



UNIVERSIDAD MICHOACANA DE SAN NICOLÁS DE HIDALGO
INSTITUTO DE INVESTIGACIONES METALÚRGICAS

**“FABRICACIÓN DEL COMPUESTO MAESTRO Al-TiB₂ Y
SU DISPERSIÓN EN UNA ALEACIÓN Al-7%Si;
MICROESTRUCTURA Y PROPIEDADES MECÁNICAS.”**

TESIS

Que para obtener el grado de:

Maestro en Ciencias en Metalurgia y Ciencias de los
Materiales

PRESENTA:

ING. MARIO GERARDO SÁNCHEZ BAUTISTA

Asesor:

DR. VICTOR HUGO LÓPEZ MORELOS



Morelia, Michoacán, México, Febrero 2012.

DEDICATORIAS

A mi madre y hermanos, que siempre me han dado su apoyo incondicional, por todo su trabajo y dedicación para darme una formación académica y sobre todo humanista y espiritual. De ellos es este triunfo y para ellos es todo mi agradecimiento.

A mi novia y amigos que estuvieron conmigo durante mi formación, y todas aquellas personas que creyeron en mí durante todo este tiempo.

AGRADECIMIENTOS

Al CONACyT por los recursos otorgados para la realización del presente trabajo.

Al Dr. Víctor Hugo López Morelos por su amistad y el apoyo brindado en el desarrollo de la investigación. Así como a los profesores que me impartieron su conocimiento.

A la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo y al Instituto de Investigaciones Metalúrgicas por ser la base de mi desarrollo profesional.



ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE GENERAL	1
ÍNDICE DE TABLAS.....	3
ÍNDICE DE FIGURAS.....	4
OBJETIVOS	7
OBJETIVO GENERAL.....	7
OBJETIVOS PARTICULARES.	7
RESUMEN.	8
CAPITULO I: INTRODUCCIÓN.	10
CAPITULO II: REVISIÓN DE LA LITERATURA.	13
2.1 MANUFACTURA DE MATERIALES COMPUESTOS DE MATRIZ METÁLICA (MCMC).	13
2.1.1 EL MÉTODO DE VÓRTICE Y COMPOCOLADO.	14
2.1.2 COMPOCOLADO.....	16
2.2. MÉTODOS DE ROCIADO.....	17
2.3. MÉTODOS IN SITU.	19
2.4. INCORPORACIÓN ASISTIDA POR FUNDENTES.....	20
2.5. TÉCNICAS DE INFILTRACIÓN.	21
2.5.1 INFILTRACIÓN CON PRESIÓN EXTERNA.	22
2.5.2 INFILTRACIÓN SIN PRESIÓN EXTERNA.....	22
2.6. APLICACIONES DE LOS MCMC.	23
2.7 FENÓMENOS INTERFACIALES.	25
2.7.1 TÉRMINOS BÁSICOS Y FUNDAMENTOS.	25
2.7.1.1 ENERGÍA SUPERFICIAL Y TENSIÓN SUPERFICIAL.	25
2.7.2. ADSORCIÓN.....	26
2.7.3. MOJABILIDAD Y EL ÁNGULO DE CONTACTO.....	27
2.7.4. TRABAJO DE ADHESIÓN.....	31
2.8. LA MOJABILIDAD DE LOS CERÁMICOS POR LOS METALES LÍQUIDOS.	31
2.8.1. EL EFECTO DE LA RUGOSIDAD.....	32
2.8.2. EL EFECTO DEL OXÍGENO.	33
2.9. PROCEDIMIENTOS PARA MEJORAR LA MOJABILIDAD EN SISTEMAS METAL-CERÁMICO.....	33
2.9.1. ADICIÓN DE ELEMENTOS ALEANTES.	34



2.9.2. APLICACIÓN DE RECUBRIMIENTOS METÁLICOS.	35
2.9.3. TRATAMIENTO DE LOS CERÁMICOS.	36
2.9.4. EL USO DE FUNDENTES.	36
2.10. ÁNGULO DE CONTACTO EN EL SISTEMA Al-TiB ₂	37
CAPITULO III: METODOLOGÍA EXPERIMENTAL.....	39
3.1 FABRICACIÓN DEL COMPUESTO MAESTRO Al-TiB ₂	40
3.1.1 COMPACTACIÓN.	40
3.1.2 CONSOLIDACIÓN DEL COMPUESTO MAESTRO.	42
3.2 INCORPORACIÓN Y DISPERSIÓN DEL COMPUESTO MAESTRO Al-TiB ₂ EN UNA ALEACIÓN Al-7%Si.....	43
3.3 CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL Y MECÁNICA.	46
3.3.1 MICROSCOPIA ÓPTICA.....	46
3.3.2 DIFRACCIÓN DE RAYOS X.	47
3.3.3 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (MEB).	48
3.3.4 MACROATAQUE.	48
3.3.5 DUREZA.....	49
3.3.6 ENSAYOS DE TENSIÓN.	50
CAPITULO IV: RESULTADOS Y DISCUSIÓN.	52
4.1 CARACTERIZACIÓN DE LOS POLVOS.....	52
4.2 CARACTERIZACIÓN DEL MATERIAL COMPUESTO MAESTRO.	56
4.3 INCORPORACIÓN Y DISPERSIÓN DEL MATERIAL COMPUESTO MAESTRO Al/TiB ₂ EN UNA ALEACIÓN Al-7%Si.....	60
4.3.1 CARACTERÍSTICAS MACROESTRUCTURALES DE LOS MATERIALES COMPUESTOS.	60
4.3.2 CARACTERÍSTICAS MICROESTRUCTURALES DE LOS MATERIALES COMPUESTOS.....	63
4.3.3 CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL DE LOS MATERIALES COMPUESTOS POR MEDIO DE MEB... ..	65
4.4 CARACTERIZACIÓN MECÁNICA DE LOS MATERIALES COMPUESTOS Al-7%Si/TiB ₂	70
4.4.1 DUREZA.....	70
4.4.2 ENSAYOS DE TENSIÓN.	72
CONCLUSIONES.....	77
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	78



ÍNDICE DE TABLAS

CAPITULO III

Tabla 3.1. Composiciones de las diferentes mezclas empleadas para preparar el compuesto maestro.....	40
Tabla 3.2 composición de la solución que se utilizó para el macroataque.....	49

CAPITULO IV

Tabla 4.1 composición del compuesto maestro correspondiente al punto 1 de la figura 4.4.....	57
Tabla 4.2. Composiciones químicas, determinada en % en peso de las probetas con 0 y 3% de refuerzo, fabricadas con agitación moderada.....	67
Tabla 4.3. Composiciones químicas, determinada en % en peso de las probetas con 6 y 9% de refuerzo, fabricadas con agitación moderada.....	67
Tabla 4.4. Composiciones química, determinada en % en peso de la probeta fabricada con 6% de refuerzo y un tamaño de partícula de 13 μm , fabricadas con agitación mecánica.....	68
Tabla 4.5. Composiciones química, determinada en % en peso de la probeta fabricada con 9% de refuerzo y un tamaño de partícula de 13 μm , fabricadas con agitación mecánica.....	69
Tabla 4.6 Resultados de dureza HRH de los materiales compuestos Al-7%Si/ TiB ₂	70
Tabla 4.7. Propiedades mecánicas a la tensión de las muestras con agitación moderada, con partículas de 3 μm	72
Tabla 4.8. Propiedades mecánicas a la tensión de las muestras con agitación mecánica, con partículas de 3 μm	74
Tabla 4.9. Propiedades mecánicas a la tensión de las muestras con agitación mecánica, con partículas de 13 μm	75



ÍNDICE DE FIGURAS

CAPITULO II:

Figura 2.1 Proceso Vórtice [1].....	14
Figura 2.2 Proceso Compocolado [6].....	16
Figura 2.3 Proceso de obtención de materiales compuestos por “spray” [2].....	18
Figura 2.4 Esquema general del método de rociado [3].....	18
Figura 2.5 Esquema del proceso in- situ [4].....	19
Figura 2.6 Aplicación de MCMM [5].....	24
Figura 2.7 Diferentes procesos de adsorción [6].....	27
Figura 2.8 Representación esquemática de ángulos de mojado. a) Mojado; b) No mojado [7].....	28
Figura 2.9 Esquemización de los ángulos posibles, en un sistema metal-cerámico[8].....	30
Figura 2.10 Comparación de mojabilidad del TiB_2 , alúmina y grafito en condiciones de vacío a $1025\text{ }^\circ\text{C}$ [9].....	38

CAPITULO III:

Figura 3.1. Proceso experimental empleado para la fabricación del compuesto Al- TiB_2	39
Figura 3.2. Esquema y dimensiones del dado empleado para la fabricación de las pastillas de compuesto maestro.....	41
Figura 3.3 Prensa hidráulica CARVER.....	41
Figura 3.4. a) Esquema del horno, así como la colocación de las pastillas dentro del mismo, b) Horno CARBOLITE.....	42
Figura 3.5. Ciclo térmico empleado para la fabricación del compuesto maestro.....	43
Figura 3.6 Horno Carbolite CWF 1100.....	44
Figura 3.7. Dispersión del compuesto maestro en el baño metálico (agitación mecánica).....	45
Figura 3.8 Molde de acero O1, para obtención de probetas del material compuesto.....	46
Figura 3.9 Probeta obtenida, a) parcialmente en el molde y b) liberada del molde.....	46



Figura 3.10 Microscopio óptico.....	47
Figura 3.11 Equipo de difracción de rayos X SIEMENS D5000.....	47
Figura 3.12 Microscopio electrónico JEOL JSM-6400.....	48
Figura 3.13 Esquema del arreglo y forma de la probeta para los ensayos de dureza.....	50
Figura 3.14 Dimensiones de probeta según norma ASTM B 557M-94.....	51
CAPITULO IV:	
Figura 4.1 Imágenes por MEB de los polvos empleados; a) TiB_2 , b) TiB_2 , c) fundente base K-Al-F y d) aluminio.....	52
Figura 4.2 Graficas de la distribución del tamaño de partícula de los polvos empleados; a) TiB_2 , b) TiB_2 , c) fundente base K-Al-F y d) aluminio.....	53
Figura 4.3 Patrones de difracción de rayos X de los polvos de; TiB_2 (fino y basto) y del fundente base K-Al-F.....	55
Figura 4.4. Micrografías del compuesto maestro TiB_2/Al	56
Figura 4.5. Patrón de difracción de rayos X del compuesto maestro.....	57
Figura 4.6 Patrón de difracción de rayos X del material compuesto Al/TiB_2 preparado In-situ a $850\text{ }^\circ\text{C}$ [10].....	58
Figura 4.7 Efecto de la temperatura de procesamiento en las fases formadas al procesar in situ el material compuesto Al/ TiB_2 [11]	59
Figura 4.8. Distribucion de las particulas de TiB_2 con respecto a las hojuelas de Al_3Ti [10, 11]...60	
Figura 4.9. Macrografías de los cortes transversales de los materiales producidos a tres diferentes niveles de las piezas coladas (de arriba hacia abajo; parte superior, media e inferior). a) Pieza de referencia aleación $Al-7\%Si$ y materiales compuestos con matriz $Al-7\%Si$ y adiciones con; b) 3%, c) 6% y d) 9% de TiB_2 ($3\text{ }\mu\text{m}$).....	61
Figura 4.10. Macrografías de los cortes transversales de los materiales producidos a tres diferentes niveles de las piezas coladas (de arriba hacia abajo; parte superior, media e inferior). Materiales compuestos con matriz $Al-7\%Si$ y adiciones con; b) 3%, c) 6% y d) 9% de TiB_2 ($13\text{ }\mu\text{m}$).....	62



Figura 4.11 Microestructura del material compuesto observado a 500x con; a) 3%, b) 6% y c) 9% en peso respectivamente de TiB_2 de 3 μm , con agitación moderada.....	63
Figura 4.12. Microestructura del material compuesto reforzado con a) 6% y b) 9% en peso de TiB_2 con tamaño de partícula de 12 μm y agitación mecánica (De arriba hacia abajo, parte superior, media e inferior).....	64
Figura 4.13 Comparación de micrografías de la parte central de las probetas, fabricadas con agitación y reforzadas con partículas de TiB_2 de tamaño de partícula promedio de 3 μm (250X)...	65
Figura 4.14 Micrografías de la parte central de las probetas fabricadas con agitación y partículas de 13 μm de TiB_2	66
Figura 4.15. Análisis químicos puntuales de las probetas fabricadas con agitación y partículas de 3 μm de TiB_2 , tomadas a 1000x.....	66
Figura 4.16. Análisis químicos puntuales de las probetas fabricadas con agitación y partículas de 13 μm de TiB_2	68
Figura 4.17. Micrografías ópticas mostrando las microestructura del compuesto reforzado con a) 5%, b) 10%.....	69
Figura 4.18. Comparación grafica de la dureza de las probetas de Al-7%Si, con 3, 6 y 9% de refuerzo, con agitación moderada y tamaño de partícula de 3 μm . a) Parte superior, b) Parte media y c) Parte inferior en HRH.....	71
Figura 4.19. Comparación grafica de la dureza de las probetas de Al-7%Si, con 6 y 9% de refuerzo, con agitación mecánica. a) Parte superior, b) Parte media y c) Parte inferior, en HRH.....	71
Figura 4.20. Imágenes de las fracturas de los ensayos de tensión en las muestras de los materiales compuestos fabricado con agitación moderada a) Al-Si, b) 3%, c) 6% y d) 9% de TiB_2	73
Figura 4.21. Fractografías de los compuestos compuestos fabricados con agitación mecánica y tamaño de partícula de 13 μm , a) 6% y b) 9% de refuerzo.....	75
Figura 4.22. Valores de la resistencia máxima en función de la fracción volumétrica de refuerzo en el material [12].....	76



OBJETIVOS

OBJETIVO GENERAL.

Desarrollar los fundamentos prácticos de una ruta de procesamiento versátil y escalable a nivel industrial para la preparación de materiales compuestos en base a las aleaciones de aluminio de colada reforzados con diferentes contenidos de TiB_2 . Para ello, se deben establecer los parámetros de procesamiento que optimicen la microestructura del producto y se refleje en la mejora de su comportamiento mecánico.

OBJETIVOS PARTICULARES.

- 1.- Establecer los parámetros de fabricación del compuesto maestro Al- TiB_2 mediante el uso de un fundente base K-Al-F como lo son: temperatura, cantidad de fundente necesario y tiempo de permanencia a la temperatura de procesamiento.
- 2.- Explorar las variables involucradas en la incorporación y dispersión del compuesto maestro en el baño metálico; agitación moderada y agitación mecánica.
- 3.- Caracterizar la microestructura de los materiales compuestos obtenidos.
- 4.- Caracterizar las propiedades mecánicas de los materiales compuestos obtenidos.



RESUMEN.

El trabajo desarrollado en esta tesis tuvo como objetivo fabricar un material compuesto maestro o aditivo Al-TiB₂ que permita incorporar fácilmente partículas ex-situ de TiB₂ en baños de aluminio y sus aleaciones, para producir materiales compuestos de matriz metálica de aluminio con diferentes contenidos de refuerzo. En esta tesis se presentan los resultados de la obtención del compuesto maestro, el cual se procesó de dos maneras; 1) mezclando polvos de TiB₂ y fundente base K-Al-F para posteriormente compactarlos e introducirlos en el baño metálico de aluminio y 2) mezclando polvos de TiB₂, aluminio y fundente (2:2:1 en masa). En este último caso, la mezcla se prensó y los compactados fueron calentados a 690°C en una atmósfera inerte (argón). El principio de esta propuesta se basa en el uso del fundente, el cual tiene la capacidad de disolver el óxido de aluminio, proteger a las partículas de TiB₂ de oxidación y crear superficies mojables en las partículas de refuerzo, que faciliten la incorporación y retención de las partículas en el metal fundido. Se utilizaron dos tamaños de partícula de TiB₂, de 3 y 13 μm respectivamente, con agitación moderada y agitación mecánica para dispersar las partículas en el metal líquido. Las adiciones de las partículas se realizaron en 3, 6 y 9% en peso a una aleación Al-7%Si a 740°C. Independientemente del modo de agitación, tamaño de partícula y composición del material compuesto maestro, las partículas se incorporaron y se retuvieron en una alta fracción en el baño metálico. Sin embargo, la distribución de partículas no fue lo suficientemente homogénea y se encontraron racimos de partículas asociados a fundente residual en la microestructura de los materiales compuestos, así como porosidades generadas durante la solidificación. Con la adición de partículas de TiB₂ se observó un refinamiento de grano en la matriz y cambios en el tamaño y morfología de los intermetálicos de la aleación. La caracterización microestructural por microscopía electrónica de barrido no reveló ninguna interacción entre el refuerzo y la matriz. La evaluación de dureza y resistencia mecánica a la tensión de los materiales compuestos fabricados revelaron un ligero incremento con respecto a la adición de partículas, por ejemplo, la resistencia a la tensión de la aleación fue de 111 MPa, mientras que la del material compuesto con 9% de TiB₂ (3 μm) fue de 153 MPa. El porcentaje de elongación no se vio afectado por la adición de las partículas. La observación de las fracturas, como es de esperarse, mostró que la aleación Al-7%Si tiene



una fractura frágil debido a la gran cantidad de intermetálicos Al-Si y Al-Si-Fe. La presencia de las partículas de TiB_2 cambiaron las características de la fractura, observándose notables signos de deformación plástica en la matriz. La caracterización microestructural indica que la resistencia mecánica de los materiales compuestos estuvo dictada por la segregación de partículas formando racimos y la presencia de porosidad generada en las muestras durante la solidificación.



CAPITULO I: INTRODUCCIÓN.

La necesidad de disponer de materiales de alta resistencia, bajo peso y gran rigidez ha impulsado el desarrollo de diversos métodos de producción de materiales compuestos de matriz metálica. Los primeros estudios sobre compuestos de matriz metálica se dirigen al desarrollo de materiales de matriz de aluminio o titanio reforzados por fibras continuas. Una de las primeras aplicaciones descritas de estos compuestos fue un compuesto de matriz de aluminio reforzado con fibras continuas de boro, utilizado en el recubrimiento del fuselaje de la lanza de la nave espacial Columbia. Sin embargo, estos primeros compuestos de matriz metálica no encontraron aplicaciones industriales debido a los enormes costos asociados a las fibras usadas como refuerzos y a su complicado proceso de fabricación; su empleo se redujo a pequeñas aplicaciones en la industria armamentística y aeroespacial. En 1983, el empleo por Toyota de un pistón de motor diesel de aluminio reforzado con fibras de alúmina producido por 'squeeze Casting' marca el comienzo del gran desarrollo que experimentan estos compuestos durante la década de los 80's [1]. Aunque los primeros estudios se habían dirigido al desarrollo de materiales con refuerzos de fibra continua, actualmente son los compuestos de matriz metálica reforzados con fibras cortas o partículas los que centran la atención de los investigadores debido a:

- a) La disponibilidad de una gran gama de reforzantes a precios competitivos.
- b) El éxito en el desarrollo de procesos de fabricación de materiales homogéneos con propiedades y microestructuras reproducibles.
- c) La disponibilidad cada vez mayor de métodos estándar para dar a estos materiales su forma final.

El uso de estos refuerzos minimiza los problemas asociados con la fabricación de materiales compuestos de refuerzo continuo, tales como rotura de fibras, anisotropía estructural así como el alto costo de producción aunque la mejora de propiedades mecánicas es menor.



En las pasadas dos décadas, los materiales compuestos de matriz metálica han pasado de ser un tópico de interés científico e intelectual a materiales de importancia tecnológica y comercial. Esto ha sido debido al desarrollo de técnicas de procesamiento costeables y escalables a la producción industrial para producir materiales con altas propiedades estructurales específicas y propiedades ajustables a las necesidades de componentes funcionales en términos de resistencia al desgaste y propiedades térmicas y eléctricas [2].

En particular, el desarrollo en matrices de aluminio y sus aleaciones se ha centrado principalmente en el uso de partículas de SiC y Al₂O₃ como refuerzo. Sin embargo, problemas de reactividad y mojabilidad han sido retos importantes a vencer para la exitosa incorporación del refuerzo en los baños fundidos de aluminio [3-12].

Esta propuesta de investigación presenta una ruta de procesamiento de materiales compuestos de matriz metálica de aluminio reforzados con TiB₂ que permita ajustar fácilmente el contenido de refuerzo (de 3 a 9% en peso). El concepto se basa en fabricar un compuesto maestro Al-TiB₂ con contenidos de refuerzo de 50-60% TiB₂. El compuesto maestro será adicionado al baño fundido de aluminio. La adición del TiB₂ será crucial en el proceso de dispersión, ya que uno de los problemas que se presentan en el procesamiento de materiales compuestos es la incorporación del cerámico en el metal fundido, asociado con el grado de mojado y las propiedades físicas de este. Se espera que una ligera agitación disperse de manera homogénea las partículas en el baño de metal fundido y se logre una distribución igualmente uniforme en el material solidificado. Una contribución importante de esta propuesta es que no solo se limita a producir el material, plantea también, la valoración de sus propiedades mecánicas, relacionadas con el contenido de cerámico y tamaño del mismo. Se eligió el TiB₂ por su densidad, dureza, módulo de elasticidad, mojabilidad por el aluminio líquido y su estabilidad térmica en él. Además de que también puede tener injerencia en el refinamiento de la estructura de grano.

La mojabilidad de TiB₂ por el aluminio fundido se ha investigado en un amplio rango de temperaturas y en diferentes ambientes (es decir, al vacío, bajo condiciones controladas atmosféricas, etc). Se ha informado que en la mayoría de los casos la mojabilidad de TiB₂ por el aluminio fundido se produce muy por encima del punto de fundición de aluminio



[13]. Por ejemplo, Rhee [14] obtuvo un ángulo de contacto de 57 grados después de un tiempo de permanencia de 30 minutos a 834 °C en vacío. Bardal y colaboradores [15] obtuvo un ángulo de contacto de 10 a 20 grados después de una retención de 100 minutos a 990 °C en vacío.

Sin embargo, se ha observado que la capacidad de mojabilidad de los sustratos de aluminio es influenciado por una película delgada de óxido de aluminio en la superficie de aluminio, así como por la naturaleza de la superficie del sustrato [16]. Por lo cual, en este trabajo se utiliza un fundente base K-Al-F para minimizar los efectos de este óxido en el mojado, e incorporación y dispersión de las partículas de TiB_2 en el aluminio fundido.



CAPITULO II: REVISIÓN DE LA LITERATURA.

2.1 MANUFACTURA DE MATERIALES COMPUESTOS DE MATRIZ METÁLICA (MCMM).

Los materiales compuestos de matriz metálica (MCMM) han sido destinados especialmente a aplicaciones estructurales en la industria automotriz, aeroespacial, militar, eléctrica y electrónica, las cuales usualmente exigen alta rigidez, resistencia y módulo específico [17]. Las rutas de producción para MCMM son clasificadas principalmente en cuatro tipos según el estado de la matriz durante el proceso: en estado líquido (fundición, infiltración), en estado sólido (pulvimetalurgia (PM), sinterización, prensado en caliente), en estado semisólido (compocolado) y gaseoso (deposición de vapor, atomización, electrodeposición). Los porcentajes de uso de los métodos de procesamiento de MCMM para sectores que su aplicación no es estructural están representados por las técnicas en estado líquido con un 69% y pulvimetalurgia con un 31% [17].

Manufactura de MCMM.

Las tecnologías para el procesamiento en estado líquido utilizan una variedad de métodos para combinar físicamente la matriz y el refuerzo. En base a esto se identifican cuatro categorías principales:

- 1) Procesos o técnicas de dispersión;
- 2) Procesos o técnicas de rociado y depositación
- 3) Procesos o técnicas reactivas (in situ).
- 4) La cuarta categoría corresponde a procesos o técnicas de infiltración, los cuales corresponden a procesos de infiltración con y sin aplicación de presión externa.

2.1.1 EL MÉTODO DE VÓRTICE Y COMPOCOLADO.

En el proceso de mezcla / vórtice, la fase de refuerzo es preparada previamente y posteriormente es introducida en la fase matriz en estado líquido mediante la ayuda de agitación mecánica (fig. 2.1) [18], para luego dejar que la mezcla se solidifique en un molde. Aquí, lo fundamental es crear una buena mezcla entre las partículas de refuerzo y la aleación de aluminio líquido fundido. El uso de una atmósfera inerte o al vacío, distintos del aire es deseable para evitar el atrapamiento de gases y oxidación de los materiales empleados. La mezcla puede ser afectada por el movimiento de centrifugación, o de gravedad cero de procesamiento que utiliza un vacío ultra alto y las altas temperaturas durante largos periodos de tiempo. Las dificultades, tales como la segregación / ajuste de fases secundarias en la matriz, la aglomeración de partículas cerámica, la fractura de partículas durante la agitación, y la amplia reacción interfacial, se encuentran a menudo [19].

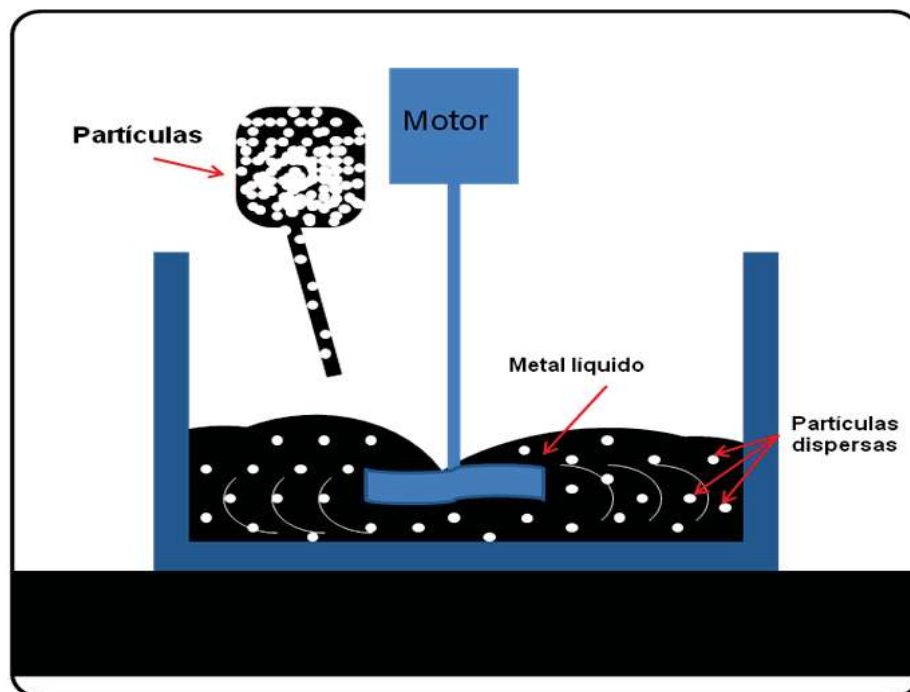


Fig. 2.1 Proceso de incorporación de partículas por el método de vórtice [18].



El método vórtice es atractivo debido a su facilidad de operación y costos de operación relativamente bajos. La incorporación de las partículas y la homogeneidad microestructural de materiales compuestos preparados con el uso de un propulsor mecánico se han encontrado que tienden a depender de la velocidad de agitación, el tiempo, la temperatura, composición de matriz de aleación, naturaleza físico-química del refuerzo, tiempo de alimentación y velocidad de avance de refuerzo en la matriz y la relación entre el diámetro del crisol y el diámetro del agitador o impulsor. La optimización de estas variables es relevante a la microestructura reproducible y las propiedades [19].

Ventajas

- En principio se pueden emplear todos los métodos convencionales de procesamiento de metales. Bajo costo

Desventajas

- Aglomeración, sedimentación
- Reacciones refuerzo-metal líquido
- Segregación de partículas (frente de solidificación)
- Porosidad

Objetivos de la agitación:

- Mejorar el mojado de las partículas
- Evitar aglomeración
- Evitar sedimentación
- Se consigue viscosidad suficientemente baja para realizar operaciones convencionales de fundición hasta $V_p=25\%$ y partículas de $10\ \mu\text{m}$ y más [20].

Generalmente, es posible incorporar hasta un 30% de las partículas de cerámica en el rango de tamaño de 5 a $100\ \mu\text{m}$ en una variedad de aleaciones de aluminio fundido. El proceso no es adecuado para la incorporación de partículas de tamaño sub-micrónico.



Otra variante de proceso de agitación es el compocolado. Aquí, las partículas de cerámica se han incorporado en la aleación en estado semisólido [21].

2.1.2 COMPOCOLADO.

El compocolado es el resultado de mezclar partículas cerámicas con un metal en estado semisólido para un posterior proceso de forja o fundición. Con este proceso lo que se intenta es proporcionar un refuerzo adicional al material, de forma que la dispersión del refuerzo sea homogénea (Figura 2.2). Este proceso, desarrollado en el MIT (Instituto Tecnológico de Masachussets), para el procesamiento de materiales novedosos, permite que partículas o fibras discontinuas de SiC, Al_2O_3 , grafito o carburo de boro sean agregadas al metal, parcialmente solidificado durante una agitación vigorosa del metal. En esta forma, las partículas o fibras del material de refuerzo son atrapadas mecánicamente entre las partículas sólidas esferoidales del metal base. Una característica importante del semi-sólido metálico (o pasta metálica) es que presenta tixotropía, propiedad por la cual la viscosidad aparente del semi-sólido disminuye conforme la velocidad de corte aumenta.

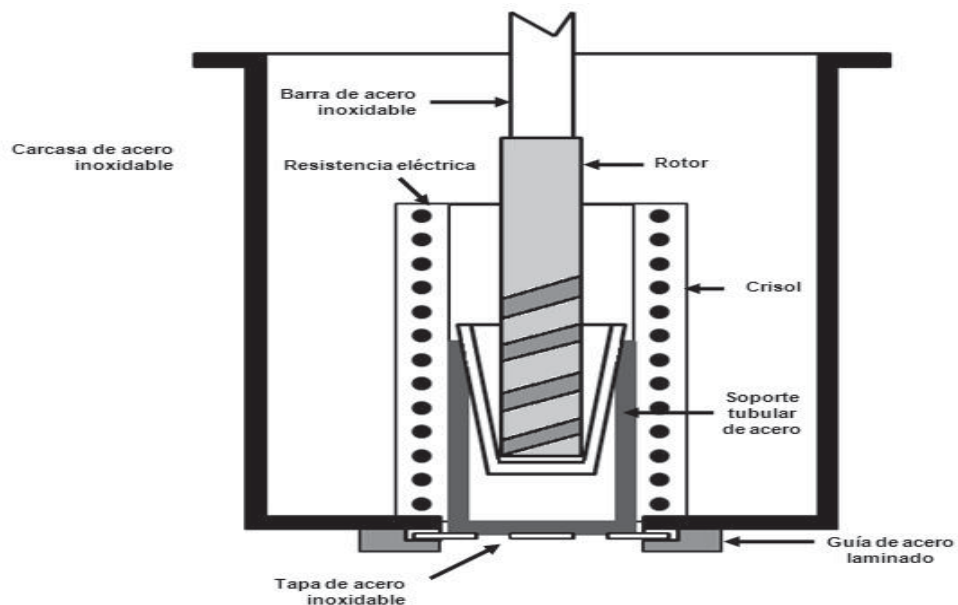


Figura 2.2 Proceso de fabricación de MCM por compocolado [6].



2.2. MÉTODOS DE ROCIADO.

Este proceso está basado en la técnica de producción de polvos vía atomización por gas, que consiste en la atomización de un chorro de metal líquido por la acción de un haz de gas inerte. En este caso, sin embargo, las partículas de metal líquido producidas por atomización, chocan con un substrato intermedio, constituyendo una preforma. Este substrato es una matriz con la forma deseada (fig. 2.3 y 2.4). La fabricación de MCMM por este método se realiza mediante la introducción de partículas de refuerzo dentro del chorro de atomización para ser codepositadas e incorporadas a la aleación solidificada.

El tiempo de contacto entre el metal líquido y las partículas de refuerzo es muy corto. Este hecho, unido a que las velocidades de solidificación provocadas por el impacto de las partículas con el substrato son elevadas, reduce considerablemente la posibilidad de reacciones interfaciales. Se minimiza así la formación de compuestos interfaciales frágiles, como el Al_4C_3 , cuando se refuerza aluminio con grafito, que pudieran afectar las buenas propiedades del material. Normalmente el flujo de metal es de 5 kg/min y la preforma obtenida presenta una densidad aproximada del 95 %. A continuación, tiene lugar una etapa secundaria de procesado, como extrusión, laminado o forja para propiciar la densidad total del material.

Este método de producción de compuestos generalmente es empleado para piezas con una microestructura muy fina, una distribución homogénea de los refuerzos, y mantiene una mayor cantidad de elementos de aleación en solución [20].

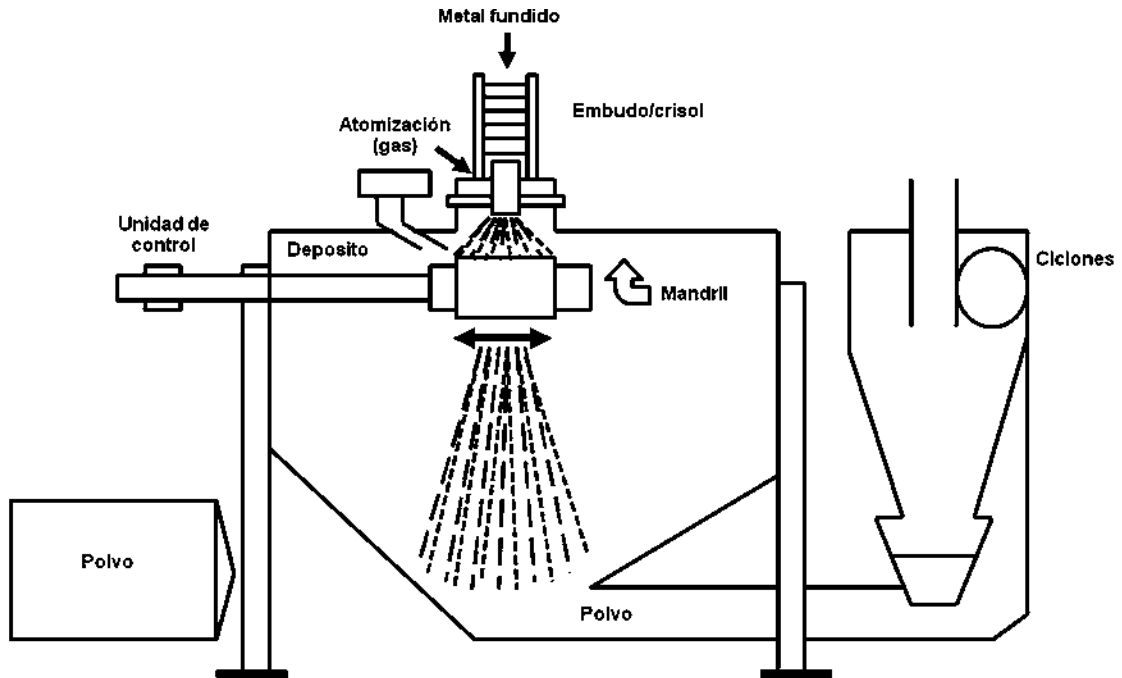


Figura 2.3 Proceso de obtención de materiales compuestos por "spray" [20].

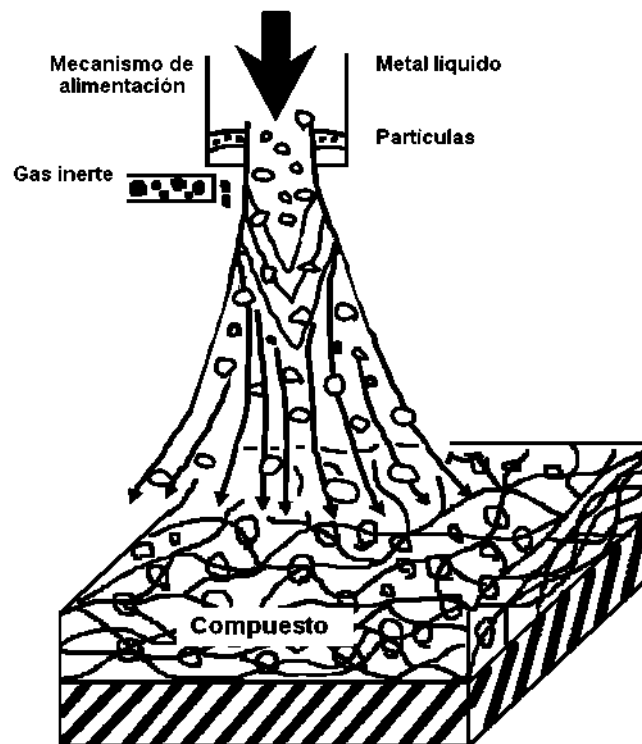


Figura 2.4 Esquema general del método de rociado [22].



Por otra parte, algunas de las desventajas es que contienen altos niveles de porosidad. En general, los procesos de rociado son más caros que los de fundición, debido a los tiempos de procesamiento más largo, los altos costos de los gases utilizados, y la gran cantidad de polvo de residuos que se obtengan de las depositaciones [23]. La selección del proceso de rociado térmico apropiado está determinado por el material deseado en el recubrimiento, requerimientos de desempeño, sitio de aplicación del revestimiento, tamaño de la pieza y factores económicos las técnicas de rociado térmico utilizan sistemas de combustión por llama, oxi -combustible de alta velocidad (HVOF), denotación. Sistema de arco eléctrico y sistema de plasma con arco transferido (PSP) y no transferido (PTA).

2.3. MÉTODOS IN SITU.

Los procesos de fabricación de MCM *in-situ* relacionan la producción del material de refuerzo durante el proceso mediante alguna interacción de los materiales iniciales, produciendo el material compuesto final [24]. Los materiales compuestos *in-situ* son materiales multifásicos donde se sintetiza la fase de refuerzo dentro de la matriz durante la fabricación del compuesto como se ilustra en la figura 2.5. Esto contrasta con compuestos *ex-situ*, donde se sintetiza la fase de refuerzo por separado y luego se coloca en la matriz durante un proceso secundario, como la infiltración o vórtice. Los procesos *in situ* pueden crear una variedad de morfologías de refuerzo, que van desde la discontinua a continua [25].

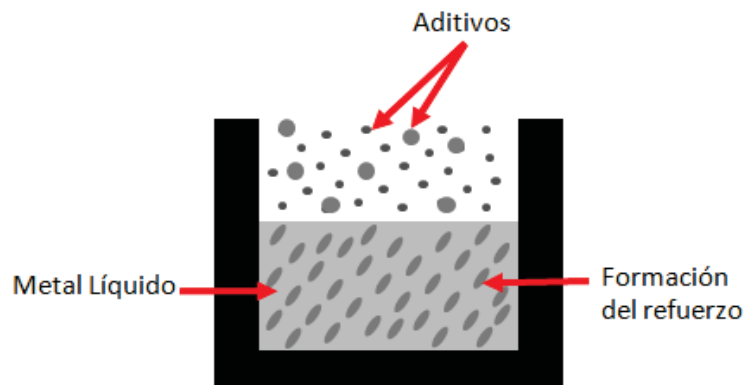


Figura 2.5 Esquema del proceso *in-situ* [25].



2.4. INCORPORACIÓN ASISTIDA POR FUNDENTES.

Se le da el nombre de fundente o flux a una amplia gama de productos químicos que se utilizan en los procesos de fusión de los minerales para bajar el punto de fusión y eliminar parte de la escoria del propio proceso de fusión. También se le llaman fundentes a los productos que se usan en los procesos de soldadura blanda para protegerla de la oxidación y otras impurezas que se presentan en la zona de soldadura, así como fomentar el mojado de metales cuando son calentados junto con fundente.

En el proceso, el fundente realiza principalmente dos funciones: quitar el óxido de las superficies que van a ser soldadas y facilitar la amalgamación, mejorando las características de mojado de la soldadura líquida.

El calentamiento de la superficie de un metal acelera la formación de óxidos, que son el resultado de una reacción química entre el metal caliente y el oxígeno del aire. Esos óxidos han de eliminarse o evitarán el mojado y la unión de las superficies.

El fundente básicamente, proporciona una película protectora que evita la formación de óxidos, absorbiéndolos durante el calentamiento. Por tanto, deberá cumplir las siguientes funciones:

1. Fundir y llegar a estar activo por debajo del punto de fusión del material de aporte.
2. Debe ser capaz de disolver y eliminar los óxidos de la superficie del metal, además de proteger las superficies de los metales base de nuevas oxidaciones. Al suprimirse los productos de oxidación permite que el material de aporte moje con mayor eficacia el material base.

Cuando los fundentes alcanzan un punto donde se saturan, son incapaces de disolver más óxidos, sus residuos toman una apariencia ennegrecida y acristalada, quedando el fundente exhausto. Las superficies de trabajo quedaran oxidadas y la limpieza posterior de la zona será mucho más difícil. En los casos que se den estas situaciones es necesario utilizar un fundente con mayor rango de trabajo y estabilidad o aplicar mayor



cantidad. También se puede mejorar utilizando un período razonablemente corto de calentamiento [26].

La ruta de procesamiento para la fabricación de materiales compuestos de matriz metálica reforzados con partículas de cerámica va a estar sujeta a la mojabilidad de un sistema dado de metal-cerámica, debido a que esta propiedad se describe el grado de contacto íntimo entre un líquido y un sólido [27].

La película de óxido impide que el Al fundido, tenga un contacto íntimo con la cerámica y se espera no moje el cerámico. Para superar las películas de óxido, las sales de flúor, también conocido como fundentes, tienen la capacidad de disolver el óxido de aluminio. Este estudio trata de comprender la mojabilidad y el esparcimiento de aluminio sobre TiB_2 mediante la eliminación de la capa de óxido con un fundente de base K-Al-F [28].

Quedando establecido el funcionamiento de los elementos fundentes, es importante mencionar el uso de fundentes para la fabricación de MCMM.

En principio, la mojabilidad de un sistema aluminio cerámico está gobernada por la presencia de una capa de óxido que evita el contacto íntimo entre el aluminio líquido y el material cerámico. Esta barrera es responsable de la transición de no mojado a mojado a temperaturas superiores a 900°C , debido a estas dificultades es necesario la exploración de rutas alternativas para la remoción de dicha capa de óxido [29]; una ruta no muy estudiada y que ha presentado buenos resultados [30] es el uso de fundentes o también llamados sales fluoradas o agentes fundentes, que tiene la capacidad de disolver el óxido de aluminio. Rocher [31, 32] y colaboradores observaron un mojado espontáneo en sistemas SiC y C por el aluminio entre 650°C y 900°C .

2.5. TÉCNICAS DE INFILTRACIÓN.

La técnica de infiltración es un método en estado líquido para la fabricación de materiales compuestos, en los que un preformado de fase dispersa (partículas de cerámica, fibras, tejidos) se empapa en una matriz de metal fundido, que llena el espacio entre la fase de refuerzo [33], con el fin de reducir la porosidad o mejorar las propiedades físicas. El metal



líquido se infiltra dentro de la pieza ya sea permitiéndole entrar por la parte superior o absorbiéndolo por la inferior.

2.5.1 INFILTRACIÓN CON PRESIÓN EXTERNA.

En caso de un sistema de pobre mojabilidad, es decir, que el líquido metálico no humecte la fase cerámica, se aplica una fuerza externa que obligue al metal a penetrar en la preforma. Aún cuando el propósito principal de aplicar una fuerza externa es superar las fuerzas de capilaridad, las presiones elevadas pueden traer beneficios adicionales, como es un incremento en la velocidad de infiltración; mejor control sobre las reacciones químicas; refinamiento de la microestructura de la matriz; y un mejoramiento completo del producto [34].

Las técnicas de infiltración con aplicación de fuerza externa pueden ser de dos tipos de acuerdo a la naturaleza de la fuerza aplicada:

- Presión ejercida por un gas (*pressure casting*)
- Presión ejercida mecánicamente (*squeeze casting*)

2.5.2 INFILTRACIÓN SIN PRESIÓN EXTERNA.

El proceso de infiltración sin presión externa, considera el movimiento de un líquido metálico a través de la porosidad interconectada de un sólido poroso. El sólido poroso es previamente fabricado de manera controlada, usualmente por técnicas de compactación de polvos. El líquido al contacto con el sólido poroso produce fuerzas de capilaridad induciéndolo hacia el interior.

Para que el líquido pueda infiltrar espontáneamente en el refuerzo, se requiere de un sistema con mojabilidad metal-cerámico. Se dice que un líquido moja a un sólido cuando el ángulo de contacto (llamado también ángulo de mojado) que se forma entre la gota del líquido y el sólido es menor a 90° . Cuando esto sucede, las fuerzas de adhesión son mayores que las fuerzas de cohesión. Bajo estas condiciones, en un cerámico poroso en contacto con líquido metálico, se desarrolla una presión capilar que provoca el ascenso



del líquido y su penetración espontánea por las cadenas de poros interconectados en el preformado [35].

Esta técnica es atractiva para la fabricación de compuestos de matriz metálica, ya que permite la fabricación de materiales con un alto contenido cerámico sin el uso de una fuerza externa. La técnica se ha utilizado en la fabricación de materiales compuestos de aleaciones de aluminio Al-2024, Al-6061, Al-7075, Cu, y Ni, reforzados con partículas de carburo de titanio (TiC). Utilizando aleaciones se reduce el ángulo de contacto entre el cerámico y la matriz, obteniendo buenas propiedades físicas y mecánicas debido a su alto contenido de refuerzo [36, 37].

2.6. APLICACIONES DE LOS MCMM.

Los compuestos de matriz metálica reforzados con partículas cerámicas son materiales de gran interés para muchas aplicaciones, tanto por sus elevadas propiedades mecánicas [38] con peso bajo y alta resistencia al desgaste [39].

Los compuestos de matriz metálica son una clase de materiales que poseen propiedades que los hacen atractivos para una gran variedad de aplicaciones donde se requiere resistencia al desgaste, resistencia mecánica, así como estabilidad a temperaturas relativamente elevadas. Debido a las propiedades anteriormente mencionadas, estos materiales han encontrado una aplicación directa en la industria automotriz [38], por ejemplo, en los pistones para motores de diesel por la Toyota en 1982 para después usarlos en partes de transmisión también la Honda ha aplicado estos materiales en los cilindros de bloques de motores de aluminio así como en la reducción del peso total del vehículo, insertando materiales compuestos en lugares en donde son empleados materiales metálicos como lo es en distintas partes de la carrocería del vehículo, y debido a que es importante la reducción en el consumo de combustible es por ello que se emplean MCMM. Por tanto, el uso de materiales compuestos de matriz de aluminio en componentes de frenos, especialmente los discos. Actualmente, el reciclado de materiales de aluminio es una actividad rentable ya que se consigue ahorrar hasta el 95 % de la energía al producirlo a partir de chatarra [38]. Los materiales compuestos



están siendo utilizados cada vez en mayor medida en multitud de aplicaciones industriales, especialmente en el sector del automovilismo y en la industria aeronáutica, aeroespacial, militar, y eléctrica [40].

Los compuestos de matriz metálica con fibras de carburo de silicio y matriz de titanio se están utilizando para marcos para bicicleta y en artículos deportivos (en palos de golf) [41]. La Figura 7 muestra algunos componentes en donde se usan materiales compuestos.

En el caso del vehículo de 2020 en Toyota, usaría más piezas nuevas, y materiales ligeros en mayor medida: concretamente un 37% de aluminio, un 30% de magnesio, un 21% de materiales compuestos y un 7% de acero de alta resistencia. El resto, un 5% serían de acero [42].



Figura 2.6 Aplicación de MCM [40].



2.7 FENÓMENOS INTERFACIALES.

2.7.1 TÉRMINOS BÁSICOS Y FUNDAMENTOS.

2.7.1.1 ENERGÍA SUPERFICIAL Y TENSIÓN SUPERFICIAL.

Se conoce como energía superficial, a la energía que se necesita para poder romper los enlaces presentes de tipo intermolecular, hecho que da lugar a una superficie. Cuando hablamos de la física de un sólido, las superficies tienen que ser intrínsecamente poco favorables energéticamente hablando con respecto de la masa, o lo que es lo mismo, debe de existir una fuerza que sea capaz de formar la superficie. Así, podemos definir a la energía superficial como una gran abundancia de energía en la superficie de un material, si la comparamos con la que poseería si dicha superficie se encontrase inmersa dentro de la masa. La energía superficial por unidad de área o tensión superficial se mide en J/m^2 o en N/m .

La tensión superficial depende de la naturaleza del líquido, del medio que le rodea y de la temperatura. En general, la tensión superficial disminuye con la temperatura, ya que las fuerzas de cohesión disminuyen al aumentar la agitación térmica. La influencia del medio exterior se comprende ya que las moléculas del medio ejercen acciones atractivas sobre las moléculas situadas en la superficie del líquido, contrarrestando las acciones de las moléculas del líquido.

En física se denomina tensión superficial de un líquido a la cantidad de energía necesaria para disminuir su superficie por unidad de área [43]. Esta definición implica que el líquido tiene una resistencia para aumentar su superficie. La tensión superficial (una manifestación de las fuerzas intermoleculares en los líquidos), junto a las fuerzas que se dan entre los líquidos y las superficies sólidas que entran en contacto con ellos, da lugar a la capilaridad.

A nivel microscópico, la tensión superficial se debe a que las fuerzas que afectan a cada molécula son diferentes en el interior del líquido y en la superficie. Así, en el seno de un líquido cada molécula está sometida a fuerzas de atracción que en promedio se anulan. Esto permite que la molécula tenga una energía bastante baja. Sin embargo, en la



superficie hay una fuerza neta hacia el interior del líquido. Rigurosamente, si en el exterior del líquido se tiene un gas, existirá una mínima fuerza atractiva hacia el exterior, aunque en la realidad esta fuerza es despreciable debido a la gran diferencia de densidades entre el líquido y el gas.

Otra manera de verlo es que una molécula en contacto con su vecina está en un estado menor de energía que si no estuviera en contacto con dicha vecina. Las moléculas interiores tienen todas las moléculas vecinas que podrían tener, pero las partículas del contorno tienen menos partículas vecinas que las interiores y por eso tienen un estado más alto de energía. Para el líquido, el disminuir su estado energético, es minimizar el número de partículas en su superficie [44]. Energéticamente, las moléculas situadas en la superficie tienen una mayor energía promedio que las situadas en el interior, por lo tanto la tendencia del sistema será disminuir la energía total, y ello se logra disminuyendo el número de moléculas situadas en la superficie, de ahí la reducción de área hasta el mínimo posible.

Como resultado de minimizar la superficie, esta asumirá la forma más suave que pueda. De esta manera el líquido intentará reducir cualquier curvatura en su superficie para disminuir su estado de energía de la misma forma que una pelota cae al suelo para disminuir su potencial gravitacional.

2.7.2. ADSORCIÓN.

Se define como el proceso mediante el cual se extrae materia de una fase y se concentra sobre la superficie de otra fase (esta segunda generalmente sólida). Debido a lo anterior se considera a este como un fenómeno subsuperficial. Un fenómeno relacionado a la adsorción, es el fenómeno de absorción, que se define como un proceso en el cual las moléculas o átomos de una fase interpenetran casi uniformemente en los de otra fase constituyéndose una "solución" con esta segunda.

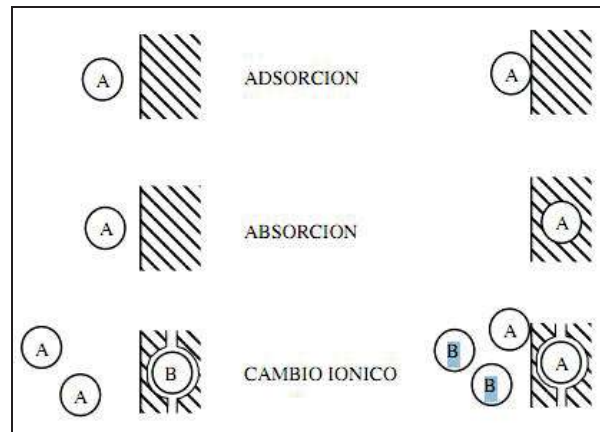


Figura 2.7 Diferentes procesos de adsorción [45].

Finalmente, para culminar la descripción de los fenómenos mostrados en la figura 2.7, se entiende o define por proceso de cambio iónico, a aquel proceso que supone un intercambio de una sustancia o ión por otra sobre la superficie del sólido. Así pues, el término adsorción incluye la adsorción y la absorción conjuntamente, siendo una expresión general para un proceso en el cual un componente se mueve desde una fase para acumularse en otra, principalmente en los casos en que la segunda fase es sólida [45].

2.7.3. MOJABILIDAD Y EL ÁNGULO DE CONTACTO.

En la fabricación de materiales compuestos fabricados mediante la ruta de procesamiento en estado líquido, la mojabilidad de la fase refuerzo (cerámico) por el componente líquido (metal), es un factor determinante para el diseño del sistema matriz-refuerzo.

La mojabilidad puede definirse como la extensión a la cual un líquido se dispersa sobre una superficie sólida, medición que está indicada a través del ángulo de contacto (θ) formado entre una gota del líquido y la superficie del sustrato sólido (fig. 2.8) [35].

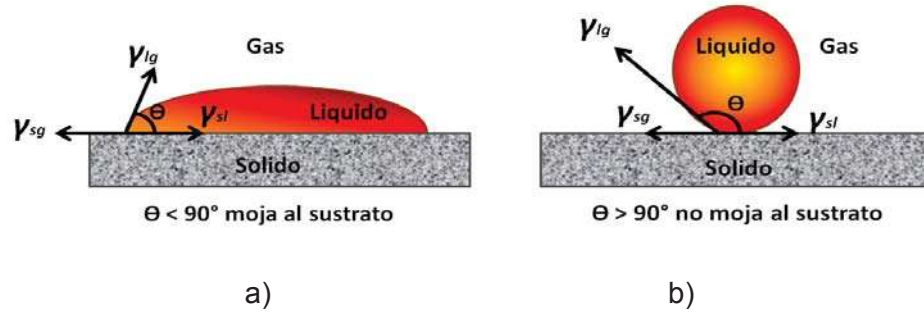


Figura 2.8 Representación esquemática de ángulos de mojado. a) Mojado; b) No mojado [35].

Este fenómeno (mojabilidad) está controlado por la energía superficial del sistema, gota líquida-sustrato, que se ve favorecido cuando la viscosidad de la fase líquida es baja y cuando se baja la energía libre del sistema.

$$\gamma_{sl} + \gamma_{lg} < \gamma_{sg}$$

Donde:

γ_{sl} , energía superficial en la fase sólido-líquido

γ_{lg} , energía superficial en la fase líquido-gas

γ_{sg} , energía superficial en la fase sólido-gas

Esta ecuación lleva a definir el concepto de coeficiente de dispersión:

$$\text{Coeficiente de dispersión} = \gamma_{sg} - (\gamma_{sl} + \gamma_{lg})$$

De acuerdo a algunas relaciones, para que el fenómeno de mojado se lleve a cabo, el coeficiente de dispersión debe tener un valor positivo. Así pues, si el valor de γ_{sg} es



similar o menor que γ_{lg} , entonces el mojado o dispersión del líquido sobre el sustrato no ocurrirá.

Thomas Young propuso tratar el ángulo de contacto como el resultado del equilibrio mecánico bajo la acción de las tres tensiones superficiales, líquido-sólido, sólido-gas y líquido-gas.

$$\gamma_{sg} = \gamma_{sl} + \gamma_{lg} \cos \theta$$

Donde θ es llamado ángulo de contacto y se usa como una medida del grado de mojabilidad. Reacomodando la ecuación anterior:

$$\cos \theta = \frac{\gamma_{sg} - \gamma_{sl}}{\gamma_{lg}}$$

La figura 2.9 esquematiza la relación de las energías superficiales con diferentes ángulos de contacto posibles en un sistema metal-cerámico. Además de la viscosidad del líquido metálico, otros factores que afectan la mojabilidad de la gota son la rugosidad de la superficie y la limpieza del sólido [35, 46].

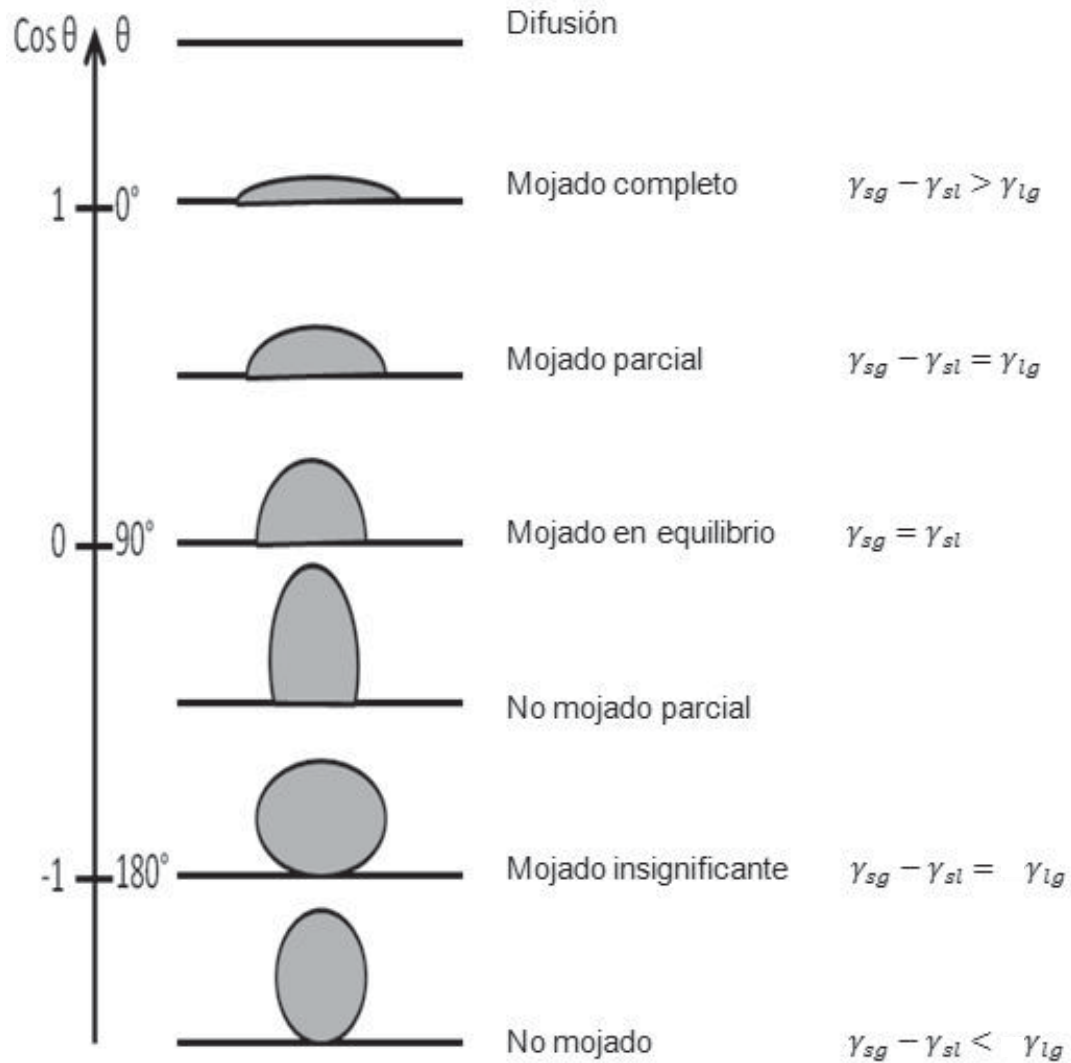


Figura 2.9 Esquematización de los ángulos posibles, en un sistema metal-cerámico[46].

Conjuntamente con las condiciones de mojado mencionadas anteriormente, la combinación de diferentes parámetros físicos y fisicoquímicos, conlleva y se relaciona con el diferente grado de interacción entre la matriz y el refuerzo, en el caso específico de este trabajo metal/cerámico. Resultado de lo anterior, dicha unión formada (metal-cerámico) formada presenta tres tipos posibles de unión interfacial:

- unión mecánica
- unión electrostática
- unión química.



2.7.4. TRABAJO DE ADHESIÓN.

La adhesión es la propiedad de la materia por la cual se juntan dos superficies de sustancias iguales o diferentes cuando entran en contacto, manteniéndose unidas por fuerzas intermoleculares.

No es lo mismo que cohesión, que es la fuerza de atracción entre partículas adyacentes dentro de un mismo cuerpo o entre moléculas similares. La adhesión, en cambio, es la interacción entre las superficies de distintos cuerpos.

Tipos de mecanismos de adhesión entre materiales.

- * Adhesión mecánica. En este caso, los materiales adhesivos rellenan los huecos o porosidades de las superficies, uniéndose por enclavamiento. Por ejemplo, el velcro.
- * Adhesión química: La unión de dos materiales producen un compuesto químico.
- * Adhesión dispersiva: Los materiales mantienen su adhesión por las fuerzas de Van Der Waals: la atracción entre dos moléculas, cada una de las cuales tiene regiones de carga positiva y negativa. Este efecto puede ser permanente o temporal, debido al movimiento constante de los electrones en una región.
- * Adhesión electrostática: la unión de dos materiales produce una diferencia de potencial, debido a que son materiales conductores de electrones. Esto crea una fuerza electrostática atractiva entre materiales.
- * Adhesión difusiva: Dos materiales se adhieren porque las moléculas de ambos son móviles y solubles entre sí.

2.8. LA MOJABILIDAD DE LOS CERÁMICOS POR LOS METALES LÍQUIDOS.

La fuerza conductora en el mojado es afectada únicamente por dos factores; la tensión superficial del líquido y la resistencia de la interacción en la interface sólido/líquido. A continuación se discuten estos factores, así como las propiedades de las superficies metal/vacío y las interfaces metal/metal.



2.8.1. EL EFECTO DE LA RUGOSIDAD.

La dificultad más grande asociada con la ecuación de Young para la definición de un ángulo de contacto, está referida a la capacidad de un líquido para mostrar diferentes ángulos de contacto sobre un sólido al estar aparentemente en condiciones experimentales similares [43]. Las teorías propuestas para explicar este fenómeno consideran tres conceptos principales:

- a) el efecto cinético que considera a los sistemas en condiciones de no equilibrio termodinámico
- b) la existencia de fuerzas pasivas que impiden el movimiento en la línea de contacto sólido/líquido/vapor
- c) los efectos por la rugosidad de la superficie.

Han existido diferentes autores que analizaron el efecto de la rugosidad para predecir el comportamiento del ángulo de contacto aparente ϕ , uno de los primeros estudios fue el que realizó Wenzel [47]. Autor que propuso la siguiente relación

$$\cos \phi = r \cos \frac{1}{2}(\alpha + \beta) \cos \theta$$

En la relación mencionada anteriormente, r , es el factor de rugosidad y es definido como la relación del área real A_r del sólido con el área aparente, A , de un plano teniendo las mismas dimensiones macroscópicas. El ángulo θ es el ángulo de contacto intrínseco definido por la ecuación de Young. Esta ecuación es importante porque explica una observación fundamental:

Una superficie rugosa mejora el mojado si $\theta < 90^\circ$



2.8.2. EL EFECTO DEL OXÍGENO.

Característica de esencial importancia en el estudio de los fenómenos generados durante la fabricación de materiales compuestos (metal/cerámico), debido a que el oxígeno, es particularmente definido como un elemento activo con la mayoría de los metales. Esto como consecuencia de que el oxígeno está presente intencionalmente o como un elemento trampa en la práctica industrial; su función dentro de este proceso es la de promover la mojabilidad en sistemas metal/cerámico y particularmente en óxidos. Lo anterior debido a que la mayoría de los metales formaran óxidos aun a muy bajos potenciales de oxígeno. En estos casos, el potencial de oxígeno puede variar en un amplio rango experimental por debajo del potencial de oxígeno del metal.

Haciendo referencia a la superficie del metal líquido, la absorción del oxígeno en esta, conduce a la formación de agregados de óxidos metálicos estequiométricos. De igual manera, el oxígeno disuelto también absorbe en la interface líquido/sólido, derivando en una reducción del ángulo de contacto. De manera generalizada se puede decir que la mojabilidad de los óxidos por los metales líquidos es mejorada significativamente aun cuando las concentraciones de oxígeno disuelto en la masa puedan ser de pequeñas partes por millón [48]. Sin embargo, es importante mencionar que los óxidos como tales son una barrera que obstaculiza el contacto íntimo o directo metal/cerámico y oculta la verdadera afinidad en estos sistemas.

2.9. PROCEDIMIENTOS PARA MEJORAR LA MOJABILIDAD EN SISTEMAS METAL-CERÁMICO.

Debido a la complejidad en diversos sistemas metal/cerámico, para que el primero pueda mojar y esparcirse a lo largo de la superficie del segundo, como consecuencia de fenómenos superficiales como los mencionados anteriormente (tensión superficial, energía superficial y diversos fenómenos asociados con la mojabilidad), para la fabricación de materiales compuestos que involucran a un metal líquido y un material cerámico que servirá como refuerzo, se emplean algunas técnicas alternativas que



ayudan a sucumbir este tipo de dificultades para que la mojabilidad se lleve a cabo durante el proceso de fabricación, algunas opciones son las descritas a continuación.

2.9.1. ADICIÓN DE ELEMENTOS ALEANTES.

Una técnica muy empleada para promover la mojabilidad, es la adición de un agente extra, normalmente en la forma de un elemento de aleación en el baño. La adición de un elemento de aleación en el metal líquido puede promover la mojabilidad consecuencia de alguno de los efectos enlistados a continuación:

- 1) reduciendo la tensión superficial del líquido
- 2) disminuyendo la energía interfacial sólido/líquido
- 3) por reacciones químicas en la interface sólido/líquido.

La adición elementos aleantes adecuados en los metales líquidos pueden disminuir la tensión superficial del líquido, lo cual significa una reducción en γ_{LV} . Como consecuencia de lo anterior, el coseno del ángulo de contacto ($\cos \theta$) se incrementa y esta dado por la siguiente relación lineal:

$$\cos \theta = 1 + A(\gamma_0 - \gamma_{LV})$$

Donde γ_0 es el valor de la tensión superficial del líquido a la cual θ se aproxima a cero, y A es la pendiente de la línea.

Si la tensión superficial de la solución decrece con el incremento de la concentración del componente 2, entonces $d\gamma/dC_i$ es negativo, así que existe un exceso de componente 2 en la interface, con lo cual disminuye la tensión interfacial.

La adición de un elemento químico reactivo al metal líquido puede reaccionar también químicamente con los dispersantes, causando una reducción en la energía interfacial γ_{SL} , por la formación de un compuesto estable en la interfase. La estabilidad intrínseca de un



compuesto depende de la energía libre de su formación a partir de los elementos químicos individuales. Por lo tanto, un metal alcalino presente en el metal fundido puede químicamente reducir la superficie de varios cerámicos y vidrios formando óxidos, ya que la energía de formación de estos metales reactivos es generalmente más baja que la de los óxidos de otros metales [50].

La adición de aleantes a los baños para promover la mojabilidad entre la matriz líquida y la segunda fase (refuerzo) ha sido ampliamente usada por diversos investigadores. La adición de titanio al cobre líquido, disminuyó el ángulo de contacto con el zafiro [49]. La adición de magnesio al aluminio redujo el ángulo de contacto con grafito [50]. Adicionando magnesio al baño justo antes de la adición de partículas de $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, el refuerzo fue exitosamente dispersado en el baño de aluminio [50].

2.9.2. APLICACIÓN DE RECUBRIMIENTOS METÁLICOS.

La aplicación de una capa metálica al cerámico, esencialmente incrementa la energía superficial del sólido (γ_{sv}), promoviendo el mojado con el metal líquido [50]. Los metales líquidos siempre mojan a los metales sólidos y la mojabilidad es más alta en el caso de solubilidad mutua o la formación de compuestos intermetálicos.

El metal más frecuentemente utilizado como recubrimiento es el níquel. Los recubrimientos de níquel son usados especialmente para compuestos de aluminio. El níquel reacciona fuertemente con el aluminio para formar compuestos intermetálicos estables, de esta manera, el mojado es excelente. Sin embargo, la fragilidad de estos compuestos es perjudicial en las propiedades mecánicas del compuesto.

Otros elementos como la plata, el cobre y el cromo también se han usado para el mismo fin. La alta solubilidad de la plata en el aluminio provee buen mojado sin involucrar la formación de compuestos frágiles.

Cabe mencionar que la función primaria de los recubrimientos no es siempre el mejoramiento del mojado. Cuando la reacción entre el refuerzo y el metal es de mayor importancia (en especial cuando se trata de carbono), los recubrimientos son designados



para proveer una barrera de difusión. Dichos recubrimientos normalmente disminuyen el mojado. La mejor solución es entonces la aplicación de un segundo recubrimiento el cual promueva el mojado [51].

2.9.3. TRATAMIENTO DE LOS CERÁMICOS.

Otro método para acrecentar el fenómeno de mojado, es aquel que se analiza en el estudio enfocado a la modificación superficial del refuerzo, este ha sido realizado principalmente en el sistema SiC/Al. Laurent y colaboradores [52], estudiaron la mojabilidad del SiO₂ y del SiC oxidado con el aluminio, encontrando que la fuerte reactividad entre el aluminio y el SiO₂ no puede ser usado para mejorar el mojado de este metal sobre SiC. La razón es que la reducción de la sílica ocurre muy rápida y previa al mojado. En los dos sistemas al parecer la sílica actúa como fuente de oxígeno, lo cual causa la oxidación del aluminio, como consecuencia el ángulo de contacto encontrado en los sistemas a temperaturas inferiores a 800°C es el que se registra para el aluminio y la alúmina, o el que se registra para el aluminio sobre SiC a temperaturas mayores de 900°C

Bardal [53] trató térmicamente partículas de SiC a 1100°C produciendo una capa delgada la mojabilidad de estas partículas oxidadas y del SiC con una aleación de óxido en la superficie de las partículas, por medio de una técnica de infiltración estudio AlSi₆Mg. El encontró que las partículas oxidadas son más fácilmente mojadas que las partículas de SiC. A través de microscopía de transmisión se detectaron dos tipos de productos de reacción en la interface; espinelas Al-Mg y alúmina-aluminosilicatos amorfos. Los estudios indican que las espinelas formadas son más fácilmente mojadas por el aluminio que la alúmina o los aluminosilicatos. Así, las aleaciones de aluminio que contiene Mg mejoran el mojado en superficies oxidadas a través de la formación de la interface de espinelas [49].

2.9.4. EL USO DE FUNDENTES.

La mojabilidad en sistemas Al-cerámico está gobernada por la presencia de una capa de óxido que evita el contacto íntimo entre el Al líquido y el cerámico. Investigadores reportan



para sistemas Al-cerámico una transición no mojado-mojado a 750°C mediante la remoción mecánica de esta capa de óxido; mientras que para una gota oxidada, esa transición no mojado-mojado ocurre a 950°C [54].

Existe otro método para remover la barrera de la capa de óxido de aluminio; es el uso de fundentes. Las sales fluoradas, conocidas como agentes fundentes, tienen la capacidad de disolver el óxido de aluminio. Cuando el fundente es fundido (punto de fusión aprox. 545°C; fundente base K-F-Al) forma un menisco mojando las superficies sólidas tanto del material cerámico como de Al, y éste se esparce sobre el sustrato creando una atmósfera localmente protectora que evita la contaminación con oxígeno en la interfase metal líquido/sustrato. Las bajas tensiones en las interfases sólido/fundente y metal líquido/fundente, facilitan un esparcimiento y mojado instantáneo del Al líquido sobre el material cerámico. Además, el fundente disuelve y debilita la capa de óxido sobre el Al, dando lugar a una superficie limpia y brillante en el aluminio líquido [29, 30].

2.10. ÁNGULO DE CONTACTO EN EL SISTEMA Al-TiB₂.

El mojado del diboruro de titanio por el aluminio líquido ha sido escasamente investigado y existen muy pocos estudios publicados de la mojabilidad de TiB₂ en comparación con el estudio que han enfocado en otros sistemas. En la figura 2.10, Weirauch [55], evalúa y realiza la comparación de mojabilidad en condiciones de vacío a 1025°C del TiB₂, alúmina y grafito en donde obtiene ángulos de contacto de alrededor de 15°.

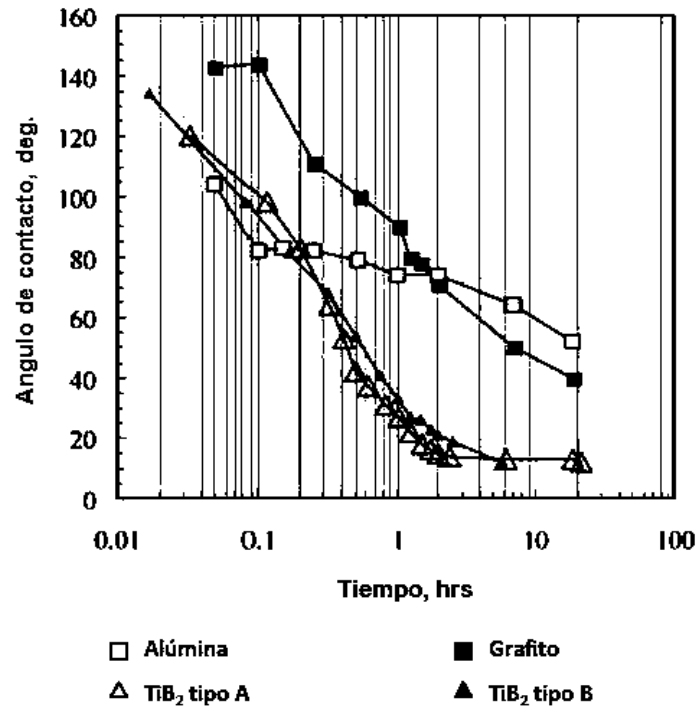


Figura 2.10 Comparación de mojabilidad del TiB₂, alúmina y grafito en condiciones de vacío a 1025 °C [55].

Por otro lado, Passerone [56] reporta ángulos de contacto de entre 38 -140 ° en una condición de vacío, variando la temperatura de 900-1250 °C.



CAPITULO III: METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

En el presente capítulo, se detalla el procedimiento experimental y técnicas empleadas durante la fabricación de materiales compuestos de matriz metálica, fabricados por la técnica de dispersión de partículas empleado un método de agitación mecánica (vórtice) asistida por un fundente, así como, la caracterización de las probetas resultantes; de igual manera incluye descripción de los equipos experimentales utilizados. El proceso general empleado en este trabajo se describe en el diagrama mostrado en la figura 3.1.

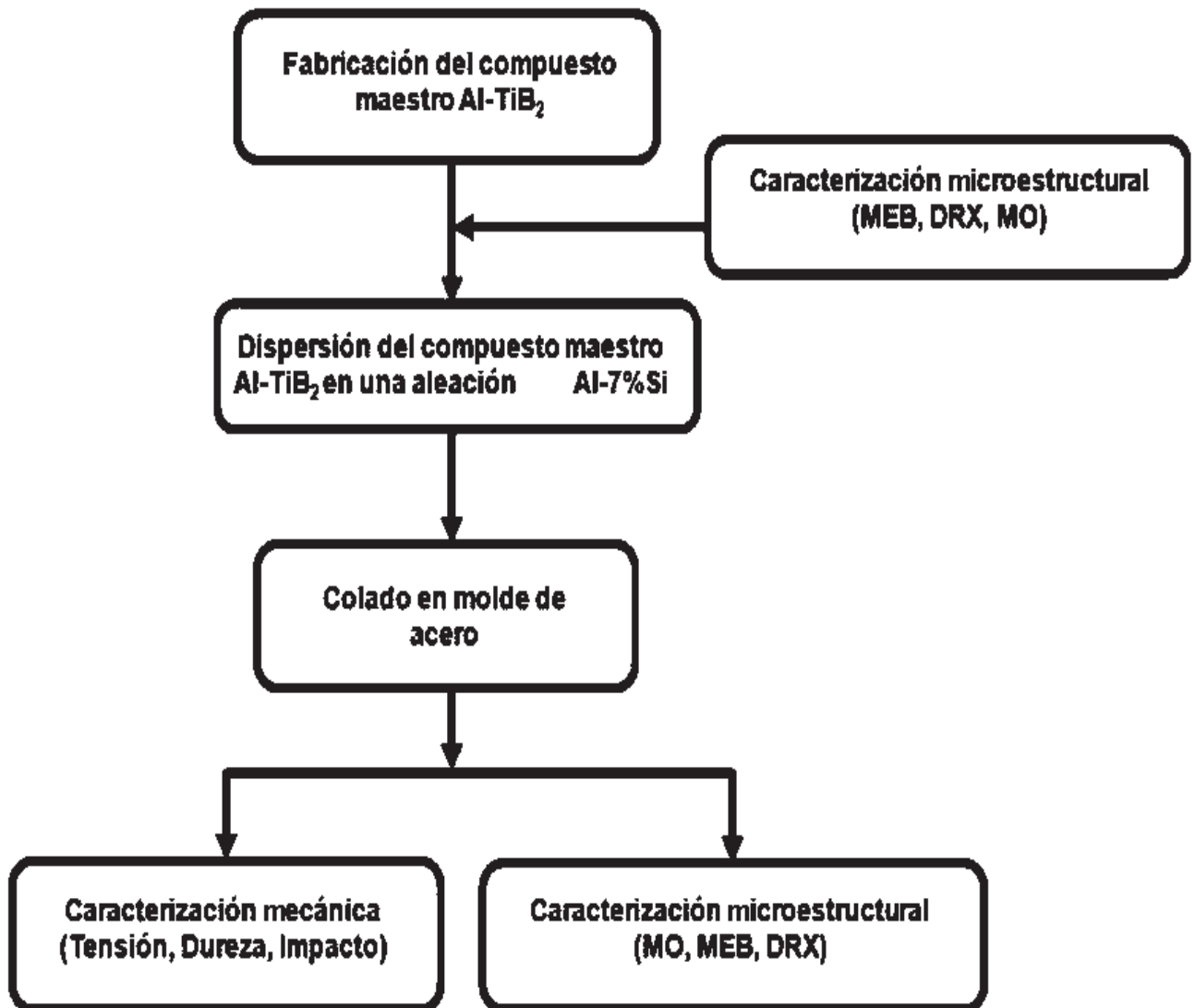


Fig. 3.1. Proceso experimental empleado para la fabricación del compuesto Al-TiB₂.



3.1 FABRICACIÓN DEL COMPUESTO MAESTRO Al-TiB₂.

En esta etapa del procedimiento experimental fue fabricado el compuesto maestro Al-TiB₂; para lograrlo se partió de polvos de Al, TiB₂ y fundente base K-Al-F; estos polvos fueron analizados para determinar la distribución de tamaño de partícula, posteriormente se midió el área superficial específica, empleando un equipo BET marca Horiba,

Para la fabricación del compuesto maestro, inicialmente el TiB₂, el aluminio y el fundente fueron mezclados en una relación en masa 2:2:1 respectivamente. La tabla 3.1 muestra el ajuste en proporciones para después de la adición del compuesto maestro en aluminio líquido obtener compuestos con 3, 6 y 9% en peso de TiB₂.

Tabla 3.1. Composiciones de las diferentes mezclas empleadas para preparar el compuesto maestro.

TiB ₂	Al	Fundente	Peso total (g)
4.35	4.35	2.17	10.87
8.7	8.7	4.35	21.75
13.05	13.05	6.5	27.6

3.1.1 COMPACTACIÓN.

Las diferentes mezclas de polvos obtenidas, se emplearon para la fabricación de pastillas (compuesto maestro), para ello se empleó el compactado uniáxial. El primer paso fue pesar los polvos, y colocarlos en un dado cilíndrico fabricado de acero grado herramienta (O1), con un diámetro interior de 25 mm (fig. 3.2).

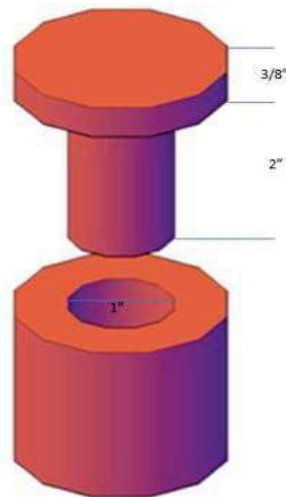


Figura 3.2. Esquema y dimensiones del dado empleado para la fabricación de las pastillas del compuesto maestro.

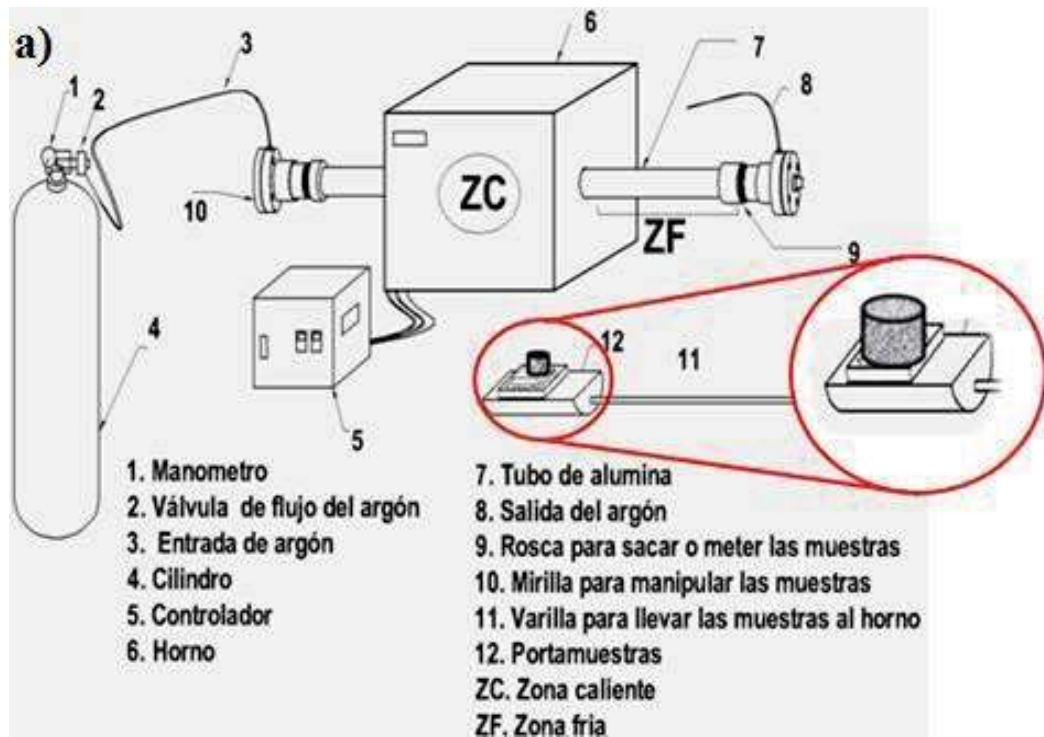
Teniendo los polvos en el interior del dado fue llevado a una prensa hidráulica CARVER (Figura 3.3), por medio de la cual se llevó a cabo el prensado uniáxial empleando una carga de 8 ton (154 MPa), una vez aplicada la carga; esta permaneció durante un tiempo de 2 minutos, para que la pastilla obtenida se estabilizara en dimensiones y prevenir su fractura al momento de ser retirada del dado. Los compactos obtenidos resultaron con dimensiones de aproximadamente de 25.4 mm de diámetro por 6.65 mm de alto, se fabricaron 40 compactos (pastillas) con la proporción antes mencionada (2:2:1 TiB₂: fundente: aluminio).



Figura 3.3 Prensa hidráulica CARVER.

3.1.2 CONSOLIDACIÓN DEL COMPUESTO MAESTRO.

Las pastillas del compuesto maestro, cuya composición es 2:2:1, fueron sometidas a un ciclo térmico en un horno horizontal CARBOLITE como se muestra en la Figura 3.4; el horno cuenta con un sistema de atmósfera controlada (argón), con el fin de reducir fenómenos de oxidación durante el calentamiento dentro del mismo.



b)



Figura 3.4. a) Esquema del horno empleado, así como la colocación de las pastillas dentro del mismo, b) Horno CARBOLITE.



El ciclo térmico empleado en esta etapa del proceso es descrito de manera gráfica en la figura 3.5, mismo que se llevó a cabo en tres etapas:

- Calentamiento de 25 °C a 680°C; 20°C/min.
- Permanencia de 20 minutos a 680°C.
- Enfriamiento hasta llegar a temperatura ambiente.

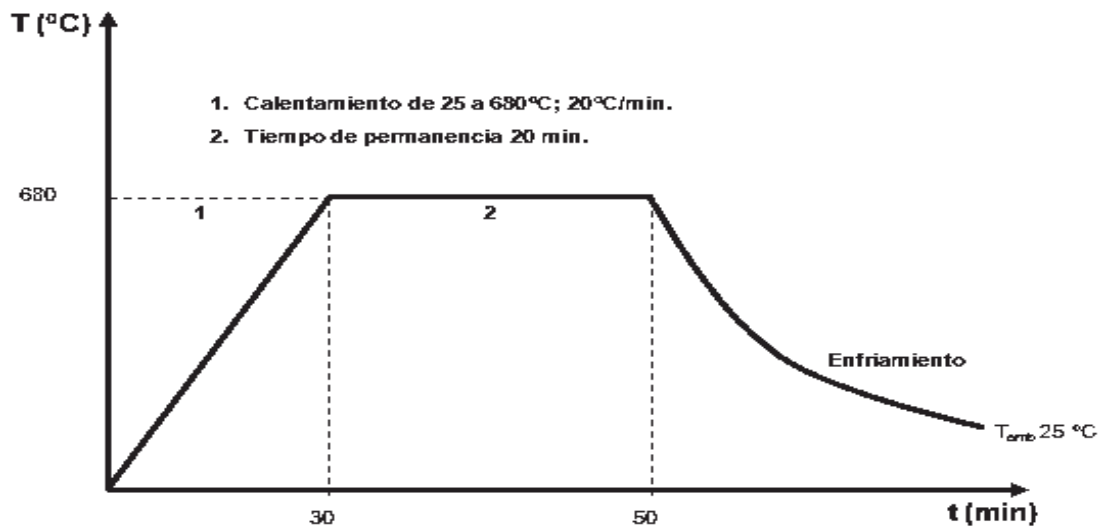


Figura 3.5. Ciclo térmico empleado para la fabricación del compuesto maestro.

3.2 INCORPORACIÓN Y DISPERSIÓN DEL COMPUESTO MAESTRO Al-TiB_2 EN UNA ALEACIÓN Al-7\%Si .

Para la obtención del material compuesto de matriz metálica con diferentes contenidos de refuerzo, se empleó una matriz metálica, en este caso una aleación Al-7\%Si , esta se fabricó a partir de un lingote de aluminio grado comercial (99.7%) del cual fueron cortados 127.1 g, mismos que se colocaron en un crisol de material refractario (SiC) para cada una de las cargas, posteriormente se introdujeron en un horno CARBOLITE CWF 1100 (Fig. 3.6), donde se elevó la temperatura hasta llegar a 750°C, para alcanzar el estado líquido del aluminio, permaneciendo a esa temperatura alrededor de 10 minutos, periodo durante el cual se adicionó 9.5 g de silicio, una vez agregado el silicio se dio un tiempo de 5



minutos de permanencia, para que dicho elemento se disolviera e incorporara en forma de elemento aleante al aluminio.



Figura 3.6 Horno Carbolite CWF 1100.

Posteriormente se procedió a la adición de los compactos del compuesto maestro (TiB_2 + fundente K-Al-F + Al) en el baño de metal fundido.

En esta etapa de la metodología experimental después de analizar los resultados obtenidos con el proceso de adición descrito en el párrafo anterior, se hizo una variante en el proceso: también fueron agregadas pastillas con los porcentajes de refuerzo ya mencionados, pero sin ser sometidos a la etapa de consolidación en el horno.

Cabe mencionar, que el tamaño de partícula de las pastillas que fueron sometidos al proceso de consolidación es de $3 \mu m$; mientras que el tamaño de partícula de las pastillas que no fueron sometidas a la etapa de consolidación es de $13 \mu m$ siendo mezcladas estas únicamente con el fundente base K-Al-F.

Los tiempos de permanencia de las pastillas dentro del metal fundido para permitir su disolución en el baño de metal fundido, variaron cada uno de los contenidos de refuerzo



mencionados; con tiempos de permanencia de 5 minutos para contenidos de 3%, 10 minutos para contenidos de 6% y 15 minutos para contenidos de 9%. Una vez transcurrido el tiempo de permanencia se procedió a la agitación mecánica durante 15 segundos (Fig. 3.7), a una velocidad de 695 rpm efectuada con el fin de homogenizar la dispersión de las partículas dentro del baño metálico, para enseguida ser colado en el molde, previa remoción de la capa de fundente residual en la superficie del baño metálico.

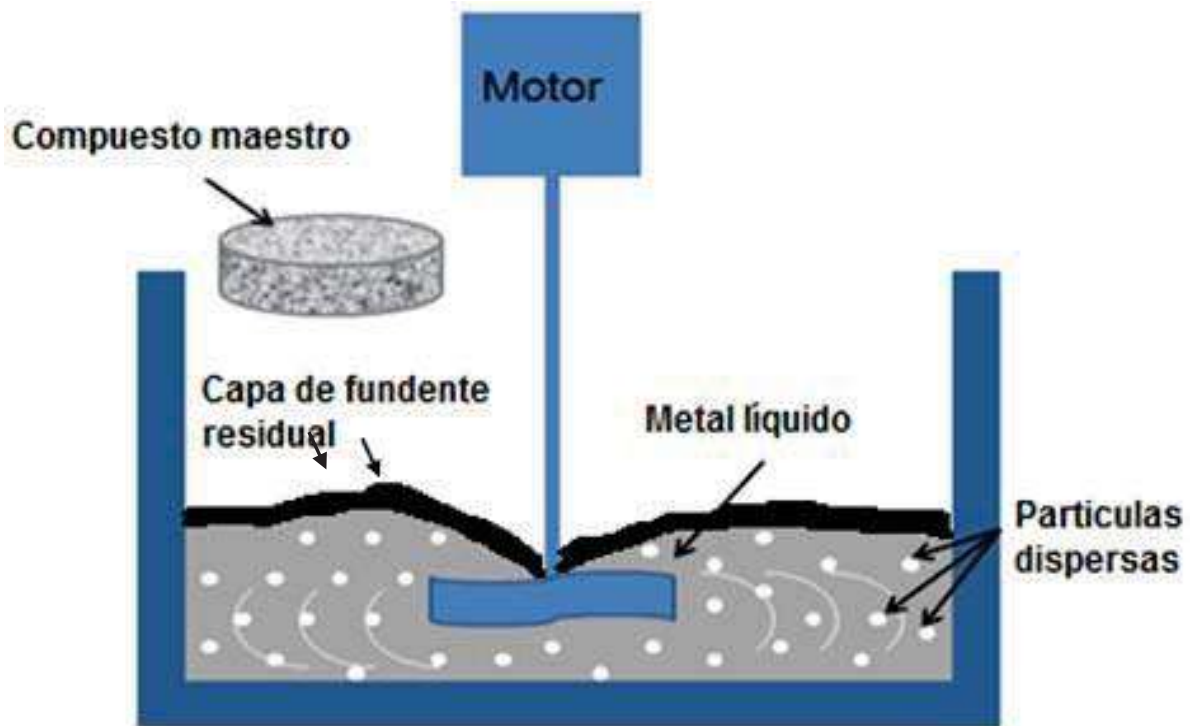


Figura 3.7. Esquema de la dispersión del compuesto maestro dentro del baño metálico, por medio de agitación mecánica.

La carga fundida se calculó para llenar un molde (Fig. 3.8) diseñado para fabricar probetas con dimensiones y forma específicas, las cuales tendrían una forma final como la mostrada en la figura 3.9.

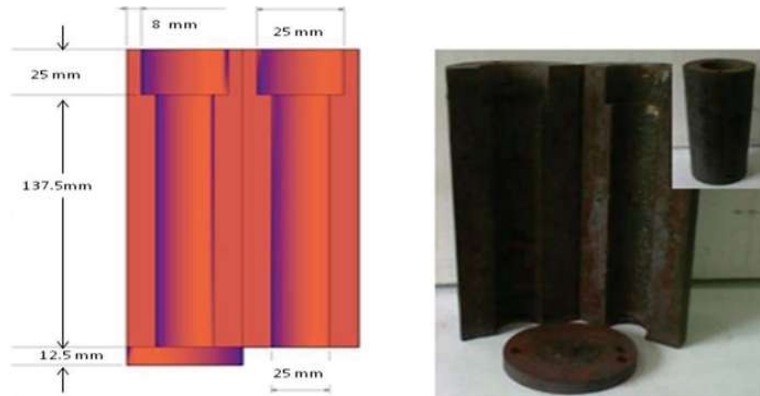


Figura 3.8 Molde de acero O1, para obtención de probetas del material compuesto.



Figura 3.9 Probeta obtenida liberada del molde.

3.3 CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL Y MECÁNICA.

3.3.1 MICROSCOPIA ÓPTICA.

Mediante esta técnica de análisis visual, las probetas fueron seccionadas en tres partes, marcando cada una de estas como parte inferior, central y superior respectivamente, para poder realizar una comparación en cuanto a contenido y distribución del refuerzo se refiere. Para ello se inicio dando una preparación mediante un proceso de desbaste en papel de carburo de silicio partiendo de lija grado 180 para terminar con lija grado 2000. A las muestras se les dio un acabado a espejo, por medio de un pulido en paño con pastas de diamante de 6, 3 y 1 μm en una pulidora Buehler Ecomet 3, empleando como medio de lubricación alcohol etílico. Posteriormente fueron observadas en el microscopio óptico Nikon mostrado en la figura 3.10.



Figura 3.10 Microscopio óptico.

3.3.2 DIFRACCIÓN DE RAYOS X.

La técnica de difracción de rayos X se utiliza como método para complementar el análisis de la microestructura, debido a que permite identificar las fases en los materiales fabricados.

Los análisis de difracción de rayos X, se realizaron con el equipo mostrado en la Figura 3.11 sobre las muestras pulidas de la parte media de cada muestra, de la cual una fue de aluminio- 7% silicio y las siguientes de Al-TiB₂ con 3, 6 y 9% de refuerzo de TiB₂ a las cuales se les realizó un barrido para 2θ de 20 a 90 ° con pasos de 0.02° por 1 segundo.



Figura 3.11 Equipo de difracción de rayos X SIEMENS D5000.



3.3.3 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (MEB).

El MEB permite el análisis de materiales a través de imágenes en escalas tan pequeñas como lo son los nanómetros (nm) y los micrómetros (μm). Las muestras pulidas fueron analizadas mediante el uso del MEB, para observar la microestructura obtenida después del proceso de colada, así como la homogeneidad de la distribución de las partículas en el baño metálico; el carácter metálico de las probetas analizadas permitió el libre flujo de electrones emanados del haz del filamento, lo que evita se carguen electrónicamente favoreciendo su estudio. Se obtuvieron imágenes en el modo de electrones secundarios y retro dispersados empleando un microscopio JEOL JSM-6400 (Figura 3.12). Se realizaron también análisis químicos puntuales y mapeos de distribución de elementos, mediante espectroscopía de rayos X por dispersión de la energía.



Figura 3.12 Microscopio electrónico de barrido JEOL JSM-6400.

3.3.4 MACROATAQUE.

Durante esta etapa del proceso, en el macroataque la solución empleada para llevar a cabo el revelado de grano fue una solución la cual tiene por nombre KELLER, cuya composición se muestra en la Tabla 3.2.



Tabla 3.2 Composición de la solución que se utilizó para el macroataque.

FORMULA	SOLUCIÓN	CANTIDAD (mL)
H ₂ O	Agua destilada	50
HCl	Acido clorhídrico	35
HNO ₃	Acido nítrico	12.5
HF	Acido fluorhídrico	2.5
		Total: 100

Este ataque permite revelar macroscópicamente los límites de grano. Para la realización de este ataque, las muestras fueron preparadas con un desbaste y pulido a espejo. El macroataque se realizó por frotamiento de las muestras con un algodón sobresaturado de la solución durante un tiempo de 8 segundos. Posteriormente la muestra se introdujo en agua destilada con la finalidad de limpiar la superficie de la probeta y en seguida se le limpio con alcohol para que esta se secura de una manera más rápida. Una vez teniendo estas superficies atacadas y limpias, se procedió a escanear las muestras para obtener imágenes digitales de la microestructura de los materiales compuestos Al-7% Si / TiB₂.

3.3.5 DUREZA.

Para el cálculo de la dureza de los materiales compuestos fabricados, se emplearon las probetas preparadas para el análisis en el MEB, efectuando el análisis a un total de 21 probetas, seis para cada uno de los contenidos de refuerzo (tres de cada zona, siendo estas inferior, central y superior). La determinación de la dureza, fue posible empleando la escala Rockwell H, escala que aplica una carga de 60 kg con un indentador esférico de 1/8".

El ensayo consiste en disponer el material sobre una superficie plana en la base de la máquina. Se aplica una precarga de 10 kg para reducir la deformación elástica de la



muestra, y entonces se aplica la carga total durante 15 segundos. Para determinar la dureza de los materiales compuestos, el ensayo se repitió siete ocasiones en diferentes zonas de las distintas probetas, como se muestra en la figura 3.13; de los valores obtenidos, se eliminó el mayor y el menor para finalmente calcular el promedio.



Figura 3.13 Esquema del arreglo en que se efectuaron las indentaciones a las probetas (25 mm de diámetro y 10 mm de espesor) ensayadas y forma de la probeta para los ensayos de dureza.

3.3.6 ENSAYOS DE TENSIÓN.

Este ensayo es importante para conocer las cargas que pueden soportar los materiales en determinadas condiciones. El ensayo destructivo más importante es el ensayo de tensión, en donde se coloca una probeta en una máquina consistente de dos mordazas, una fija y otra móvil. Se procede a medir la carga mientras se aplica el desplazamiento de la mordaza móvil.

Las muestras que se obtuvieron, fueron maquinadas para obtener las dimensiones de acuerdo a las especificaciones de la norma ASTM B 557M-94, obteniendo finalmente las probetas con las dimensiones mostradas en la figura 3.14. Una vez obtenidas las probetas se procedió a realizar los ensayos, el número de ensayos que se realizaron fue de 24. La máquina que se utilizó para realizar los ensayos de tensión es Zwich/Roell Z100, en la cual se programó una velocidad de desplazamiento del cabezal de 0.016 mm/s. para obtener como resultados el esfuerzo fluencia, la resistencia máxima, y el



porcentaje de elongación. Para cada material fabricado se ensayaron 3 probetas y como referencia se tomo la aleación Al-7% Si.

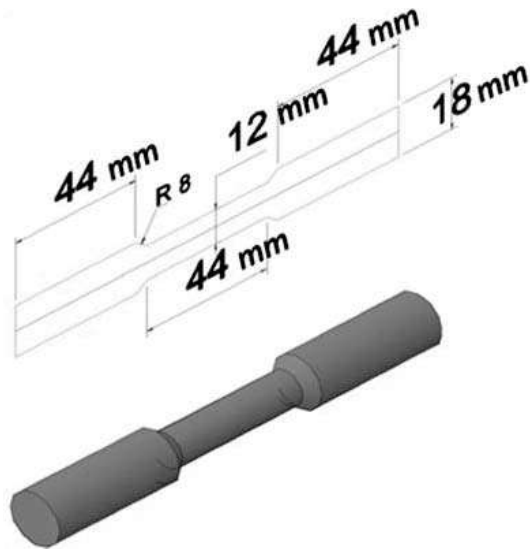


Figura 3.14 Dimensiones de probeta según norma ASTM B 557M-94.

CAPITULO IV: RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

4.1 CARACTERIZACIÓN DE LOS POLVOS.

Las características morfológicas y en distribución de tamaño de partícula de los diferentes polvos empleados en este trabajo se muestran en las Figuras 4.1 y 4.2. Se utilizaron dos diferentes polvos de TiB_2 , uno de tamaño fino y otro con partículas de mayor tamaño, como material de refuerzo para la fabricación de los materiales compuestos. El polvo fino se caracteriza por una geometría regular con forma equiaxial con un tamaño promedio de partícula de $1.4 \mu m$ y una distribución de tamaño de partícula estrecha entre 0.3 y $3 \mu m$, y un área superficial específica de $1.82 m^2/g$. Aunque la imagen de la Figura 4.1 a) muestras algunas partículas muy bastas.

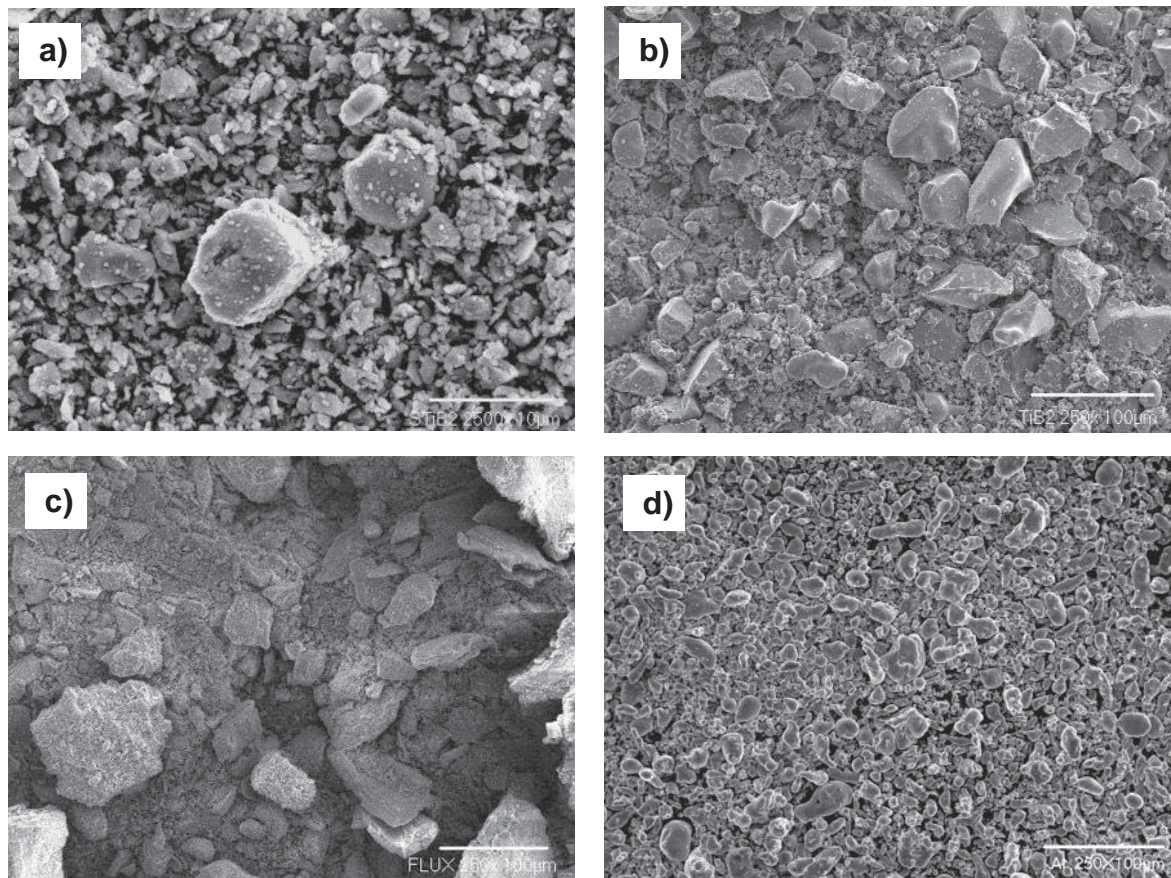


Figura 4.1 Imágenes por MEB de los polvos empleados; a) TiB_2 , b) TiB_2 , c) fundente base K-Al-F y d) aluminio.

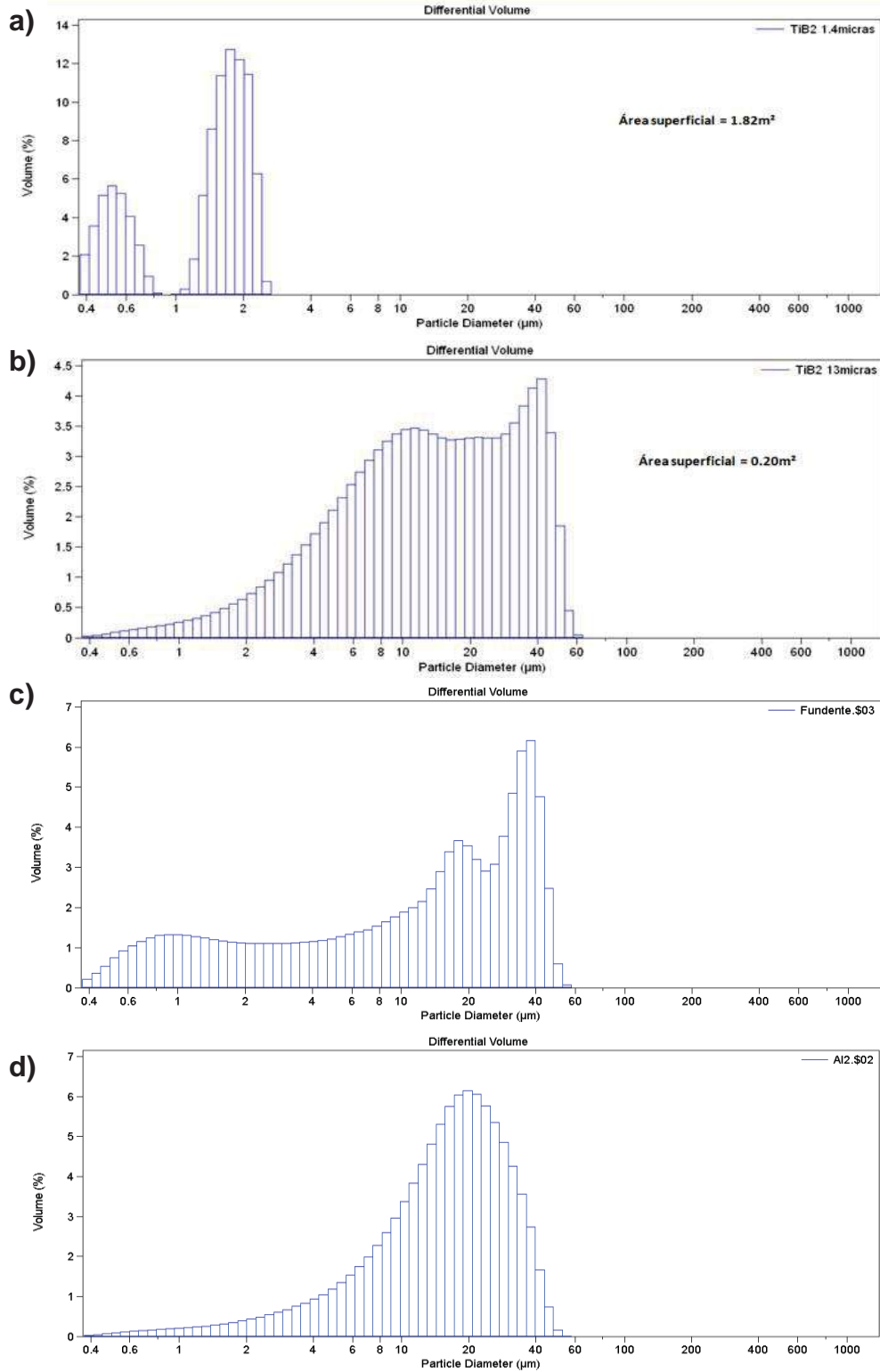


Figura 4.2 Gráficas de la distribución del tamaño de partícula de los polvos empleados; a) TiB_2 , b) TiB_2 , c) fundente base K-Al-F y d) aluminio.



El polvo de TiB_2 basto muestra una morfología muy irregular y angular en sus bordes. El tamaño promedio medido para este polvo fue de $13 \mu m$, con tamaños de partículas entre 0.4 y $60 \mu m$, y un área superficial específica de $0.2 m^2/g$. En la imagen de la Figura 4.2 b) se observa que una gran cantidad de partículas son inferiores al tamaño de partícula promedio medido. En lo que respecta al fundente base K-Al-F, este está compuesto por partículas de tamaño submicrónico que se aglomeran formando partículas más grandes, este detalle se observó en el MEB a altas magnificaciones. De acuerdo a la información de la gráfica de la Figura 4.2 c), el tamaño promedio de este polvo es de $17.3 \mu m$ con un rango de tamaños entre 0.3 y $60 \mu m$. La imagen de la Figura 4.1 c) revela que hay muchas partículas o aglomerados por arriba del máximo de este rango. El área superficial específica medida fue de $1.48 m^2/g$. El polvo de aluminio utilizado tiene una geometría esférica en muchas partículas, ovoidal y elongada en muchas más. Su tamaño promedio es de $17.6 \mu m$ con una distribución de tamaño de partícula de 0.3 a $60 \mu m$.

Finalmente, la Figura 4.3 complementa la caracterización de los polvos utilizados en este trabajo, mostrando los patrones de difracción de rayos X de los dos polvos de TiB_2 y el fundente. En lo que se refiere a los dos polvos de diboruro de titanio, ambos materiales muestran las reflexiones características de este compuesto, el cual presenta una estructura cristalina hexagonal. El difractograma del fundente base K-Al-F, presenta un patrón de difracción complejo en el cual se identificaron reflexiones correspondientes a los compuestos KF , AlF_3 , K_3AlF_6 y $KAlF_4$. Es importante tener en cuentas que el fundente utilizado es un subproducto de la producción de refinadores de grano de aluminio, en donde sales fluoradas (K_2TiF_6 y KBF_4) reaccionan para formar TiB_2 , dejando como residuo una escoria que está formada por una mezcla de K_3AlF_6 y $KAlF_4$, en una proporción cercana a la composición eutéctica en el sistema binario $KF-AlF_3$, con un punto de fusión de aproximadamente $545^\circ C$ (Esta temperatura fue estimada a partir de un termograma del fundente, el diagrama binario indica una temperatura de fusión de $558^\circ C$).

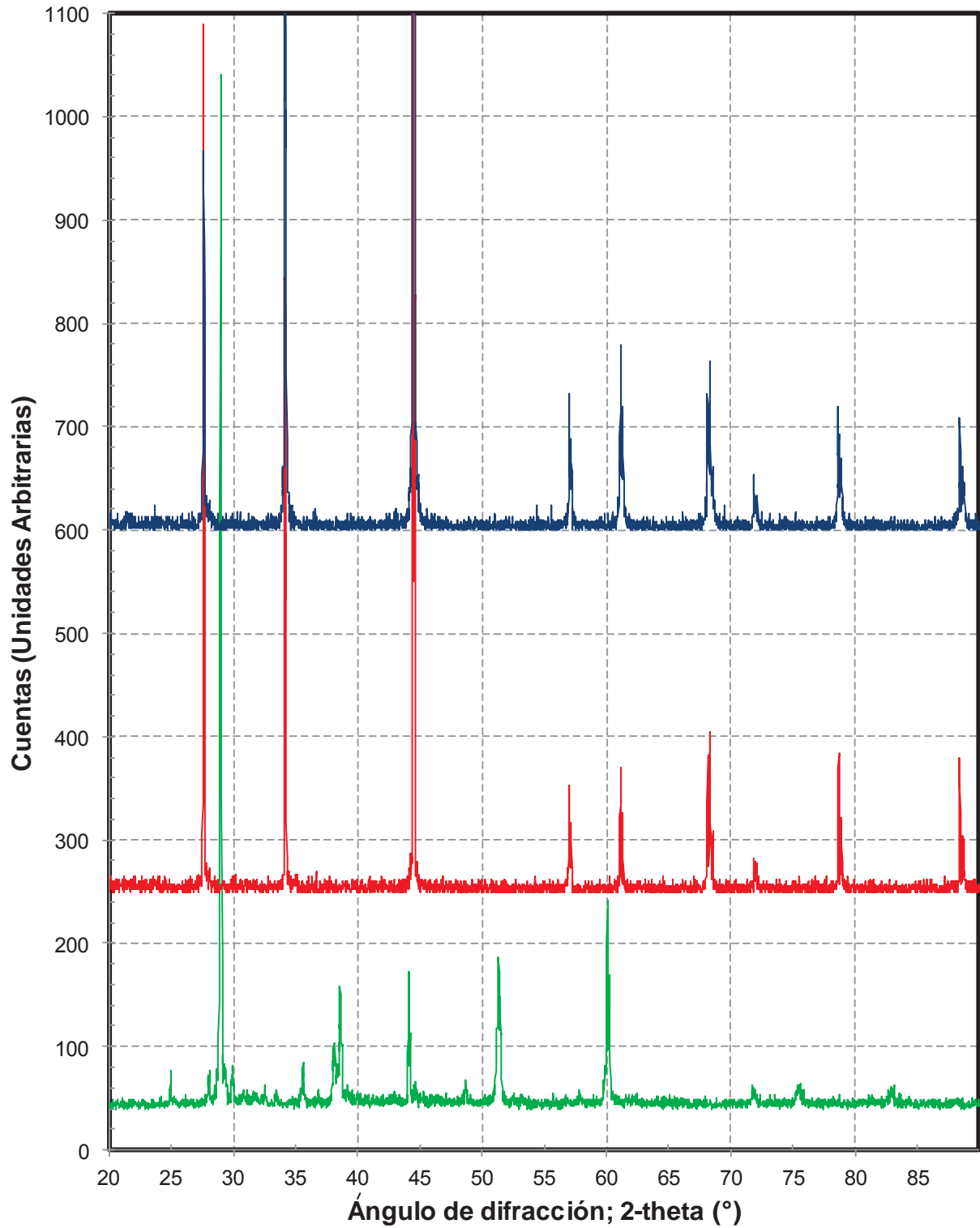


Figura 4.3 Patrones de difracción de rayos X de los polvos de; TiB₂ (fino y basto) y del fundente base K-Al-F.

4.2 CARACTERIZACIÓN DEL MATERIAL COMPUESTO MAESTRO.

Los compactados TiB_2/Al /fundente fueron caracterizados microestructuralmente posterior al ciclo térmico de consolidación. En principio, se observó un exceso de fundente en la superficie de las pastillas obtenidas y alrededor de la pastilla sobre el crisol de grafito que contenía las pastillas de material compuesto maestro. Esta observación indica que una buena fracción de fundente fue expulsado del interior de las pastillas, esto se explica por el hecho de que el aluminio y el fundente no son miscibles en estado líquido. La Figura 4.4 muestra la microestructura del material compuesto maestro observada en el MEB. Se observa que tiene una estructura porosa y que no obstante que una buena fracción del fundente fue expulsado de la pastilla, existe fundente residual atrapado en el material compuesto maestro. Este detalle se deduce de las regiones que se ven blancas (lo que indica una fase no conductora) en la imagen izquierda de la Figura 4.4 y se comprueba a través de la composición del microanálisis mostrado en la Tabla 4.1, el cual corresponde al número indicado en la imagen derecha de la Figura 4.4. Este microanálisis identifica plenamente una partícula de TiB_2 , y la presencia de K y F en la cuantificación evidencia la presencia de fundente residual. El patrón de difracción de rayos X complementa la caracterización del material compuesto maestro, en donde se identifican plenamente la presencia del TiB_2 y el aluminio, mientras que por esta técnica también se confirma la presencia de fundente residual al identificarse algunas reflexiones del compuesto KAIF_4 , el cual también se identificó en el difractograma del fundente. Además de estas fases, no se encontró algún compuesto adicional.

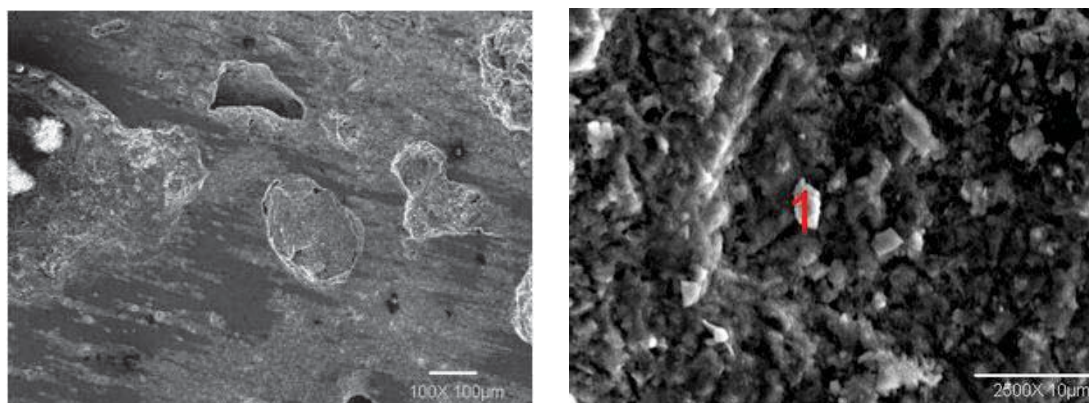


Figura 4.4. Micrografías del compuesto maestro TiB_2/Al .



Tabla 4.1 Composición del compuesto maestro correspondiente al punto 1 de la Figura 4.4.

Elemento	[% atómico]	[% peso]
Oxígeno	23.86	15.28
Flúor	7.8	5.98
Aluminio	9.49	10.20
Silicio	0.92	1.06
Potasio	0.45	0.73
Calcio	0.22	0.40
Titanio	28.14	53.84
Boro	28.89	12.47
	100%	100

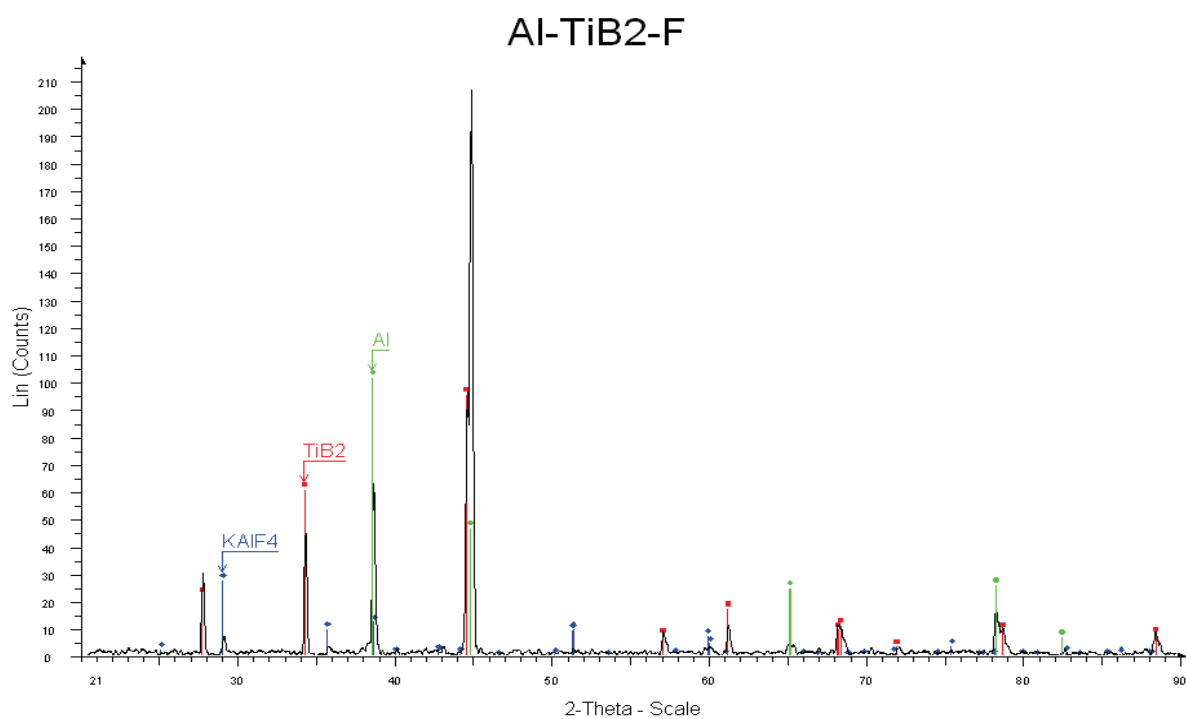


Figura 4.5. Patrón de difracción de rayos X del compuesto maestro.



Una de las ventajas de este proceso además de reducir tiempos y temperaturas de operación, es que se obtiene un material compuesto sin fases secundarias formadas en la estructura o morfología final del material compuesto reforzado con partículas de TiB_2 , como se obtienen en otros procesos como lo reporta Yue et al. [57] en su investigación en la cual encontraron que en un material compuesto de matriz metálica de aluminio en procesos in-situ son obtenidas distintas fases secundarias como el Al_3Ti y el AlB_2 , las cuales se aprecian en los difractogramas de la Figura 4.6 y se corrobora en las micrografías del material obtenido, que van a alterar las propiedades finales del material.

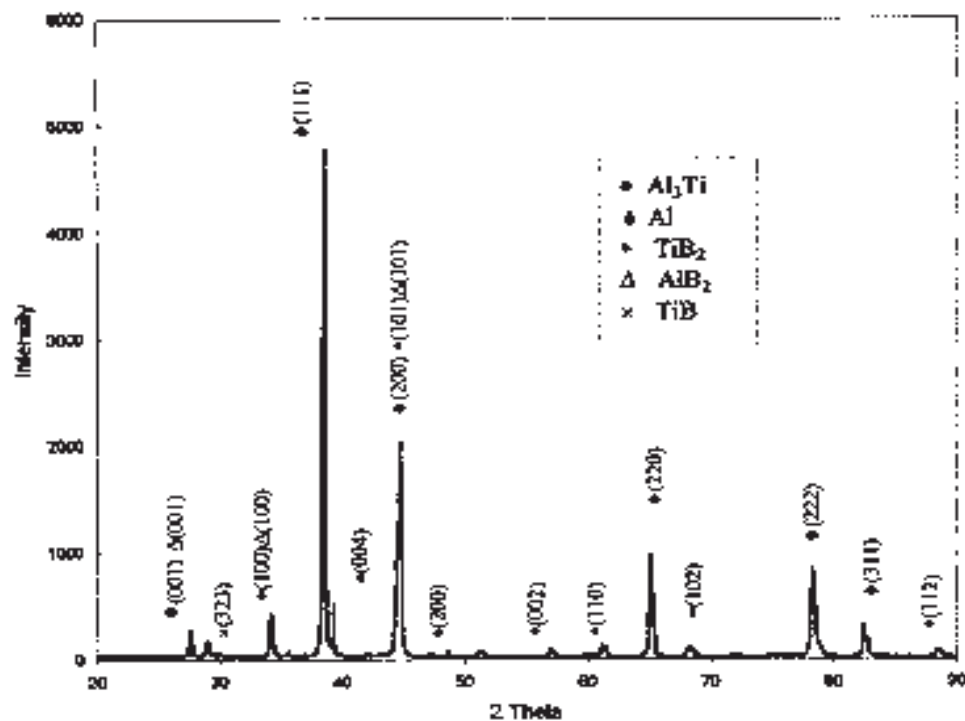


Figura 4.6 Patrón de difracción de rayos X del material compuesto Al/TiB_2 preparado In-situ a $850\text{ }^\circ\text{C}$ [57].

Otros investigadores como Tee et al. [58] y Yue et al. [57] fabrican MCM con un refuerzo de partículas cerámicas TiB_2 por un proceso In situ mediante el método de vórtice y en sus resultados muestran también la formación de fases secundarias no deseables para el MCM como se observa en sus difractogramas mostrados en la Figura 4.7, donde estudian la formación del Al_3Ti y el TiB_2 así como el cambio de

morfología con respecto del tiempo y temperatura de reacción. Identifican claramente la formación del TiB_2 , así como la inevitable formación del Al_3Ti , con geometrías aciculares, que obstruye la distribución de las partículas de TiB_2 (figura 4.6), y baja la ductilidad del material.

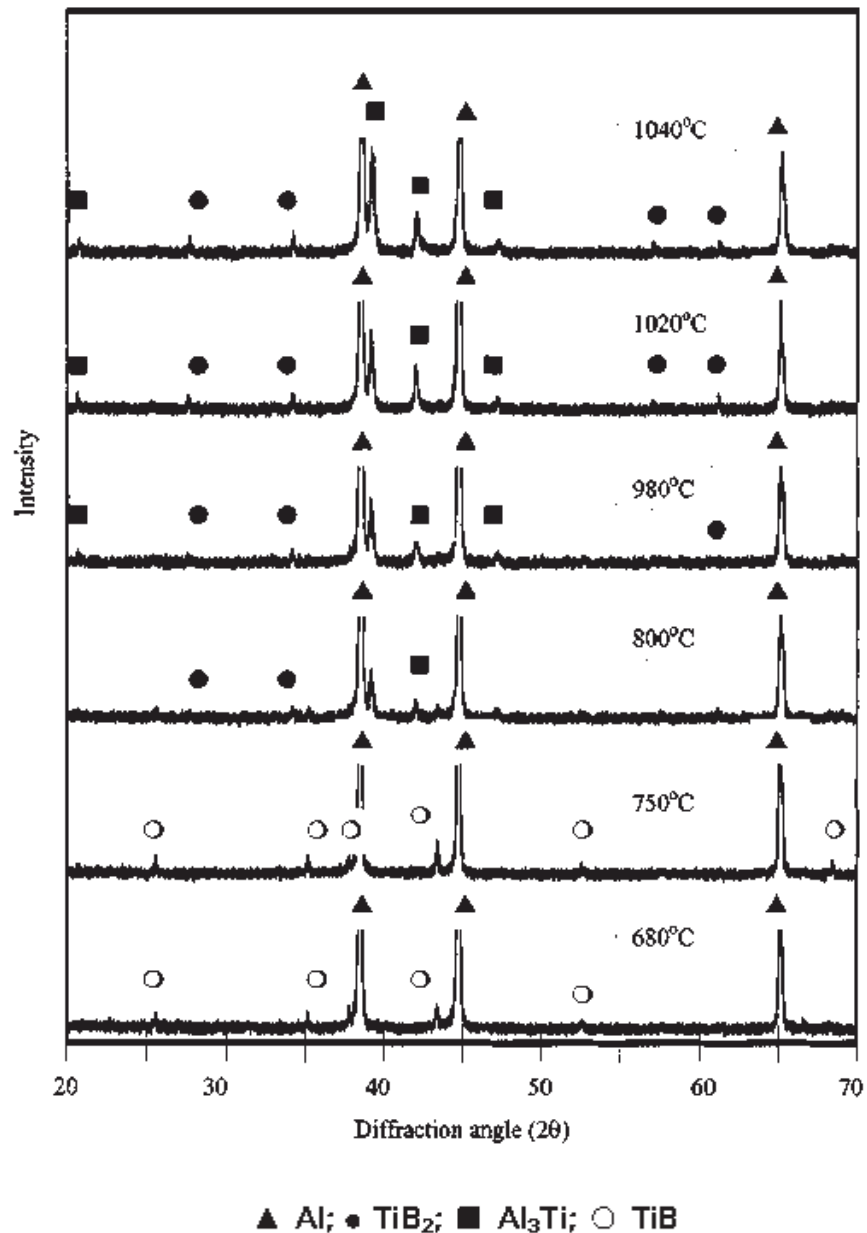


Figura 4.7 Efecto de la temperatura de procesamiento en las fases formadas al procesar in situ el material compuesto Al/ TiB_2 [58].

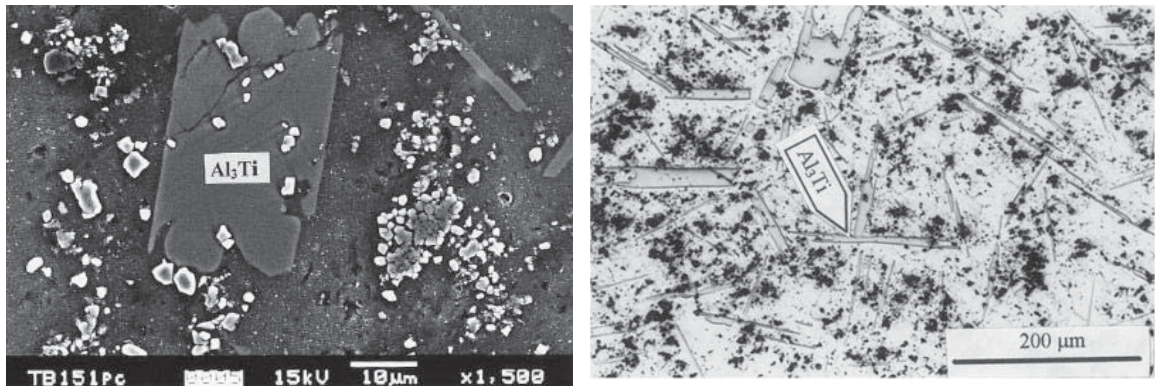


Figura 4.8. Distribución de las partículas de TiB_2 con respecto a las hojuelas de Al_3Ti [57, 58].

4.3 INCORPORACIÓN Y DISPERSIÓN DEL MATERIAL COMPUESTO MAESTRO Al/TiB₂ EN UNA ALEACIÓN Al-7%Si.

4.3.1 CARACTERÍSTICAS MACROESTRUCTURALES DE LOS MATERIALES COMPUESTOS.

En esta etapa de la caracterización se presentan los resultados de los macroataques que se les fueron practicados a las muestras en las secciones transversales. En las imágenes de las Figuras 4.9 y 4.10 se revela claramente la morfología de la estructura de grano y el efecto que tiene la incorporación de las partículas de TiB_2 . La Figura 4.9 a) muestra la morfología de la estructura de grano tanto en la parte superior, media e inferior para la aleación Al-7%Si. En este caso, la macrografía revela una estructura de grano columnar en la periferia de la pieza y una zona bastante amplia de grano cuasi-equiaxial. En las Figura 4.9 b), c) y d) se presentan las muestras para los diferentes niveles de adición de TiB_2 . Se observa claramente que la incorporación de las partículas de refuerzo reduce el tamaño de grano con el incremento de la fracción en peso de TiB_2 . Para la muestra con 9% de TiB_2 , esta tendencia no se cumple, esto puede ser debido a que para esta cantidad de refuerzo, no se obtiene una dispersión homogénea de las partículas, pues a la escala macro se observan aglomeraciones de las partículas, principalmente en la parte superior de la muestra. Esto indica que para lograr una buena incorporación y dispersión de las partículas de TiB_2 superior al 6% en peso, se debe modificar el procedimiento seguido. La muestra con 6% de TiB_2 muestra el mayor refinamiento de grano y esta característica es

uniforme a lo largo de la pieza colada. Aunque en las macrográficas mostradas no se logra apreciar, en las diferentes muestras se apreció a simple vista porosidad en el centro de las mismas.

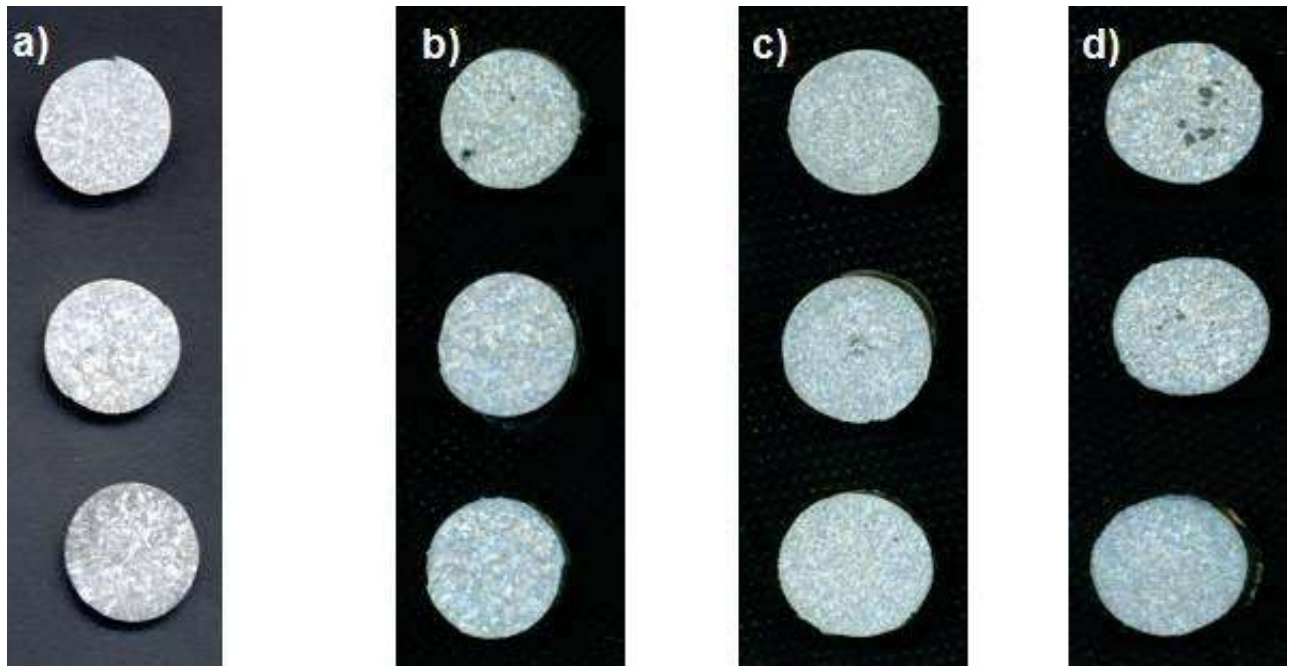


Figura 4.9. Macrográficas de los cortes transversales de los materiales producidos a tres diferentes niveles de las piezas coladas (de arriba hacia abajo; parte superior, media e inferior). a) Pieza de referencia aleación Al-7%Si y materiales compuestos con matriz Al-7%Si y adiciones con; b) 3%, c) 6% y d) 9% de TiB_2 (3 μm).

Estos resultados muestran claramente que el TiB_2 no pierde su potencial para actuar como nucleante en una aleación de aluminio con alto contenido de silicio, caso contrario como ocurre con el TiC , en donde aparte de perderse este potencial ocurre el llamado “envenenamiento” al descomponerse este compuesto en fases que no actúan como sustratos que favorezcan la nucleación de granos durante la solidificación.

Lo anterior concuerda con el estudio efectuado por Egizabal [59], en donde una de sus conclusiones que ellos obtuvieron es que las partículas cerámicas de diboruro de titanio,

TiB₂, es una posibilidad muy atractiva debido a su estabilidad en el aluminio y su doble acción de refinador de grano y refuerzo.

En la Figura 4.10 se muestran el compuesto con las mismas adiciones de partículas de refuerzo de TiB₂ solo que con las partículas de 13 μm, y se aprecia que se obtuvieron comportamientos similares en la morfología de tamaño de grano en las distintas secciones de los especímenes. Este refuerzo de mayor tamaño también actúa como refinador de grano y es probable que para la muestra con 6% de TiB₂ se haya logrado una mejor incorporación y dispersión de las partículas, pues se observa un mayor efecto en el tamaño de grano. Para la muestra con 9%, las aglomeraciones de refuerzo son evidentes, pero aun así, el refinamiento de grano de las partículas es muy notorio. Para esta última pieza, estos problemas de aglomeración se observaron en la superficie de la pieza sin seccionarse.

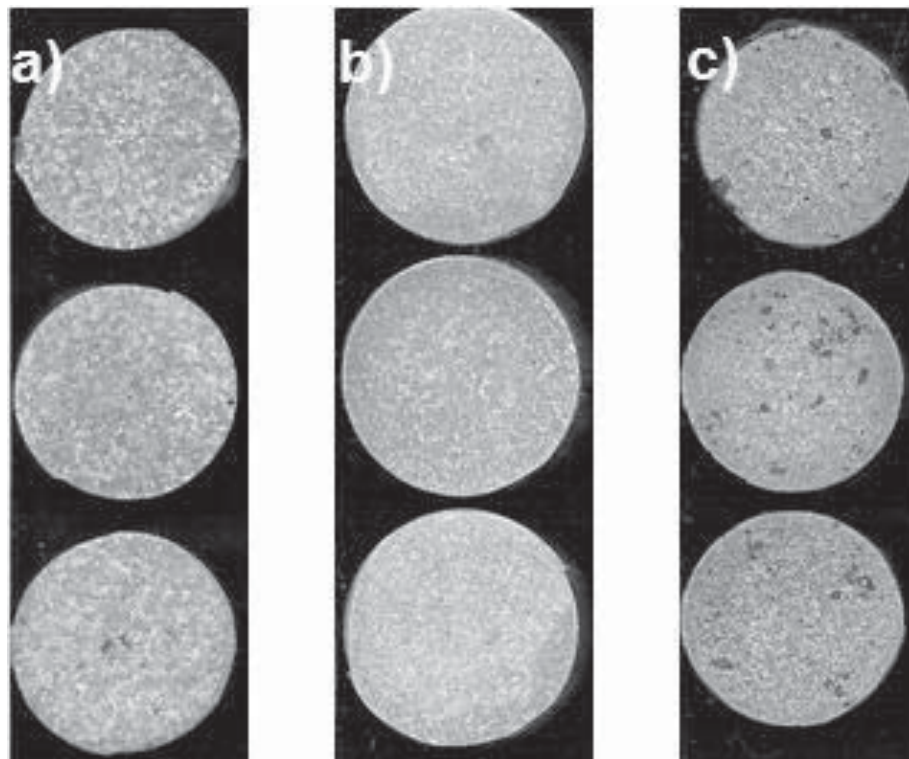


Figura 4.10. Macrografías de los cortes transversales de los materiales producidos a tres diferentes niveles de las piezas coladas (de arriba hacia abajo; parte superior, media e inferior). Materiales compuestos con matriz Al-7%Si y adiciones con; b) 3%, c) 6% y d) 9% de TiB₂ (13 μm).



4.3.2 CARACTERÍSTICAS MICROESTRUCTURALES DE LOS MATERIALES COMPUESTOS.

La Figura 4.11 muestra los resultados para los diferentes porcentajes de adición de TiB_2 de $3\ \mu m$. En el arreglo de micrográficas capturadas en el microscopio óptico se muestra la parte superior, media e inferior.

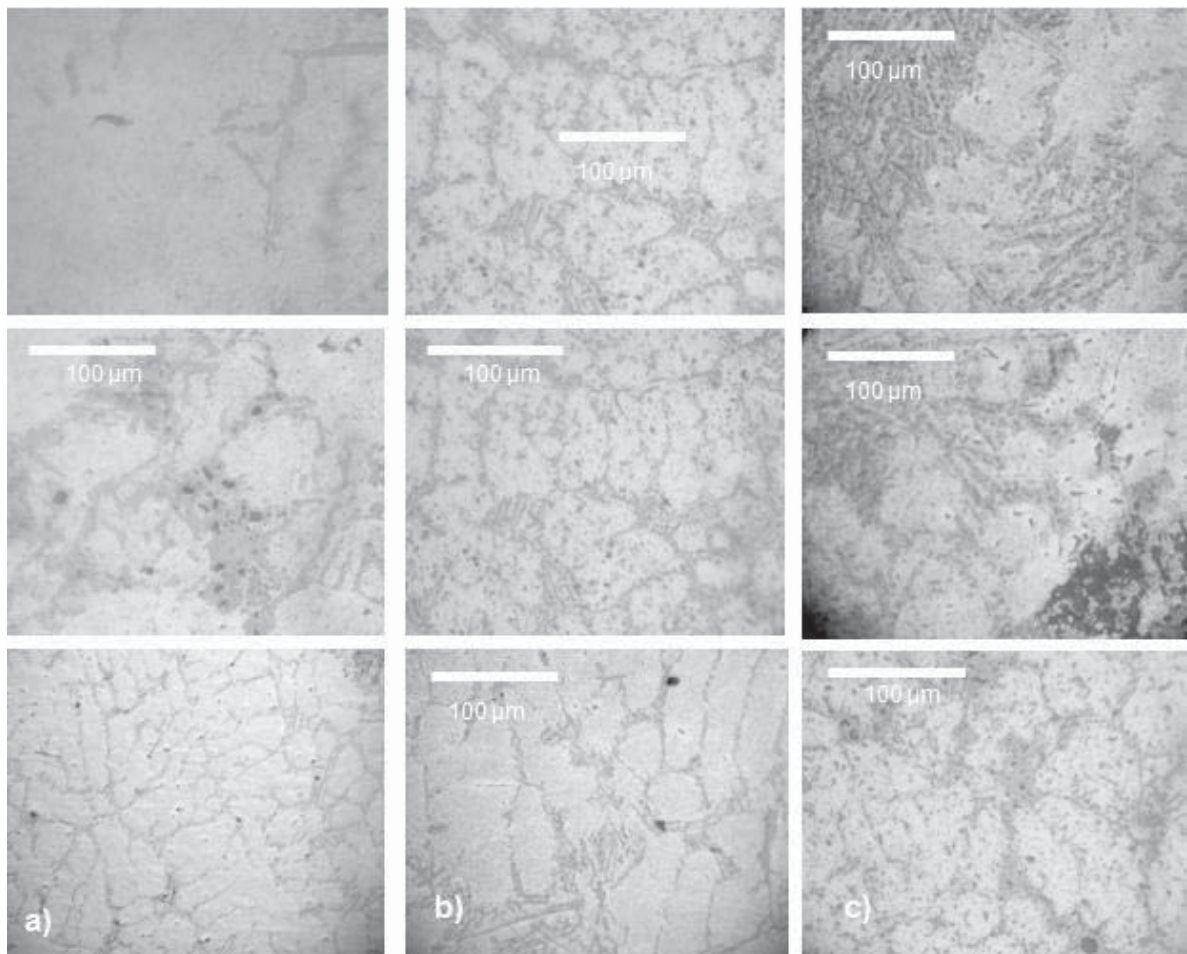


Figura 4.11 Microestructura del material compuesto observado a 500x con; a) 3%, b) 6% y c) 9% en peso respectivamente de TiB_2 de $3\ \mu m$, con agitación moderada.

En la Figura 4.11 a), se puede observar que con un contenido de 3 % de refuerzo los granos se encuentran muy alargados y el contenido de las partículas de refuerzo dentro de la matriz se encuentran muy separadas unas de otras la cual se debe al poco contenido de partículas de TiB_2 . En la Figura 4.11 b), se observan las micrográficas para una adición de 6 % revela que en la parte inferior de esta muestra la concentración de



partículas de reforzamiento es mucho menor que en la parte media y superior. En estas muestras se pudo observar que las partículas se encuentran en las partes de las orillas del límite de grano. Para 9% de TiB_2 se aprecia la tendencia a tener un contenido de refuerzo un tanto mejor distribuido uniformemente pero con algunos racimos de partículas segregadas. Otra característica que se puede resaltar es que la adición de las partículas de TiB_2 modifica la morfología y tamaño de los precipitados de la matriz.

Durante el desarrollo experimental también se fabricaron materiales compuestos con partículas de $13\ \mu m$ con contenidos de refuerzo de 6% y 9%. En la Figura 4.12 se muestran micrografías ópticas de los materiales con adiciones de 6 y 9% de TiB_2 . En estos materiales se observaron características similares a las del polvo de $3\ \mu m$, pero con una mejor distribución de las partículas, produciéndose materiales más homogéneos, sobre todo para la adición de 6%.

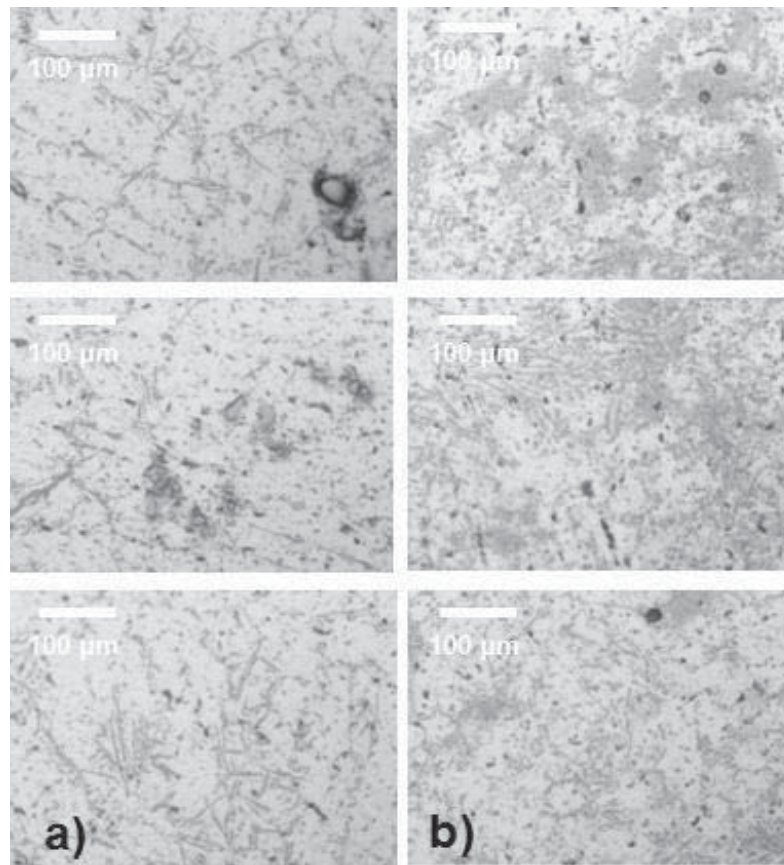


Figura 4.12. Microestructura del material compuesto reforzado con a) 6% y b) 9% en peso de TiB_2 con tamaño de partícula de $12\ \mu m$ y agitación mecánica (De arriba hacia abajo, parte superior, media e inferior).

4.3.3 CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL DE LOS MATERIALES COMPUESTOS POR MEDIO DE MEB.

La Figura 4.13 muestra una comparación entre micrografías tomadas a probetas fabricadas con Al-7%Si (matriz), 3, 6 y 9% de refuerzo TiB_2 , para lo cual además de la aleación Al-7%Si, empleada como matriz, se utilizó agitación moderada y partículas cerámicas de 3 μm de tamaño. En las micrografías, se observa claramente la segregación de racimos de partículas para todos los niveles de adición de TiB_2 .

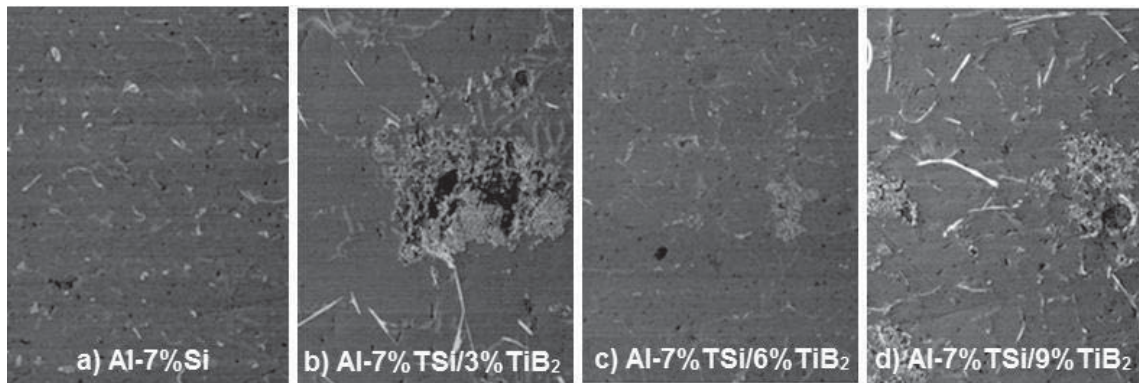


Figura 4.13 Comparación de micrografías de la parte central de las probetas, fabricadas con agitación y reforzadas con partículas de TiB_2 de tamaño de partícula promedio de 3 μm (250X).

La Figura 4.14 muestra la microestructura de los materiales fabricados con partículas de 13 μm . Se aprecian aglomeraciones de partículas y las que no están aglomeradas se alojan en las regiones interdendríticas de la matriz Al-7%Si. Estas muestras fueron procesadas con la ayuda de agitación mecánica para favorecer una mejor distribución de las partículas con respecto a lo observado en las muestras con partículas de 3 μm . En las muestras se observa una gran cantidad de microporosidad, parte de esta porosidad es debido al desprendimiento de las partículas durante la preparación metalográfica, lo cual puede ser un indicativo de baja adhesión entre el refuerzo y la matriz.

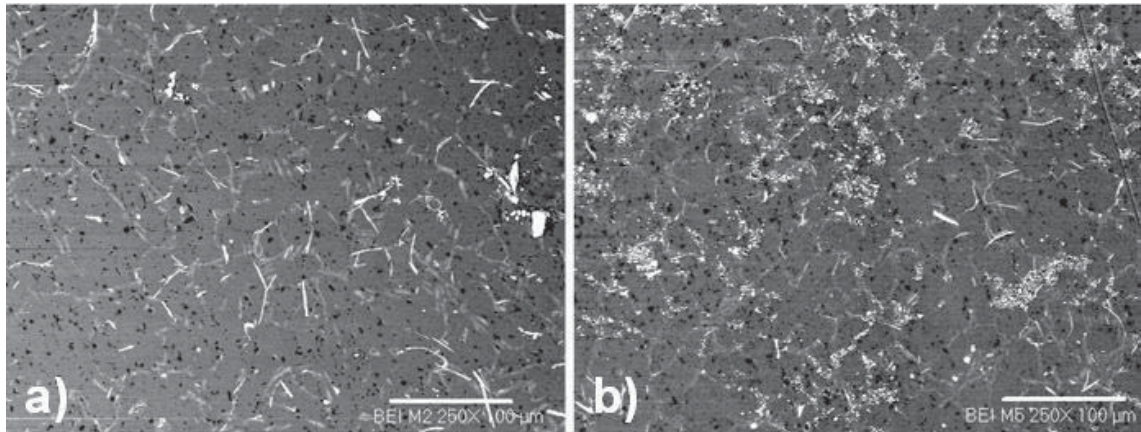


Figura 4.14 Micrografías de la parte central de las probetas fabricadas con agitación y partículas de 13 μm de TiB_2 .

Los análisis químicos puntuales a las diversas probetas preparadas con 0,3, 6 y 9% de refuerzo, con tamaño de partícula de 3 μm , son mostrados en las tablas 4.2 y 4.3 las cuales muestran los datos de los contenidos de diversos elementos contenidos en las mismas. Para los análisis puntuales se eligieron cada una de las diferentes fases encontradas en las superficies examinadas, tal y como se muestra en la Figura 4.15.

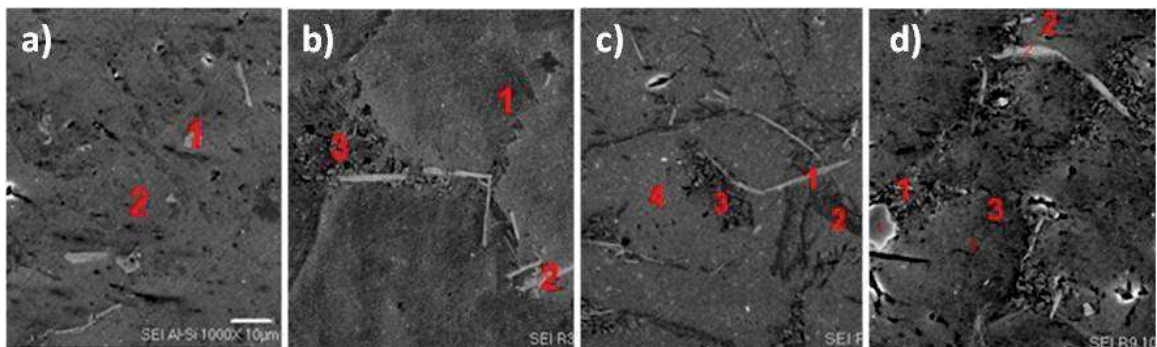


Figura 4.15. Análisis químicos puntuales de las probetas fabricadas con agitación y partículas de 3 μm de TiB_2 , tomadas a 1000x.



Tabla 4.2. Composiciones químicas, determinada en % en peso de las probetas con 0 y 3% de refuerzo, fabricadas con agitación moderada.

Elemento	Probeta Aleación Al-7%Si		Probeta Al-7%Si/3% TiB ₂		
	Composición %peso		Composición %peso		
	P1	P2	P1	P2	P3
Titanio					84.4
Aluminio	53.7	2.4	94.2	59.8	11.1
Carbón		3.1	2.1	2.0	
Oxígeno		84.1	2.7	2.0	
Silicio	20.1			12.6	4.4
Manganeso	0.64			0.4	
Hierro	25.4			22.9	
Plata		0.2	0.7		
Nitrógeno					
TOTAL	100	100	100	100	100

Tabla 4.3. Composiciones químicas, determinada en % en peso de las probetas con 6 y 9% de refuerzo, fabricadas con agitación moderada.

Elemento	Probeta Al-7%Si/6% TiB ₂				Probeta 9% TiB ₂		
	Composición %peso				Composición %peso		
	P1	P2	P3	P4	P1	P2	P3
Titanio			75.7	2.0	97.7		
Aluminio	55.1	78.3	17.9	95.8	2.2	51.6	96.2
Carbón	2.3					2.2	
Oxígeno				1.1		2.1	2.9
Silicio	18.4	18.5	6.2			17.6	
Manganeso	0.5					0.6	
Hierro	23.4					25.6	
Plata		0.4		0.8			0.7
Nitrógeno		2.5					
TOTAL	100	100	100	100	100	100	100

Para las probetas fabricadas con agitación mecánica y un tamaño de partícula de 13 μm, el análisis químico puntual, se realizó de manera más extensa, y de igual manera se



eligieron las fases más fácilmente identificables, siendo estas fases las identificadas y numeradas en la Figura 4.16, y los datos extraídos se reportan en las Tablas 4.4 y 4.5.

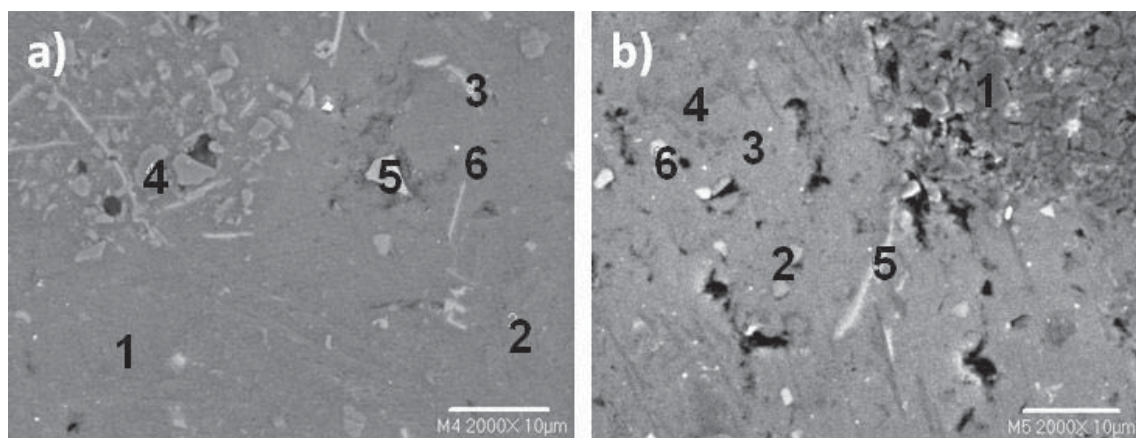


Figura 4.16. Análisis químicos puntuales de las probetas fabricadas con agitación y partículas de 13 µm de TiB_2 .

Tabla 4.4. Composiciones química, determinada en % en peso de la probeta fabricada con 6% de refuerzo y un tamaño de partícula de 13 µm, fabricadas con agitación mecánica.

Elemento	Probeta Al-7%Si6% TiB_2					
	Composición % peso					
	P1	P2	P3	P4	P5	P6
Titania				55.5		
Aluminio	99.5	58.0	77.0	0.5	4.9	49.8
Carbón					25.9	4.0
Oxígeno			2.2			
Silicio		41.0	14.2		69.1	45.9
Manganeso						
Hierro			6.1			
Plata	0.4	0.9	0.2			0.1
Nitrógeno						
Boro				43.8		
TOTAL	100	100	100	100	100	100



Tabla 4.5. Composiciones química, determinada en % en peso de la probeta fabricada con 9% de refuerzo y un tamaño de partícula de 13 μm , fabricadas con agitación mecánica.

Elemento	Probeta AL-7%Si9% TiB ₂					
	Composición %peso					
	P1	P2	P3	P4	P5	P6
Titanio	96.1					
Aluminio	0.4	21.4	95.1	54.9	58.3	43.9
Carbón	3.3	12.3		5.78	7.3	9.4
Oxígeno		2.8	3.80	2.8		
Silicio		63.3	1.07	36.3	14.3	46.5
Manganeso					0.15	
Hierro					19.6	
Cromo					0.19	
TOTAL	100	100	100	100	100	100

Mediante el proceso de colada por centrifugación (vórtice) [60] de los compactos con refuerzo, se han obtenido materiales que no presentan problemas de reactividad, pero la distribución y homogeneización de las partículas de refuerzo en la matriz no acaba de resolverse adecuadamente. A manera de ejemplo, la micrografía por MEB de la Figura 4.17, muestra el aspecto de la distribución del refuerzo y esta va acompañada de ciertos niveles de porosidad, lo cual reduce las propiedades mecánicas del material.

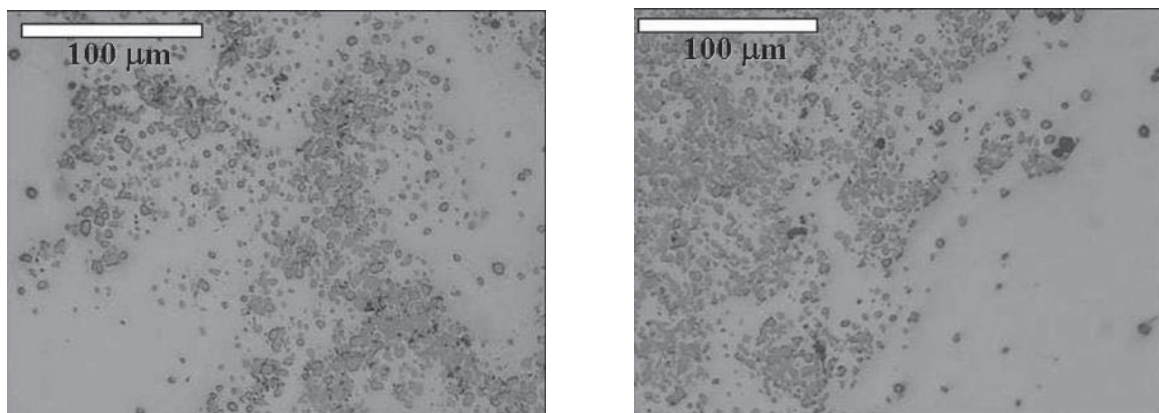


Figura 4.17. Micrografías ópticas mostrando las microestructura del compuesto reforzado con a) 5%, b) 10%



4.4 CARACTERIZACIÓN MECÁNICA DE LOS MATERIALES COMPUESTOS Al-7%Si/TiB₂.

4.4.1 DUREZA.

La Tabla 4.6 lista los valores de dureza promedio medidos en los diferentes materiales procesados. Como referencia se tiene la aleación Al-7%Si, la cual registró una dureza de 75 HRH. La tabla presenta los valores en muestras que corresponden a la parte superior (s), media (m) e inferior (i) de cada tipo de material fabricado.

Tabla 4.6 Resultados de dureza HRH de los materiales compuestos Al-7%Si/ TiB₂

Probetas	Tamaño de partícula	3% TiB ₂			6% TiB ₂			9% TiB ₂		
		S	M	I	S	M	I	S	M	I
Agitación moderada	3 μm	74.9	74.4	80.83	81	79	72	81	83	78
Agitación mecánica	13 μm	---	---	---	76	75	76	81	84	84

Se puede observar tanto en los resultados de la tabla anterior como en la gráfica de la Figura 4.18 que aún cuando el incremento de los valores de dureza de las probetas obtenidas de la pieza con agitación moderada, supera los valores de la aleación Al-7%Si no varía de manera considerable, aún cuando se incrementó el contenido de refuerzo hasta un 9%, dicho comportamiento puede relacionarse con la falta de homogeneidad de la distribución de las partículas cerámicas a lo largo y ancho de la probeta durante el proceso de colado, pues el rango de valores de dicha propiedad abarca desde las 72 hasta las 83 HRH; con un comportamiento un tanto distinto, los resultados de dureza de las probetas fabricadas mediante el empleo una agitación mecánica arrojaron un rango un más estrecho de los valores de dureza que va desde 75 a 84 HRH, esta característica diferente a los resultados de las primeras probetas puede ser ocasionado por una distribución más homogénea de las partículas de refuerzo como consecuencia de una agitación vigorosa y controlada, así como al incremento en el tamaño de las partículas reforzantes empleadas para la fabricación de estas últimas.

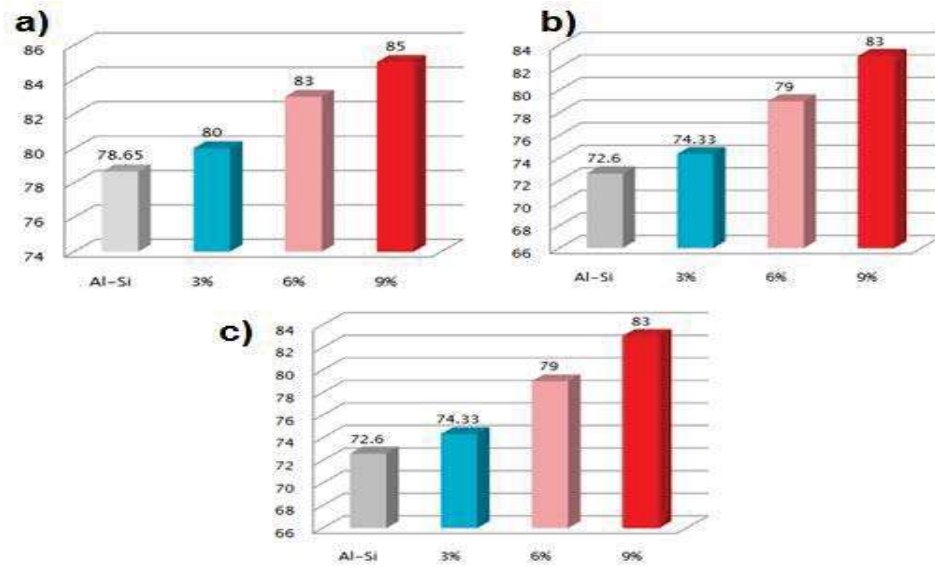


Figura 4.18. Comparación gráfica de la dureza de las probetas de Al-7%Si, con 3, 6 y 9% de refuerzo, con agitación moderada y tamaño de partícula de 3 μ m. a) Parte superior, b) Parte media y c) Parte inferior en HRH.

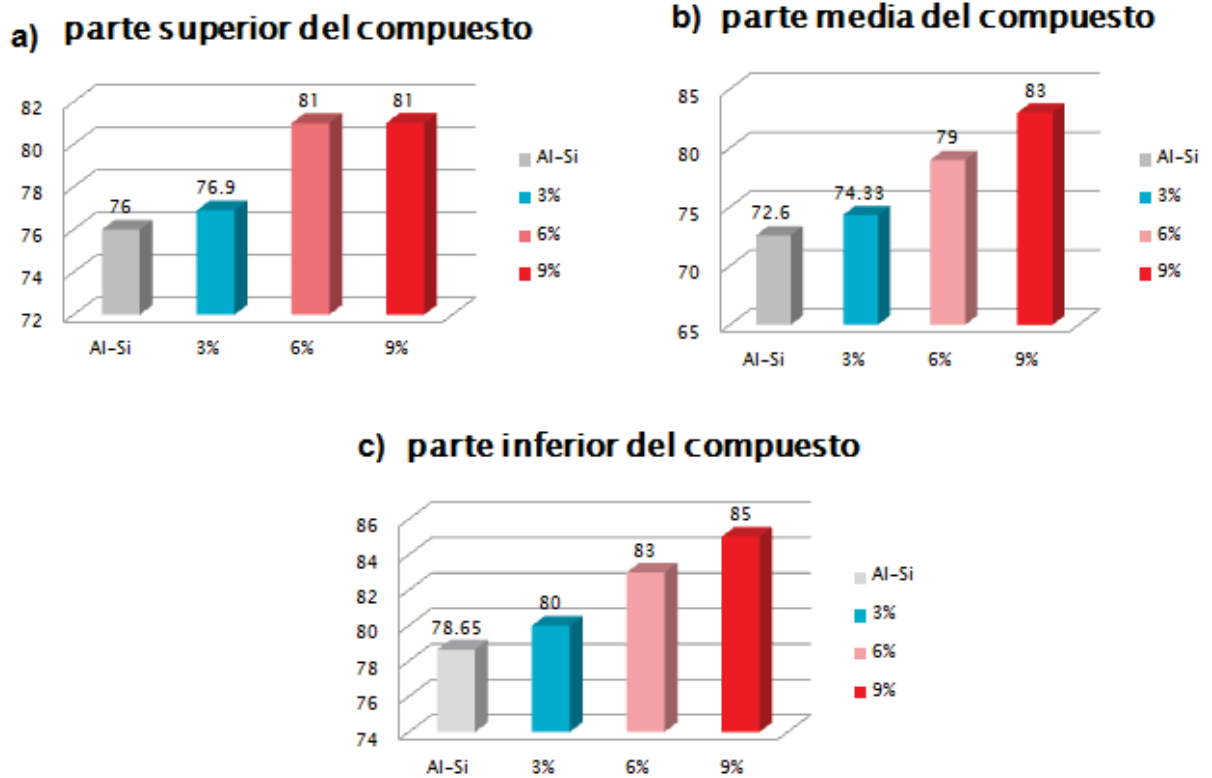


Figura 4.19. Comparación gráfica de la dureza de las probetas de Al-7%Si, con 6 y 9% de refuerzo, con agitación mecánica. a) Parte superior, b) Parte media y c) Parte inferior, en HRH.



4.4.2 ENSAYOS DE TENSIÓN.

La Tabla 4.7 muestra los resultados obtenidos de los ensayos de tensión a los materiales compuestos fabricados con diferentes contenidos de TiB_2 , con un tamaño de partícula de $3\ \mu m$ y una agitación moderada; dentro de la misma tabla también se incluyen las propiedades obtenidas del ensayo de la probeta fabricada de la aleación de aluminio. Al igual que con la dureza, la incorporación de partículas de TiB_2 se refleja en un incremento moderado en la resistencia mecánica, desde 111 MPa para la aleación hasta 153 MPa para el material compuesto reforzado con 9% de TiB_2 . La elongación es una propiedad que normalmente se ve mermada con la incorporación de partículas cerámicas en una matriz metálica, sin embargo, en este caso no hay una reducción en el porcentaje de elongación. Esto se debe a que por sí sola la matriz es poco dúctil debido a la alta fracción de intermetálicos Al-Si y el adicionar partículas cerámicas en los niveles usados en este trabajo no afecta esta propiedad.

Tabla 4.7. Propiedades mecánicas a la tensión de las muestras con agitación moderada, con partículas de $3\ \mu m$.

Material	Esfuerzo de fluencia (MPa)	Resistencia máxima (MPa)	% de elongación
Al-7%Si	53.8	111	3.6
Al-7%Si-3% de TiB_2	61.3	128	3.7
Al-7%Si-6% de TiB_2	64.5	149	4.1
Al-7%Si-9% de TiB_2	72.4	153	3.6

Las imágenes de la Figura 4.20 muestran las características de las fracturas de las probetas ensayadas a tensión para los materiales compuestos reforzados con partículas de $3\ \mu m$ e incorporadas con agitación moderada. Como referencia se tiene la fractografía 4.20 a) para la aleación Al-7%Si. Las características de una fractura frágil son evidentes. Con respecto a las fracturas de los materiales compuestos, se aprecia que estos exhiben una mezcla de características de fractura frágil y dúctil, pues muestran más formación de microhoyuelos. A pesar de estas características, la elongación de los materiales no se vio

afectada por la incorporación de las partículas, esta contradicción se explica por los agrupamientos de partículas observadas en la microestructura de los materiales, las cuales están normalmente asociados a la presencia de fundente remanente, el cual no fue expulsado del seno del líquido durante la función. Al existir este tipo de discontinuidades, la trayectoria de la fractura se ve dictada por ellas.

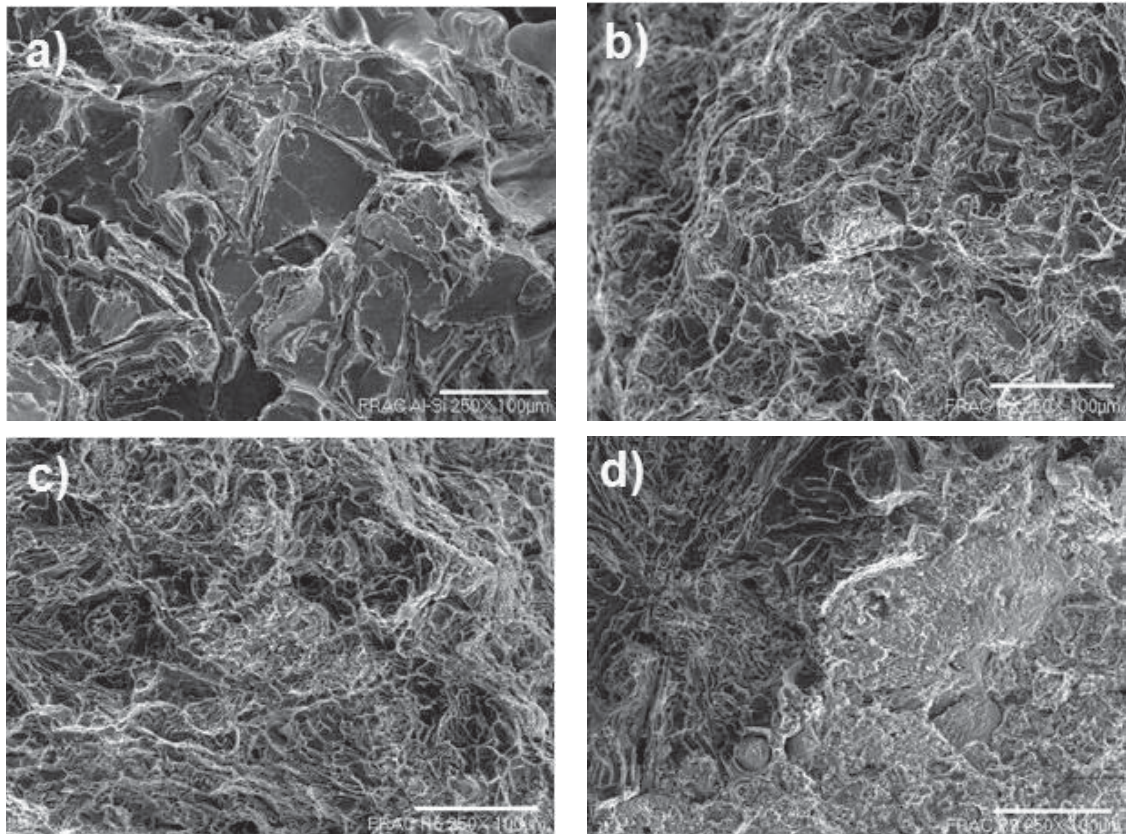


Figura 4.20. Imágenes de las fracturas de los ensayos de tensión en las muestras de los materiales compuestos fabricado con agitación moderada a) Al-Si, b) 3%, c) 6% y d) 9% de TiB_2 .

Con el propósito de tratar de mejorar la distribución de las partículas de refuerzo, se utilizó agitación mecánica para dispersar de mejor manera las partículas en el seno del líquido. Si bien es cierto que hubo una mejora leve en la distribución de las partículas en la matriz, esto no se reflejó en la resistencia mecánica de los materiales compuestos. La Tabla 4.8 presenta los resultados para estos materiales, esencialmente, los valores se reprodujeron con respecto a los materiales donde la agitación fue moderada. Acorde con



esto, las fracturas observadas para estas muestras fueron muy parecidas a las anteriores presentadas para las muestras procesadas con agitación moderada.

Tabla 4.8. Propiedades mecánicas a la tensión de las muestras con agitación mecánica, con partículas de 3 μm .

Material	Esfuerzo de fluencia (MPa)	Resistencia máxima (MPa)	% de elongación
Al-7%Si	53.8	111	3.6
Al-7%Si-3% de TiB_2	62.5	131.5	3.3
Al-7%Si-6% de TiB_2	57.2	141	3.1
Al-7%Si/-9% de TiB_2	58.3	149	1.3

Finalmente se analizaron las probetas con contenidos de refuerzo de 6 y 9 %, fabricados con agitación mecánica, utilizando partículas de TiB_2 de 13 μm . En este caso, el efecto de la adición de las partículas impacta menos que con las partículas de menor tamaño. Para un 6% de adición de partículas, se obtiene la misma resistencia que para 3% con un tamaño de 3 μm . La resistencia tan baja para la adición de 9% de TiB_2 está claramente asociada con la excesiva aglomeración de las partículas observadas desde la escala macro. Las imágenes de la Figura 4.21 muestran detalles de la fractura de los ensayos de tensión para estas muestras. Si bien es cierto que la fractografía de la Figura 4.21 a) corresponde a la muestra con 6% de TiB_2 , este tipo de defectos generados durante la solidificación del material se observaron en las diferentes muestras y obviamente limitaron o restringieron algún efecto adicional que las partículas cerámicas pudieron haber tenido en la resistencia mecánica de los materiales compuestos fabricados. Por otro lado, la Figura 4.21 b) muestra que la fractura se propagó en la muestra con 9% de TiB_2 a través de los racimos de TiB_2 asociados con fundente residual.

Tabla 4.9. Propiedades mecánicas a la tensión de las muestras con agitación mecánica, con partículas de 13 μm .

Material	Esfuerzo de fluencia (MPa)	de Resistencia máxima (MPa)	% de elongación
Al-7%Si	53.8	111	3.6
Al-7%Si-6% de TiB_2	59.6	128	3.1
Al-7%Si/-9% de TiB_2	65.4	117.5	1.9

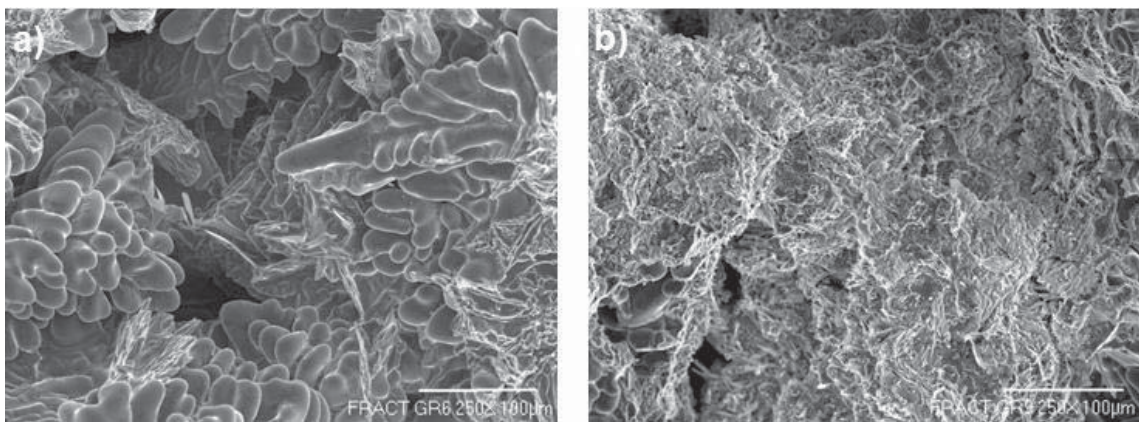


Figura 4.21. Fractografías de los compuestos fabricados con agitación mecánica y tamaño de partícula de 13 μm , a) 6% y b) 9% de refuerzo.

Gómez [60] reporta propiedades mecánicas similares a las obtenidas en este estudio, en el sentido de no observar un incremento importante en la resistencia mecánica con el incremento de contenido de partículas. La Figura 4.22 compara los resultados de Gómez con un MCMM obtenidos por colada y reforzada con SiC sin y con tratamiento térmico.

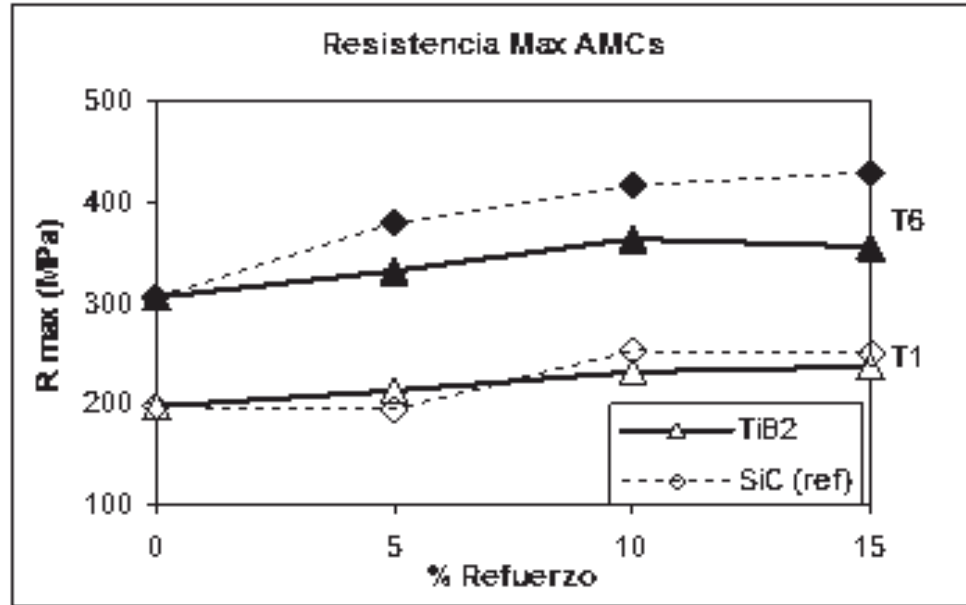


Figura 4.22. Valores de la resistencia máxima en función de la fracción volumétrica de refuerzo en el material [60].



CONCLUSIONES

- Se fabricaron materiales compuestos de una matriz de Al-7%Si reforzados con partículas de TiB_2 con contenidos de 3, 6 y 9% en peso de refuerzo, usando partículas de tamaño promedio de 3 y 13 μm . La incorporación de las partículas fue asistido por un fundente base K-Al-F. El fundente tiene la función de proteger a las partículas de TiB_2 de la oxidación a las temperaturas del baño de metal fundido y de favorecer su retención en el líquido al crear superficies mojables.
- Si bien es cierto que una alta fracción de las partículas adicionadas al baño de metal fundido se retuvieron, su dispersión no fue eficiente ni por medio de agitación mecánica, ya que se observaron racimos de partículas en las diferentes muestras. Fue común observar en la microestructura la asociación de fundente remanente en estas segregaciones de partículas.
- La incorporación de las partículas de TiB_2 sirvió para refinar la estructura de grano de la matriz y cambiar la morfología y tamaño de los intermetálicos de la aleación Al-7%Si. En general, las partículas que se dispersaron en el seno del líquido se segregaron en las regiones interdendríticas de la matriz durante la solidificación.
- Con la resolución del micróscopio electrónico de barrido no se observaron interacciones en la interfase partícula/matriz, por lo que se corroboró que el TiB_2 es estable en una matriz Al-Si.
- En cuanto a las propiedades mecánicas, la dureza y la resistencia a la tensión se incrementaron de manera moderada con el incremento en la adición de partículas de refuerzo. Sin embargo, la fractografía muestra que estas propiedades se pueden favorecer más si se logra dispersar de mejor manera las partículas (lo cual reduce a su vez la cantidad de fundente residual) y se evita la formación de porosidades por encogimiento durante la solidificación.



REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Suárez, A.A., *Evaluación de la mojadura de partículas cerámicas por aluminio mediante el metodo de infiltración*. 1994, Universidad de Alicante.
2. Miracle, D.B., *Metal matrix composites - From science to technological significance*. Composites Science and Technology, 2005. 65(15-16): p. 2526-2540.
3. Lloyd, D.J., Jin, I., *A method of assessing the reactivity between SiC and molten Al*. Metallurgical Transactions A, 1988. 19(12): p. 3107-3109.
4. Lloyd, D.J., *The solidification microstructure of particulate reinforced aluminium-SiC composites*. Composites Science and Technology, 1989. 35(2): p. 159-179.
5. Narciso, J., C. Garcia-Cordovilla, and E. Louis, *Reactivity of Thermally Oxidized and Unoxidized SiC Particulates with Aluminum Silicon Alloys*. Materials Science and Engineering B, 1992. 15(2): p. 148-155.
6. Oden, L.L. and R.A. McCune, *Phase equilibria in the Al-Si-C system*. Metallurgical and Materials Transactions A, 1987. 18: p. 2005-2014.
7. Laurent, V., Chatain, D., Chatillon, C., Eustathopoulos, N., *Wettability of monocrystalline alumina by aluminum between its melting-point and 1273K*. Acta Metallurgica, 1988. 36(7): p. 1797-1803.
8. Laurent, V., Chatain, D., Eustathopoulos, N., *Wettability of SiC by aluminum and Al-Si alloys*. Journal of Materials Science, 1987. 22(1): p. 244-250.
9. Han, D.S., Jones, H., Atkinson, H. V., *The wettability of silicon-carbide by liquid aluminum - the effect of free silicon in the carbide and of magnesium, silicon and copper alloy additions to the aluminum*. Journal of Materials Science, 1993. 28(10): p. 2654-2658.
10. Laurent, V., Chatain, D., Eustathopoulos, N., *Wettability of SiO₂ and oxidized SiC by aluminum*. Materials Science and Engineering A, 1991. 135: p. 89-94.
11. Oh, S.Y., Cornie, J. A., Russell, K. C., *Wetting of ceramic particulates with liquid aluminum-alloys .1. Experimental techniques*. Metallurgical Transactions A, 1989. 20(3): p. 527-532.
12. Oh, S.Y., Cornie, J. A., Russell, K. C., *Wetting of ceramic particulates with liquid aluminum-alloys .2. Study of wettability*. Metallurgical Transactions A, 1989. 20(3): p. 533-541.
13. Weirauch, D.A., et al., *Journal Mater Sci*. 40: p. 2301-06.
14. S.K. Rhee: *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 53, pp. 386-89.
15. A. Bardal, K.N.-V., J.H. Ulvensoen, and E. Skybakmoen: *Proc. Int. Conf. on High Temperature Capillarity*, Bratislava, Slovakia, 1994, p. 93.
16. Mutale, C.T., et al., *Direct Observation of Wetting and Spreading of Molten Aluminum on TiB₂ in the Presence of a Molten Flux from the Aluminum Melting Point up to 1033 K (760 °C)*. 2010.
17. Fernández, P., V. Martínez, and M. Valencia (2006) "*Applications of Metal Matrix Composites in electric and electronic industries*". Dyna Edición 149.
18. Garcia, M.F.V., Martinez, H. V., & Ortiz, A. M., *Fabricacion de Componentes Metalicos Mediante Reforjado* Suplemento de la Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales, 2009. 3: p. 1297-1308.
19. *Fabricación Materiales Compuesto*. Escuela Superior de Ingenieros. Capítulo 11.
20. Cesar Edil da Costa, F.V.L.y.J.M.T.C., *Materiales compuestos de matriz metálica. II parte. Métodos de procesado y consolidación de MMCs reforzados con partículas, Consejo Superior de Investigaciones Científicas*. Licencia Creative Commons 3.0 España (by-nc).
21. Tripathy, S., *Studies on Aluminum - Flay.Ash Composite Produced by Impeller Mixing in Department of National Metallurgical & Materials Instituto of Technology* 2009, National Institute Technnology Rourkela



22. Costa, C.E.d., Lopez, F. V., & Castello, J. M. T., *Materiales Compuestos de Matriz Metalica. II parte. Metodos de Procesado y Consolidacion de MMCs Reforzados con Parttculas.*, in *Revsita de Metalurgia Madrid 2000*. p. 193-197.
23. Campbell, F.C., *Manufacturing Technology For Aerospace Structural Materials*. 2006.
24. Ruiz, D.J.L., *Materiales Ccompuestos*. Agosto 2008: p. 80.
25. Singh, A.K., *Studies on Aluminum-Iron Ore In.Situ Particulate Composite National*. Institute of Technology, Rourkela. 2010.
26. Moreno, J. *Soldadura Fuerte Retrieved 18 de Octubre 2010*. 2006; Available from: <http://www.mailxmail.com/curso-soldadura-fuerte-brazing/eleccion-fundente>.
27. López V. H., K.A.R., Garcia, R., *Flux - assisted spreading of an Al-7 wt% Si alloy on Tic J Mater Sci*. 2010: p. 4321-4331.
28. López, V.H., & Kennedy, A. R., *Flux-assisted wetting and spreading of Al on TiC*. Journal of Colloid and Interface Science, 2006. 298: p. 356–362.
29. López., V.H. and A.R. Kennedy, *El mojado y esparcimiento del Al liquido sobre el TiC asistido por un fundente base K-Al-F*. 2009.
30. López, V.H., et al., *El rol del fundente base K-Al.F en el proceso de materiales compuestos Al-TiC*. 2011: Monclova, Coahuila.
31. Rocher JP, Q.J., Naslain R, Journal Mater Sci., 1989: p. 2697-2703.
32. Schamm S, F.R., Rocher JP, Quenisset JM and Naslain R, Metall. Trans A., 1991: p. 2133-2139.
33. Kopeliovich, D., *Retrieved 18 de Octubre 2010 from*. 2009.
34. Mortensen, A., *“Encyclopedia of Materials: Science and Technology”*, . 3.7 – “Composites: MMC, CMC, PMC”, ed. Elsevier. 2001.
35. F. L. Matthews, R.D.R., *Composite Materials Engineering and Science*. 1999.
36. Tavera, E.M.C., *“Síntesis de materiales compuestos de matriz de cobre reforzados discontinuamente con carburos de titanio”*. 2006.
37. A. Contreras, M.S., C. A. León, R. A. L. Drew and E. Bedolla, *Kinetic Study of Infiltration of Aluminium Alloy into TiC performs”*. Material and manufacturing Processes.
38. Aguilar-Martinez, J.A., & Hernandez, M. B., *La Infiltracion no Asistida como una Tecnica de Procesamiento de Compositos Al-Mg-Si/SiC*. Revista Mexicana de Fisica, 2008. 54: p. 336-340.
39. Miravete, A., & Cuartero, J., *Materiales Compuestos*. 2003.
40. Salazae, J.M.G.d., barrera, M. I., Merino, C., Plaete, O., & Morales, G., *Preparacion y Estudio de Materiales Compuestos Nanofibras de Carbono/Poliester Laminados con Fibra de Vidrio Anales de la Mecanica de Fractura 1*, 2007: p. 234-238.
41. Serope, K., & R, S. S. , *Manufactura Ingenieria y Tecnologia* ed. C.E.e. Mexico. 2002.
42. TOYOTA. Available from: <http://www.motorpasion.com/prototipos/lotus-ensena-un-concept-tipo-crossover>.
43. Gallois, B.M., *Wetting in nonreactive liquid metal-oxide systems*. JOM, 1997: p. 48-50.
44. L. Savov, H.-P.H., D. Janke, *Wettability of solids by molten metals and alloys*. Metall-Heidenlberg, 1984. vol. 51, no. 9: p. 475-486.
45. *Hidrogeoquímica. Lección 17: Procesos de adsorción. Grupo de investigación de recursos hídricos. Instituto Universitario de Plaguicidas y Aguas (IUPA). Universidad Jaume I de Castellón.*; Available from: <http://www.agua.uji.es/pdf/leccionHQ17.pdf>.
46. Albores, M.A., *“Influencia de las Energías Interfaciales en la Ebullición”*, in *Escuela de Ingeniería y Ciencias*. 2010, Universidad de las Américas: Puebla.
47. Wenzel R. N, Ind. Eng. Chem. 28: p. 988.
48. Baxter, A.B.C.a.S., Trans. Farad. Soc., 1966. 40: p. 546.



49. A. Banerji, P.K.R., W. Reif, *Role of wettability in the preparation of metal-matrix composites*. Metall-Heidenlberg, 1984: p. 656-661.
50. B. C. Pai, S.R., K.V. Prabhakar and P.K. Rothagi, *role of wettability in the preparation of metal-matrix composites*. 1984: p. 31.
51. F. delannay, I.F., A. Deruyttere, *The wetting of solids by molten metals and its relation to the preparation of metal-matrix composites*. Journal of Materials Science, 1987. 22: p. 1-16.
52. V. Laurent, D.C., *wettability of SiO₂ and oxidized SiC by aluminium*. Material Science and Engineering, 1991: p. 89-94.
53. Bardal, A., *Wettability and interfacial reaction products in the AlSiMg surface-oxidized SiC system*. Material Science and Engineering, 1992. A159: p. 119-125.
54. Laurent, V., Chatain, D., Chatillon, C., Eustathopoulos, N., Mater. Sci, 1987: p. 244-250.
55. D. A. Weirauch, J., W. J. Krafick, *The wettability of titanium diboride by molten*.
56. Passerone, A.P.M.L.M.D., *Wetting of Group IV diborides by liquid metals*.
57. N.L. Yue, L.L., M.O. Lai, *Application of thermodynamic calculation in the in-situ process of Al/TiB₂*
58. K. L. Tee, L.L., and M. O. Lai, *In situ stir cast Al-TiB₂ composite: processing and mechanical properties*. 2001.
59. Egizabal, P., et al., *Development and characterization of a metal matrix composite of aluminium 6061 and TiB₂ particulates*. Revista de metalúrgia, 2010. 46: p. 128-132.
60. Gómez, L., *Desarrollo de materiales compuestos base aluminio mediante colada centrífuga*.