) y se observa que el 80% de las partículas se encuentra en un tamaño menor a 21.4 μm.

## a) TiC



## b) Fundente

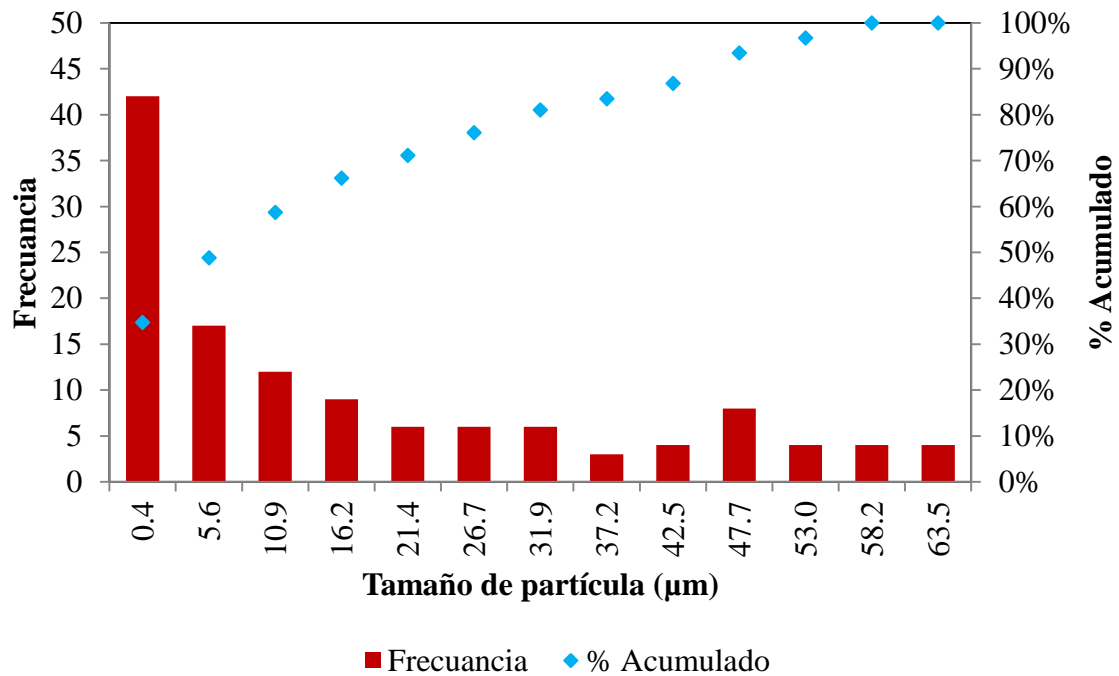


Figura 4. 2: Distribución del tamaño de partícula de los polvos; a) TiC y b) fundente.

La morfología de las partículas de fundente base K-Al-F presentan una forma redonda e irregular, con aglomeraciones de partículas de menor tamaño que tienden a formar partículas más grandes como se muestra en la figura 4.1 c)-d), mientras que el tamaño de partícula que se obtuvo fue de 11.2  $\mu\text{m}$  con unadistribución de tamaño de 0.4 a 63.4  $\mu\text{m}$  como se observa en la figura 4.2 b). Sin embargo, en el MEB a bajas magnificaciones se observaron algunas partículas de aproximadamente 1150  $\mu\text{m}$  las cuales no fueron detectadas por el equipo debido a que están por arriba del límite máximo de medición. El 80% de las partículas se encuentran en un rango menor de 31.9  $\mu\text{m}$ .

Tabla IV. 1: Tamaño de los polvos del TiC y fundente.

Polvos	Promedio ( $\mu\text{m}$ )	Desviación estándar ( $\mu\text{m}$ )
TiC	8.3	$\pm 7.2$
K-Al-F	11.2	$\pm 10.2$

#### 4.2 CARACTERIZACIÓN DEL COMPUESTO MAESTRO Al/TiC/40p.

En la figura 4.3 a) se observa que el aluminio fue infiltrado exitosamente en los compactados de TiC a 800°C por un tiempo de 30 min bajo una atmósfera inerte de Ar, dando como resultado, una distribución relativamente uniforme de las partículas de TiC. En la figura 4.3 b) se aprecia la formación de defectos redondos, con un tamaño promedio de 21.3  $\mu\text{m}$  en la matriz, distribuidos aleatoriamente en toda la muestra, así como la presencia de intermetálicos con forma acicular y desprendimiento de partículas asociado con la preparación metalográfica. Las micrografías claramente muestran que el metal líquido fue infiltrado incluso en los canales más pequeños entre las partículas y un gran fracción volumétrica de fundente fue desplazado hacia la superficie y paredes del crisol con respecto al que se tuvo presente inicialmente. Estas micrografías también muestran, que la interfase en su mayoría está libre de productos de reacción.

De acuerdo con los microanálisis por espectroscopia de rayos X por dispersión de la energía, los defectos redondos corresponden a inclusiones de fundente y los bloques en forma acicular corresponden a la estequiometría  $\text{Al}_{2.69}\text{Ti}$ . De acuerdo al diagrama binario Ti-Al, la

estequiometría de este compuesto intermetálico es muy cercana a la fase  $\text{Al}_3\text{Ti}$ . Sin embargo, no se observó la formación de otras fases.

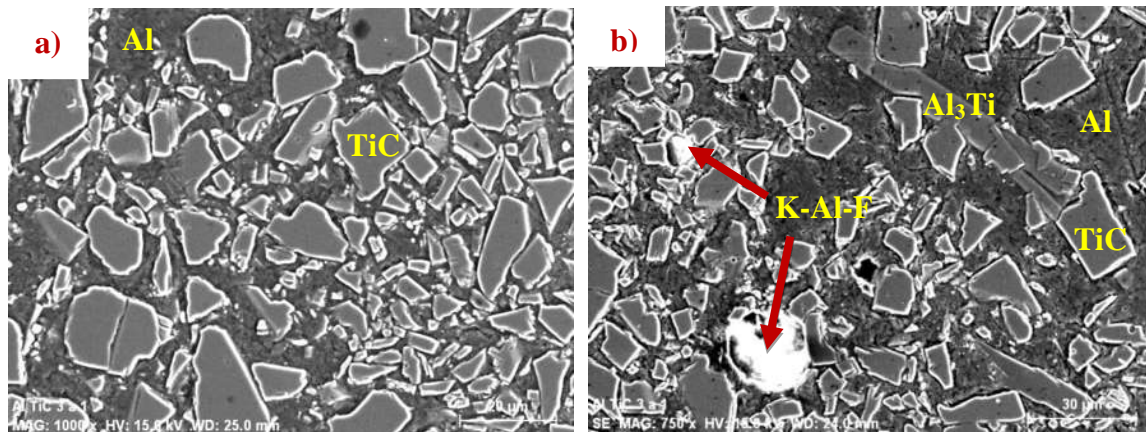


Figura 4. 3: a) Microestructura del material compuesto maestro Al/TiC/40p infiltrado a  $800^\circ\text{C}$  por 30 min, b) atrapamiento de fundente y presencia de intermetálico, acicular.

En la figura 4.4 se muestra un mapeo elemental de las fases presentes de la muestra infiltrada. En estas imágenes se observa claramente el atrapamiento de fundente, la matriz de Al, las partículas de TiC bien contrastadas y la precipitación de  $\text{Al}_3\text{Ti}$  en forma de aguja en la matriz de aluminio.

Para la fabricación de materiales compuestos en el sistema Al/TiC, se ha observado que se requieren altas temperaturas y atmósferas con bajas presiones parciales de  $\text{O}_2$ , para lograr la transición de no mojado a mojado[13-17]. Sin embargo, en éste trabajo ésta dificultad ha sido superada en la fabricación del material compuesto Al/TiC/40p, mediante el uso del fundente base K-Al-F el cual permite que el aluminio infiltre espontáneamente en los compactados de TiC [10, 15, 18, 33]. Además, facilita la incorporación espontánea de partículas en el aluminio y sus aleaciones[8, 34]. Esto es debido a que el fundente tiene la capacidad de disolver la película de óxido que cubre la superficie del Al líquido y la superficie de las partículas de TiC, así como también evita que estas se oxiden al ser calentadas Debido que el proceso de disolución, involucra una reacción endotérmica del rompimiento o separación del enlace de Al-O, por la formación de oxifluoroaluminato complejos con especies de flouroaluminato[18], dando como resultado una interfase limpia incluso cuando la atmósfera circundante es rica en oxígeno. De esta manera, se logró un contacto directo entre el Al y la superficie de las

partículas de TiC [14, 15, 18, 33]. Lo cual indica que se han establecido las condiciones de mojabilidad entre aluminio y el TiC, debido a que el metal líquido fue conducido rápidamente en la red de las partículas de TiC, para llenar incluso los canales más pequeños solo por fuerzas capilares [10], una vez que la película de óxido que cubre al aluminio líquido ha sido disuelta por el fundente.

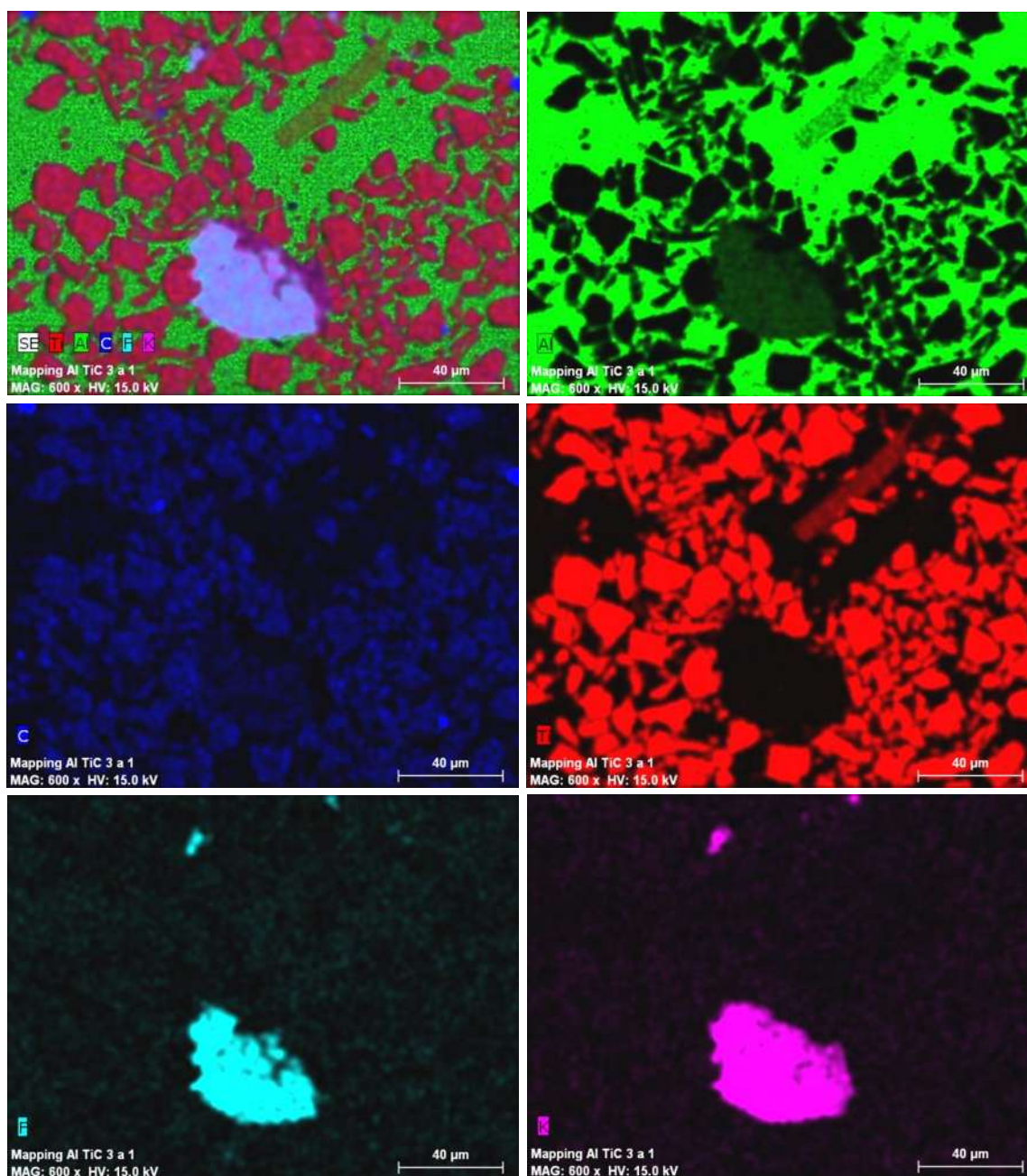


Figura 4. 4: Mapeo elemental del material compuesto maestro Al/TiC/40p.

En la fabricación de materiales compuestos, usando matrices de Al y sus aleaciones reforzados con partículas de TiC, por medio de la técnica de infiltración se ha observado la formación de  $Al_4C_3$  y  $Al_3Ti$  [17]. A velocidades de enfriamiento lentas puede ocurrir la formación de estos intermetálicos [17, 33]. En éste trabajo únicamente se observó la formación de  $Al_3Ti$ , esto es debido, principalmente a la temperatura y tiempo de procesamiento, habiendo disolución ligera de TiC. Al bajar la temperatura, el Ti disuelto en el líquido, precipita formando las agujas de  $Al_3Ti$ , al disminuir la solubilidad del Ti en el aluminio.

En las micrografías de la figura 4.3 y 4.4 se observó atrapamiento de fundente, de manera que éste se encuentra distribuido en forma aleatoria en la matriz, lo cual indica que la mayoría del fundente fue segregado hacia la base y superficie de la muestra así como hacia las paredes del crisol. El atrapamiento de fundente en la fabricación de materiales compuestos por la técnica de infiltración e incorporación asistida por fundente también ha sido observado por otros [10, 11, 15, 33, 34]. Esto se debe principalmente a que el aluminio y el fundente no son miscibles en el estado líquido. Sin embargo, hubo una distribución aleatoria de fundente atrapado en la matriz, debido a una diferencia mínima en densidad entre ellos (para el Al líquido  $2.385 \text{ g/cm}^3$  y  $2.2 \text{ g/cm}^3$  para el fundente líquido) y un incremento en la viscosidad del fundente debido a la disolución de óxidos [15, 33].

### **4.3 INCORPORACIÓN Y DISPERSIÓN DEL MATERIAL COMPUESTO MAESTRO Al/TiC/40p EN LA ALEACIÓN Al-6061.**

Los resultados obtenidos por la caracterización microestructural (MO, MEB y DRX) de la incorporación del compuesto maestro Al/TiC/40p en la aleación de aluminio 6061 se describen a continuación.

#### **4.3.1 CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL DEL MATERIAL COMPUESTO Al-6061/TiCp POR MICROSCOPIA ÓPTICA.**

El material compuesto maestro Al/TiC/40p se adicionó en la aleación Al-6061 ajustando la cantidad a 6 y 12% en vol. de partículas de TiC en la aleación Al-6061, el cual fue incorporado de una manera exitosa a  $750^\circ\text{C}$  por un tiempo de permanencia de 10 y 18 min, respectivamente, después de adicionar el compuesto maestro.

En la figura 4.5 a)-b) se muestra la estructura de grano de la aleación Al-6061 sin adición de TiC, correspondiente a la parte inferior y parte superior de la pieza colada. En las micrografías se aprecia una estructura de grano celular dendrítica, mientras que con la adición de 6% en vol. de partículas de TiC en la matriz resulta en una estructura de grano equiaxial tanto en la parte inferior como superior, así como con una distribución de partículas de TiC bastante uniforme en ambas partes como se observa en la figura 4.5 c)-d), pero con una ligera formación de aglomerados de TiC como es indicado con la flecha en la figura 4.5 d). Además, en la figura 4.6, indicado con las flechas, se observó que a mayores aumentos las partículas de TiC fueron envueltas dentro de los granos equiaxiales del Al, con una fracción menor localizada en los límites de grano. Por otro lado con 12% en vol. de TiC también resulta en una estructura de granos equiaxiales pero con un mayor refinamiento de grano en la estructura, en comparación a la obtenida con 6% en vol. de TiC como se ve en la figura 4.5 e)-f). Para este contenido de partículas, también se logró obtener una muy buena distribución del refuerzo, pero se comenzaron a formar pequeños aglomerados en mayor cantidad como se muestra en la figura 4.5 e).

Mediante las mediciones de tamaño de grano de los materiales fabricados, se obtuvo un tamaño de grano promedio de  $81.97\mu\text{m}$  para la aleación Al-6061, observando que tanto en la parte inferior como en la superior no hay mucha variación en cuanto al tamaño de grano como se muestra en la tabla IV.2. Mientras que con el 6% en vol de TiC se observó una disminución en el tamaño de grano, siendo el tamaño promedio de  $55.87\mu\text{m}$ . En la parte inferior y superior se puede observar que tampoco no hay mucha variación en los tamaños de grano.

De igual manera con 12% en vol. de TiC se presentó una mayor disminución en el tamaño de grano el cual fue un promedio de  $35.12\mu\text{m}$ . En la parte inferior y superior se observó que no existe variación significativa en el tamaño de grano, lo cual indica que hay una distribución bastante homogénea de partículas de TiC que eficientemente están actuando de manera simultánea como sitios de nucleación de los granos de Al con el aumento en el contenido de TiC como se mostró en las figuras 4.5 y 4.6.

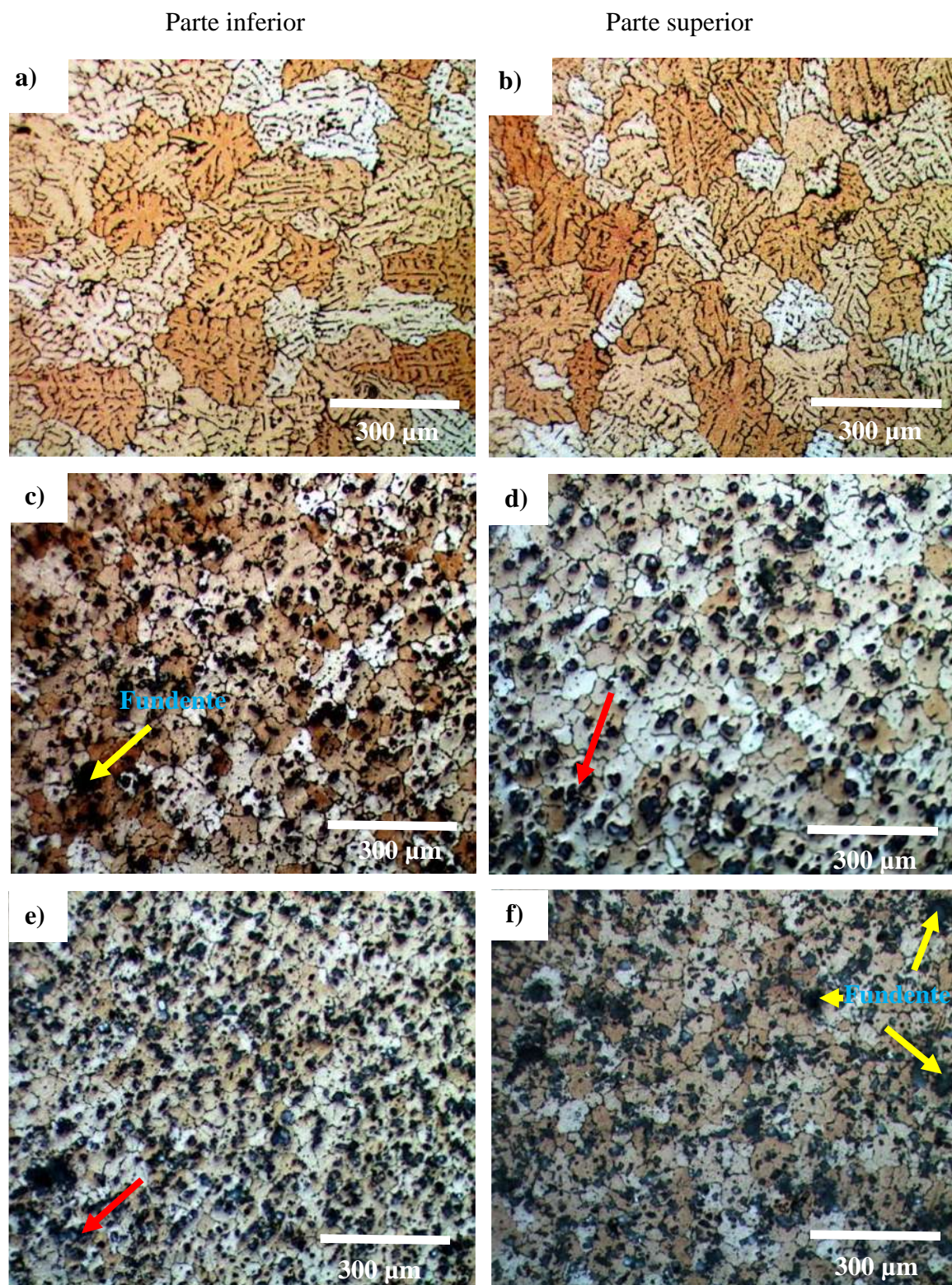


Figura 4. 5: Estructura de grano a) y b) Al-6061, c) y d) Al-6061/TiC/6p, e) y f) Al-6061 TiC/12p.

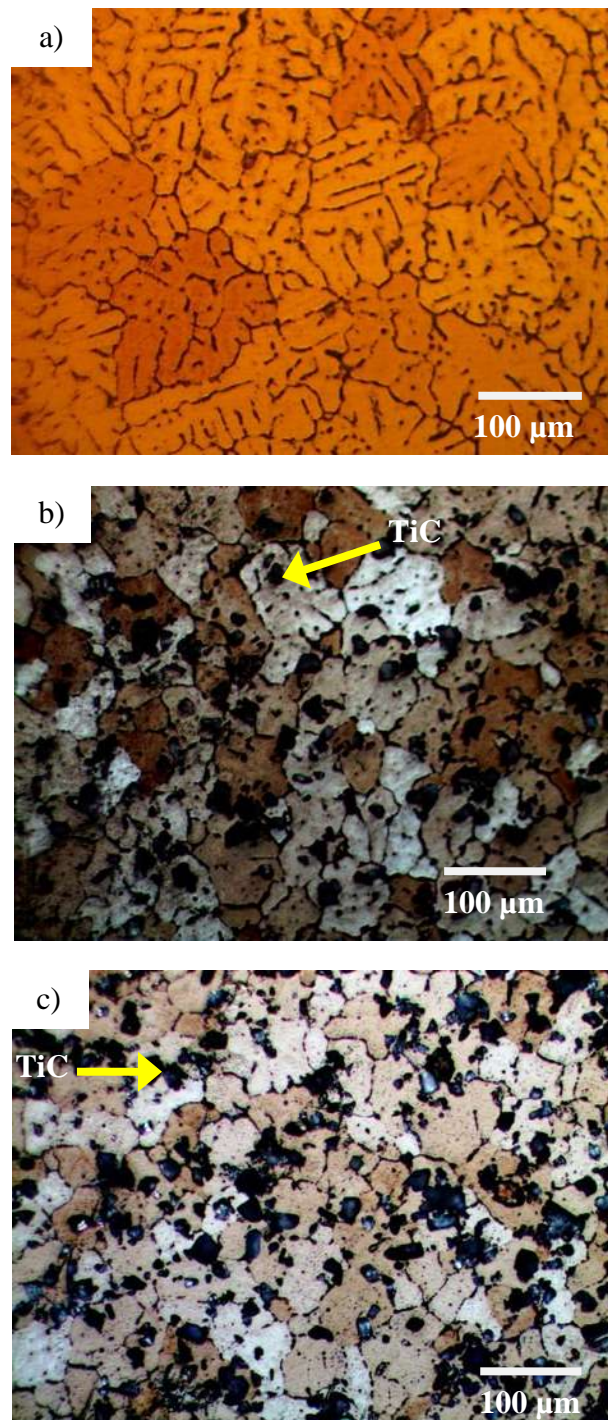


Figura 4. 6: Detalle de la estructura de grano en a) la aleación monolítica Al-6061, y en los MCM b) Al-6061/TiC/6p y c) Al-6061/TiC/12p.

Tabla IV. 2: Promedio de tamaño de grano ( $\mu\text{m}$ ) de la aleación Al-6061 y de los materiales compuestos con 6 y 12 % vol. de TiC.

	Promedio		Desviación estándar		Promedio		Desviación estándar	
	PI	PS	PI	PS				
<b>Al-6061</b>	81.06	83.05	$\pm 30.66$	$\pm 31.97$	81.97		$\pm 31.71$	
<b>Al-6061/TiC/6p</b>	54.18	59.04	$\pm 16.77$	$\pm 16.09$	55.87		$\pm 16.70$	
<b>Al-6061/TiC/12p</b>	35.69	34.57	$\pm 9.60$	$\pm 9.35$	35.12		$\pm 9.48$	

PI= parte inferior, PS=parte superior

En base a los histogramas de frecuencia obtenidos de las mediciones de los tamaño de grano de los materiales fabricados se puede observar claramente en la figura 4.7 a) que el 80% de los tamaños de grano se encuentran en un tamaño menor a 123.4  $\mu\text{m}$  para la aleación Al-6061, mientras que para el 6% en vol. de TiC adicionado, el 80% de los granos se encuentra en un tamaño menor a 68.1  $\mu\text{m}$ , y con el 12% en vol. de TiC el 80% de los granos se encuentran en tamaño menor a 49.7  $\mu\text{m}$ . En base a las micrografías y a los datos estadísticos obtenidos se puede ver claramente que al aumentar el porcentaje en volumen de TiC adicionado en la matriz se logra una disminución en el tamaño de grano y la distribución del tamaño de los granos se estrecha a un rango de tamaño menor.

Se observó que los materiales compuestos maestros fueron incorporados en la aleación Al-6061 de una manera exitosa. Debido a que lamasa del compuesto maestro al ser adicionado al baño fundido es suficiente para romper la película de óxido que cubre al Al-6061. El material compuesto maestro, el cual tiene 40% en vol. de TiC, tiene una densidad teórica de 3.55  $\text{g}/\text{cm}^3$  mayor que la del aluminio líquido que es de 2.38  $\text{g}/\text{cm}^3$ . Como consecuencia el material compuesto maestro sin disolver y las partículas de TiC fueron sumergidos en el Al líquido. Una vez que el aluminio matriz del material compuesto maestro se funde, las partículas de TiC son expuestas directamente con el aluminio líquido. Por esto, se puede puntualizar que el comportamiento de la mojabilidad del Al-6061 sobre el TiC es bueno debido a que el proceso de infiltración asistida por fundente genera superficies de TiC “mojables” facilitando la incorporación dentro del metal líquido y favoreciendo la retención de las partículas de TiC en el baño de metal fundido, como se muestra en las micrografías de las figura 4.6 y 4.8,

indicando que con el 6% en vol. de TiC se obtuvo una retención del 92.32% mientras que con 12% en vol. de TiC se logró retener un 88.92% una vez que el material compuesto maestro se ha sumergido y la matriz fundido.

En la figura 4.5 c)-f), se observa que a medida que se incrementa el contenido en la adición de las partículas de TiC en la aleación Al-6061, se obtiene un mayor refinamiento de grano, debido a que muchas de las partículas de TiC se encuentran en el centro del grano de la matriz, que actúan como sitios de nucleación durante el proceso de la solidificación, pues propician la nucleación simultánea de una gran cantidad de granos. Esto también ha sido observado en varios trabajos [9, 11, 35, 36, 50] y es atribuido a que el uso del fundente implementado en la fabricación del material compuesto maestro permite lograr una interfase limpia entre el TiC y la matriz, facilitando su incorporación en el metal líquido. Esto permite que la superficie de las partículas de TiC estimulen la nucleación directa y crecimiento del Al sobre la superficie del TiC. Debido a que la matriz y el TiC tienen la misma estructura cristalina, la cual es cúbica centrada en las caras, coincidencia en los parámetros de red y baja energía interfacial partícula-sólido, esto da lugar a que el refinamiento de grano se lleve a cabo a expensas de la nucleación de los granos de Al sobre las partículas sólidas de TiC. Para que la nucleación sólida ocurra sobre la superficie de las partículas de TiC, esta debe estar limpia para que se dé un contacto directo en la interfase partícula-matriz. Por otro lado, la distribución relativamente homogénea es debido a la buena mojabilidad de la matriz sobre el TiC, lo cual resulta en que una gran cantidad de partículas sean envueltas dentro del grano sólido de la matriz, en lugar de que sean empujadas al límite de grano durante la solidificación [7, 9-11, 34, 36], logrando así una distribución de las partículas de TiC más uniforme.

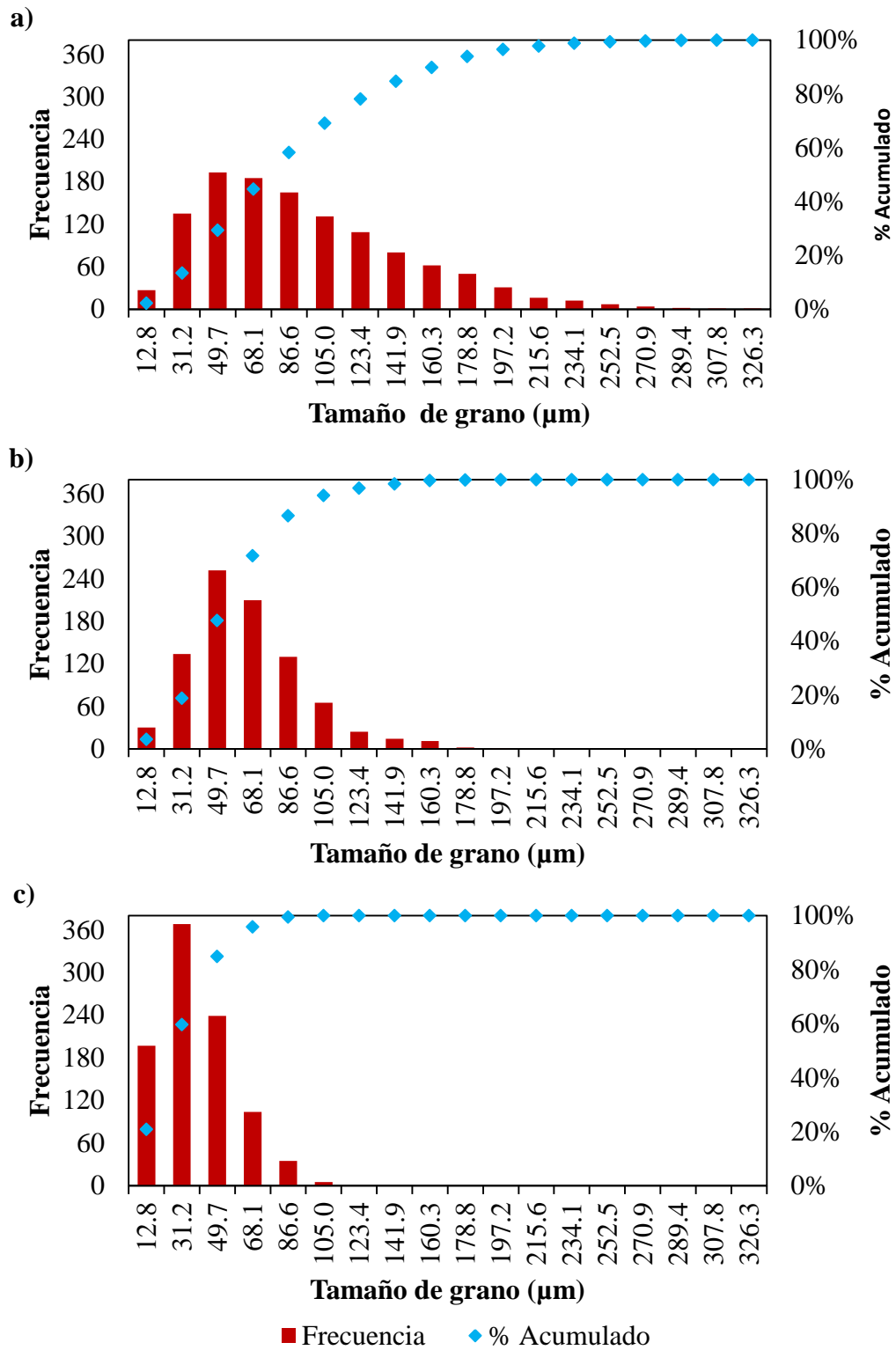


Figura 4. 7: Histogramas de frecuencia de tamaño de grano; a) Al-6061, b) Al-6061/TiC/6p, c) Al-6061/TiC/12p.

Se ha reportado en la literatura [11, 34] que al aumentar el porcentaje de partículas de TiC adicionadas en Al y sus aleaciones, incrementa la tendencia de aglomeración, debido al aumento en la coalescencia entre partículas al existir una mayor cantidad de sólidos y con tamaños de partícula más fino. En éste trabajo también se observaron agrupamientos de partículas localizados en los granos de la matriz, lo cual indica que fueron envueltos y creados debido a la aglomeración de partículas en la fundición antes de que la solidificación tuviera lugar [11].

#### **4.3.2 CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL DEL MATERIAL COMPUESTO Al-6061/TiC<sub>p</sub> POR MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO.**

La figura 4.8 muestra más a detalle por medio de electrones retrodispersados en el MEB la distribución de partículas con 6% y 12% en vol. de TiC, donde se puede apreciar que la distribución obtenida en ambas adiciones fue bastante uniforme, pero se observó la formación de aglomerados de partículas de TiC principalmente en las muestras con 12% de TiC, como es indicado con la flecha en la figura 4.8 d). También, se observó la presencia de defectos principalmente redondos distribuidos de manera aleatoria a través de toda la muestra, los cuales son indicados por una flecha en la figura 4.8 b). Con el incremento en el porcentaje de adición de TiC estos defectos aumentan como se observa en la figura 4.8 d) y que también fueron observados en las micrografías de la figura 4.5 c) y f). Por medio de EDX se encontró que estos corresponden a fundente atrapado en la matriz.

Por otro lado, el material compuesto Al-6061/TiC/6p se observa libre de productos de reacción tal y como se muestra en las micrografías de la figura 4.8 a)-b) y 4.9 a). Pero se observaron precipitados en forma de venas que por medio de EDX corresponden a Al-Fe-Si y Al-Fe-Si-Mg, estos precipitados fueron observados en ambas composiciones, como se indica en la figura 4.8 b) y 4.9 a), b). A mayores magnificaciones, se muestra más a detalle que en el material compuesto Al-6061/TiC/12p, ocurrió la formación de Al<sub>3</sub>Ti en forma de precipitados aciculares como se indica en la figura 4.9 b).

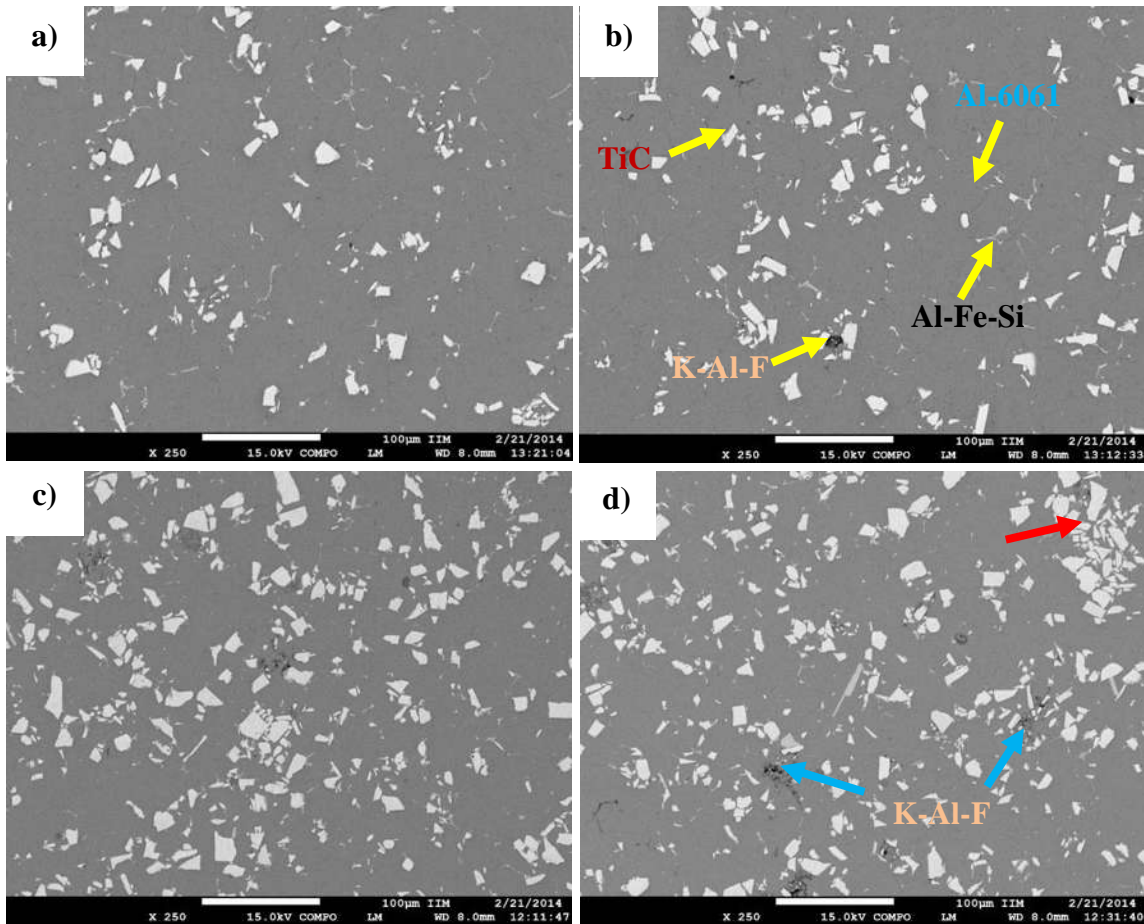


Figura 4. 8: Microestructura del material compuesto Al-6061/TiC/6p; a) PI, b) PS y Al-6061/TiC/12p: c) PI y d) PS.

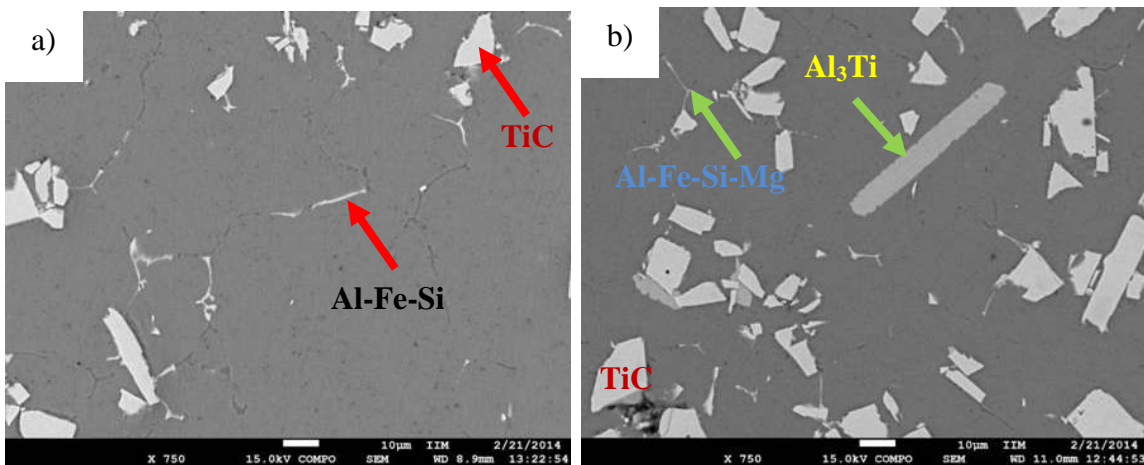


Figura 4. 9: Microestructura del material compuesto; a) Al-6061/TiC/6p y b) Al-6061/TiC/12p.

La figura 4.10 muestra el mapeo elemental del material compuesto Al-6061/TiC/12p donde efectivamente se corrobora que hay atrapamiento de fundente y está asociado a los defectos redondos que se observaron en la figura 4.8 b) y d). Así mismo se observó que al aumentar la adición de partículas de TiC, el atrapamiento de fundente es mayor, pero en comparación con el material compuesto maestro, se observó que la cantidad de fundente atrapado en la matriz se reduce notoriamente ya que al no ser soluble en el aluminio flota en su superficie y es removido antes del vaciado. Sin embargo, la caracterización microestructural, indica que este residuo no fue retirado completamente antes de llevar a cabo la colada y que se debe cuidar este aspecto en el proceso experimental, para reducir más la retención de fundente en la pieza colada.

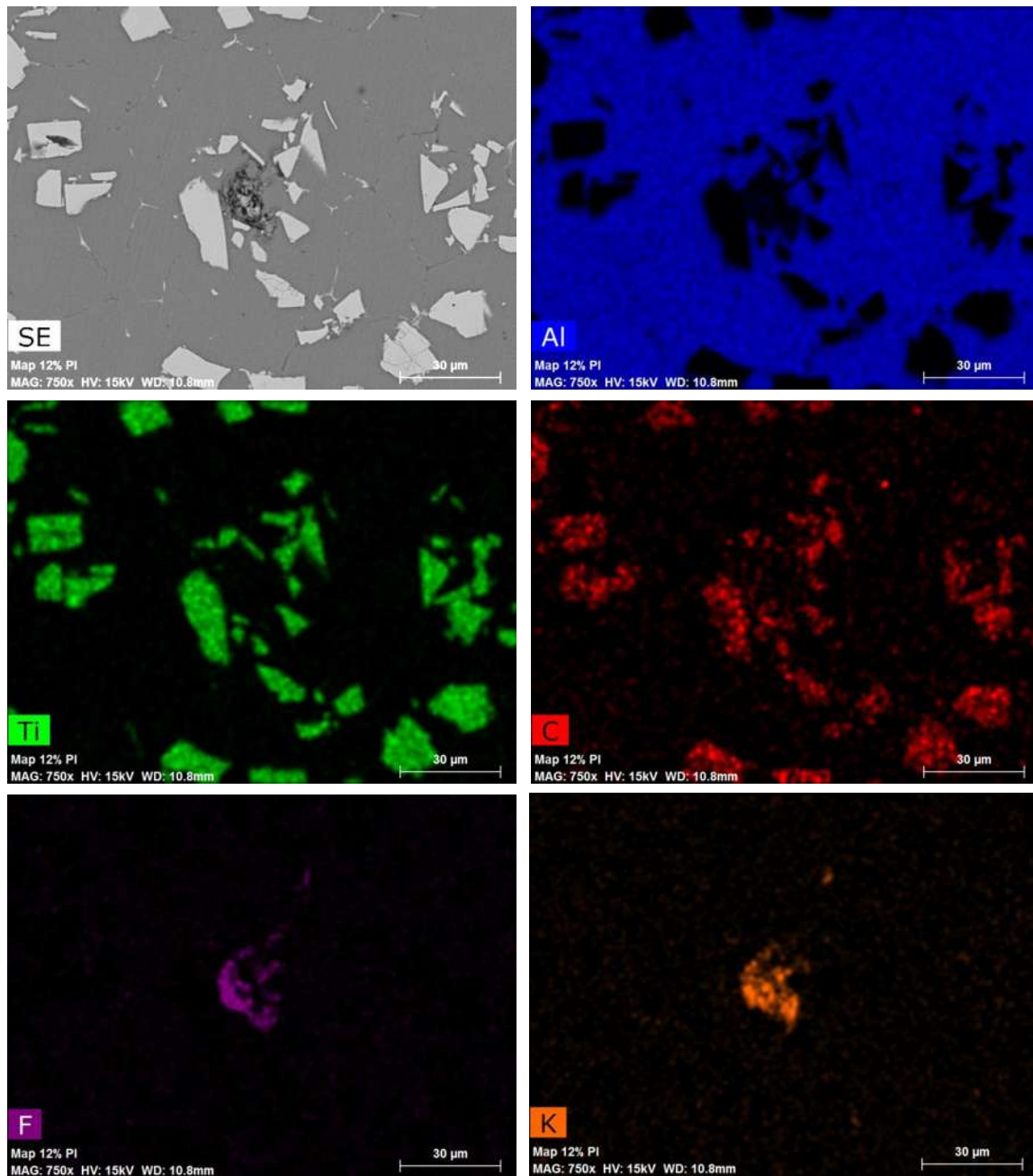


Figura 4. 10: Mapeo elemental del material compuesto Al-6061/TiC/12p.

### 4.3.3 CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL DEL MATERIAL COMPUESTO Al-6061/TiCp POR DIFRACCIÓN DE RAYOS X.

Para determinar las fases presentes en el material compuesto, se utilizó un análisis complementario por medio de difracción de rayos X. En la figura 4.11 se muestran los patrones de difracción de los materiales que se utilizó para la fabricación del material compuesto, los cuales se utilizaron como referencia para determinar las fases “nuevas” que se pudieran presentar en los materiales compuestos procesados.

En la figura 4.12 se muestra los patrones de difracción de la aleación Al-6061, y de la aleación con 6 y 12% en vol. de partículas de TiC. Se observa claramente que hay la presencia de TiC en la aleación Al-6061 y que al aumentar el porcentaje de adición de TiC la intensidad de los picos aumenta. En estos patrones de difracción también se puede observar que con el 12% en vol. de TiC la reflexión de los picos correspondiente está presente ligeramente por arriba del. En base a estos resultados se corrobora que en los materiales compuestos hay atrapamiento de fundente, superior al 2% en peso como se mostró en las micrografías de las figuras 4.8 y 4.10.

En la elaboración del material compuesto Al-6061/TiCp por medio de la adición del material compuesto maestro, se observó la formación de  $Al_3Ti$  pero no la formación de  $Al_4C_3$ , al menos no con la resolución del MEB, ya que la descomposición de TiC es relativamente lenta [50]. Así, para cortos tiempos de permanecía, que en este caso fueron 10 a 18 min, las partículas de TiC pueden coexistir en la aleación Al-6061. La formación de  $Al_3Ti$  nada más fue observado en el material compuesto Al-6061/TiC/12p. Esto es atribuido a que el límite de solubilidad del Ti en Al ha sido excedido, como se muestra en el anexo A.2, conduciendo a la formación de los precipitados aciculares formados durante el enfriamiento y al tiempo de permanencia, el cual es mayor en comparación con la adición de 6% en vol. de TiC. También, se debe tener presente que la presencia de Si, aún en poca cantidad, acelera la cinética de la reacción entre el Al y TiC para formar  $Al_4C_3$  e intermetálicos de Al-Ti-Si, como lo aseguran algunos autores [15, 29, 33, 52]. Por esto, es recomendable mantener al mínimo los tiempos de contacto a temperatura de  $750^\circ C$  entre el TiC y aleaciones que contengan Si. El hecho de que los picos para el  $Al_3Ti$ , no se observan en los espectros de difracción de rayos X, indica que este compuesto está presente por debajo de 2% en peso en los materiales compuestos.

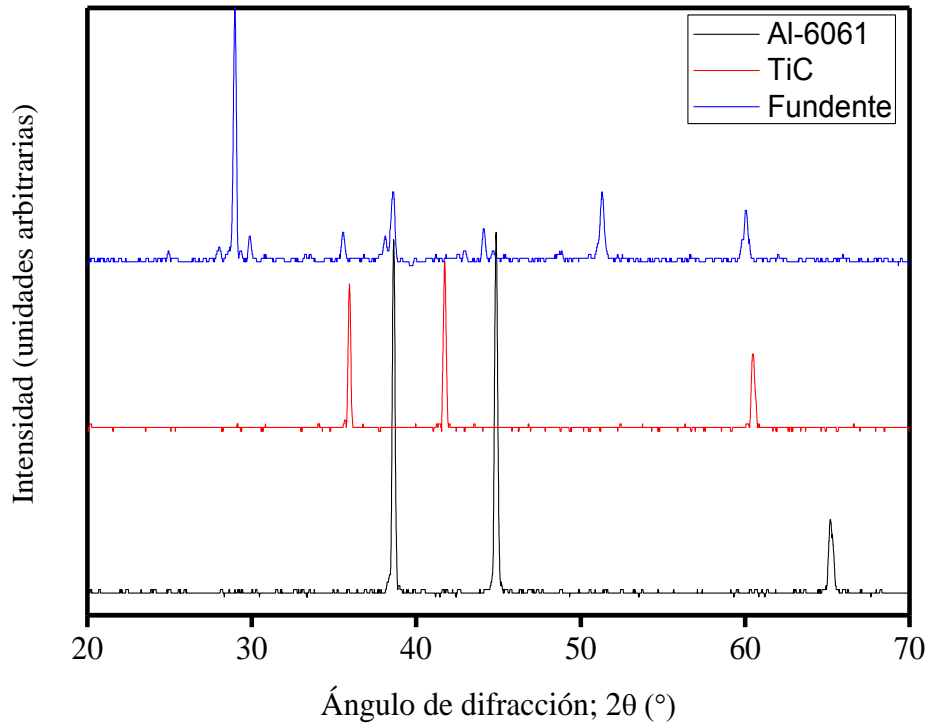


Figura 4. 11: Patrones de difracción de rayos X de; Al-6061, TiC y fundente base K-Al-F.

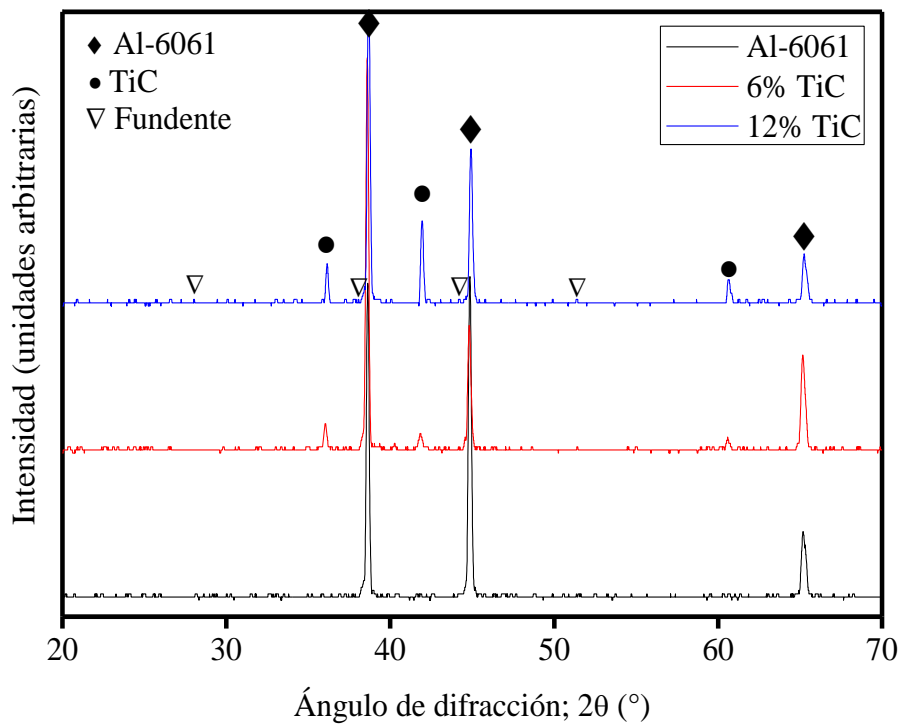


Figura 4. 12: Patrones de difracción de rayos X de; Al-6061, Al-6061/TiC/6p, Al-6061/TiC/12p.

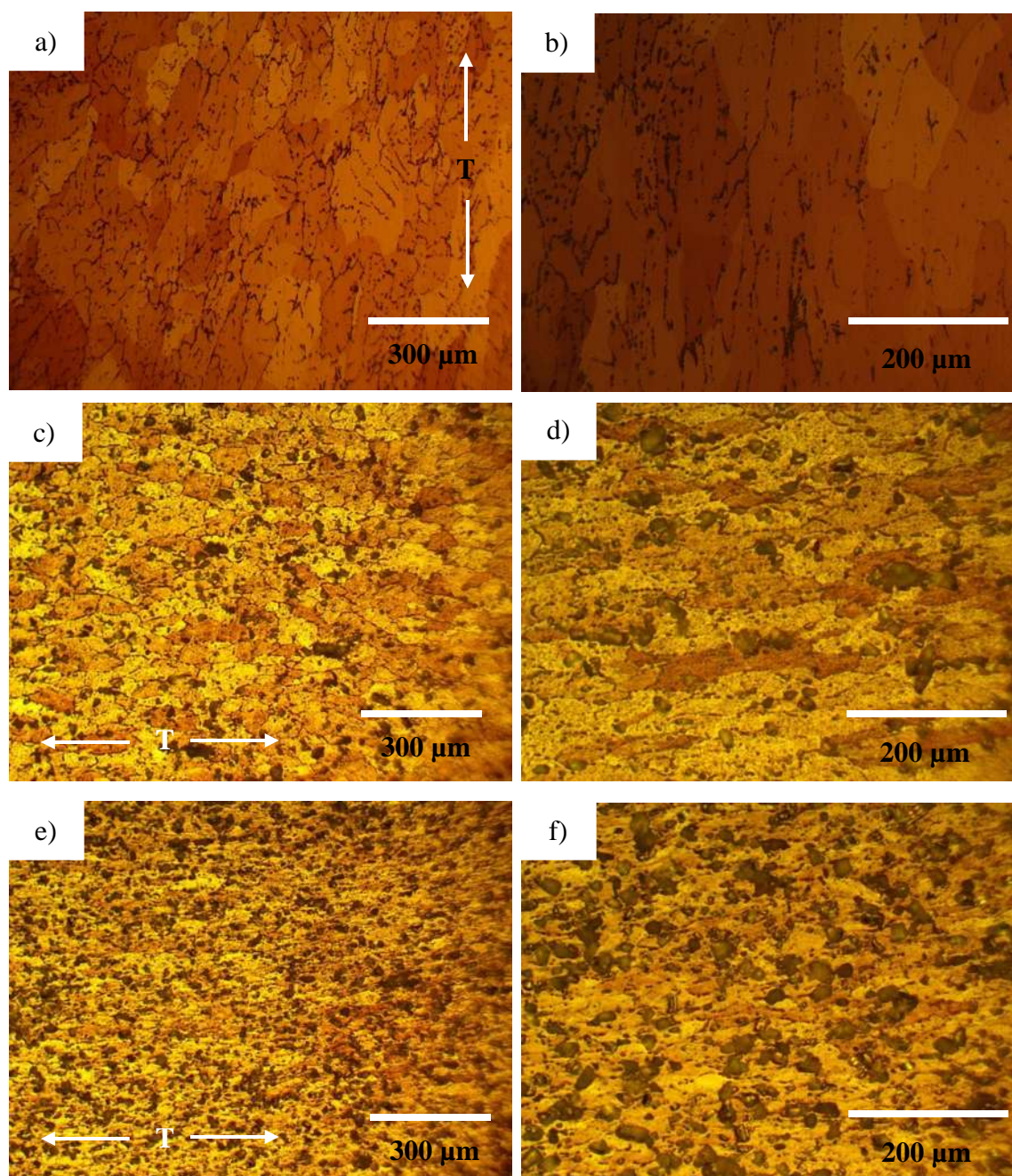
---

#### **4.4 CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL POR MICROSCOPIA ÓPTICA DEL MATERIAL COMPUESTO Al-6061/TiCp LAMINADO EN CALIENTE.**

Una vez obtenidos los materiales compuestos en condiciones de colada, fueron sometidos a un proceso de laminado en caliente. En la figura 4.13 a)-b) se muestra la estructura de grano de la aleación donde se observa que los granos han sido deformados, al igual que con el material compuesto con 6% en vol. de TiC y con 12% en vol. de TiC como se aprecia en la figura 4.13 c)-f).

##### **4.4.1 CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL POR MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO DEL MATERIAL COMPUESTO Al-6061/TiCp LAMINADO EN CALIENTE.**

En la figura 4.14 se muestra la distribución de las partículas del material compuesto Al-6061/TiC/6p y Al-6061/TiC/12p en condiciones de laminado. En las micrografías de la figura 4.14 a)-b) se muestra la distribución de partículas de TiC, con 6% en vol. de TiC, logrando obtener una distribución de partículas más uniforme, y ligeramente alineadas en la dirección del flujo de la laminación durante la deformación, sin embargo, se aprecian también pequeños aglomerados que no fueron totalmente distribuidos como se indica en la figura 4.14 b). Con 12% en vol. de TiC no se observó bandeamiento de las partículas de refuerzo y su distribución sigue siendo bastante buena. En el material compuesto, el proceso de laminado parece no producir relevantes bandas de partículas, debido a que las partículas están razonablemente dispersas desde el inicio y unidas a la matriz, por lo cual la redistribución de partículas para éste grado de deformación es mínima.



T=Sección transversal de la laminación

Figura 4. 13: Microestructura de; Al-6061 a) y b), c) y d) Al-6061/TiC/6p, e) y f) Al-6061/TiC/12p en condiciones de laminado en caliente. A 100 y 200 magnificaciones, respectivamente.

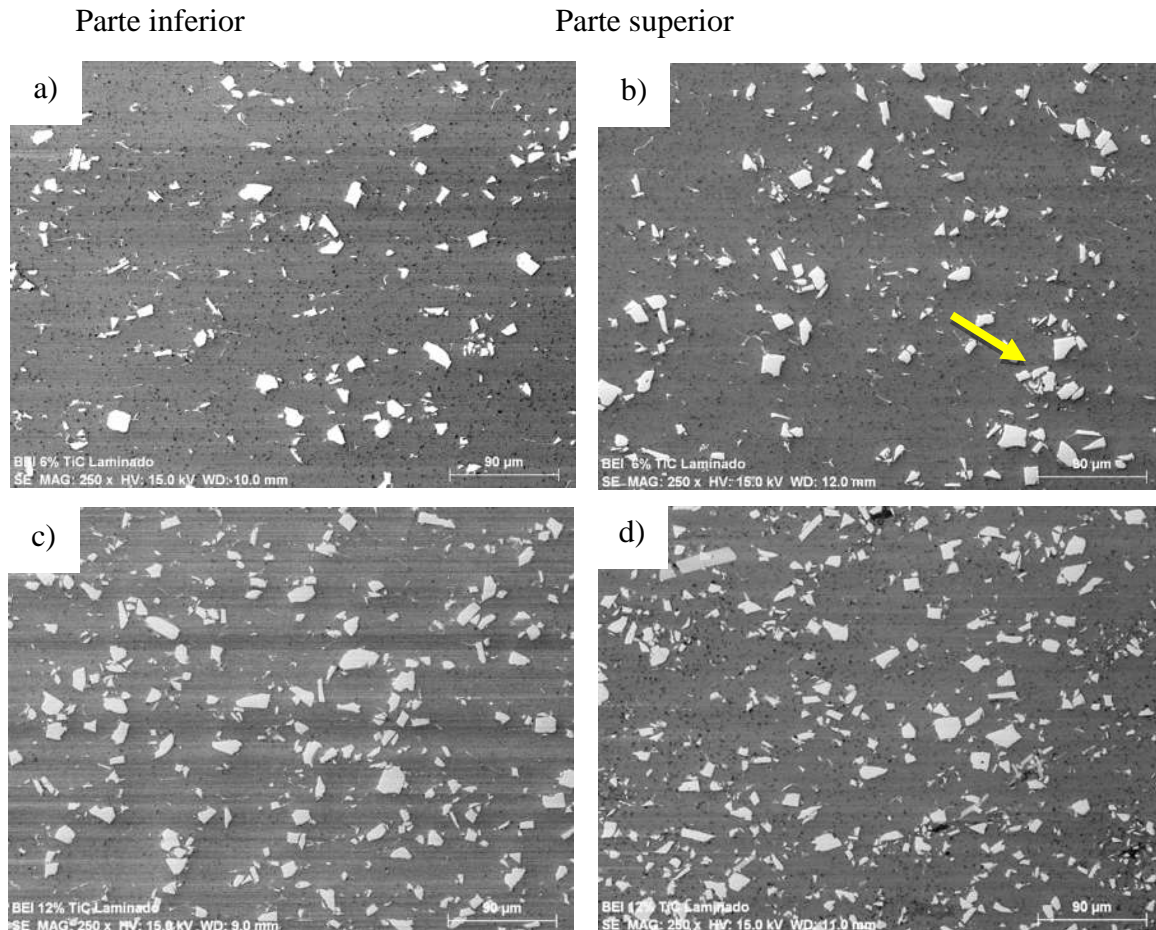


Figura 4. 14: Microestructura del material compuesto Al-6061/TiC/6p a)-b) y Al-6061/TiC/12p c)-d) en condiciones de laminado en caliente.

Por otro lado se observó que los precipitados de Al-Fe-Si y Al-Fe-Mg-Si se encuentran alineados ligeramente en la dirección de la laminación como es mostrado en la figura 4.15 a)-b). Además, en las micrografías se muestra la formación de dos tipos de intermetálicos en forma acicular y su composición se estableció a través demicroanálisis, los cuales se muestran en la figura 4.16y en la tabla IV.3. Este microanálisis muestra claramente que los precipitados corresponden a una composición ternaria de Al-Ti-Si y el otro a  $Al_3Ti$  los cuales se muestran en la figura 4.15 a) y b) indicados como punto 1 y 2 respectivamente, formados en el material compuesto Al-6061/TiC/12plaminado. Cabe destacar que la formación del intermetálico ternario, solo fue observado en condiciones de laminado. Se especula, que puede ser debido a que ocurrió un fenómeno de difusión del Si en la estructura cristalina del  $Al_3Ti$  en estado sólido, durante el calentamiento (40 min a  $450^\circ C$ ) previo a la laminación. Sin embargo se

requeriría de hacer mediciones de perfiles lineales, para ver si existen gradientes de concentración de Si en la interfase.

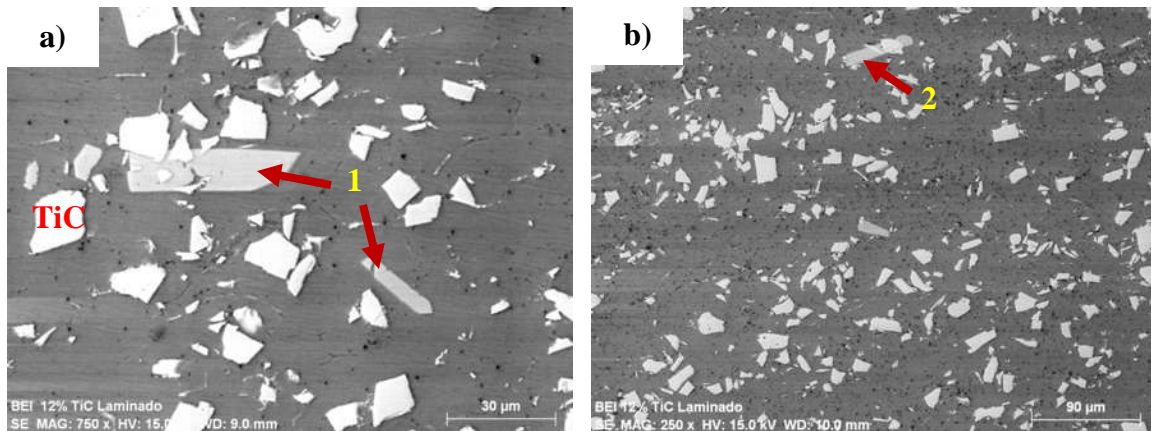


Figura 4. 15: Formación de productos de reacción en el material compuesto laminado Al-6061/TiC/12p.

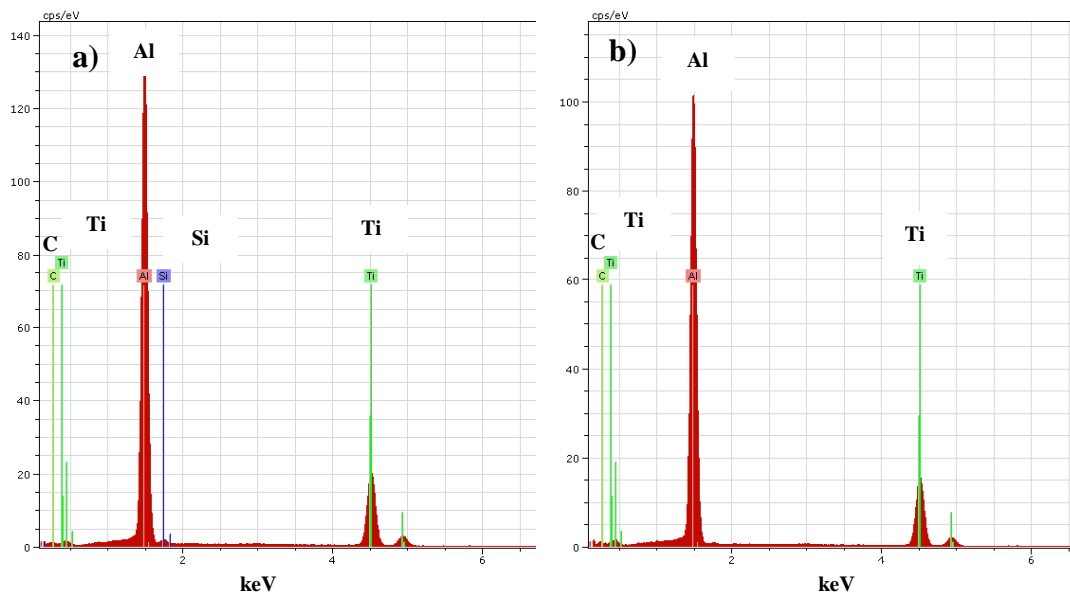


Figura 4. 16: Espectros obtenidos por EDX del material compuesto laminado Al-6061/TiC/12p correspondiente a los puntos 1 a) y 2 b), de la figura 4.15.

Tabla IV. 3: Composición cuantificada por EDX de los precipitados, formados en el material compuesto laminado Al-6061/TiC/12p.

	<b>Punto 1</b>		<b>Punto 2</b>	
	[% en peso ]	[% atómico]	[% en peso ]	[% atómico]
<b>Aluminio</b>	57.33	65.21	57.48	64.73
<b>Titanio</b>	38.24	24.51	38.14	24.20
<b>Carbono</b>	3.71	9.50	4.36	11.05
<b>Silicio</b>	0.70	0.76	_____	_____
	100	100	100	100

#### 4.5 CARACTERIZACIÓN MECÁNICA.

La aleación de aluminio en condiciones de colada fue sometida a un tratamiento térmico T6, el cual consistió de un tratamiento térmico de solución por 4 horas a 530°C seguido de un temple en agua y envejecida artificialmente a 160°C por 13 a 27 horas. Los resultados obtenidos de microdureza Vickers, muestran que la dureza máxima alcanzada después del tratamiento térmico T6, fue de 113.68 HV 0.1 para un tiempo de envejecimiento de 15 horas, como se observa en la figura 4.17. En base a este tiempo de envejecido, la aleación laminada y los materiales compuestos laminados se sometieron a este tiempo de envejecido, para después en estas condiciones realizar los ensayos de tensión.

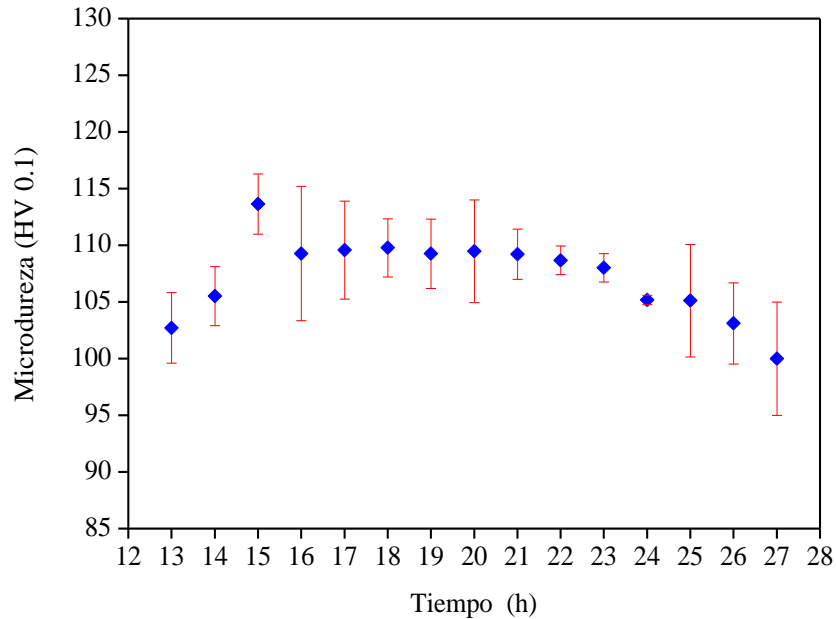


Figura 4. 17: Efecto del tiempo de envejecido en la microdureza Vickers de la aleación Al-6061 a 160°C.

#### 4.5.1 ENSAYOS DE TENSION.

En la tabla IV.4 se muestran los valores obtenidos de los ensayos de tensión de la aleación Al-6061 en condiciones de colada y tratada térmicamente. Se puede observar que después del tratamiento térmico hay un incremento en el módulo de elasticidad, límite de fluencia y una resistencia a la tensión de 119.33 a 267.33 MPa antes y después del tratamiento térmico. Con respecto a la aleación monolítica, después que fue laminada y tratada térmicamente, esta presenta un incremento en la resistencia a la tensión de 136.67 a 320 MPa. Por otro lado, en el material compuesto en condiciones de laminado y tratado térmicamente, se obtuvo un incremento en el módulo de elasticidad de 72.17, 87.9 y 99.13 GPa correspondientes a la aleación Al-6061-T6, Al-6061/TiC/6p-T6 y Al-6061/TiC/12p-T6. Mientras que el límite de fluencia en la aleación laminada Al-6061-T6 y materiales compuestos laminados de Al-6061/TiC/6p-T6 y Al-6061/TiC/12p-T6 se obtuvo una disminución de 290.5, 279.33 y 269 MPa respectivamente, así como también en la resistencia máxima como se muestra en la figura 4.18. Como referencia, se observa que la aleación en condiciones de laminado y tratada

térmicamente registró un valor máximo de 320 MPa, mientras que con la adición del 6 y 12% en vol de TiC se obtuvo una disminución de 299.67 y 286 MPa, respectivamente. En cuanto al % de deformación se observó una disminución importante en los materiales compuestos al aumentar la fracción volumétrica del TiC como se aprecia en la figura 4.18.

Tabla IV. 4: Resultados de los ensayos de tensión de la aleación, material compuesto laminado Al-6061/TiCp-T6.

**Al-6061 EN CONDICIONES DE COLADA**

	Módulo de elasticidad (GPa)	Límite de fluencia (MPa)	Resistencia máxima (MPa)	% de deformación
<b>Al-6061</b>	17.97	73.03	119.33	7.39
<b>Al-6061-T6</b>	68.47	250	267.33	1.98

**Al-6061 LAMINADA EN CALIENTE**

<b>Al-6061</b>	47.9	88.6	136.67	19.83
<b>Al-6061-T6</b>	72.17	290.5	320	10.21
<b>Al-6061/TiC/6p-T6</b>	87.9	279.33	299.67	2.56
<b>Al-6061/TiC/12p-T6</b>	99.13	269	286	1.61

\*El valor reportado es el promedio de tres muestras ensayadas

Si bien es cierto que se pierde ductilidad y algo de resistencia mecánica al adicionar las partículas de TiC, se gana a cambio incremento en el módulo de elasticidad, lo que incrementa las propiedades del material en aplicaciones que demandan resistencia al desgaste y rigidez.

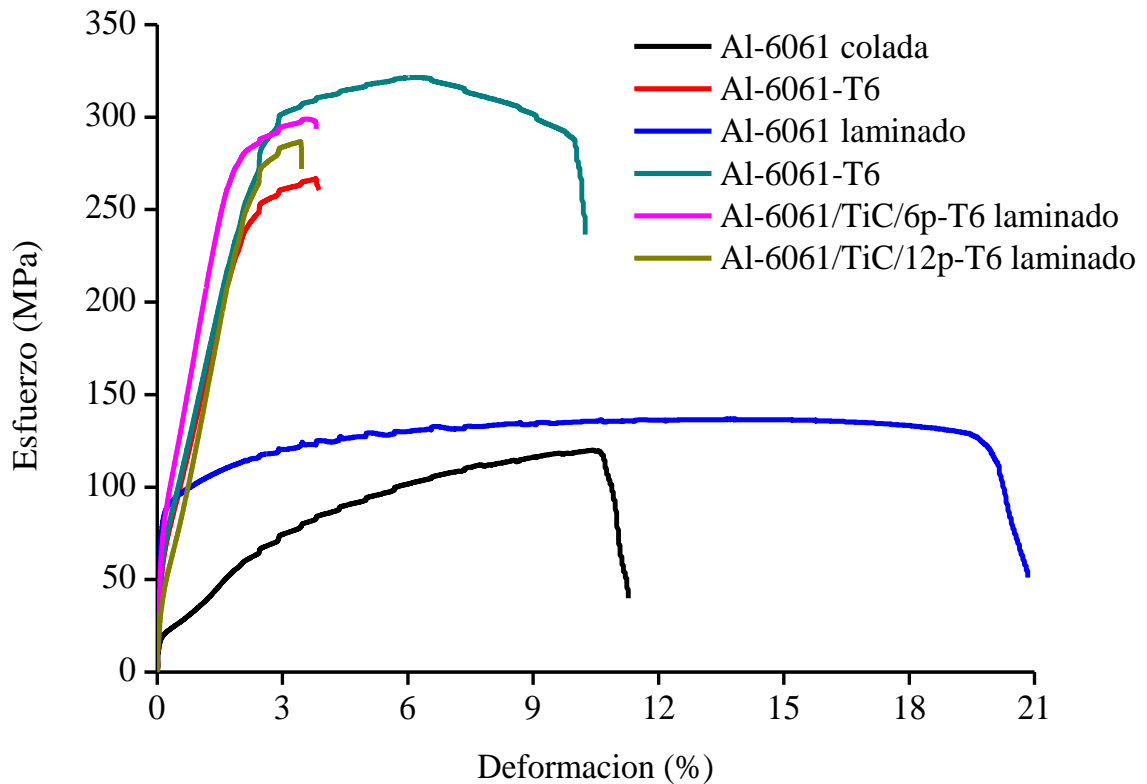


Figura 4. 18: Curva esfuerzo-deformación de la aleación Al-6061 y el material compuesto Al-6061/TiCp, en condiciones de laminado y tratados térmicamente.

En la figura 4.19 se muestran las fractografías de los materiales fabricados. En la figura 4.19 a) y b) se observan las fracturas de la aleación en condiciones de colada y tratada térmicamente T6, respectivamente. Las fractografías se caracterizan principalmente por la presencia de defectos ocasionados durante el proceso de solidificación a través de los cuales se propaga la grieta de falla primaria en el material. Las fracturas de la aleación laminada y tratada térmicamente son caracterizadas por sufrir un tipo de falladúctil, que se caracteriza por la extensa formación de microhoyuelos, como se muestra en la figura 4.19c) y d) y 4.20 a). Los materiales compuestos laminados Al-6061/TiC/6p-T6 y Al-6061/TiC/12p-T6, también son caracterizados por sufrir el tipo de fractura dúctil, la cual es producida por la nucleación, crecimiento y coalescencia de microhuecos, nucleados en torno a las partículas de TiC, como se muestra en las fractografías de la figura 4.19 e) y f) y 4.20 b).

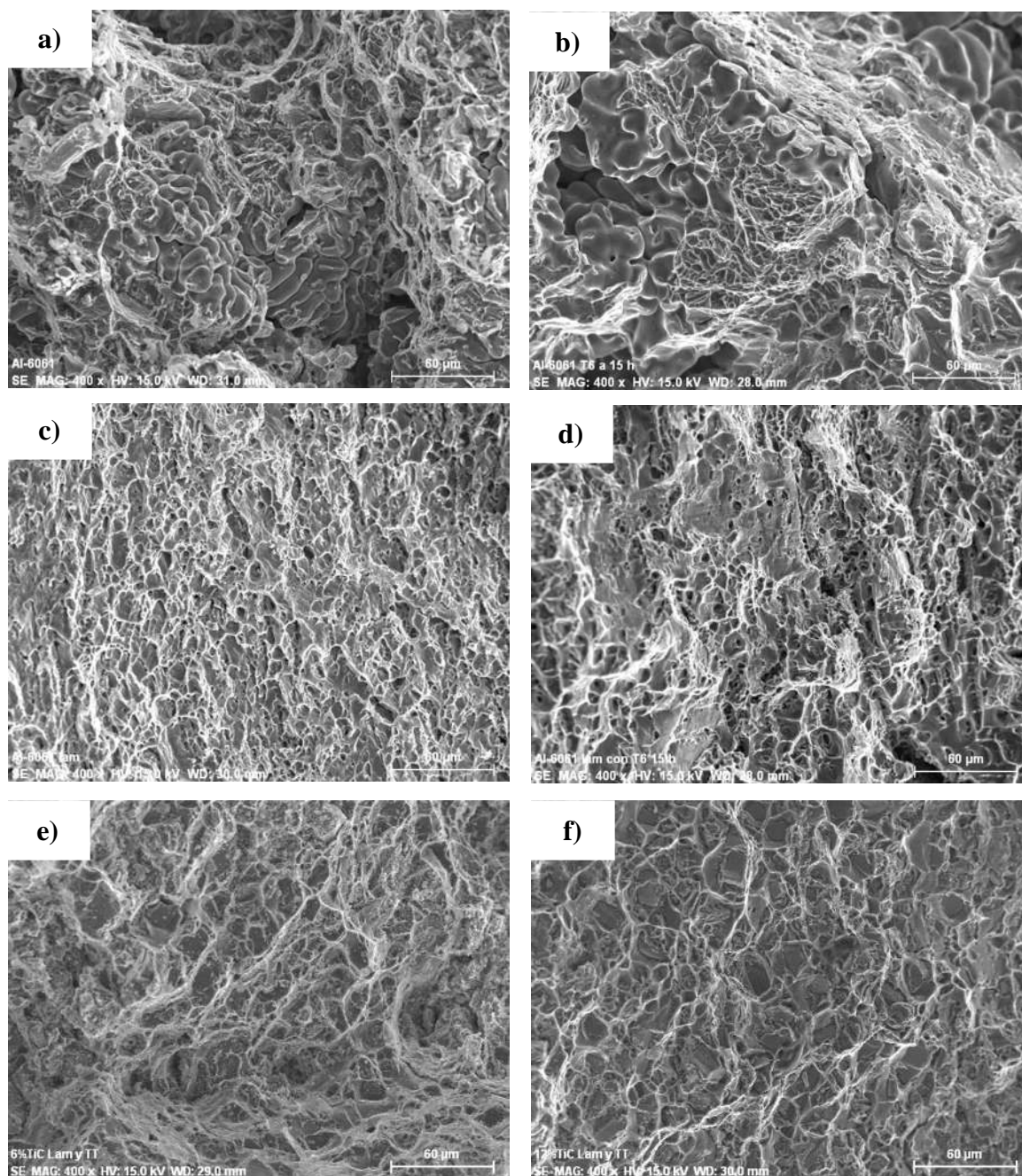


Figura 4. 19: Fractografías de la aleación Al-6061 en condiciones de; a) colada y b) tratada térmicamente T6, c) laminada en caliente y d) tratada térmicamente T6. Con 6 e) y f) 12% en vol. de TiC ambos en condiciones de laminado y con tratamiento térmico T6.

Otra de las características que se observaron en los materiales compuestos, fue que la fractura también se propagó a través de áreas donde hay presencia de fundente atrapado, como se

indica por las flechas en la figura 4.21, esto fue observado en mayor cantidad con 12% que con 6% en vol de TiC.

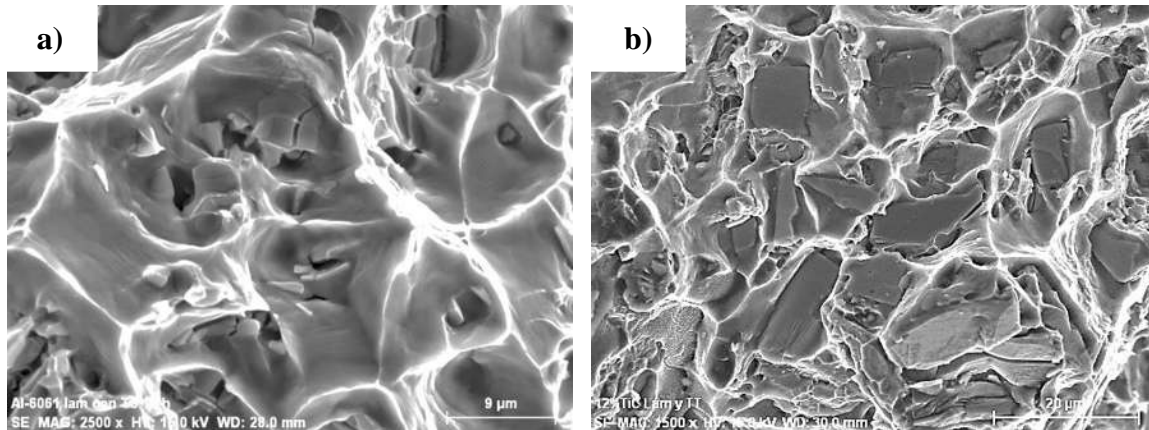


Figura 4. 20:Fractografías de la aleación laminada Al-6061-T6 a) y el material compuesto laminado Al-6061/TiC/12p-T6.

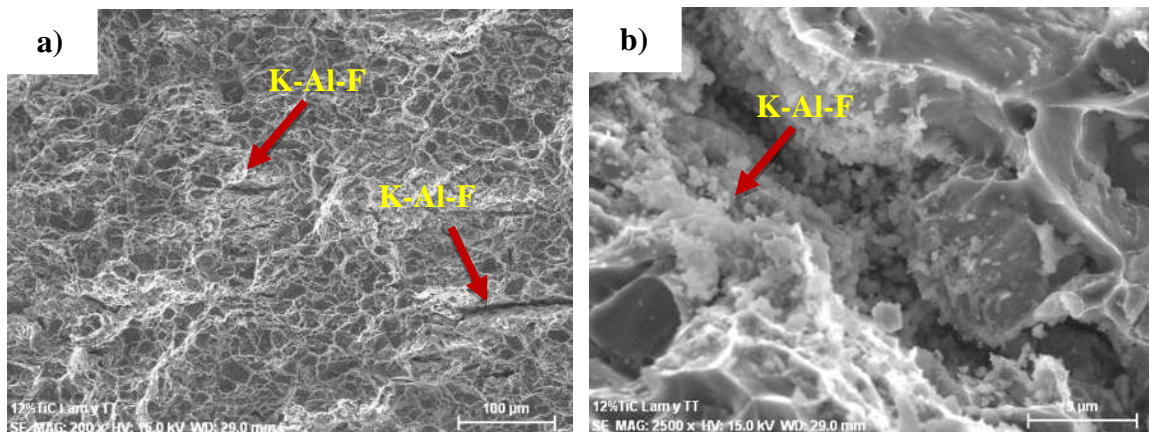
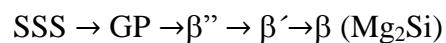


Figura 4. 21: Fractura del material compuesto laminado Al-6061/TiC/12p-T6a) bajay b) altamagnificación.

El comportamiento en el endurecimiento de la aleación 6061 se debe a la secuencia de precipitados que se presenta en el sistema de aleación ternaria Al-Mg-Si la cual es generalmente aceptada en la literatura[47, 53, 54] como;



La dureza máxima se obtiene cuando se alcanza la formación de los precipitados de la fase  $\beta''$  en forma de agujas muy finas (escala nanométrica) que tiene una estructura cristalina monoclinica centrada en las bases [45-49], la cual es coherente con la matriz en el eje  $b$  y semicoherente en los ejes  $a$  y  $c$  [45, 46], con una gran cantidad y dispersión homogénea de precipitados, trayendo consigo una reducción en el espaciamiento interparticular a través de la matriz impidiendo el movimiento de las dislocaciones [30, 32, 48, 53, 55], dando como resultado un incremento en la dureza, así como también a la cantidad de Si y Mg que contribuyen a la formación de la fase  $\beta''$  [30]. En la figura 4.17 se observó que con tiempos prolongados, a partir de 16-27 horas de permanencia la dureza tiende a una disminución, debido al incremento en la coalescencia entre los precipitados causando que el tamaño de las partículas incremente, originando que los precipitados de la fase  $\beta'$  no coherente comiencen a formarse de acuerdo a la secuencia de precipitados antes mencionada y por lo tanto el espacio interparticular aumenta, como consecuencia disminuye el grado de complejidad para que las dislocaciones rompan o corten los precipitados de Mg-Si cuando pasan a través de ellos [32] y en lugar de cortarlos, estas pasan alrededor de ellos formando las dislocaciones de lazo [43]. Esto causa una disminución en las propiedades mecánicas tal como dureza y resistencia a la tensión.

En la aleación en condiciones de colada y tratada térmicamente, se obtuvo una resistencia máxima a la tensión de 267.33 MPa. La baja resistencia en la aleación, fue principalmente por defectos durante la solidificación, como se mostró en las fractografías de la figura 4.19.

En cuanto a la aleación laminada se obtuvo un incremento mayor en la resistencia en comparación a la aleación en condiciones de colada, esto debido a que durante el proceso de laminado se da un endurecimiento por deformación esto por el aumento en la densidad de dislocaciones, así como también a una redistribución de los precipitados.

Con respecto a los materiales compuestos laminados y tratado térmicamente, se puede observar en la tabla IV.4 y en la figura 4.18 un aumento en el módulo de elasticidad, con el aumento en la fracción volumétrica de TiC, este comportamiento también es observado de acuerdo al modelo de HalpinTsai [42], usando un factor geométrico de 0.06, y el modelo de la regla de las mezclas, que predicen el comportamiento del módulo de elasticidad en los materiales compuestos, en función de la fracción volumétrica. El módulo de elasticidad

medido, esta entre el límite superior e inferior de los valores estimados por los modelos teóricos, como se muestra en la tabla IV.5. Se observa que el modelo de la regla de las mezclas, es el que más se acerca a los valores experimentales medidos. Sin embargo, el módulo de elasticidad obtenido con el modelo de HalpinTsai es más baja en comparación al módulo de elasticidad obtenido en los materiales compuestos fabricados, esto es atribuido al resultado de la buena mojabilidad lograda entre la aleación Al-6061 sobre el TiC, logrando así una fuerte unión interfacial, dando como resultado un mejoramiento en la transferencia de carga debido a la nucleación directa del Al sobre la superficie de las partículas de TiC, lo cual retarda el inicio en la de-cohesión, dando como resultado una disminución en la ductilidad. Este comportamiento también ha sido reportado por varios autores [9, 11, 36].

Tabla IV. 5: Módulo de elasticidad en función del contenido de refuerzo.

	<b>Módulo de elasticidad (GPa)</b>		
	Medido	HalpinTsai (Ec. 4)	Regla de las mezclas
<b>Al-6061/TiC/6p-T6</b>	87.9	73.96	89.8
<b>Al-6061/TiC/12p-T6</b>	99.13	78.35	109.6

Mientras que la resistencia obtenida en los materiales compuestos disminuyó en comparación a la aleación laminada y tratada térmicamente, esto es debido al atrapamiento de fundente y a la fase  $\beta''$ , ya que mediante la caracterización de los materiales compuestos laminados, se observó que el material compuesto Al-6061/TiC/12p-T6 tiene una mayor cantidad de fundente atrapado. Esto se corrobora bien con la fractografía de la figura 4.21. Como consecuencia, la resistencia del material compuesto disminuyó en comparación al material compuesto con 6% en vol. de TiC. Otro de los factores que probablemente contribuyeron a la disminución en la resistencia fue el tiempo de envejecido, ya que se ha observado que el tiempo de envejecido puede disminuir con la adición de partículas de refuerzo a la matriz. Este comportamiento es atribuido a la alta densidad de dislocaciones inducidas en la matriz por la diferencia térmica entre la matriz y el refuerzo, lo cual acelera la cinética de envejecido [21, 56]. Por lo cual el límite de elasticidad y resistencia disminuyen con el tiempo de envejecido.

---

## CAPÍTULO V: CONCLUSIONES.

I- Mediante el proceso de infiltración asistida por fundente base K-Al-F, fue posible fabricar el material compuesto maestro Al/TiC/40p, utilizando una temperatura de 800°C por 30 min, lo que posteriormente permitió la incorporación exitosa de partículas en la aleación Al-6061 a 750°C.

II- En base a las mediciones del tamaño de grano, se observó que al aumentar la fracción volumétrica del TiC en la aleación, el tamaño de grano tiende a disminuir, dando así un tamaño de grano de 81.97  $\mu\text{m}$  para la aleación Al-6061, 81.97  $\mu\text{m}$  con 6% y 35.12  $\mu\text{m}$  para el 12% en vol. de partículas de TiC. Este efecto es debido a la buena mojabilidad de la aleación 6061 por el TiC, lo que hace que las partículas actúen como sustratos para la nucleación de granos de la matriz durante la solidificación.

III- Por medio de la caracterización microestructural se observó que la distribución de partículas en el material compuesto Al-6061/TiC/6p en condiciones de colada fue bastante homogénea, con la formación de pocos aglomerados, libres de productos de reacción y atrapamiento de fundente. Mientras que para el material compuesto Al-6061/TiC/12p también la distribución fue buena, pero se observó una mayor cantidad de aglomeraciones de partículas de TiC con la precipitación de  $\text{Al}_3\text{Ti}$ .

IV- También hubo la precipitación de Al-Fe-Si y Al-Fe-Si-Mg para ambos materiales compuestos. Además, se observó que al aumentar la fracción volumétrica de TiC en la aleación, la cantidad de fundente retenida en el material compuesto incrementa.

V- Con relación a la aleación tratada térmicamente se obtuvo una microdureza máxima de 113.68 HV 0.1 por un tiempo de envejecimiento de 15 h por lo que éste tiempo se utilizó para el envejecimiento de los materiales compuestos.

VI- En condiciones de laminado la distribución de partículas de TiC para ambos materiales compuestos no experimenta un efecto de bandeado y se observó la formación de aglomerados en menor cantidad. En cuanto a los productos de reacción se observó que el material compuesto Al-6061/TiC/12p forma un nuevo precipitado ternario de Al-Ti-Si, por la difusión del Si en la estructura cristalina del  $\text{Al}_3\text{Ti}$ .

VII- El módulo de elasticidad obtenido en los materiales compuestos se observó que incrementa con el porcentaje de adición de TiC. Sin embargo, la resistencia máxima lograda fue de 320 MPa para la aleación laminada y tratada térmicamente, mientras que para los materiales compuestos se obtuvo una disminución en su resistencia, 299.67 y 286 MPa, correspondiente al material compuesto laminado Al-6061/TiC6p-T6 y Al-6061/TiC/12p-T6, respectivamente.

VIII- A través de las fractografías se observó que la aleación en condiciones de colada muestra defectos ocasionados durante la solidificación, mientras que la aleación laminada presenta un tipo de fractura dúctil.

IX- Por otro lado, en los materiales compuestos la falla está caracterizada también por sufrir un tipo de fractura dúctil, sin embargo al parecer el atrapamiento de fundente afecta significativamente la resistencia en los materiales compuestos al aumentar la fracción volumétrica de partículas de TiC y provoca que la resistencia mecánica de los materiales compuestos sea inferior a la de la aleación monolítica.

## **5.1 RECOMENDACIONES Y TRABAJO A FUTURO.**

En base a los resultados obtenidos en la fabricación del material compuesto Al-6061/TiCp se proponen las siguientes recomendaciones para mejorar las características microestructurales y mecánicas;

- 1- Disminuir la cantidad de fundente atrapado en los materiales compuestos. Usando una menor cantidad de fundente en la fabricación del material compuesto maestro, y/o hacer el proceso de remoción de escoria en varias ocasiones.
- 2- Variar las cantidades de adición de las partículas de TiC a las ya usadas en este trabajo así como también su tamaño.
- 3- Aumentar o variar los porcentajes de deformación para lograr una mejor distribución de las partículas de TiC.
- 4- Evaluar las propiedades mecánicas del material compuesto en condiciones de colada
- 5- Realizar el tratamiento térmico a los materiales compuestos en condiciones de colada y laminados para determinar si el tiempo de envejecido es el mismo que la aleación.
- 6- Realizar estudios de las propiedades tribológicas de los materiales compuestos.

---

## CAPÍTULO VI: REFERENCIAS.

- [1] Hashim, J, Looney, L, Hashmi, MSJ. Metal matrix composites: production by the stir casting method. *Journal of materials processing technology*, 92-93, 1-7. 1999.
- [2] Kumar, A, Mahapatra, MM, Jha, PK. Fabrication and characterization of mechanical properties of Al-4.5%Cu/TiC composite by in-situ method. *Journal of minerals and materials characterization and engineering*, 11, 1075-1080. 2012.
- [3] Zulfia, A, Hand, RJ. The production of Al-Mg alloy/SiC metal matrix composites by pressureless infiltration. *Journal of materials sciences*, 37, 955-961. 2002.
- [4] Miracle, DB. Metal matrix composites - from science to technological significance *Composites science and technology*, 65, 2526-2540. 2005.
- [5] Surappa, MK. Microstructure evolution during solidification of DRMMCs (Discontinuously Reinforced Metal Matrix Composite): state of art. *Journal of materials processing technology*, 63, 325-333. 1997.
- [6] DANIEL, IM, ISHAI, O, *Engineering Mechanics of Composite Materials*. New York: Oxford university press. 1994
- [7] Hashim, J, Looney, L, Hashmi, MSJ. Particle distribution in cast metal matrix composites- parte I *Journal of materials processing technology*, 123, 251-257. 2002.
- [8] Kennedy, AR, Karantzalis, AE. The incorporation of ceramic particles in molten aluminium and the relationship to contact angle data. *Materials science and engineering*, A264, 122-129. 1999.
- [9] Kennedy, AK, Wyatt, SM. Characterising particle - matrix interfacial bonding in particulate Al-TiC MMCs produced by different methods. *Composites Parte A: applied science and manufacturing*, 32, 555-559. 2001.
- [10] López, VH, Truelove, S, Kennedy, AR. Fabrication of Al-TiC master composites and their dispersion in Al, Cu and Mg melts. *Materials science and technology*, 19, 925-930. 2003.
- [11] Kennedy, AR, Karantzalis, AE, Wyatt, SM. The microstructure and mechanical properties of TiC and TiB<sub>2</sub> - reinforced cast metal matrix composites. *Journal of materials sciences*, 34, 933-940. 1999.
- [12] Zhou, W, Xu, ZM. Cating of SiC reinforced metal matrix composites. *Journal of materials processing technology*, 63, 358-363. 1997.

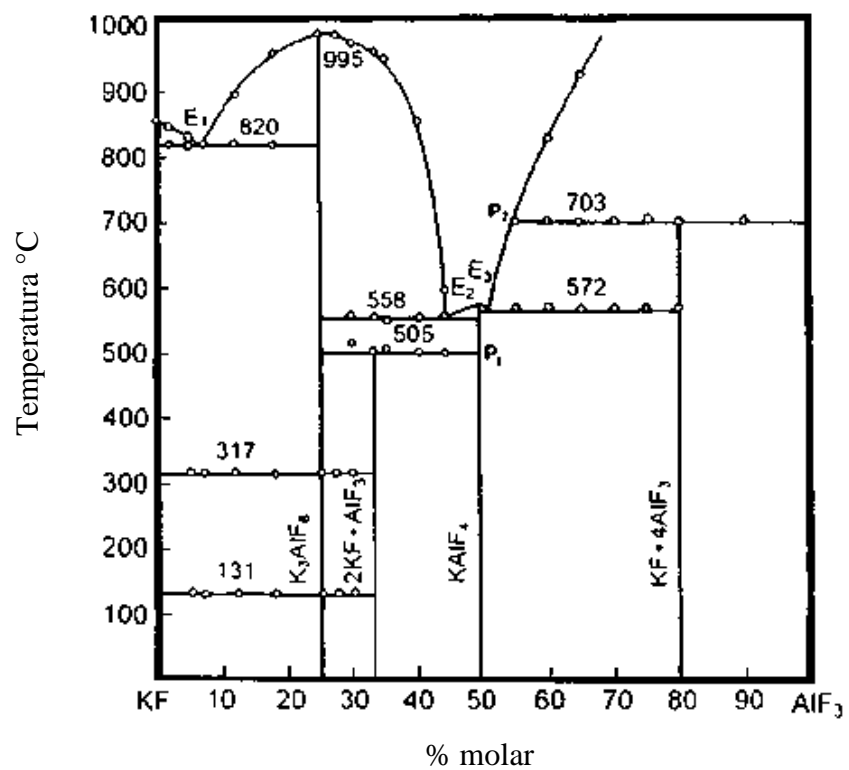
- [13] Aguilar, EA, et al. Wettability and phase formation in TiC/Al-alloys ensembles *Composites Parte A: applied science and manufacturing*, 33, 1425-1428. 2002.
- [14] López, VH, Kennedy, AR. Flux-assisted wetting and spreading of Al on TiC. *Journal of Colloid and Interface Science*, 298, 356-362. 2006.
- [15] López, VH, Kennedy, AR. Flux-assisted infiltration of liquid Al-6063 into TiC beds in air. *Journal of Materials Sciences*, 40, 2453-2457. 2005.
- [16] Conteras, A, et al. The relation between wetting and infiltration behavior in the Al-1010/TiC and Al-2024/TiC systems. *ATM*, 3, 27-34. 2001.
- [17] Lee, KB, Sim, HS, Kwon, H. Reaction products of Al/TiC composites fabricated by the pressureless infiltration technique. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 36A, 2517-2527. 2005.
- [18] López, VH, Kennedy, AR, García, R. Flux-assisted spreading of an Al-7 wt%Si alloy on TiC *Journal of Materials Sciences*, 45, 4321-4331. 2010.
- [19] Chedru, M, et al. Aluminium-aluminium nitride composites fabricated by melt infiltration under pressure. *Journal of Microscopy*, 196(2), 103-112. 1999.
- [20] Ehsani, R, Reihani, SMS. Aging behavior and tensile properties of squeeze cast Al 6061/SiC metal matrix composites. *Scientia Iranica*, 11(4), 392-397. 2004.
- [21] Reihani, SMS. Processing of squeeze cast Al6061-30vol% SiC composites and their characterization. *Materials and Design*, 27(3), 216-222. 2006.
- [22] Jiang, WH, et al. Synthesis of TiC/Al composites in liquid aluminium. *Materials Letters*, 32, 63-65. 1997.
- [23] Hashimoto, S, Yamaguchi, A, Koshino, M. Fabrication and characterization of TiC/Al composites. *Materials Science and Engineering*, A265, 71-76. 1999.
- [24] MATTHEWS, FL, RAWLINGS, RD, *Composites materials: engineering and science*. 1 ed. Great Britain: Chapman & Hall. 1994
- [25] Grant, PS. Spray forming. *Progress in Materials Science*, 39, 497-545. 1995.
- [26] CHAWLA, N, CHAWLA, KK, *Metal matrix composite*. United State of America: Springer science business media. 2006
- [27] CAHN, RW, HAASEN, P, *Physical metallurgy*. Fourth ed. U. S. A: Elsevier science. 1996
- [28] ASM, *Handbook composites*. 2001

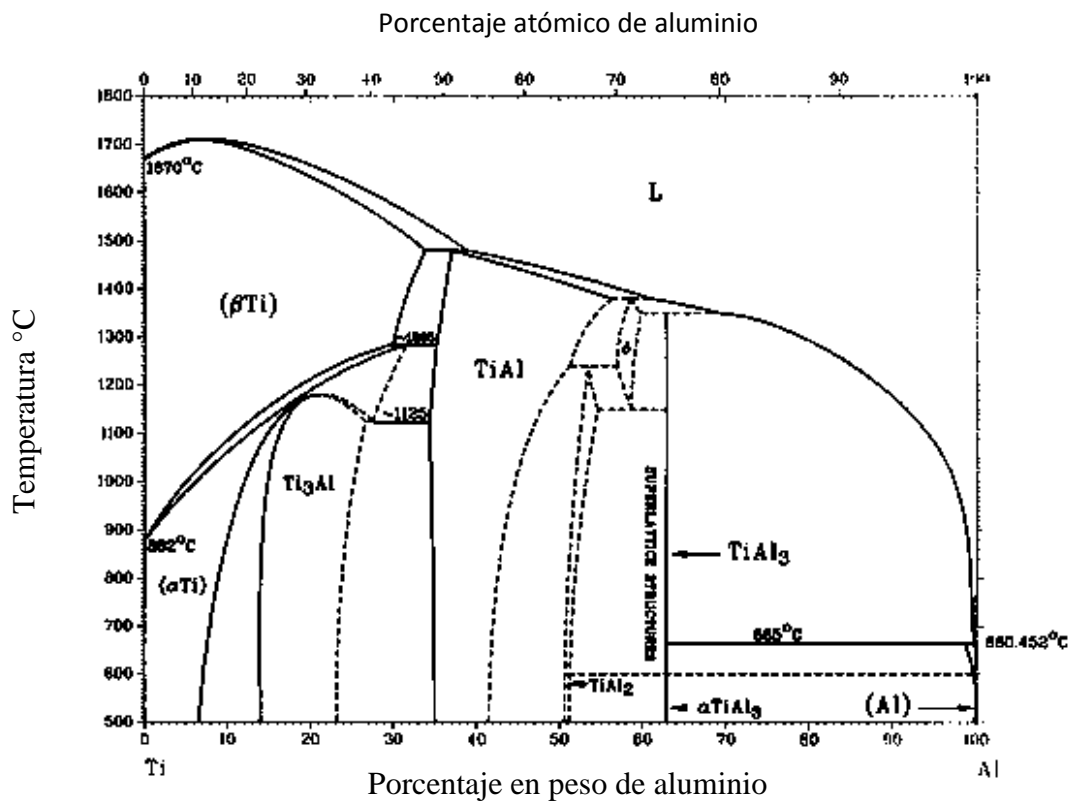
- [29] López, VH, et al. Efecto de Si en la estabilidad termica del TiC en aluminio fundido. *Revista latinoamericana de metalurgia y materiales*, 32(1), 2-11. 2012.
- [30] Mrówka-Nowotnik, G. Influence of chemical composition variation and heat treatment on microstructure and mechanical properties of 6xxxx alloys. *International scientific journal*, 46, 98-107. 2010.
- [31] Ozturk, F, et al. Influence of aging treatment on mechanical properties of 6061 aluminium alloys *Materials and design*, 31, 972-975. 2010.
- [32] Tan, CF, Said, MR. Effect of hardness test on precipitation hardening aluminium alloys 6061-T6. *Chiang mai j. sci*, 36(3), 276-286. 2009.
- [33] López, VH, Kennedy, AR, García, R. Infiltration of molten Al-7wt%Si into TiC beds with the aid of a K-Al-F based flux. *Revista latinoamericana de metalurgia y materiales*, 29(1), 49-58. 2009.
- [34] Kaftelen, H, et al. Comparative processing-structure-property studies of Al-Cu matrix composites reinforced with TiC particulates. *Composites Parte A: applied science and manufacturing*, 42, 812-824. 2011.
- [35] Zhang, B-Q, et al. An investigation on microstructures and refining performances of newly developed Al-TiC grain refining master alloys. *Journal of materials sciences letters*, 19, 1485-1489. 2000.
- [36] Karantzalis, AE, Wyatt, S, Kennedy, AR. The mechanical properties of Al-TiC metal matrix composites fabricated by a flux-casting technique. *Materials science and engineering*, A327, 200-206. 1997.
- [37] Kennedy, AR, Weston, DP, Jones, MI. Reaction in Al-TiC metal matrix composites. *Materials science and engineering*, A316, 32-38. 2001.
- [38] Abbasipour, B, Niroumand, B, Vaghefe, SMM. Compocasting of A356-CNT composite. *Transactions of nonferrous metals society of China*, 20, 1561-1566. 2010.
- [39] Calin, R, Pul, M, Pehlivanli, ZO. The effect of reinforcement volume ratio on porosity and thermal conductivity in Al-MgO composites. *Materials research*, 15(6), 1057-1063. 2012.
- [40] Michaud, V, Mortensen, A. Infiltration processing of fiber reinforced composites; governing phenomena. *Composites Parte A: applied science and manufacturing*, 32, 981-996. 2001.

- [41] Ghomashchi, MR, Vikhrov, A. Squeeze casting: an overview. *Journal of materials processing technology*, 101, 1-9. 2000.
- [42] KAINER, KU, *Metal matrix composite. Custom-made materials for automotive and aerospace engineering*. Germany: Wiley-vch. 2006
- [43] HEATCH, JE, *Aluminium; properties and physical metallurgy*. 1984
- [44] ASTM, *Handbook heat treating*. 1991
- [45] Vissers, R, et al. The crystal structure of B' phase in Al-Mg-Si alloys. *Acta materialia*, 55, 3815-3823. 2007.
- [46] Huis, MAV, et al. Phase stability and structural relations of nanometer-sized, matrix-embedded precipitate phases in Al-Mg-Si alloys in the late stages of evolution. *Acta materialia*, 54, 2945-2955. 2006.
- [47] Chakrabarti, DJ, Laughlin, DE. Phase relations and precipitation in Al-Mg-Si alloys with Cu additions *Progress in materials science*, 49, 389-410. 2004.
- [48] Edwards, GA, et al. The precipitation sequence in Al-Mg-Si alloys. *Acta mater.*, 46(11), 3893-3904. 1998.
- [49] Gaber, A, et al. Effect of heat treatment on the precipitation in Al-1at.%Mg-x at.%Si (x=0.6, 1.0 and 1.6) alloys. *Journal of alloys and compounds*, 477, 295-300. 2009.
- [50] Yin, K, et al. Effect of the addition of Al-Ti-C master alloys on the microstructure and microhardness of a cast Al-10Mg alloys. *Journal of university of science and technology Beijing*, 13(2), 149-153. 2006.
- [51] Selcuk, C, Kennedy, AR. Al-TiC composite made by the addition of master alloys pellets synthesised from reacted elemental powders. *Materials letters*, 60, 3364-3366. 2006.
- [52] Hai-min, D, Xiang-fa, L. Influence of Si on stability of TiC in Al melts. *Transactions of nonferrous metals society of China*, 21, 1465-1472. 2011.
- [53] Maisonnète, D, et al. Effects of heat treatments on the microstructure and mechanical properties of a 6061 aluminium alloys. *Materials science and engineering A*, 2010.
- [54] Masoud, IM, Mansour, TA, Al-Jarrah, JA. Effect of heat treatment on the microstructure and hardening properties of 6061 aluminium alloy. *Journal of applied sciences research*, 8(10), 5106-5113. 2012.
- [55] Hong-ying, L, et al. Time-temperature-property curves for quench sensitivity of aluminium alloys. *Transactions of nonferrous metals society of China*, 23, 38-45. 2013.

- [56] Ehsani, R, Reihani, SMS. Aging behavior and tensile properties of squeeze cast Al 6061/SiC metal matrix composites *Scientia iranica*, 11(4), 392-397. 2004.
- [57] Chen, R, Wu, G, Zhang, Q. Phase diagram of the system KAl-AlF<sub>3</sub>. *J. Am. Ceram. Soc.*, 83(12), 3196-3198. 2000.
- [58] ASM, *Alloy phase diagrams*. 1992

## ANEXOS.

ANEXO A. 1: DIAGRAMA DE EQUILIBRIO DEL SISTEMA KF-AIF<sub>3</sub>[57].



ANEXO A. 2: DIAGRAMA DE EQUILIBRIO DEL SISTEMA Ti-Al [58].