



CENTRO DE INVESTIGACIÓN EN MATERIALES  
AVANZADOS, S.C.  
DEPARTAMENTO DE ESTUDIOS DE POSGRADO

**“EFECTO DEL MATERIAL HÍBRIDO DE Ti/ B<sub>4</sub>C SOBRE LAS  
PROPIEDADES MECÁNICAS DE UNA ALEACIÓN DE Al-7075”**

TESIS QUE PARA OBTENER EL GRADO DE MAESTRÍA EN  
CIENCIA DE MATERIALES

PRESENTA:

Ing. Dulce Lizeth De Diego Ayala

DIRECTOR DE TESIS: Dr. Caleb Carreño Gallardo

CO-DIRECTOR DE TESIS: Dr. Juan Pablo Flores de los Ríos

## DEDICATORIA

A mi familia, que siempre está apoyándome a través de los años. A mi mamá, que es un ejemplo a seguir, quien me ha enseñado el valor de la perseverancia. A mis hermanas y mi hermano que a pesar de la distancia seguimos unidos. Y por último a mis seres queridos que ya tuvieron que partir, con especial cariño a mi padre y mis abuelos.

## AGRADECIMIENTOS

Deseo agradecer a mi familia por el apoyo incondicional que me brindó durante esta etapa de estudio.

Agradezco al Dr. Caleb Carreño Gallardo, Dr. José Martín Herrera Ramírez y al Dr. Roberto Martínez Sánchez, por sus aportes y comentarios, así como el tiempo y la paciencia que me dedicaron durante el desarrollo de esta tesis.

Finalmente, un agradecimiento al Centro de Investigación en Materiales Avanzados “CIMAV” por aceptarme y al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología CONACYT por el apoyo económico brindado.

## RESUMEN

Está ampliamente comprobado que los materiales denominados compuestos, superan las propiedades mecánicas de los materiales cerámicos, metálicos o poliméricos. Los materiales compuestos tienen la ventaja de combinar propiedades de los materiales de origen que se unirán de manera continua.

El propósito de este trabajo es desarrollar un material compuesto de matriz metálica; como matriz metálica se empleó una aleación de aluminio 7075 (Al-7075) y como reforzante se sintetizan partículas híbridas de carburo de boro ( $B_4C$ ) dentro de partículas de titanio (Ti). Con la obtención de material compuesto se espera incrementar las propiedades mecánicas de dureza, esfuerzo de cedencia ( $\sigma_y$ ) y esfuerzo máximo a la compresión ( $\sigma_{Max}$ ) a través de ensayos de compresión.

Para la síntesis del material híbrido, se emplearán partículas duras de  $B_4C$ , las cuales serán incrustadas dentro de partículas de Ti. Dicho procesamiento se llevará a cabo con la técnica de molienda mecánica (MM). Finalizado el material reforzante se agregarán a la matriz de la aleación de Al-7075 procesado a través de molienda mecánica la cual permitirá una distribución homogénea en la matriz de la aleación de Al-7075.

Respecto al desarrollo de las partículas híbridas, éstas permitirán generar un endurecimiento por dispersión en dicha matriz una vez que el módulo de elasticidad del  $B_4C$  disminuya por influencia del Ti, aproximando este valor al módulo al de la matriz, el cual permitirá aumentar el esfuerzo de cedencia ( $\sigma_y$ ) sin afectar su comportamiento plástico del compuesto que se tiene considerado producir en el presente trabajo de tesis.

Para comprender el mecanismo de endurecimiento que ocurre en el compuesto, se analizarán diferentes composiciones donde se varíe la fracción en peso de las partículas híbridas de adición y así observar su efecto en las propiedades mecánicas del compuesto.

La caracterización consistirá de tres etapas, la primera en analizar las partículas por medio de difracción de rayos X (DRX) antes de ser incorporarlas a la matriz; en la segunda etapa se utilizarán técnicas de microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido (MEB) para el análisis del material compuesto en polvo; por último, se realizarán ensayos mecánicos de dureza y compresión en el material compuesto una vez consolidado y tratado térmicamente. Para identificar los mecanismos de endurecimiento que se hayan generado entre la matriz y el reforzante, se emplearán técnicas de microscopías electrónicas de barrido (MEB) y de transmisión (MET).

# ÍNDICE

RESUMEN	3
1. JUSTIFICACIÓN	8
2. HIPÓTESIS	8
3. OBJETIVOS	9
3.1 OBJETIVO GENERAL	9
3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	9
4. MARCO TEÓRICO	10
4.1 MATERIALES COMPUESTOS	10
4.2 PARTÍCULAS: MATERIAL REFORZANTE EN UNA MATRIZ METÁLICA	11
4.3 PARTÍCULAS REFORZANTES HÍBRIDAS	12
4.4 MOLIENDA MECÁNICA	13
4.4.1 VARIABLES DE PROCESO	13
4.4.2 MOLINO SPEX	14
4.5 MOLIENDA MECÁNICA	15
4.6 ENDURECIMIENTO POR DISPERSIÓN	16
4.6.1 COMPUESTOS ENDURECIDOS POR DISPERSIÓN	16
4.7 DEFORMACIÓN ELÁSTICA Y PLÁSTICA	17
4.8 COMPACTACIÓN EN FRÍO Y SINTERIZACIÓN	19
4.9 ESTADO DEL ARTE	20
5.1 TÉCNICAS EXPERIMENTALES	23
5.1.1 ENSAYO DE MICRODUREZA VICKERS	23
5.1.2 ENSAYO DE COMPRESIÓN	25
5.1.3 DIFRACCIÓN DE RAYOS X	26
5.1.4 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (MEB).	27
5.1.5 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE TRANSMISIÓN (MET).	28
5. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL	30
5.1 ALEACIÓN Al-7075	30
5.2 PARTÍCULAS REFORZANTES HÍBRIDAS	31
5.3 SECUENCIA DE LA FABRICACIÓN DEL MATERIAL COMPUESTO	31
5.4 GENERACIÓN DE REBABA METÁLICA	34

5.5 MOLIENDA MECÁNICA	35
5.5.1 GENERACIÓN DE POLVOS AI-7075	35
5.5.2 GENERACIÓN DE PARTÍCULAS HÍBRIDAS	36
5.5.3 PROCESO DE MOLIENDA MECÁNICA PARA EL MATERIAL COMPUESTO	37
5.6 COMPACTACIÓN Y SINTERIZACIÓN DE PASTILLAS	38
5.7 PREPARACIÓN METALGRÁFICA	38
6. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	40
6.1 MATERIA PRIMA	40
6.1.1 ANÁLISIS QUÍMICO AI-7075	41
6.2 PARTÍCULAS HÍBRIDAS	42
6.2.1 ANÁLISIS ESTRUCTURAL	42
6.2.2 ANÁLISIS MORFOLÓGICO (MEB-EDS)	43
6.2.3.1 ANÁLISIS CORTE TRANSVERSAL EN PARTÍCULAS HÍBRIDAS	46
6.2.3.2 ANÁLISIS POR ELECTRONES SECUNDARIOS (SE).	49
6.3 MATERIAL COMPUESTO AI-7075 CON % DE PARTÍCULAS HÍBRIDAS B <sub>4</sub> C/Ti	50
6.3.1 DIFRACCIÓN DE RAYOS X (DRX)	50
6.3.2 MEDICIÓN DE POROSIDAD	51
6.3.3 MICRO DUREZA VICKERS	53
6.3.4 ENSAYO DE COMPRESIÓN	54
6.3.5 MICROSCOPIA DE BARRIDO (MEB-EDS).	55
6.3.5.1 MOLIENDA MECÁNICA 2 h	55
6.3.5.2 MOLIENDA MECÁNICA 4 h	58
6.3.6 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE TRANSMISIÓN.	61
6.3.6.1 MOLIENDA MECÁNICA 2 h	61
7. CONCLUSIONES	62
8. BIBLIOGRAFÍA	64

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 Diagrama de Venn relación de materiales compuestos con metales, cerámicos, polímeros.....	10
Figura 2 Clasificación de materiales híbridos. ....	12
Figura 3 Molino SPEX.....	15
Figura 4 Esquema de molienda mecánica.....	16
Figura 5 Típico diagrama de esfuerzo - deformación.....	17
Figura 6 Empaquetamiento de partículas seguido de deformación y soldadura en frío, proceso de prensado uniaxial.....	19
Figura 7 Proceso de sinterización.....	20
Figura 8 Posición de carga y de medición, ensayo de micro dureza Vickers. ....	24
Figura 9 Microdurómetro Vickers FUTURE-TECH.....	24
Figura 10 Máquina Universal INSTRON 100 kN modelo 3382. ....	25
Figura 11 Cargas aplicadas a la muestra en el ensayo de compresión. ....	25
Figura 12 Pico de difracción e información contenida en ella. ....	26
Figura 13 Difractómetro PANalytical X'Pert Pro.....	27
Figura 14 Señales generadas en la muestra por MEB. ....	27
Figura 15 Microscopio electrónico de barrido marca Hitachi SU3500. ....	28
Figura 16 Señales de la muestra generadas en MET.....	28
Figura 17 Microscopio electrónico Hitachi HT 7700. ....	29
Figura 18 Diagrama de flujo a seguir del compuesto de MMC Al-7075 reforzado con partículas híbridas Ti/B <sub>4</sub> C tratado térmicamente.....	33
Figura 19 Barra de Al-7075.....	34
Figura 20 Torno paralelo y rebaba metálica de Al-7075.....	34
Figura 21 Molino Spex y vial con bolas de acero.....	35
Figura 22 Polvos de Al-7075.....	36
Figura 23 Polvos de B <sub>4</sub> C y Ti.....	36
Figura 24 Muestras obtenidas de la molienda de 5 y 10 h, y mezcla de B <sub>4</sub> C/Ti.....	37
Figura 25 Curva de sinterización. ....	38
Figura 26 Pulidora ECOMET 6.....	39
Figura 27 Polvos de carburo de boro. ....	40
Figura 28 Polvos de Titanio.....	41
Figura 29 Difractogramas de mezcla, moliendas de 5 y 10 h de partículas híbridas. ....	42
Figura 30 Micrografías de partículas híbridas con parámetro de molienda de 5h. ....	44
Figura 31 Micrografías de partículas híbridas con parámetro de molienda de 10 h. ....	45
Figura 32 Zona de mapeo por EDS, partículas híbridas de molienda de 5 h.....	45
Figura 33 Mapeo EDS de B, C, Ti y O. ....	46
Figura 34 Polvos de la Mezcla de Ti y B <sub>4</sub> C. ....	47
Figura 35 Polvos de Molienda B <sub>4</sub> C /Ti 5h. ....	48
Figura 36 Polvos de Molienda B <sub>4</sub> C/Ti 10h. ....	48

Figura 37 Análisis por SE de polvos de híbridas: Mezcla, 5 h y 10 h. ....	49
Figura 38 Difractograma Picos característicos del Al. ....	50
Figura 39 Gráfica dureza Vickers vs % partículas híbridas B <sub>4</sub> C/Ti. ....	53
Figura 40 Gráfica Cedencia vs % partículas híbridas B <sub>4</sub> C/Ti. ....	54
Figura 41 Micrografías a 600X de MEB del material compuesto con diferentes % de partículas híbridas. ....	55
Figura 42 Mapeos elementales del compuesto con diferentes % de partículas híbridas B <sub>4</sub> C/Ti. ....	57
Figura 43 Micrografías MEB de compuestos obtenidos por moliendas de 4 h. ....	59
Figura 44 Mapeos elementales del compuesto con diferentes % de partículas híbridas B <sub>4</sub> C/Ti. ....	60
Figura 45 Micrografías por HRTEM del compuesto de composición 2.5% B <sub>4</sub> C /Ti. ....	61

## ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1 Parámetros de mezcla de polvos aleación Al-2024. ....	21
Tabla 2 Composición Al-7075. ....	30
Tabla 3 Propiedades de Al-7075. ....	30
Tabla 4 Propiedades del Carburo de Boro. ....	31
Tabla 5 Parámetros utilizados en la molienda. ....	36
Tabla 6 Parámetros utilizados en las moliendas para el material compuesto. ....	37
Tabla 7 Composición de Al-7075. ....	41
Tabla 8 Densidades y porosidades de las probetas obtenidas en la molienda de 2 h. ....	51
Tabla 9 Densidades y porosidades de las probetas obtenidas en la molienda de 4 h. ....	52



## 1. JUSTIFICACIÓN

La aleación Al-7075 es utilizada en varios sectores económicos importantes, de los cuales destacan las industrias aeronáutica, aeroespacial y automotriz, debido a sus altas propiedades mecánicas comparables a las de algunos aceros. Una de las aplicaciones del Al-7075 en la industria aeronáutica, es el uso de la aleación para los Stringers (soportes) inferiores del ala, estos forman el esqueleto interior del ala, que proporcionan rigidez, fuerza y flexibilidad. Esta flexibilidad le permite absorber el estrés causado por las turbulencias y los aterrizajes duros [1].

Desde años atrás se sabe que un material compuesto de matriz metálica puede superar las propiedades mecánicas de una aleación pura o tratada térmicamente. Es posible incrementar las propiedades de una aleación tan demandada comercialmente creando un nuevo material compuesto por medio de molienda mecánica cuya matriz sea la aleación Al-7075 y un material de refuerzo cuyas propiedades mecánicas sean superiores a las de la matriz, como lo es el  $B_4C$  adicionado en forma de partículas.

Uno de los inconvenientes de las partículas de  $B_4C$  es que su módulo elástico es muy alto comparado con el de la matriz de Al. Este gradiente entre ambos puede generar complicaciones, ya que uno de los principales requerimientos en un material compuesto es que las propiedades de sus componentes sean compatibles.

Para poder hacer estos dos materiales compatibles entre sí, se opta por sintetizar un material híbrido como reforzante, donde las partículas de  $B_4C$  se incrustarán en el Ti, cuya función será aumentar el límite elástico del Ti, produciendo un nuevo compuesto estable de matriz Al-7075 reforzado con partículas híbridas de Ti/ $B_4C$ .

## 2. HIPÓTESIS

La generación de un nuevo material compuesto de matriz metálica constituido por una matriz de Al-7075 y un reforzante de partículas híbridas estructuradas de Ti/ $B_4C$  sintetizadas por medio de molienda mecánica, superarán las propiedades mecánicas de la aleación de Al-7075.

## 3. OBJETIVOS

### 3.1 OBJETIVO GENERAL

Sintetizar por medio de molienda mecánica un nuevo material compuesto de matriz metálica constituido por una matriz de Al-7075 y un refuerzo de partículas híbridas de Ti estructuradas con B<sub>4</sub>C.

### 3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

1.- Desarrollar partículas reforzantes híbridas.

- Definir porcentajes en peso de Ti y B<sub>4</sub>C.
- Determinar los parámetros de la molienda mecánica.
- Caracterizar el compuesto en polvo por medio de técnicas de microscopía óptica y electrónica de barrido.

2.- Caracterizar el material compuesto de matriz metálica en polvo.

- Establecer las diferentes concentraciones de las partículas reforzantes que se integrarán a la matriz Al-7075 por medio de molienda mecánica, para observar el efecto de la molienda sobre la aleación.
- Evaluar la difusión del Ti con el Al a través de técnicas de caracterización como difracción de rayos X y microscopía electrónica de barrido.
- Caracterizar el material compuesto a través de técnicas de microscopía óptica y electrónica barrido.

3.- Caracterizar el material consolidado (compuesto).

- Compactar las pastillas (material en verde).
- Sinterizar.
- Evaluar las propiedades mecánicas; dureza y pruebas de compresión ( $\sigma_y$ ,  $\sigma_{Max}$ ).

4.- Identificar los mecanismos de endurecimiento que se generarán entre las partículas reforzantes y la matriz.

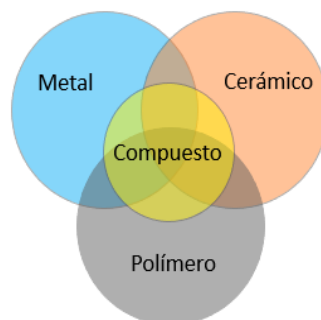
## 4. MARCO TEÓRICO

### Introducción

En este capítulo se abordan sobre temas relacionados con los materiales compuestos, especialmente con los de matriz metálica, se describe el tipo de partícula que se desea incorporar a tal matriz, así mismo, los procesos de endurecimiento y el proceso por el cual se obtuvieron tanto las partículas como los polvos del compuesto.

### 4.1 MATERIALES COMPUESTOS

Un material compuesto es una combinación de materiales física y/o químicamente distintos, donde el objetivo es combinar las propiedades de los materiales constituyentes. Es necesario el conocimiento de las propiedades de los materiales constituyentes para seleccionar materiales compatibles para la fabricación de compuestos. El producto final es un material único y nuevo que posee características superiores a las de cada componente individual. En la figura 1 se muestra un diagrama de Venn, donde se aprecia la relación de los materiales metálicos, cerámicos, poliméricos y compuestos.



*Figura 1 Diagrama de Venn relación de materiales compuestos con metales, cerámicos, polímeros.*

Materiales comunes como metales, aleaciones y polímeros procesados no se consideran compuestos, a pesar de contener varias cantidades de fases dispersas en su estructura. La razón es que sus propiedades son muy cercanas a las de sus componentes base. Muchos "compuestos in situ", como los eutécticos solidificados direccionalmente (es decir, aleaciones de Al-Si) o aleaciones de las que se forma una fase cerámica precipitada, se consideran aleaciones y no compuestos.

Los términos de matriz y refuerzo se utilizan cuando se habla de compuestos. La matriz es una fase relativamente "blanda" con propiedades físicas y mecánicas específicas, por ejemplo, ductilidad, conformabilidad y conductividad térmica. La fase de refuerzo es, por lo tanto, una segunda fase (o fases) que generalmente es más resistente y rígida que la matriz, que se encarga de soportar principalmente la carga aplicada en el compuesto. El propósito

de la matriz es unir los refuerzos entre sí con ayuda de sus características cohesivas y adhesivas, para transferir carga hacia y entre refuerzos, además de proteger los refuerzos de entornos y manipulación.

La matriz y el refuerzo dictan la calidad de un compuesto dependiendo de:

- Propiedades físicas, mecánicas y químicas de la matriz y el refuerzo.
- Tamaño y distribución de los componentes.
- Morfología de los componentes.
- Interfaz entre componentes.

Clasificación de los materiales compuestos en base al tipo de matriz:

- Compuestos de matriz polimérica.
- Compuestos de matriz cerámica.
- Compuestos de matriz metálica.

Los principales beneficios exhibidos por los compuestos de matriz metálica son menor densidad, mayor resistencia específica y rigidez, mayor resistencia a la temperatura, mayor resistencia a la abrasión por desgaste, todos estos beneficios dependen directamente de las propiedades de la aleación de matriz y de fase de refuerzo. La selección de la matriz es en base a la documentación de experimentaciones anteriores, utilizando aleaciones con alta disponibilidad y donde la consideración principal es la naturaleza de la fase de refuerzo [2-4].

## 4.2 PARTÍCULAS: MATERIAL REFORZANTE EN UNA MATRIZ METÁLICA

Las partículas conforman una segunda fase distinta a la matriz del compuesto, estas pueden ser agujas, plaquetas o equiaxiales. En algunos casos las partículas podrían disolverse en la matriz durante algún proceso donde se alcanzará una temperatura lo suficientemente alta; probablemente algunas de estas partículas nunca puedan disolverse completamente hasta que se supere su temperatura de fusión [4].

Los metales tienen energías de superficie mucho más altas que la mayoría de los óxidos cerámicos, como resultado, es que los metales líquidos no humedecen fácilmente un material cerámico y se esparcen. Uno de los enfoques que se han utilizado para el desarrollo de “uniones” metálicas para óxidos, es añadir al metal algunos metales activos como Ti o zirconio. Estos metales reducen eficazmente la energía interfacial porque los aditivos tienen una fuerte atracción química hacia el óxido, por tanto, mejoran el comportamiento de humectación. El metal activo actúa esencialmente como tensoactivo, su alto potencial de

oxidación causa una reacción redox con el componente cerámico resultando un compuesto compatible que logra alcanzar el equilibrio químico entre la interfaz [5].

#### 4.3 PARTÍCULAS REFORZANTES HÍBRIDAS

Los materiales híbridos son definidos como mezclas de diferentes tipos de materiales a nivel sub-micron [6]. Esta combinación de materiales de determinada geometría y escala, combinan las propiedades de los materiales monolíticos o de un material y un espacio, estos incluyen: compuestos fibrosos y particulados, espumas y celosías, sándwiches y casi todos los materiales naturales (figura 2) [7].



Figura 2 Clasificación de materiales híbridos.

Los compuestos híbridos pueden estar constituidos por un material de refuerzo incorporado en una mezcla de matrices o caso inverso, dos o más materiales de refuerzo incorporados en una sola matriz [8, 9].

## 4.4 MOLIENDA MECÁNICA

La molienda mecánica es un proceso mecano-químico de estado sólido que exhibe una solubilidad sólida extendida de fases inmiscibles en equilibrio, haciendo de él una técnica prometedora utilizada para la aleación y síntesis de dos o más elementos [10].

La molienda mecánica es capaz de reducir significativamente la energía de activación de la reacción, refinar los granos y aumentar la actividad del polvo y uniformidad de distribución de partículas. Además, puede promover la difusión de iones en estado sólido, inducir una sustancia química a baja temperatura reacción, mejorando así la compacidad del material, la electricidad, las propiedades térmicas, entre otros [11].

Es una técnica de procesamiento de estado sólido que depende en gran medida del uso de molienda de bolas de alta energía, para lograr la soldadura en frío, el fracturamiento y la re-soldadura repetitiva de los elementos constituyentes. En sistemas frágiles-frágiles, el componente más duro sufre de fragmentación y se incrusta en el componente más blando, donde la morfología cambia de escamosa a semirredonda. En sistemas dúctil-frágil los componentes dúctiles se aplanan a formas de plaquetas mediante un proceso de micro-forjado. Estas partículas aplanadas se sueldan en frío y forman una estructura laminar compuesta de los metales constituyentes. [12].

### 4.4.1 VARIABLES DE PROCESO

La molienda mecánica implica la optimización de una serie de variables para lograr la fase y/o microestructura del producto deseada. Algunos de los parámetros importantes que tienen un efecto sobre la constitución final del polvo son:

- Tipo de molino: los molinos difieren en su capacidad, velocidad de operación y su capacidad para controlar la operación variando la temperatura de molienda y el grado de minimización de la contaminación de polvos.
- Recipiente de molienda: También conocido como vial, jarra o cuenco, son fabricados comúnmente de acero templado, acero para herramientas, acero al cromo templado, acero templado, acero inoxidable, WC  $\pm$  Co, acero revestido con WC y acero para cojinetes.
- Velocidad de molienda: Al aumentar la velocidad de rotación en el molino mayor será la velocidad con la colisión en las bolas, generando una mayor será la entrada de energía en el polvo.
- Tiempo de molienda: El tiempo se elige de modo que se logre un estado estable entre la fractura y la soldadura en frío de las partículas de polvo. Los tiempos requeridos varían según el tipo de molino utilizado, la intensidad de molienda, la relación bola-polvo y la temperatura de molienda.

- Tipo, tamaño y distribución del tamaño del medio de molienda: Siempre es deseable, que el vial y las bolas de molienda estén hechos del mismo material que el polvo que se muele para evitar la contaminación cruzada. El tamaño del vial también influye en la eficiencia de molienda, es recomendable un tamaño grande (y alta densidad) ya que el mayor peso de las bolas transferirá más energía de impacto a las partículas de polvo. La densidad del medio del vial debe ser lo suficientemente alta para que las bolas generen suficiente fuerza de impacto sobre el polvo.
- Relación de peso de bola a polvo (BPR): A veces denominada relación de carga (CR), este tiene un efecto significativo en el tiempo requerido para lograr una fase particular en el polvo que se está moliendo. Cuanto mayor sea el BPR, menor será el tiempo requerido, la relación puede variar de un valor tan bajo de 1: 1 hasta tan alto como 220: 1.
- Grado de llenado del vial: La aleación entre las partículas de polvo se produce a las fuerzas de impacto ejercidas sobre ellas, es necesario que exista suficiente espacio para que las bolas y las partículas de polvo se muevan libremente en el recipiente de molienda del que depende la energía de impacto.
- Atmósfera de molienda: Su principal efecto es evitar la contaminación del polvo. Por lo tanto, los polvos se muelen en recipientes que han sido evacuados o llenados con un gas inerte como argón o helio.
- Agente de control de proceso: también conocido como lubricante o surfactante, este es agregado a la mezcla de polvo durante la molienda para reducir el efecto de la soldadura en frío entre las partículas y por lo tanto inhibe la aglomeración.
- Temperatura de molienda: En todos los procesos de molienda la difusión está involucrada, donde la temperatura produce un efecto significativo. La temperatura puede ser variada intencionalmente para observar la variación de niveles de solubilidad, formaciones de fases amorfas o una estructura nanocristalina a diferentes temperaturas.

Todas estas variables de proceso no son completamente independientes. Por ejemplo, el tiempo óptimo de molienda depende del tipo de molino, el tamaño del medio de molienda, la temperatura de molienda, la proporción de bola a polvo, etc. [13].

#### 4.4.2 MOLINO SPEX

Los molinos SPEX (figura 3), son capaces de moler aproximadamente 10 - 20 g del polvo a la vez. Tiene un vial, encargado de contener la muestra y las bolas de molienda. El vial es asegurado con la abrazadera y agitado energicamente hacia adelante y hacia atrás varios miles de veces por minuto. El movimiento de agitación se combina con movimientos laterales, de modo que el vial parece tener una trayectoria similar a un signo de infinito. Con cada movimiento del vial, las bolas impactan contra la muestra y las paredes del vial, causando una continua molienda y mezclado de la muestra. Debido a la amplitud (aproximadamente 5 cm) y la velocidad (aproximadamente 1200 rpm) del movimiento de

la abrazadera, las velocidades de la bola son altas (del orden de 5 m / s) y, en consecuencia, la fuerza del impacto de la bola es inusualmente grande. Por tanto, estos molinos pueden considerarse una variedad de alta energía [13].



Figura 3 Molino SPEX.

#### 4.5 MOLIENDA MECÁNICA

La molienda mecánica (MM) suele ser un proceso de molienda en seco y de alta energía que se ha empleado para fabricar una variedad de materiales comercialmente avanzados. Esta técnica también es capaz de sintetizar una variedad de fases de aleación en equilibrio y sin equilibrio a partir de polvos pre-aleados. La aleación mecánica es actualmente una de las técnicas de procesamiento fuera del equilibrio más populares.

El proceso consiste en repetidas fracturas y soldaduras de una mezcla de partículas de polvo en un molino de bolas de alta energía. Las partículas de polvo quedan atrapadas entre las bolas de colisión durante la molienda y sufren deformación, soldadura o fractura, dependiendo del comportamiento mecánico de los componentes del polvo. El proceso se utiliza para producir una variedad de materiales y aleaciones: soluciones sólidas sobresaturadas, materiales amorfos, compuestos intermetálicos y compuestos de matriz metálica.

Las etapas MM con dos polvos de metal dúctil se pueden esquematizar de la siguiente manera:

1. Inicialmente las partículas sufren deformación y su morfología cambia de la inicial a la aplanada.
2. Después predomina el mecanismo de soldadura, que produce la formación de partículas equiaxiales. En esta etapa, se observan líneas de soldadura orientadas. Entonces, los mecanismos de soldadura - fractura alcanzan el equilibrio y predomina la formación de partículas con líneas de soldadura orientadas al azar.



3. La etapa final se caracteriza por el proceso de estado estacionario en el que el refinamiento microestructural puede continuar, pero el tamaño de partícula y la distribución del tamaño permanecen aproximadamente estables [14].

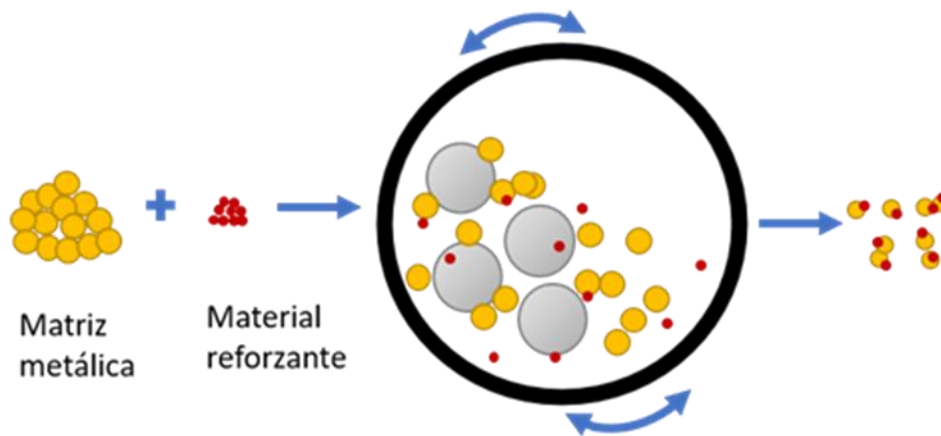


Figura 4 Esquema de molienda mecánica.

## 4.6 ENDURECIMIENTO POR DISPERSIÓN

En las aleaciones simples endurecidas por dispersión las partículas pequeñas de una fase (de alta dureza) se introducen en una segunda fase, la cual es más dúctil. A la fase dúctil, por lo general continua y presente en cantidades mayores, se le llama matriz. A la fase dura puede llamársele fase dispersa o precipitada, con base en la manera en que se forma la aleación. Para que ocurra el endurecimiento por dispersión, la fase dispersa o precipitada debe ser lo suficientemente pequeña como para conformar obstáculos eficaces al movimiento de las dislocaciones, y así provocar el mecanismo de endurecimiento.

Las partículas de la fase dispersa deben ser redondas, en vez de tener forma de aguja o borde afilado, dado que la forma redonda es menos probable que permite que se inicie una grieta o actúe como una muesca [2].

### 4.6.1 COMPUESTOS ENDURECIDOS POR DISPERSIÓN

Los metales y las aleaciones metálicas pueden reforzarse y endurecerse mediante la dispersión uniforme de varios porcentajes en volumen de partículas finas de un material muy duro e inerte. La fase dispersa puede ser metálica o no metálica; a menudo se utilizan materiales de óxido. Para los compuestos reforzados por dispersión, las partículas son normalmente pequeñas, con diámetros entre 0.01 y 0.1  $\mu\text{m}$  (10 y 100 nm).

El mecanismo de reforzamiento implica interacciones entre las partículas y dislocaciones dentro de la matriz, como con el endurecimiento por precipitación. El efecto de reforzamiento por dispersión no es tan pronunciado como con el endurecimiento por precipitación; sin embargo, el reforzamiento se mantiene a temperaturas elevadas y durante períodos prolongados porque las partículas dispersas se eligen para que no reaccionen con la fase de la matriz. Para las aleaciones endurecidas por precipitación, el aumento de la resistencia puede desaparecer con el tratamiento térmico como consecuencia del crecimiento del precipitado o la disolución de la fase del precipitado [4].

#### 4.7 DEFORMACIÓN ELÁSTICA Y PLÁSTICA

Cuando se somete una pieza de metal a una fuerza de tracción o compresión uniaxial se produce la deformación del metal. Cuando la fuerza es retirada y el metal no recupera sus dimensiones originales se produce un desplazamiento de los átomos continuamente desde sus posiciones iniciales a unas nuevas disminuyendo la movilidad de las dislocaciones, lo que a su vez hace que el metal sea más duro y más fuerte a través de la deformación plástica resultante. Es más difícil deformar el metal a medida que aumenta la deformación y, por lo tanto, se denomina "endurecimiento por deformación".

Si el metal recupera sus dimensiones originales cuando se elimina la fuerza, se considera que el metal ha sufrido una deformación elástica. La cantidad de deformación elástica que puede soportar un metal es pequeña pues durante la deformación elástica, los átomos del metal se desplazan de sus posiciones originales, pero sin llegar a alcanzar nuevas posiciones. En los diagramas de esfuerzo-deformación (figura 5) muestran el comportamiento elástico y plástico de los materiales de acuerdo a su clasificación dúctil o frágil.

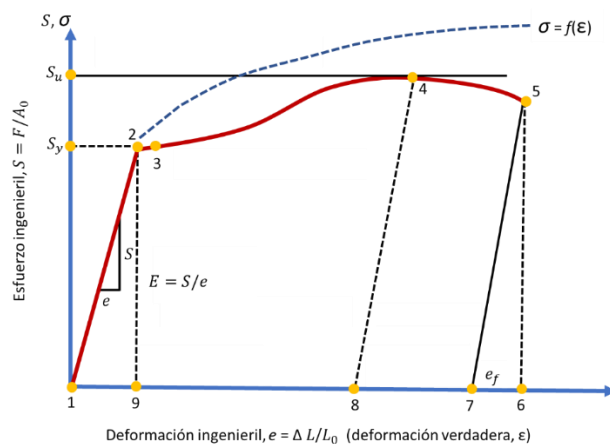


Figura 5 Típico diagrama de esfuerzo - deformación.

Las propiedades comunes obtenidas directamente del diagrama esfuerzo-deformación son [3]:

- Módulo de elasticidad, (E). El módulo de Young, también conocido como módulo elástico, es una medida de la rigidez de un material sólido. Para metales la máxima deformación elástica suele ser inferior a 0.5%. en general los metales y aleaciones muestran una relación lineal entre la tensión aplicada y la deformación producida en la región elástica del diagrama convencional se describe por la ley de Hooke (ecuación 1):

*Ecuación n.º1.*

$$S(\text{esfuerzo ingenieril}) = E\varepsilon(\text{deformación})$$

*Ecuación n.º2.*

$$E = \frac{S(\text{esfuerzo ingenieril})}{\varepsilon(\text{deformación})}$$

- Esfuerzo de cedencia, ( $S_y$ ). El límite elástico es el esfuerzo a la que un material muestra una deformación plástica significativa. Debido a que no existe un punto definido de la curva esfuerzo-deformación donde podamos establecer donde termina la deformación elástica e inicia la deformación plástica, se determina como el esfuerzo al que se produce una deformación elástica bien definida. En muchas ocasiones se determina el límite cuando se produce una deformación de 0.2% también denominado límite elástico convencional.
- Máxima resistencia a la compresión ( $S_u$ ). La resistencia máxima a la compresión (también conocida como UTS) es el esfuerzo máximo desarrollado por el material en función del área de la sección transversal original.
- Alargamiento a la fractura o deformación de ingeniería ( $e_f$ ). Normalmente se expresa en %.
- Tenacidad. La energía necesaria para fracturar una unidad de volumen de un material, por lo que se mide en  $J/m^3$ . Se caracteriza por el módulo de tenacidad, que es la capacidad total de absorción de energía del material a fracturarse y, por lo tanto, viene dada por el área total bajo la curva esfuerzo-deformación (ecuación 3).

*Ecuación n.º3.*

$$U_t = \int_0^{e_f} \sigma d\varepsilon \approx \frac{(S_y + S_u)}{2} e_f$$

- Resiliencia. Es la energía de deformación almacenada por el cuerpo hasta el límite elástico. En otras palabras, es la energía de deformación recuperable /

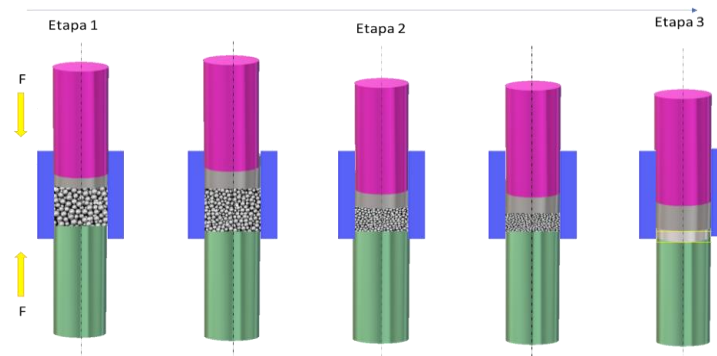
elástica. Se caracteriza por el módulo de resiliencia, que es la cantidad de energía almacenada al tensionar el material hasta el límite elástico dado por el área debajo de la parte elástica del diagrama esfuerzo-deformación (ecuación 4).

*Ecuación n.º 4.*

$$U_r = \int_0^{e_e} \sigma d\varepsilon \approx \frac{S_y e_e}{2}$$

#### 4.8 COMPACTACIÓN EN FRÍO Y SINTERIZACIÓN

La compactación es la transformación de polvos en una forma específica con la resistencia adecuada. Esta consiste en aplicar presión a las partículas de polvo para lograr la cohesión entre ellas y dar un cuerpo compacto con una resistencia verde. Es importante destacar que la compactación disminuye los tamaños de los huecos entre las partículas, aumentando así la densidad de los polvos consolidados. La compactación de polvo también fomenta la sinterización al mejorar el área de contacto entre las partículas de polvo (figura 6).



*Figura 6 Empaquetamiento de partículas seguido de deformación y soldadura en frío, proceso de prensado uniaxial.*

Antes de la sinterización, es necesario mezclar un tiempo considerado en los materiales compuestos, para lograr una distribución uniforme del refuerzo en la matriz. El proceso de sinterización (figura 7) consiste en la aplicación de una temperatura elevada sobre la muestra con la condición de que la temperatura elegida sea inferior al punto de fusión [10].

Parámetros que pueden afectar el proceso de sinterización:

- (1) Dependientes del proceso: temperatura, tiempo y atmósfera.
- (2) Parámetros de los materiales: densidad en verde, tamaño, morfología, composición y estructura de las partículas.

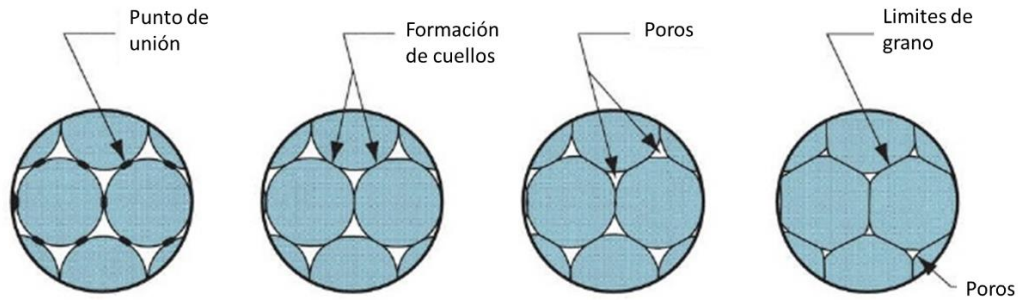


Figura 7 Proceso de sinterización.

#### 4.9 ESTADO DEL ARTE

1. El análisis de la influencia de los parámetros de molienda en la estructura y formación de fase en la aleación Ti-20%Al [15], estudian el efecto sobre el tamaño de partícula y la formación de fases en polvo de Ti-Al. Produjeron aluminuro de Ti con una relación de peso de bola a polvo fija de 10: 1 mientras se variaba la velocidad y el tiempo de molienda. Como resultado la molienda de las aleaciones con condiciones de velocidad de 500 rpm durante un intervalo de tiempo de 5 a 20 h reveló la formación de Ti alfa ( $\alpha$ -Ti) y fase gamma ( $\gamma$ -TiAl).

2. En la revista Powder technology se publicó un estudio sobre las propiedades mecánicas y comportamiento tribológico de los compuestos de matriz de Al reforzados con partículas de vidrio metálico a base de Fe, haciendo énfasis en la influencia del tamaño de partícula [16]. Los compuestos de matriz de Al que consistieron en polvos de vidrio metálico a base de Al-2024 y Fe, fueron preparados mediante metalurgia de polvos usando una matriz optimizada para reforzar la relación de tamaño de partícula. Se investigó la influencia del tamaño de partícula vítrea en las propiedades mecánicas y el comportamiento al desgaste por deslizamiento en seco de los compuestos. Como resultado los compuestos mostraron una estructura densa y una distribución tridimensional homogénea de los refuerzos independientemente del tamaño de partícula. Concluyendo que el tamaño de partícula tiene una mínima influencia en el límite elástico, mientras que la resistencia a la tracción y la ductilidad disminuye gradualmente al aumentar el tamaño de las partículas.

3. El análisis de incremento de propiedades mecánicas debido a la presencia de partículas de  $B_4C$  [17], se estudia la influencia de  $B_4C$  y partículas de cenizas volantes en el comportamiento mecánico y tribológico de los compuestos Al-359. Obteniendo que la dureza de los compuestos sea mayor en comparación con la aleación base, debido a la presencia de una fase cerámica. También se observó que el coeficiente de fricción aumentó gradualmente con el aumento en por ciento en peso de  $B_4C$  y cenizas volantes. Además de mostrar que los compuestos tuvieron un aumento en la resistencia al desgaste.

4. En la caracterización de Ti-Al intermetálico sinterizado por proceso de aleado mecánico [12], por medio de aleación mecánica se obtuvo una aleación Al-40%Ti, se utilizó un molino de bolas planetario con bolas mixtas (5 y 15 mm de diámetro) para refinar el tamaño de cristalita del polvo elemental y así obtener la nueva fase de Al-Ti. La aleación mecánica de Al y Ti elemental dio como resultado la formación de fases de Al-Ti con la reflexión de  $\alpha$ -Ti<sub>3</sub>Al y TiAl<sub>3</sub>. El tamaño medio de partícula se redujo alrededor de 7 veces después de 60 h de molienda. El tamaño medio de cristalito del polvo también se redujo hasta 85 nm después de 60 h de aleación mecánica en condiciones controladas. Algunos parámetros experimentales de la molienda mecánica:

- Molienda: molino planetario, bolas mixtas de diámetros de 5 y 10 mm, viales de 250 ml, atmósfera de argón con purgas cada 10 h., uso de ácido esteárico como agente de control al 2% en peso, BPR 10:1, velocidad de rotación 220 rpm, ciclos de 30 min con paros de 10 min, tiempos de molienda 20, 40 y 60 h.
- Tamaño inicial de partículas: Ti 12  $\mu$ m, Al 16  $\mu$ m.

Finalmente se obtuvo una molienda inicial, deformaciones plásticas y fragmentación del Ti. Al transcurrir 20 h se logra un tamaño de partícula promedio 15  $\mu$ m, cuando T= 40 h la partícula promedio es 7  $\mu$ m, y con T= 60 h la partícula promedio es de 2  $\mu$ m con formación de compuestos metálicos estables y partículas de Ti sin ser molidas.

5. Reforzamiento de la aleación de Al-2024 mediante partículas compuestas de Ti / B<sub>4</sub>C con estructura de core-shell [18]. Se fabricaron nuevos compuestos Al-2024 reforzados con partículas de Ti / B<sub>4</sub>C con estructura de núcleo y carcasa. El compuesto Al-2024-10% Ti / B<sub>4</sub>C presenta un incremento del 37,2% en el límite elástico y un alargamiento razonable del 6,3% en comparación con la aleación Al-2024. El rendimiento prometedor se atribuye a los efectos combinados de las partículas de Ti, las partículas B<sub>4</sub>C y la fase in situ-TiAl<sub>3</sub>.

#### Parámetros experimentales de la molienda mecánica

Partículas iniciales: polvo de Al-2024 (10  $\mu$ m), partículas B<sub>4</sub>C (1  $\mu$ m) y Ti (20  $\mu$ m).

Molienda; la prepararon partículas de doble fase de Ti / B<sub>4</sub>C mediante molienda mecánica de 3 g de B<sub>4</sub>C y 27 g de partículas de Ti con una proporción de bola a polvo de 20: 1, una velocidad de rotación del disco planetario de 350 rpm y un tiempo de molienda total de 43,2 ks en atmósfera de argón. Se añadió 2% en peso de ácido esteárico como agente de control del proceso (PCA). Posteriormente los polvos de aleación Al-2024 se mezclaron uniformemente con varias fracciones de volumen de polvos de Ti / B<sub>4</sub>C molidos (tabla 1).

*Tabla 1 Parámetros de mezcla de polvos aleación Al-2024.*

Nombre de la muestra	Composición (p-p%)	B <sub>4</sub> C (p-p%)
Al-2024	100%Al-2024	0

Al-2024-5%Ti/B <sub>4</sub> C	95%Al-2024-5%(90%Ti+10%B <sub>4</sub> C)	0.5
Al-2024-10%Ti/B <sub>4</sub> C	90%Al-2024-10%(90%Ti+10%B <sub>4</sub> C)	1
Al-2024-20%Ti/B <sub>4</sub> C	80%Al-2024-20%(90%Ti+10%B <sub>4</sub> C)	2

Los polvos mezclados se desgasifican a 673 K durante 7,2 ks y luego se consolidaron a 773 K durante 1,8 ks con una presión de 50 MPa, utilizando un sinterizado de plasma (SPS). El tamaño de las partículas de Ti / B<sub>4</sub>C se analizó mediante el analizador de tamaño de partículas SALD-2300.

### Resultado

Las partículas finas de B<sub>4</sub>C se distribuyen uniformemente dentro de los polvos gruesos de Ti después de la molienda mecánica. El tamaño de partícula promedio del Ti / B<sub>4</sub>C molido es ~51.3 μm, que es mucho más grande que el del polvo de Ti inicial (~20 μm), lo que sugiere soldadura en frío entre las partículas de Ti tuvo lugar durante la molienda mecánica. Por otro lado, las partículas de B<sub>4</sub>C se refinaron (tamaño promedio ~480 nm) mediante molienda mecánica. Se fabricó un nuevo compuesto Al-2024 reforzado con Ti / B<sub>4</sub>C e in situ-TiAl<sub>3</sub>. El Al-2024-10% Ti / B<sub>4</sub>C presenta un incremento del 37,2% en el límite elástico y un alargamiento uniforme del 6.3%, en comparación con Al-2024.

6. En los compuestos híbridos de matriz de aluminio [19], presentan diferentes combinaciones de refuerzos utilizados en la síntesis de materiales compuestos híbridos. Una de las combinaciones que se utilizó como reforzante doble cerámica sintética mostro buenas propiedades mecánicas y tribológicas sobre la aleación no reforzada. Se estudio la influencia del SiC/Gr y SiC/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sobre las propiedades de desgaste de los compuestos híbridos Al-6061-T6 procesados por fricción y agitación. Se obtuvo durezas y resistencias a la fricción superiores a las de la aleación, sin embargo, los compuestos que contenían SiC/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> fueron superiores a los compuestos de SiC/Gr debido a la dureza del Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

7. Se investigaron las características microestructurales, el comportamiento mecánico y de desgaste de los compuestos híbridos de matriz de aluminio reforzados con alúmina, ceniza de cáscara de arroz (RHA) y grafito [20]. Se utilizaron proporciones de peso variadas para preparar compuestos basados en aleaciones de Al-Mg-Si reforzadas con híbrido al 10% en peso usando fundición por agitación en dos etapas. Los resultados muestran que la resistencia a la tracción de los materiales compuestos que contenían 0.5% en peso de grafito y hasta un 50% de RHA era mayor que la de los materiales compuestos sin grafito. Los valores de tenacidad para los materiales compuestos que contienen 0.5% en peso de grafito fueron en todos los casos superiores a los de los materiales compuestos sin grafito.

El porcentaje de alargamiento para todos los materiales compuestos producidos estuvo dentro del rango de 10 a 13% y los valores fueron invariables al contenido de RHA y grafito.

8. El artículo “compuestos híbridos de matriz poliéster reforzados con fibras de coco y vidrio” [21], se evaluaron las propiedades mecánicas de las fracciones volumétricas de refuerzo de 0.15 y 0.20, dentro de éstas se variaron las proporciones de coco-vidrio en 25/75, 50/50, 75/25 cutas fibras fueron colocadas de acuerdo a la disposición tipo sándwich. Los ensayos mecánicos determinaron que las propiedades fueron superiores con la fracción volumétrica de refuerzo de 0.20. Así, con respecto a la matriz poliéster para los ensayos a tracción, su módulo elástico (3960 MPa) y esfuerzo máximo (38,56 MPa) aumentaron en un 231% y 40% respectivamente. En los ensayos de flexión el incremento de las propiedades fue de 104% para el módulo elástico (4094 MPa) y 51% para el esfuerzo máximo (89,23 MPa).

9. En el artículo “Síntesis y caracterización de compuestos de matriz de aluminio híbrido sinterizado reforzado con partículas dobles (MWCT + B C)” [22], trata sobre la síntesis y caracterización de matrices de aluminio reforzadas con micropartículas  $B_4C$  y nano tubos de carbono de pared múltiple (MWCNT) que han sido preparados por vía pulvimetalúrgia. Se mezcló en polvo un peso fijo (%) de  $B_4C$  y diferente % en peso de MWCNT (0, 1 y 2 %) como constituyentes de refuerzo, que fueron prensados en frío uniaxialmente y posteriormente compactados y sinterizados en un horno eléctrico continuo. Como resultados muestra que la máxima dureza se obtuvo con un 1% de MWTC.

## 5.1 TÉCNICAS EXPERIMENTALES

### 5.1.1 ENSAYO DE MICRODUREZA VICKERS

Los ensayos de micro indentación son usados para ensayar materiales muy delgados o muy pequeños para los ensayos de macro indentación. El ensayo de microdureza consiste en aplicar una carga por determinado tiempo sobre el material el cual será penetrado por un indentador piramidal de punta de diamante con un rango de carga de 1 a 1000 gf. Esta penetración ocasiona una huella en la muestra en donde en base a la medida de sus diagonales generadas se relaciona por medio de ecuaciones con un valor dentro de la escala de dureza Vickers (figura 8). La dureza Vickers es un número basado en la división de la fuerza por la superficie del área de la indentación.



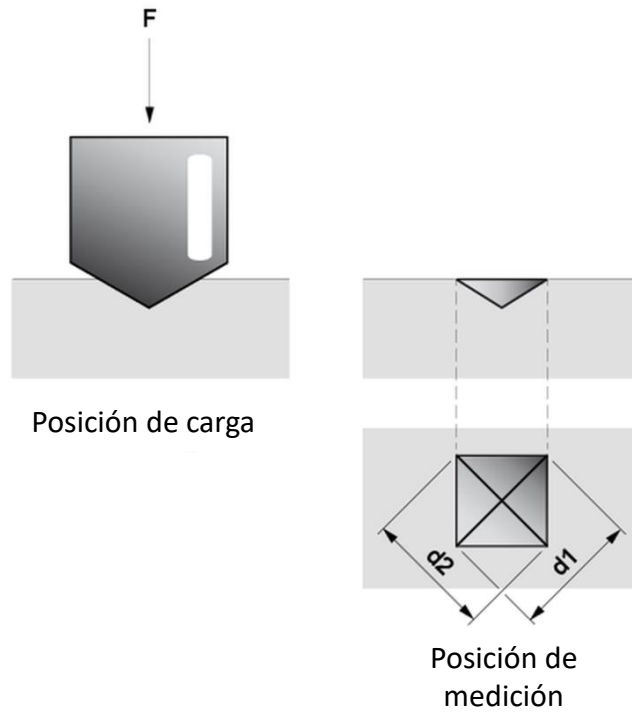


Figura 8 Posición de carga y de medición, ensayo de micro dureza Vickers.

El equipo utilizado para realizar este ensayo es un micro durómetro previamente calibrado que arroja en la pantalla el valor de la dureza directamente (figura 9) y se realiza aplicando la norma ASTM E-384-99 [23].



Figura 9 Microdurómetro Vickers FUTURE-TECH.

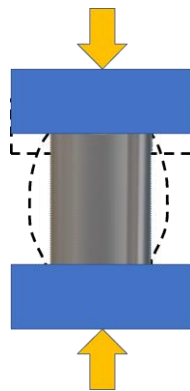
### 5.1.2 ENSAYO DE COMPRESIÓN

Es una prueba destructiva que proporciona información sobre la resistencia y ductilidad de los materiales sometidos a tensiones de compresión uniaxiales. Este ensayo determina el límite elástico, límite plástico, módulo de Young, la curva esfuerzo-deformación y la resistencia a la compresión. Este ensayo se realiza en una Máquina Universal INSTRON modelo 3382 (figura 10) la cual está diseñada para comprimir la muestra a una velocidad constante, para medir de manera continua la carga aplicada y el acortamiento de la probeta hasta su fractura.



*Figura 10 Máquina Universal INSTRON 100 kN modelo 3382.*

Durante el ensayo la muestra se coloca sobre dos discos que distribuyen la carga en el área de la superficie de las dos caras opuestas de la muestra, conforme aumenta la carga la distancia de los discos se acorta indicando la deformación de la muestra. Una muestra comprimida se acorta en la dirección de las cargas aplicadas y se expande de manera perpendicular (figura 11) [24].



*Figura 11 Cargas aplicadas a la muestra en el ensayo de compresión.*

### 5.1.3 DIFRACCIÓN DE RAYOS X

La difracción de rayos X consiste en generar fenómenos de difracción característicos. Cuando los fotones de rayos X alcanzan la materia, pueden tener lugar varios tipos de interacciones que conducen a diferentes efectos de absorción y dispersión. Dependiendo de la naturaleza periódica de una estructura cristalina, se producirá una interferencia constructiva o destructiva. El principio de la difracción de rayos X solo ocurre cuando la interferencia es constructiva, es decir cuando se cumple la ley de Bragg:

$$n\lambda = 2d \operatorname{sen}\theta$$

Esto da lugar a la aparición de picos de difracción que aparecen en forma de los denominados anillos de Debye o anillos de difracción si los detecta un detector plano. La intensidad total difractada por una celda unitaria considerada se describe mediante la suma de la intensidad dispersada de los átomos individuales. En general, los datos de difracción se representan como una distribución de intensidad en función del ángulo  $2\theta$ . El contenido de información que se puede extraer se representa en la figura 12.

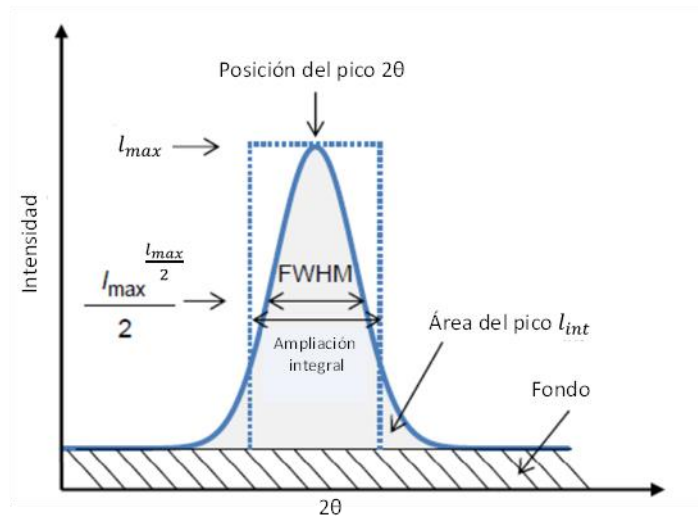


Figura 12 Pico de difracción e información contenida en ella.

Las posiciones de los haces difractados de electrones están determinadas por el tamaño y la forma de la celda unitaria y las intensidades de los haces difractados se rigen por la distribución, el número y los tipos de átomos en la muestra [25, 26]. Se utilizó un difractómetro de rayos X PANalytical X'Pert PRO en la experimentación (figura 13). [25, 27]



Figura 13 Difractómetro PANalytical X'Pert Pro.

#### 5.1.4 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (MEB).

El MEB es un instrumento que escanea la superficie de una muestra con un haz de electrones finamente convergente en el vacío, detecta la información (señales) producidas en el momento de la muestra y presenta una imagen ampliada de la superficie de la muestra en la pantalla del monitor. Se utiliza para capturar e interpretar algunas señales emitidas durante la interacción del haz de electrones con la muestra (Figura 14).

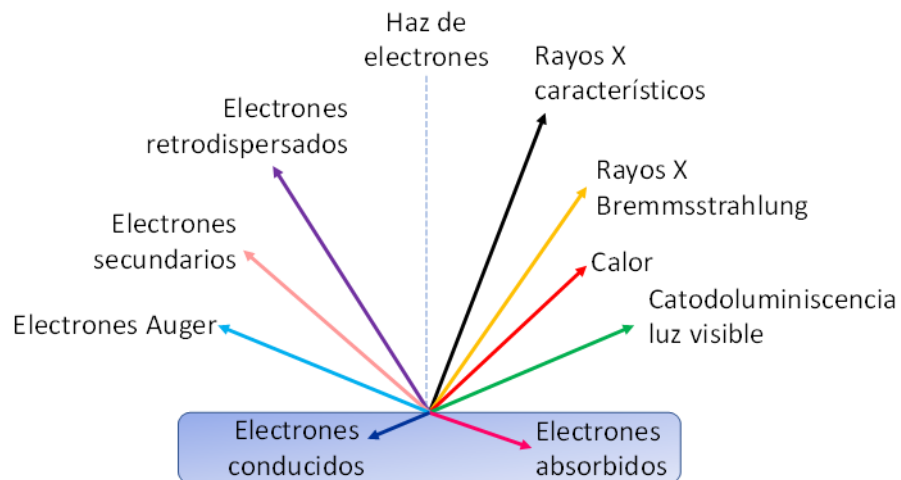


Figura 14 Señales generadas en la muestra por MEB.

De todas las señales emitidas se utilizan los electrones secundarios y los retrodispersados, para el análisis de morfología y de fases de las muestras. Estas señales son las que serán recogidas por el detector y generando imágenes en términos de brillos y oscuros sobre la pantalla del ORC. La procedencia de los electrones varía; algunos provienen del haz pueden penetrar en la muestra perdiendo energía y distribuirse dentro de ella bajo diferentes ángulos [27, 28]. El equipo utilizado fue microscopio electrónico de barrido Hitachi SU3500 (figura 15).



Figura 15 Microscopio electrónico de barrido marca Hitachi SU3500.

### 5.1.5 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE TRANSMISIÓN (MET).

En MET, el haz de electrones se proyecta a través de una muestra en un vacío y el haz de electrones transmitido a través de la muestra proporciona una rica variedad de información sobre la muestra (figura 16). El equipo utilizado fue un microscopio electrónico de transmisión JEM-2200FS Jeol (figura 17).

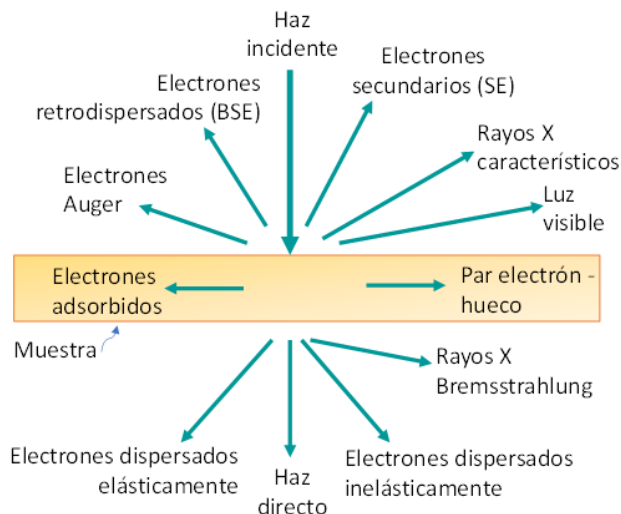
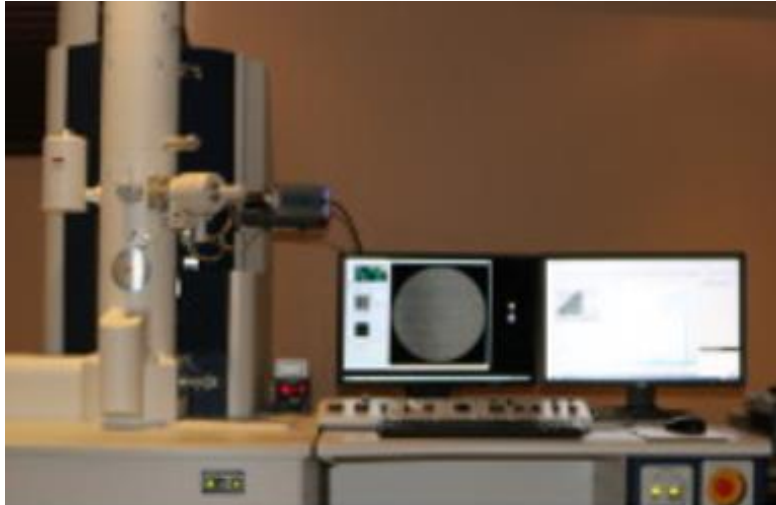


Figura 16 Señales de la muestra generadas en MET.



*Figura 17 Microscopio electrónico Hitachi HT 7700.*

Entre estas señales de la muestra, los electrones transmitidos y los electrones dispersados elásticamente se utilizan principalmente para TEM. El TEM es capaz de generar patrones de difracción al igual que imágenes, para cambiar de un modo de uso a otro debe ajustar las lentes del sistema para cada uno de los casos [25].

- Modo de difracción: para ver el patrón de difracción hay que ajustar las lentes del sistema de imagen para que el BFP del objetivo actúe como el plano objeto para la lente intermedia. Entonces se proyecta en la pantalla de visualización / CCD el patrón de difracción.
- Modo de imagen: ajusta la lente intermedia para que su objeto plano sea el plano de imagen de la lente del objetivo. Entonces una imagen se proyecta en la pantalla de visualización / CCD.

Las imágenes se pueden producir de dos maneras:

1. Imagen de campo claro, se forma con paso de los electrones transmitidos a través de la apertura.
2. Imagen de campo oscuro, los electrones transmitidos son bloqueados por la apertura, los electrones difractados podrían pasar a través de la apertura.

## 5. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

### Introducción

Molienda, es un proceso donde buscamos obtener un tamaño de partícula específica para un posterior procesamiento [29]. En este capítulo describe las propiedades mecánicas del material de refuerzo y de su matriz, además de describir el proceso de obtención de las partículas híbridas. También se describe de manera introductoria los ensayos y las técnicas de análisis utilizadas.

### 5.1 ALEACIÓN Al-7075

Entre las aleaciones de Al que se destaca para la fabricación de MMC se encuentran las aleaciones de Al forjadas, como 6061, 2124 y 7075, y aleaciones de Al fundido, como Al-Si y Al-Mg. La aleación Al-7075 posee alta resistencia y tenacidad, cuyas propiedades se prefieren en el sector aeroespacial y automotriz [30]. En la tabla 2 y 3 se muestra la composición de la aleación y sus propiedades mecánicas [31, 32].

Tabla 2 Composición Al-7075.

Porcentaje en peso (p-p%)	Al	Cr	Cu	Fe	Mg	Mn	Si	Ti	Zn	Otros
Al-7075	87.1-91.4	0.18-0.28	1.2-2	Max. 0.15	2.1-2.9	Max. 0.3	Max. 0.4	Max. 0.2	5.1-6.1	Max. 0.15

Tabla 3 Propiedades de Al-7075.

Propiedades	Al-7075
Módulo elástico (GPa)	71.7
Densidad (g/cm <sup>3</sup> )	2.81
Radio de Poisson	0.33
Dureza (HV)	68
Resistencia a la compresión (MPa)	265
Esfuerzo máximo (MPa)	210

## 5.2 PARTÍCULAS REFORZANTES HÍBRIDAS

Los materiales seleccionados para reforzar de manera simultánea la aleación Al-7075 y poder generar partículas híbridas reforzantes es el B<sub>4</sub>C y el Ti, debido a sus características individuales.

El B<sub>4</sub>C, posee propiedades físicas y mecánicas sobresalientes, como una baja densidad (2.52 g / cm<sup>3</sup>), alto punto de fusión (2427 °C). En la tabla 4 se muestran algunas propiedades mecánicas del B<sub>4</sub>C [33].

Tabla 4 Propiedades del Carburo de Boro.

Propiedades	B <sub>4</sub> C
Módulo elástico (GPa)	240 - 460
Densidad (g/cm <sup>3</sup> )	2.52
Radio de Poisson	0.17 - 0.18
Micro Dureza (HV)	3200
Resistencia a la tensión [T] / compresión [C] MPa	350

Para contener a las partículas de B<sub>4</sub>C se eligió Ti, cuyo módulo de Young E: ~ 110 GPa [12], valor muy cercano al módulo de la matriz de Al, que permitirá reducir el esfuerzo de cedencia ( $\sigma_y$ ) del compuesto que se tiene considerado realizar en el presente trabajo de tesis.

Si fabricamos un compuesto que una las propiedades del Ti y el carburo de boro como material reforzante, podremos mejorar propiedades mecánicas, como ocurrió en la aleación de Al-2024, el cual exhibe un incremento de 37.2% en el límite elástico y un alargamiento uniforme de 6.3%, comparado con la aleación pura [18].

## 5.3 SECUENCIA DE LA FABRICACIÓN DEL MATERIAL COMPUESTO

- 1.- Se utilizó el molino SPEX de alta energía con atmósfera de argón para la preparación de las partículas híbridas, con diferentes tiempos de molienda a establecer.
- 2.- A partir de una barra de Al-7075 se obtuvo rebaba por medio de maquinado; esta rebaba se someterá a un proceso de reducción de tamaño en el molino SPEX, obteniendo como producto el reforzante que se adicionará a la matriz.
- 3.- Molienda mecánica, permitió introducir las partículas híbridas dentro de la matriz metálica, se utilizará el molino SPEX de alta energía con atmósfera de argón para la obtención de polvos de material compuesto de matriz metálica.



4.- Compactación, se realizó siguiendo la norma ASTM B331-16.

5.- Sinterización convencional.

6.- Ensayo de micro dureza Vickers, se realizó siguiendo la norma ASTM E384-99 [23] para materiales metálicos.

7.- Ensayo de compresión basado en la norma ASTM E9-19 [24].

En la figura 18 se muestra la ruta para el procesamiento de los compuestos de matriz de Al-7075 reforzado con partículas híbridas de Ti/B<sub>4</sub>C.

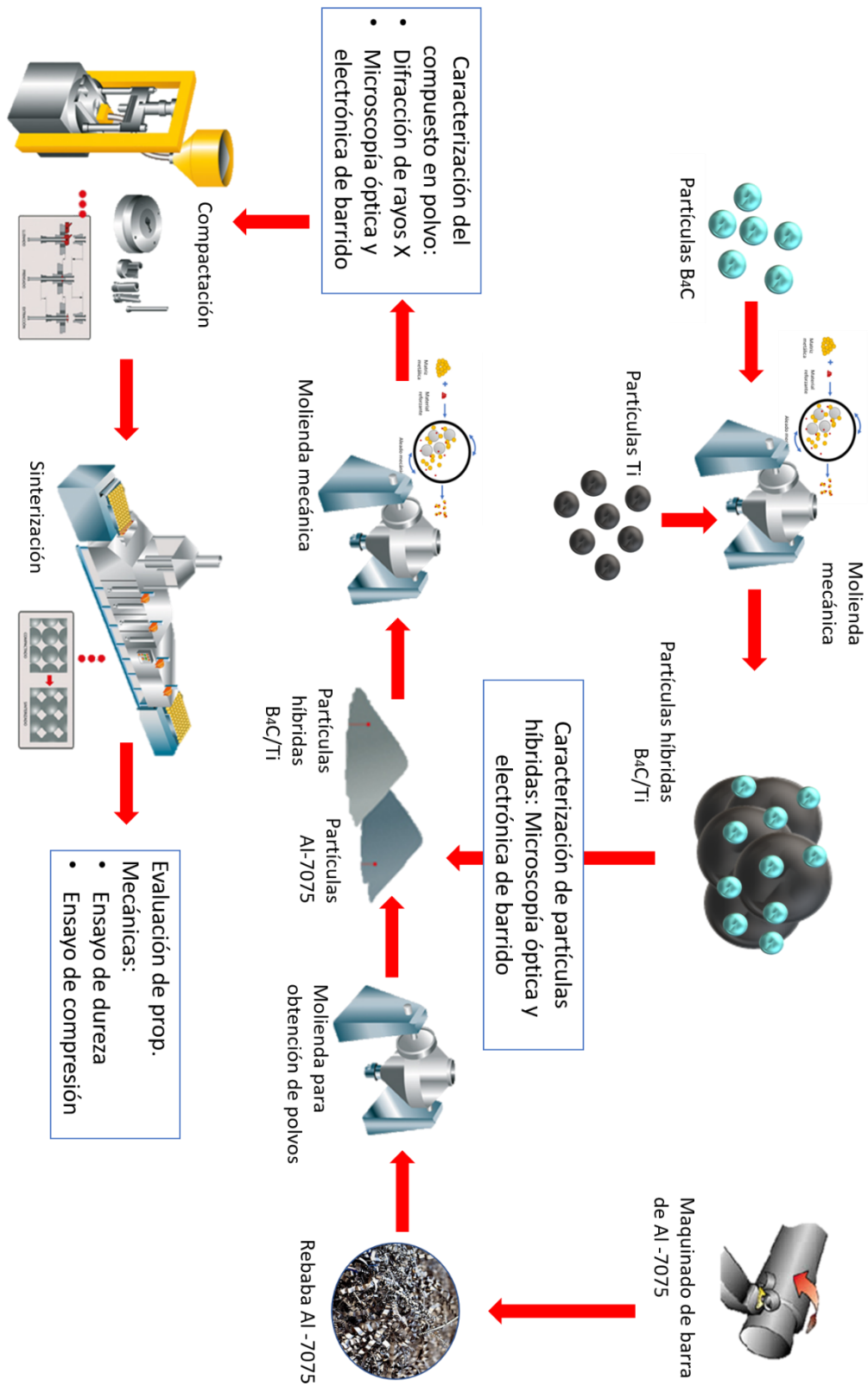


Figura 18 Diagrama de flujo a seguir del compuesto de MMC Al-7075 reforzado con partículas híbridas Ti/B4C tratado térmicamente.

## 5.4 GENERACIÓN DE REBABA METÁLICA

La condición inicial de la barra de Al-7075 (figura 19), fue un tratamiento térmico T6 que le proporcionaba una dureza de 140 HV dificultando su maquinado. Para facilitar este proceso de realizar un tratamiento térmico de recocido a 413 °C por 23 h con enfriamiento dentro del horno hasta temperatura ambiente, borrando el historial de endurecimiento de la barra reduciendo su dureza a 60 HV.

Por medio del maquinado de la barra en torno paralelo (figura 20) se generó la rebaba metálica de la aleación Al-7075, utilizando como refrigerante alcohol isopropílico. La barra de Al fue asegurada en las muecas del torno para así iniciar el proceso de desbaste de la barra produciendo por efecto la rebaba. El material de corte utilizado fue un buril de carburo de tungsteno de forma piramidal.



*Figura 19 Barra de Al-7075.*

Para evitar la contaminación de las rebabas se usó una canaleta de cartón para su recolección. Una vez generada la rebaba metálica se realizó un procedimiento de limpieza para eliminar impurezas por medio de un baño en tina de ultrasonido con alcohol y para eliminar impurezas magnéticas se hizo un barrido con un imán sobre la superficie de las rebabas.



*Figura 20 Torno paralelo y rebaba metálica de Al-7075.*

## 5.5 MOLIENDA MECÁNICA

El molino utilizado fue el SPEX-8000M (figura 21), antes de iniciar cada una de las moliendas se realizó un procedimiento de inspección y limpieza del equipo, con el fin de asegurar una correcta función sin contaminantes en el medio de molienda.



Figura 21 Molino Spex y vial con bolas de acero.

Pasos a seguir de manera general en cada molienda:

1. Verificación de equipo y limpieza de viales
2. Pesar previamente las cantidades de los materiales a moler, así como el agente de control de proceso.
3. Colocar las muestras y el agente de control de proceso en el vial
4. Generar un vacío en el vial para después llegarlo con un gas inerte con el fin de evitar la oxidación (opcional).
5. Tapar el vial y asegurarlo en las muescas dentro del molino.
6. Especificar tiempo de molienda en software
7. Iniciar molienda

### 5.5.1 GENERACIÓN DE POLVOS Al-7075

El objetivo de esta molienda es solo generar partículas de la aleación Al-7075 para ser procesadas posteriormente en una segunda molienda en la cual se generará un material compuesto de matriz metálica reforzado con partículas.

Se peso suficiente material para varias moliendas y así generar un banco de polvos de Al-7075. El tiempo de molienda fue de 30 min.

En este proceso ocurrió una disminución de tamaño de partícula, inicialmente el tamaño promedio de rebaba fue de 7 mm hasta alcanzar 1 mm aproximadamente (figura 22).



Figura 22 Polvos de Al-7075.

### 5.5.2 GENERACIÓN DE PARTÍCULAS HÍBRIDAS

Se utilizó para la molienda polvos de titanio con un tamaño de partícula de 40  $\mu\text{m}$  y  $\text{B}_4\text{C}$  de 10  $\mu\text{m}$  para la generación de las partículas estructuradas híbridas (figura 23). La relación de porcentajes de pesos fue de 90% Ti, 10%  $\text{B}_4\text{C}$  y de ácido esteárico como agente de control.

Los parámetros utilizados en la molienda son descritos en la tabla 5, en la figura 24 se muestra las moliendas obtenidas.

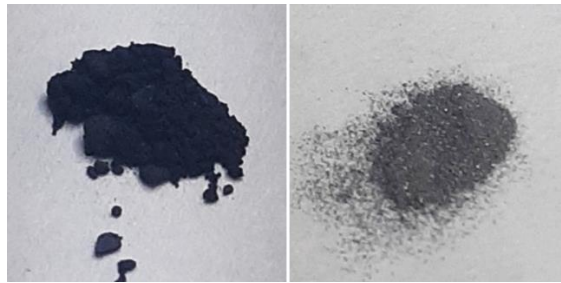


Figura 23 Polvos de  $\text{B}_4\text{C}$  y Ti.

Tabla 5 Parámetros utilizados en la molienda.

Molienda	Partícula inicial	Molino	Diam. de bolas en mm	Gramos en vial	Atmósfera inerte	Agente de control	BPR	Velocidad de rotación rpm	Tiempo de molienda h
1	Ti y $\text{B}_4\text{C}$	Spex	5 y 10	Ti: 3.6	Ar	Ácido esteárico al 2%	10:1	800 (cte.)	5
				$\text{B}_4\text{C}$ : 0.4					10
2				Ácido esteárico 0.08					

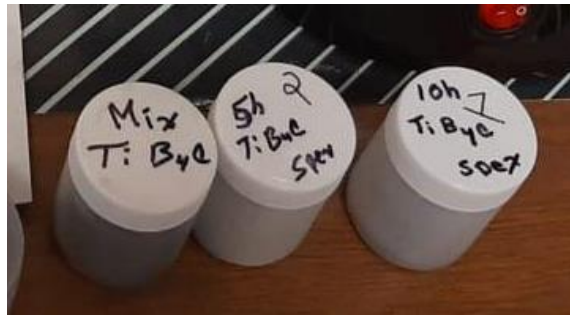


Figura 24 Muestras obtenidas de la molienda de 5 y 10 h, y mezcla de B<sub>4</sub>C/Ti.

### 5.5.3 PROCESO DE MOLIENDA MECÁNICA PARA EL MATERIAL COMPUESTO

Se analizaron las partículas híbridas en sus diferentes parámetros seleccionando como mejor opción la molienda de 10 h. El material compuesto de Al-7075 con partículas estructuradas de B<sub>4</sub>C/Ti se elaboraron por molienda mecánica añadiendo los siguientes porcentajes de partículas híbridas (tabla 6) con dos diferentes tiempos de molienda, 2 y 4 h.

Tabla 6 Parámetros utilizados en las moliendas para el material compuesto.

% de B <sub>4</sub> C/Ti	Gramos en vial	Molino	Diam. de bolas en mm	Atmósfera inerte	Agente de control	BPR	Velocidad de rotación	Tiempo de molienda
0	Al-7075: 4 g B <sub>4</sub> C: 0 g	Spex	5 y 10	Ar	Ácido esteárico al 2%	10:1	800 rpm (cte.)	Molienda #1: 2 h
1.5	Al-7075: 3.94 g B <sub>4</sub> C: 0.06 g							
2.5	Al-7075: 3.9 g B <sub>4</sub> C: 0.1 g							
5	Al-7075: 3.8 g B <sub>4</sub> C: 0.2 g							Molienda #2: 4 h
10	Al-7075: 3.6 g B <sub>4</sub> C: 0.4 g							

## 5.6 COMPACTACIÓN Y SINTERIZACIÓN DE PASTILLAS

Se pesó 0.9 g por probeta de los compuestos en polvo obtenidos, para después ser compactados en una prensa uniaxial con una presión de 20000 MPa.

Una vez que se pesaron los gramos requeridos por probeta, se colocaron dentro del dado cilíndrico. En cada una de las compactaciones se lubrico el dado con poca cantidad de estearato de calcio para facilitar su compactación. Se obtuvieron probetas cilíndricas que cumplían con la norma ASTM E9-19 [24].

Las probetas se identificaron por composición y se envolvieron en papel Al para crear una pre-atmósfera, para así llevarlas a la mufla tubular, donde se indujo un flujo de argón para crear una atmósfera inerte y evitar la oxidación en el compuesto.

La condición de sinterizado es una rampa de 12 °C / min con un precalentamiento de 2 h a 200 °C, elevando la temperatura a 460 °C por 4 h y por último a 475 °C por 18 h (figura 25).

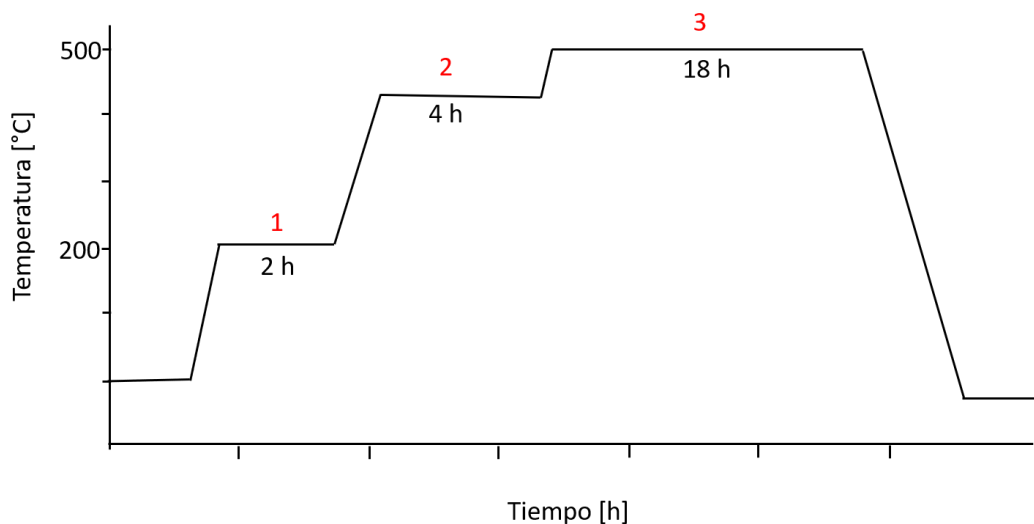


Figura 25 Curva de sinterización.

El resultado de estos dos procesos fueron probetas dentro de especificación listas para cualquier manipulación o ensayo de propiedades mecánicas.

## 5.7 PREPARACIÓN METALGRÁFICA

Previamente para la manipulación de las probetas se encapsularon en resina. Para la caracterización del material compuesto por medio de DRX, MEB y FIB, se realizó una preparación metalográfica para cada una de las diferentes composiciones y condiciones de las muestras. Se utilizaron lijas de 600 a 2000 para el desbaste agresivo de la muestra, para

después usar un paño y alúmina de 1  $\mu\text{m}$  para lograr el pulido espejo. El equipo utilizado fue una pulidora ECOMET 6 de BUEHLER (figura 26).



*Figura 26 Pulidora ECOMET 6.*

Para la muestra que se preparó para el haz de iones enfocados (FIB), la probeta fue desmontada de la resina, se cortó una pequeña sección de 5 mm de altura para ser pulida por ambas caras de manera paralela, en esta muestra no fue necesario llegar al pulido espejo.

Una vez que se caracterizó por medio de técnicas de microscopía, se utilizaron las probetas para realizar el ensayo de microdureza Vickers.



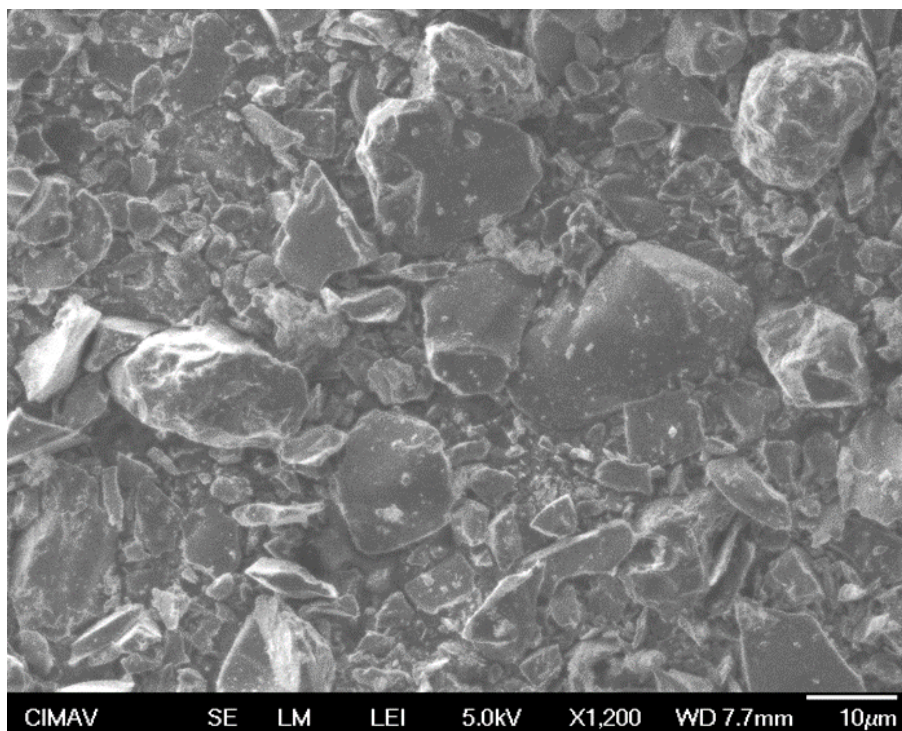
## 6. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### Introducción

En este capítulo se reportan hasta el momento las siguientes técnicas: análisis elemental por espectrometría de emisión de plasma ICP, rayos X y análisis de morfología por electrones secundarios y retrodispersados, microscopía electrónica HRTEM, ensayo de microdureza y de compresión. Para obtener información de los materiales de interés, con el fin de comprender el cambio por el cual sufrió durante los procesos de molienda y sinterización.

### 6.1 MATERIA PRIMA

Análisis de los polvos de carburo de boro y titanio, Al para su previo uso por medio de MEB por medio de electrones secundarios, se aprecia a diferentes aumentos la morfología de sus partículas.



*Figura 27 Polvos de carburo de boro.*

Los polvos de carburo de boro (figura 27) a 1200X, un porcentaje de las partículas tiene una morfología equiaxial y el resto columnar, la superficie es lisa con diferentes ángulos, sus dimensiones varían entre un rango de 10 a 1  $\mu\text{m}$  de longitud.

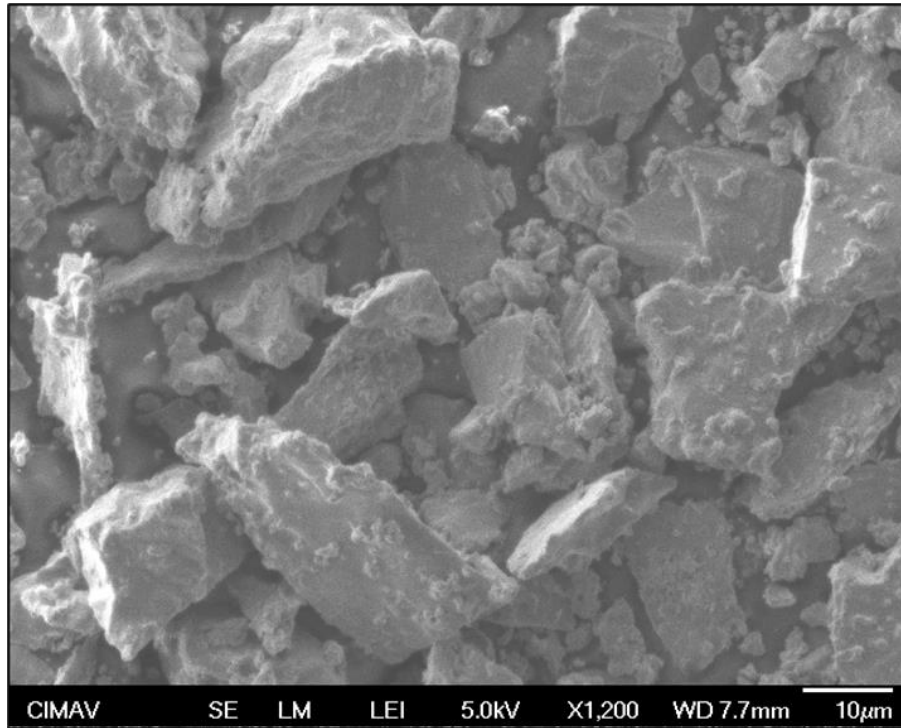


Figura 28 Polvos de Titanio.

La imagen de los polvos de Ti (figura 28) a 1200X se observa las partículas con un alto rango de tamaños, la morfología columnar es muy similar en partículas grandes y pequeñas, la superficie de las partículas la cual muestra un poco de rugosidad, las dimensiones de las partículas tienen un rango de 40 a 10 µm de longitud.

#### 6.1.1 ANÁLISIS QUÍMICO Al-7075

Se realizó un análisis elemental por la técnica ICP (espectrometría de emisión de plasma) para asegurar que la aleación de Al-7075 cumple con las especificaciones de elementos aleantes de acuerdo a la ASM. El resultado del análisis muestra una composición de acuerdo a la tabla 7.

Tabla 7 Composición de Al-7075.

Porcentaje en peso (p-p%)	Cr	Cu	Fe	Mg	Mn	Si	Ti	Zn
Al-7075	0.167	0.435	0.169	2.925	0.026	0.032	0.022	6.135

Comparando los datos obtenidos contra la norma de la ASM, se encuentran algunos elementos fuera de la composición estándar con un excedente menor al 0.05%. Los elementos fuera del rango de composición son Cr, Fe, Mg, Ti y Zn. El Cr se encuentra por debajo de la composición estándar un 0.013%, el Fe un 0.019%, el Mg 0.025% y Zn 0.035%.

## 6.2 PARTÍCULAS HÍBRIDAS

### 6.2.1 ANÁLISIS ESTRUCTURAL

Se realizó un análisis microestructural (figura 29) en las partículas híbridas obtenidas de las dos moliendas (0, 5 y 10 h) a través de difracción de rayos X, con el propósito de descifrar si durante el proceso de molienda mecánica ocurre una difusión de elementos debido a los tiempos de procesamiento. Todos los difractogramas fueron obtenidos con un paso de 0.026 y un ángulo de 3-80°.

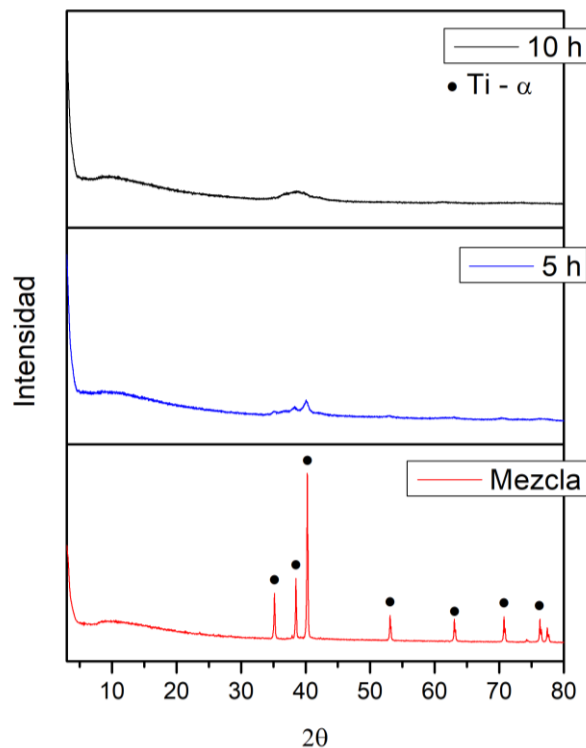


Figura 29 Difractogramas de mezcla, moliendas de 5 y 10 h de partículas híbridas.

El difractograma identificado como mezcla, son polvos de Ti con B<sub>4</sub>C que fue mezclado durante 15 min en un vial sin bolas, con el único fin de tener un patrón de comparación para las moliendas de interés, donde evidentemente no existe una difusión de fases y se aprecian los picos característicos del Ti. En cambio, en el difractograma de 5 y 10 h se pierde la resolución de estos mismos picos, debido a que los polvos se amorfizan por el proceso de la molienda mecánica. Esta amorfización es en gran medida, pero no por completo, por eso

Los picos se levantan como curvas apenas y no como el caso de los picos de Ti. Los picos de 5 y 10 h son de intensidad tan pequeña, que indican que aproximadamente un 95% de tu material los polvos quedaron amorfizado por la molienda y el 5% remanente permaneció cristalino.

El  $B_4C$  no apareció dentro del rango de 20 a 70° [34], debido a que debido a su procesamiento previo perdió su estructura cristalina, por lo que no hay planos o índices de Miller para difractar los rayos X y crear los picos.

#### 6.2.2 ANÁLISIS MORFOLÓGICO (MEB-EDS)

A través de MEB se analizaron los polvos de las partículas híbridas por medio de electrones secundarios (SE) y retrodispersados (BSE). Las morfologías de las partículas híbridas con condiciones de molienda de 5 h (figura 30) y 10 h (figura 31) es esferoidal. El aumento de tiempo de molienda el tamaño de partícula no disminuye significativamente, aproximadamente el tamaño de partícula es de 300-400  $\mu m$ .

Las imágenes de ambas condiciones fueron tomadas a 100X, 300X, 600X y 1500X en MEB, los polvos fueron colocados sobre un sustrato de cobre con el que fueron adheridas con cinta de carbono.

El análisis de las partículas híbridas de la molienda de 5 h (figura 31), la imagen 1 fue tomada a 100X, aprecian pequeñas partículas de diámetro inferior de 500  $\mu m$ . En la imagen 2 al aumentar a 300X, se empieza a notar una diferencia entre los diámetros de las partículas algunas van de las 100  $\mu m$  hasta las 500  $\mu m$ . En la imagen 3 se realizó un aumento de 600X, en esta zona confirmamos que existen una gran variedad de diámetros donde los límites se encuentran entre 100  $\mu m$  y 350  $\mu m$ , además de que su morfología es esferoide más no equiaxiales. En la imagen 4 el aumento es de 1200X, con mayor precisión podemos hablar de un tamaño de partícula con un mínimo de 160  $\mu m$  y un máximo de 400  $\mu m$ , con una superficie rugosa debido a la constante reducción de tamaño por colisión.

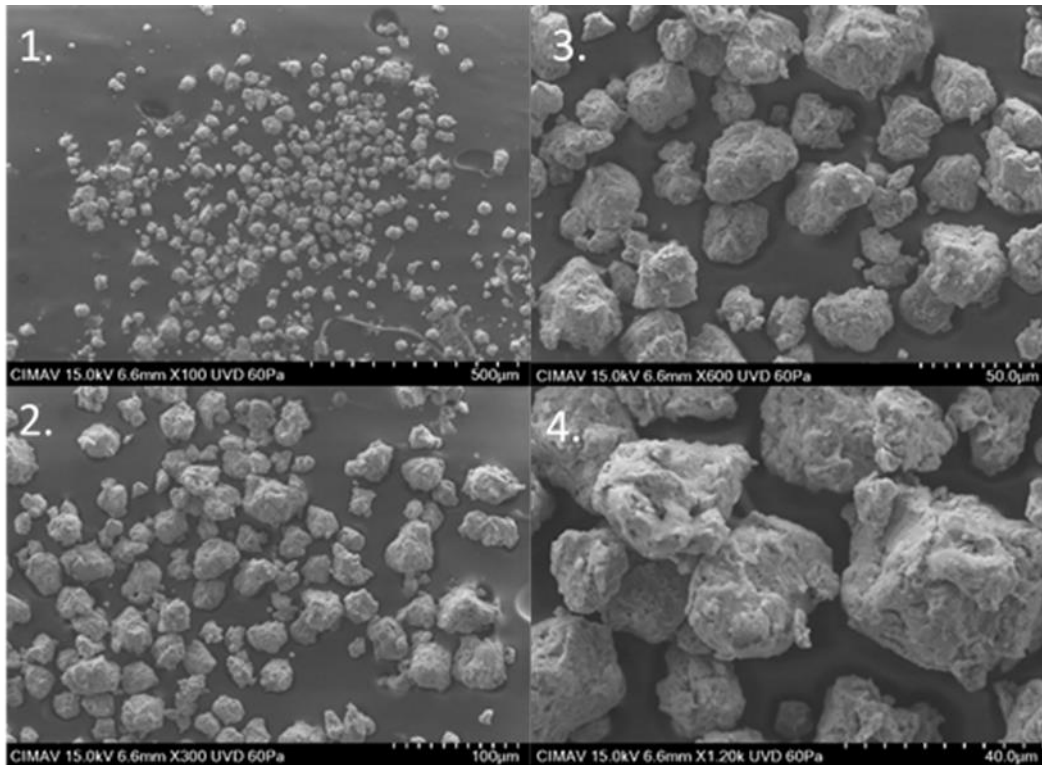


Figura 30 Micrografías de partículas híbridas con parámetro de molienda de 5h.

Las partículas obtenidas de la molienda de 10 h (figura 31), la imagen 1 fue tomada a 100X, se observan de igual manera pequeñas partículas esféricas, la mayoría con diámetros menores a las 500  $\mu\text{m}$ , pocas partículas superan este tamaño. En la imagen 2 al aumentar la magnificación a 300X, podemos determinar un diámetro promedio de 300  $\mu\text{m}$ , las partículas que se alejan de la media varían desde las 500  $\mu\text{m}$  hasta 100  $\mu\text{m}$ . En la imagen 3 se realiza un aumento de 600X, se sigue viendo uniformidad en el tamaño de partícula con un promedio de 300  $\mu\text{m}$ . En la imagen 4 se hace un aumento de 1200X, se observan partículas rugosas al igual que la condición de molienda de 10 h, en esta magnificación podemos hacer una mejor medición del diámetro el cual alcanza en promedio las 280  $\mu\text{m}$ , los límites de la distribución de tamaño de partícula van desde diámetros de 200  $\mu\text{m}$  hasta 320  $\mu\text{m}$ .



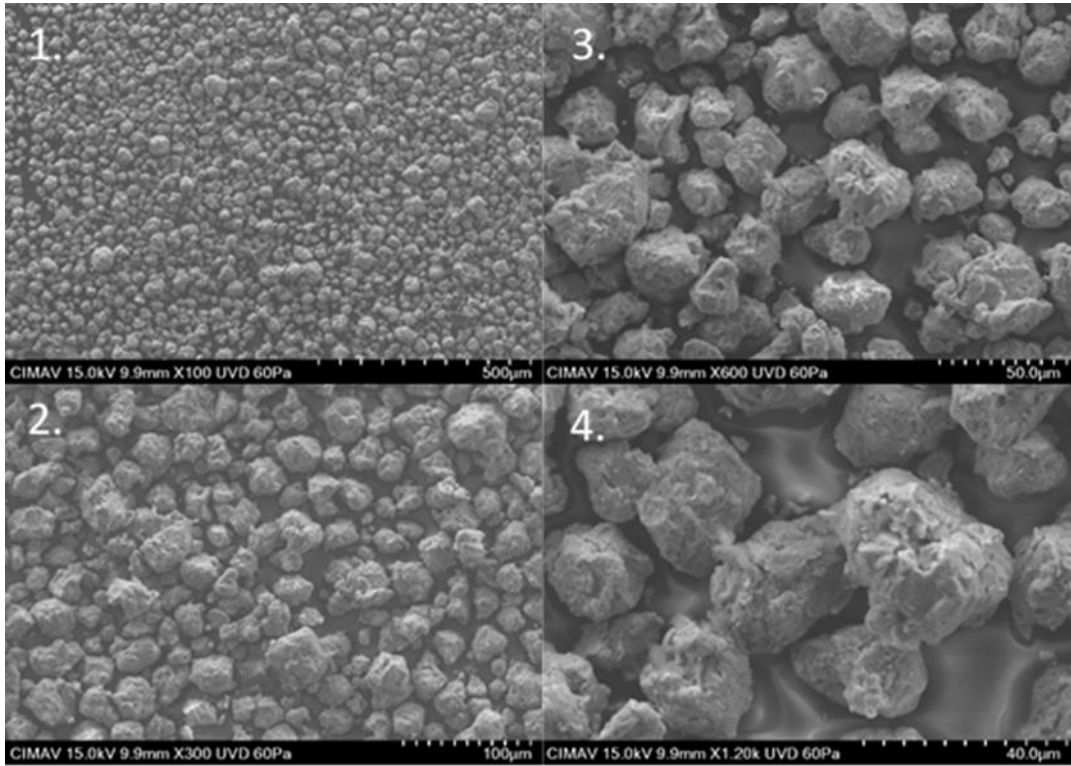


Figura 31 Micrografías de partículas híbridas con parámetro de molienda de 10 h.

La diferencia más notable entre las partículas es la distribución de tamaño de partícula entre en la figura 31 es de la molienda de 10 h y se observa que la gran mayoría de las partículas tienen el mismo diámetro, en cambio en la imagen 30 correspondiente a la molienda de 5 h, donde la distribución tiene un rango mayor de diámetros.

Se analizó las partículas híbridas de la molienda de 5 h por medio de un mapeo EDS para observar la distribución de sus componentes (figura 32).

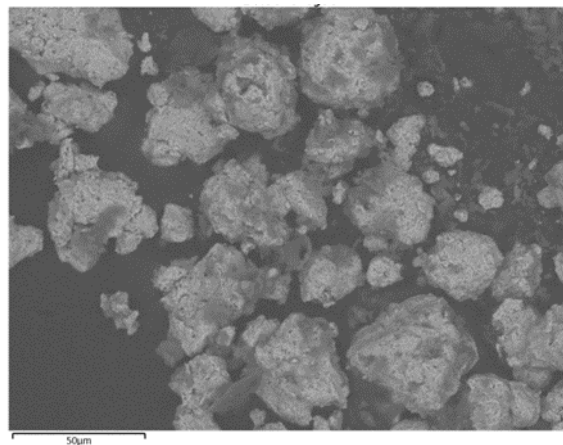


Figura 32 Zona de mapeo por EDS, partículas híbridas de molienda de 5 h.

Los elementos detectados: B, C, O y Ti, las distribuciones de cada elemento son uniformes (figura 33), en el mapeo correspondiente del Ti podemos ver claramente cada partícula ya que es el principal constituyente.

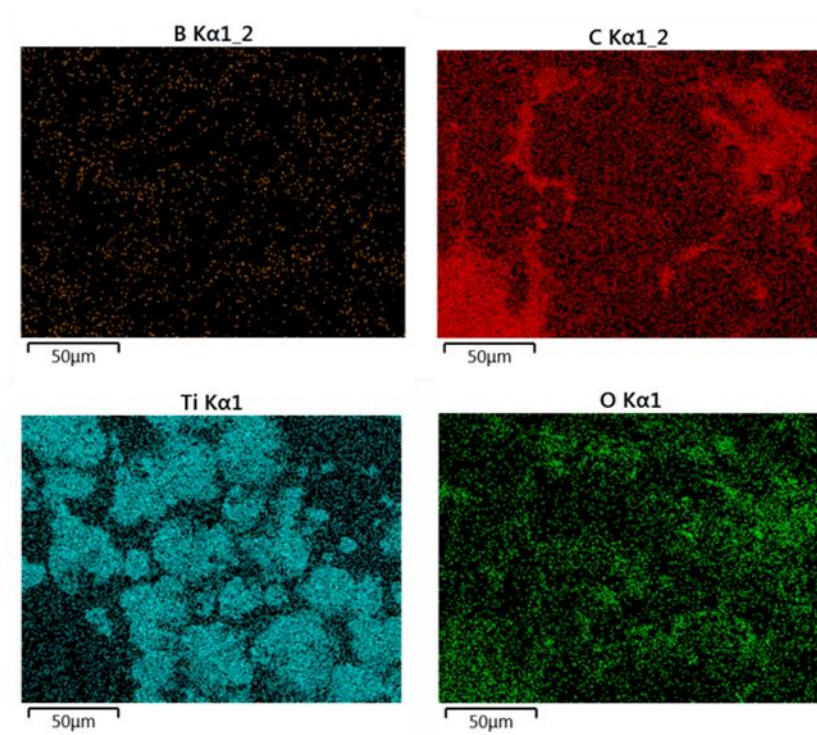


Figura 33 Mapeo EDS de B, C, Ti y O.

#### 6.2.3.1 ANÁLISIS CORTE TRANSVERSAL EN PARTÍCULAS HÍBRIDAS

Se analizó posteriormente las partículas híbridas montadas en resina para poder generar un corte transversal en ellas y poder ver su interior por medio de la técnica de microscopía electrónica de barrido. Este análisis con corte transversal servirá para poder ver su distribución y uniformidad de las partículas de  $B_4C$  en el interior de las partículas de Ti y descifrar qué condiciones son las mejores para incorporarlas a la matriz de Al-7075.

En total se analizaron tres condiciones diferentes:

- Mezcla  $B_4C$  /Ti:

La briqueta identificada como mezcla (figura 34), de 0 h de molienda muestra una distribución separada del  $B_4C$  y del Ti. Las partículas blancas identificadas como Ti siguen conservando su morfología inicial al igual que el  $B_4C$  el cual podemos identificarlo como las partículas oscuras que aparecen a 1200X por la distribución del B en el mapeo EDS.

- Molienda  $B_4C$  /Ti 5 h:

Las partículas de Ti tienen en su superficie partículas de B en un muy bajo porcentaje además de que estas mismas partículas están presentes con una distribución uniforme sobre toda la superficie de la muestra (figura 35), no existe una aglomeración preferencial del boro.

- Molienda  $B_4C$  /Ti 10 h:

Se ve una mayor concentración de B en la partícula de Ti indicando una distribución preferencial de las partículas de B, las cuales ya fueron incrustadas sobre el titanio (figura 39).

En las condiciones de 0 y 5 h las partículas del  $B_4C$  y Ti permanecían separadas o con nanopartículas de B en toda la superficie, lo cual indica que el material más duro  $B_4C$  aún por cuestión de tiempo no alcanzaba introducirse en la matriz del Ti, como lo fue el caso de la molienda de 10 h, donde solo se ven partículas de Ti con incrustaciones de  $B_4C$ .

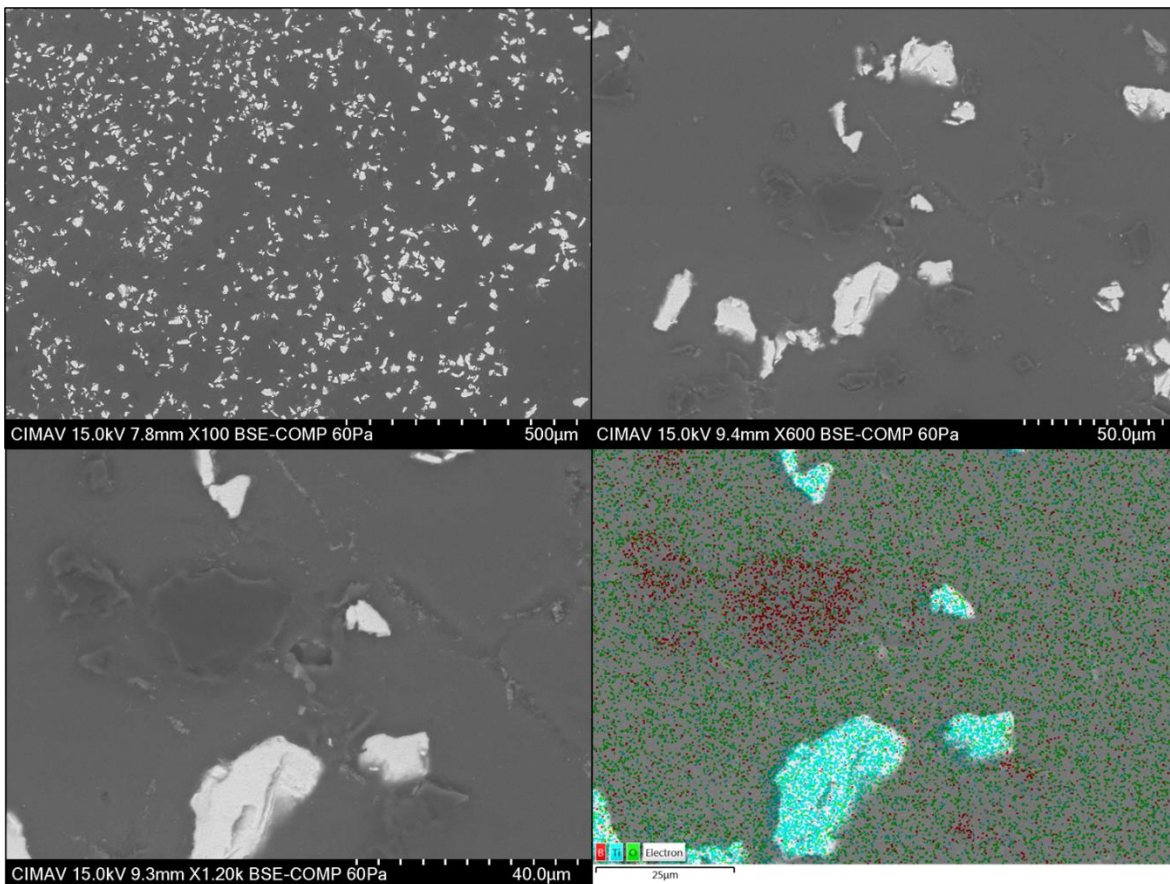


Figura 34 Polvos de la Mezcla de Ti y  $B_4C$ .



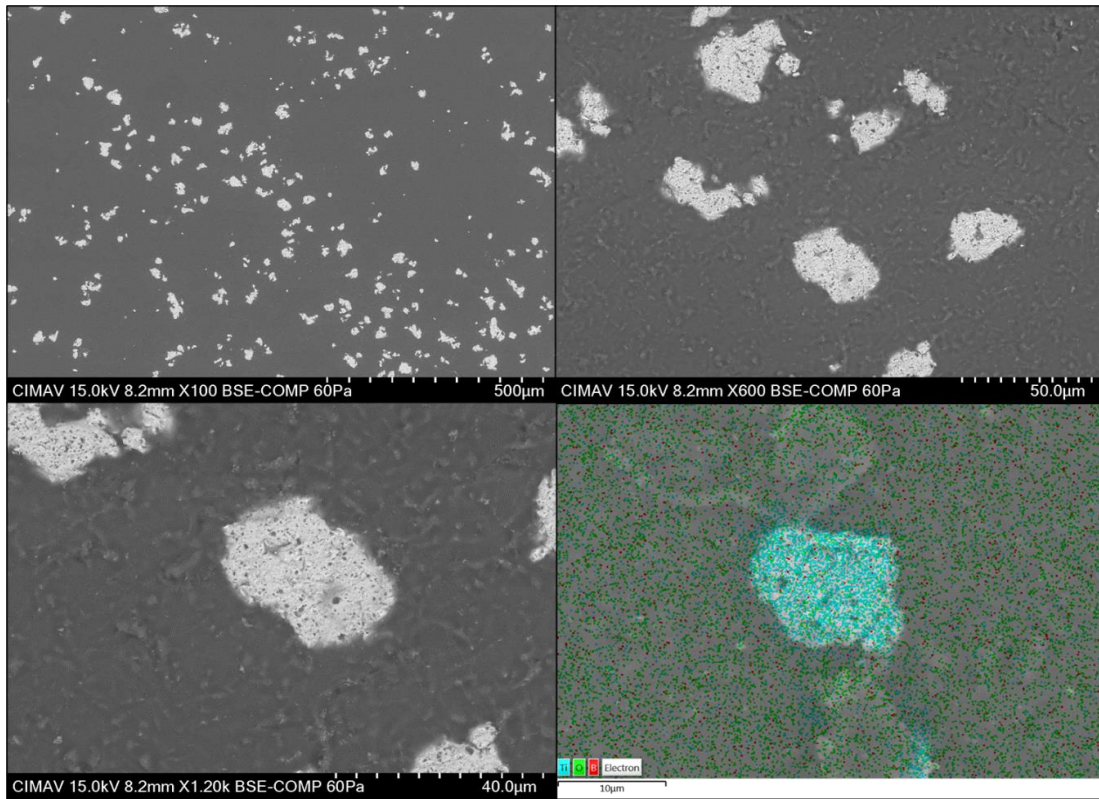


Figura 35 Polvos de Molienda  $B_4C/Ti$  5h.

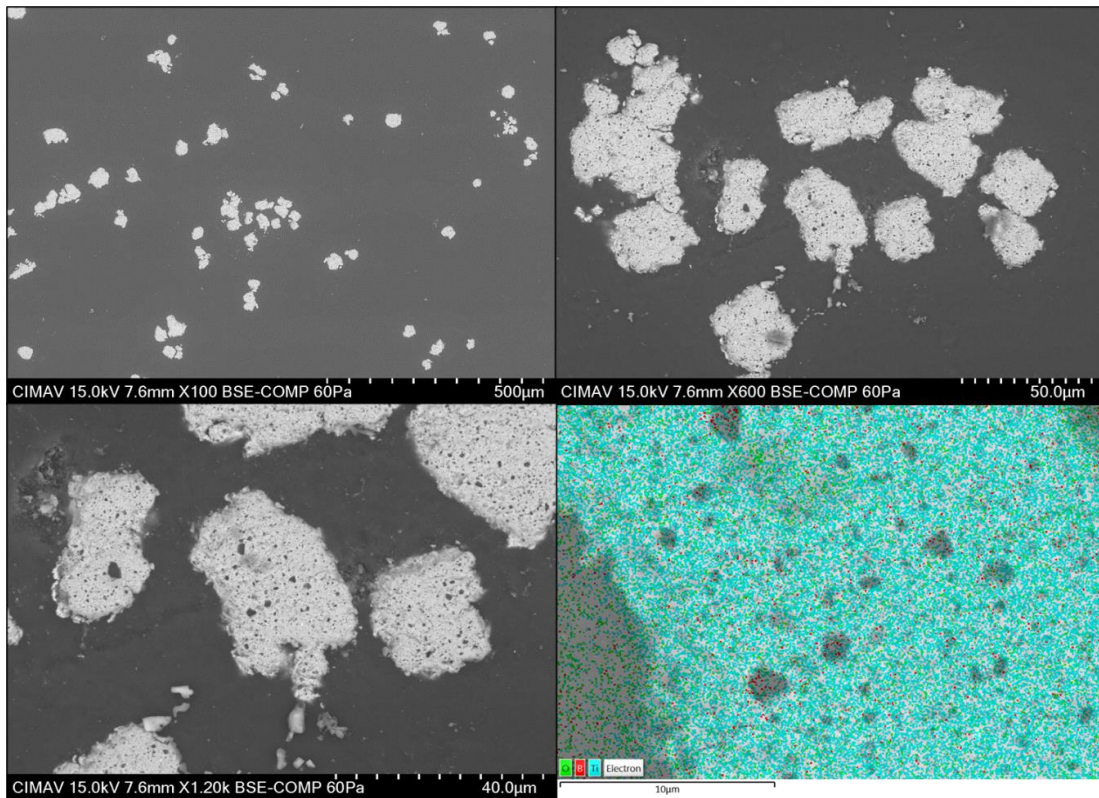


Figura 36 Polvos de Molienda  $B_4C/Ti$  10h.

### 6.2.3.2 ANÁLISIS POR ELECTRONES SECUNDARIOS (SE).

Para determinar si los puntos observados por electrones retrodispersados (BSE) en las partículas de Ti no son poros, se realiza el análisis por electrones secundarios (SE) para analizar la superficie de estas partículas.

La mezcla (figura 37-A) muestra partículas de diferentes morfologías separadas, Ti y B<sub>4</sub>C, como es de esperarse por el tiempo de mezclado (15 min.) sin las bolas de acero en el vial. En general en los parámetros de 5 y 10 h las muestras presentan partículas de B<sub>4</sub>C incrustadas en el Ti, las dimensiones de estas partículas incrustadas varían, sin embargo, visualmente en la molienda de 10 h se aprecian partículas aglomeradas de mayor tamaño que en la de 5 h.

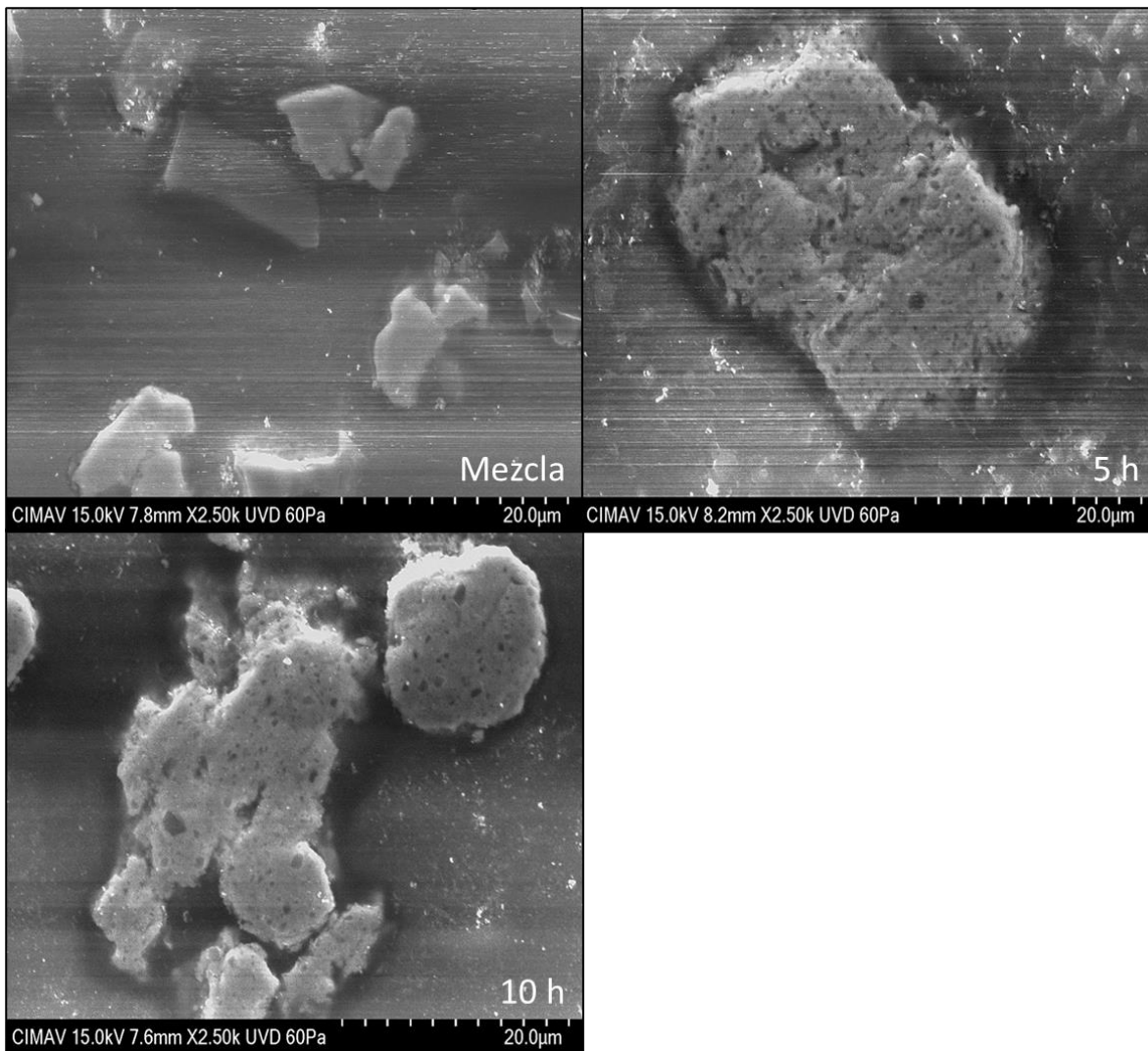


Figura 37 Análisis por SE de polvos de híbridas: Mezcla, 5 h y 10 h.

De acuerdo al análisis por electrones secundarios, retrodispersados y mapeo elemental de manera transversal en las partículas estructuradas híbridas, la mejor opción de los parámetros de molienda para obtener partículas más con mejores propiedades en base a la distribución del B<sub>4</sub>C es la molienda de 10 h, ya que muestra aglomerados más grandes de B<sub>4</sub>C en las partículas de Ti.

### 6.3 MATERIAL COMPUESTO Al-7075 CON % DE PARTÍCULAS HÍBRIDAS B<sub>4</sub>C/Ti

Una vez que se eligió las partículas híbridas con el parámetro de tiempo de 10 h, se analiza en esta sección los resultados de la molienda de 2 y 4 h para formar el material compuesto.

#### 6.3.1 DIFRACCIÓN DE RAYOS X (DRX)

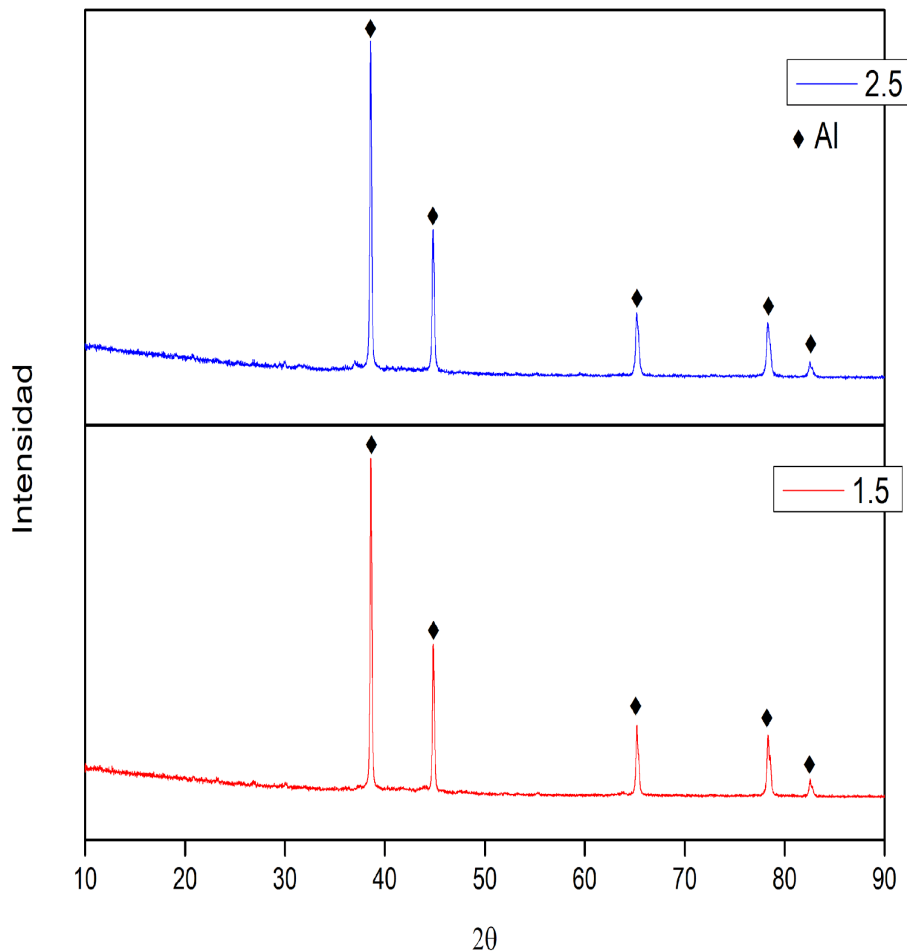


Figura 38 Difractograma Picos característicos del Al.

Una vez que se sinterizaron las probetas de la molienda de 2 h, dos de estas probetas fueron seleccionadas para determinar si se formó aluminuro de titanio (AlTi). Ambas probetas se corrieron a un paso de 0.013, con ángulos de 10 a 90°, tanto en la composición de 1.5%

añadido de B<sub>4</sub>C/Ti a la matriz de Al-7075 como la de 2.5% se revelaron solamente los picos característicos del Al (figura 39). Los picos del Ti y del B<sub>4</sub>C no fueron observados a pesar que el paso del tiempo fue lento ya que para porcentajes menores del 3% en composición la técnica de difracción de rayos X es ciega.

### 6.3.2 MEDICIÓN DE POROSIDAD

Se utilizó una probeta de cada composición (0, 1.5, 2.5, 5 y 10% de partículas híbridas) y molienda (2 y 4 h), en condición en verde y sinterizada. Las densidades y porosidades de las probetas de diferente composición y condición (tabla 8 y 9) se obtuvieron mediante la norma ASTM B962-08 basado en el principio de Arquímedes.

- Molienda 2 h:

Tabla 8 Densidades y porosidades de las probetas obtenidas en la molienda de 2 h.

Muestra	Composición %	Densidad [%]	Porosidad [%]	Densidad [g/cm <sup>3</sup> ]
Teórica	0	100	0	2.8
Verde (2 h)	0	88.788	11.202	2.5
	1.5	86.743	13.257	2.4
	2.5	86.688	13.312	2.4
	5	86.629	13.371	2.4
	10	86.629	13.371	2.4
Sinterizada (2 h)	0	93.736	6.264	2.6
	1.5	93.731	6.269	2.6
	2.5	93.650	6.350	2.6
	5	93.643	6.357	2.6
	10	93.574	6.426	2.6

La tabla 8 muestra el punto de comparación con la muestra teórica el cual es la aleación Al-7075. El comportamiento de las densidades en las composiciones en verde disminuye algunas décimas alcanzando una densidad de 2.4 g/cm<sup>3</sup> en todas las composiciones con algún porcentaje de las partículas híbridas, indicando en todas estas muestras (1.5, 2.5, 5 y 10%) una porosidad aproximada al 13.3%.

En las muestras sinterizadas en todas las composiciones se obtuvieron densidades de 2.6 g/cm<sup>3</sup>, el comportamiento de las porosidades de igual manera aumenta con el porcentaje de las partículas manteniéndose en un rango de 6.2-6.4%.

- Molienda 4 h:

Tabla 9 Densidades y porosidades de las probetas obtenidas en la molienda de 4 h.

Muestra	Composición %	Densidad [%]	Porosidad [%]	Densidad [g/cm <sup>3</sup> ]
Teórica	0	100	0	2.8
Verde (4 h)	0	88.003	11.997	2.5
	1.5	86.417	13.583	2.4
	2.5	86.412	13.588	2.4
	5	86.391	13.609	2.4
Sinterizada (4 h)	0	92.213	7.787	2.6
	1.5	92.189	7.811	2.6
	2.5	92.136	7.864	2.6
	5	92.130	7.870	2.6

La tabla 9 muestra el punto de comparación con la muestra teórica el cual es la aleación Al-7075. El comportamiento de las densidades en las composiciones en verde disminuye algunas décimas alcanzando una densidad de 2.4 g/cm<sup>3</sup> en todas las composiciones a excepción de la composición de 0% con 2.5 g/cm<sup>3</sup>. La porosidad promedio en las probetas con porcentajes añadidos de partículas híbridas es de 13.6%.

En las muestras sinterizadas en todas las composiciones se obtuvieron densidades de 2.6 g/cm<sup>3</sup>, el comportamiento de las porosidades aumenta con el porcentaje de las partículas manteniéndose en un rango de 7.8-7.9 %.



### 6.3.3 MICRO DUREZA VICKERS

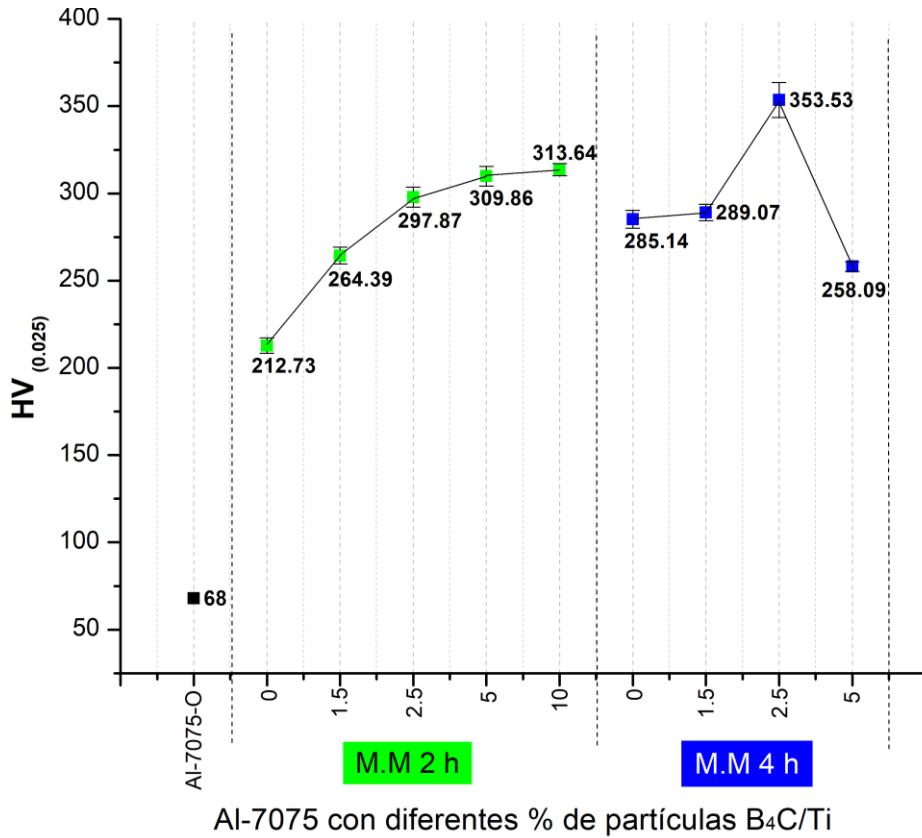


Figura 39 Gráfica dureza Vickers vs % partículas híbridas B<sub>4</sub>C/Ti.

El ensayo de microdureza Vickers se realizó a las 5 composiciones sinterizadas, se tomaron 10 indentaciones en cada una de ellas para así realizar un promedio y determinar el error estándar (figura 39). Las indentaciones se realizaron dentro de los granos de las probetas, bajo una carga de 25 g y un tiempo de carga de 12 s.

De acuerdo al ensayo el comportamiento de la molienda mecánica de h 2 (M.M. 2 h), la dureza tiene una tendencia logarítmica conforme aumenta el porcentaje de partículas híbridas. La composición que mostró menor dureza fue la de 0% con 212.73 HV, en las siguientes composiciones de 1.5 a 10% es notorio el efecto de las partículas reforzantes en la matriz de Al, conforme mayor es el porcentaje de las partículas híbridas mayor es la dureza presentada, llegando a un máximo de 313.64 HV con un 10%.

En las 4 probetas de la molienda mecánica de 4 h (M.M. 4 h), muestra una dureza menor en la composición de 5% con 258.09 HV. Los valores de las composiciones de 0 y 1.5% son muy cercanos por debajo de 290 HV. La dureza máxima se logra con la composición de 2.5% con un valor de 353 HV, después de esta composición la propiedad decae.

### 6.3.4 ENSAYO DE COMPRESIÓN

El ensayo de compresión en las diferentes composiciones permite conocer varias propiedades del material, de las cuales se reporta el esfuerzo de cedencia de ambas moliendas. Para interpretar los datos y realizar los cálculos se utilizó Origin.

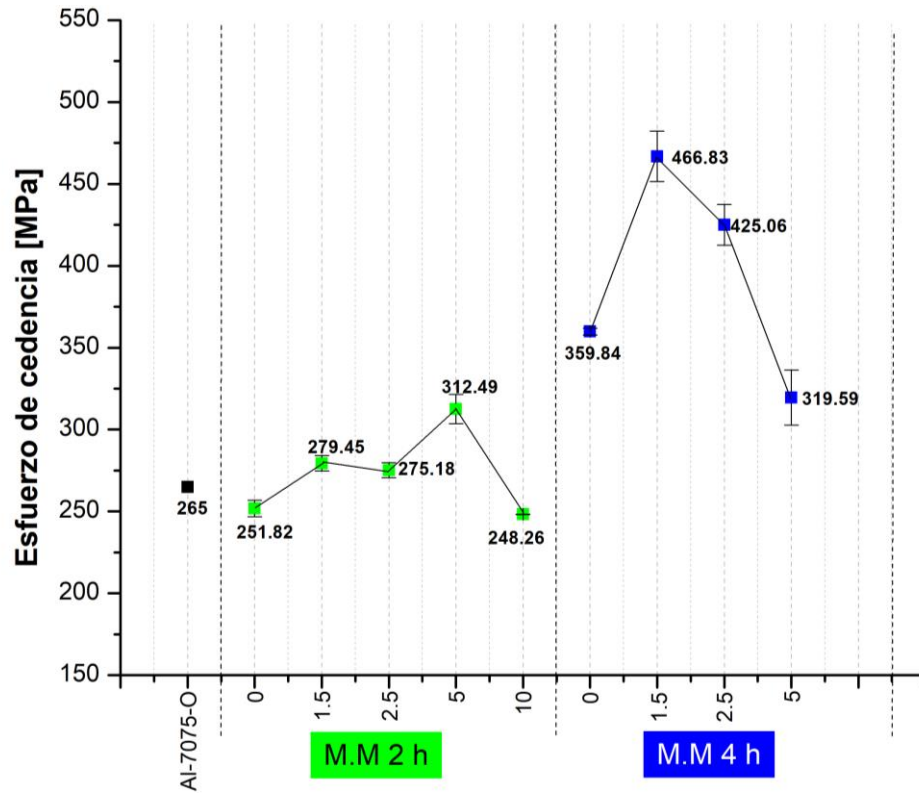


Figura 40 Gráfica Cedencia vs % partículas híbridas B<sub>4</sub>C/Ti.

La gráfica de esfuerzo de cedencia (figura 40), muestra una tendencia irregular en los valores obtenidos en las composiciones de la molienda mecánica de 2 h (M.M. 2h). Se observa que las composiciones de 0 y 10% tienen valores similares de alrededor de 250 MPa que corresponden a las cedencias más bajas. La cedencia aumenta con las composiciones de 1.5 y 5% con valores cercanos a 280 MPa, llegando a un máximo de 312.49 MPa con la composición de 5%.

En la molienda mecánica de 4 h (M.M. 4 h), la cedencia inicia con 0% en 359.64 MPa aumentando en 1.5% a 466.83 MPa alcanzando un máximo, a partir de la composición de 1.5% la cedencia tiende a disminuir a 425.06 MPa en 2.5% para terminar con un mínimo de 319.59 MPa en 5%.

### 6.3.5 MICROSCOPIA DE BARRIDO (MEB-EDS).

Las probetas antes de realizar los ensayos mecánicos fueron analizadas en MEB por electrones retrodispersados con la finalidad es observar la distribución de las fases y realizar mapeos elementales para poder localizar las partículas de  $B_4C/Ti$ .

#### 6.3.5.1 MOLIENDA MECÁNICA 2 h

Las imágenes (figura 41), fueron tomadas a 600X, la muestra de Al-7075 fue identificada en todas las imágenes como la imagen A), de la misma manera las composiciones del compuesto fueron identificados de orden menor a mayor porcentaje de  $B_4C/Ti$ , estableciendo la de 1.5%  $B_4C/Ti$  con el inciso B) y terminando con E) para la composición de 10%  $B_4C/Ti$ .

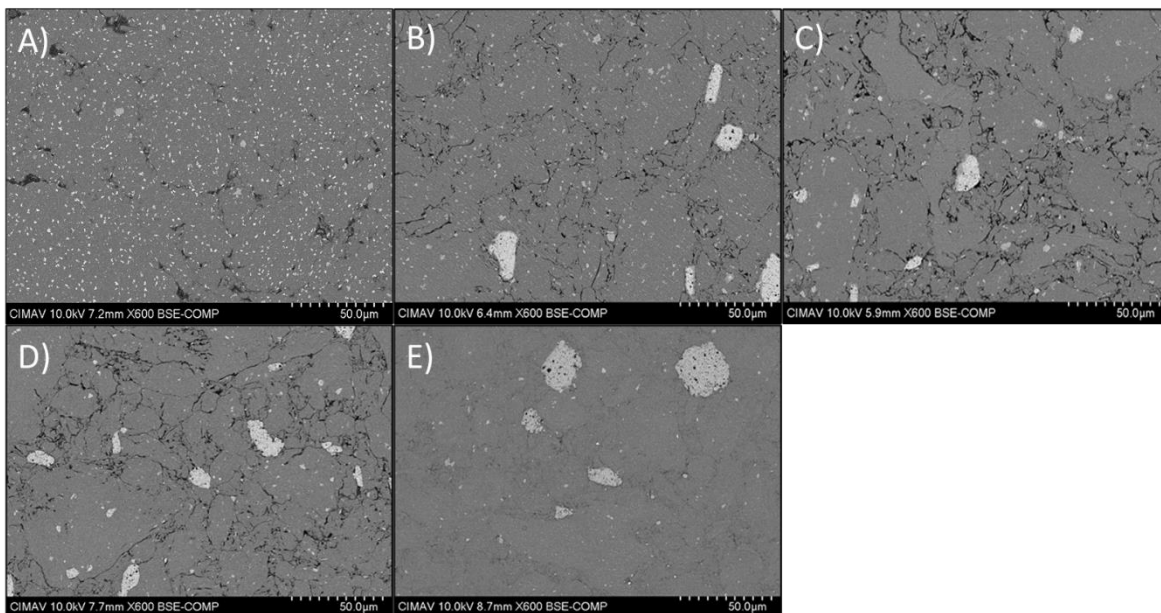


Figura 41 Micrografías a 600X de MEB del material compuesto con diferentes % de partículas híbridas.

Las Micrografías fueron tomadas a 600X, la imagen del inciso A) pertenece a la aleación de Al-7075, presenta una superficie completamente uniforme, los puntos que aparecen en la matriz se deben a la presencia de sus elementos aleantes. La imagen B) presenta 1.5%  $B_4C/Ti$ , la presencia de las partículas híbridas es notable representadas por la fase clara en la imagen. En las Micrografías C) y D) se aprecia el aumento del porcentaje de las partículas. Por último, la imagen E) perteneciente a la muestra de 10%  $B_4C/Ti$  observamos que las partículas tienen un mayor tamaño y que tienen a ser esferoidales debido al afecto de la aglomeración.

En términos generales podemos observar cómo va cambiando gradualmente la superficie de las muestras conforme le agregamos mayores concentraciones de  $B_4C/Ti$ . De manera



inversa podemos ver que los elementos de aleación del Al-7075 están presentes en todas las composiciones, cabe señalar que estos elementos aleantes van disminuyendo en la matriz hasta llegar al punto de la composición 10% B<sub>4</sub>C/Ti donde se ven muy pocas de estas partículas.

#### ANÁLISIS EDS

Se realizó un análisis EDS a 10 μm en las 5 muestras (figura 42), para poder identificar qué elementos están presentes tanto en las partículas como en la matriz de Al-7075.

- A) La imagen es de Al-7075, la fase continua es el Al que es la composición que predomina en esta composición teniendo disperso en ella Zn, C, Mg, Si y Cu los cuales son elementos de la aleación. La fase blanca está compuesta por Mg, Cu, Si y Zn.
- B) Las composiciones de 1.5 a 10% B<sub>4</sub>C/Ti, en todas las Micrografías se enfoca en las partículas híbridas por lo que se hace una descripción general. El Ti se muestra como una fase clara con incrustaciones de B las cuales son aglomeraciones, el B no solo se encuentra en los puntos oscuros de la partícula, también sobre toda la superficie de la muestra al igual del el C, Si y el Fe aparecen en mayor concentración en la misma área que está la partícula de Ti, la matriz muestra en toda su superficie a diferentes concentraciones los elementos de aleación del Al-7075 como C, Si, Al, B, Fe, Mg, Cu, y Cr a excepción del Ti, las motitas blancas o partículas que aparecen sobre la matriz muestran una composición de Cu y Cr.

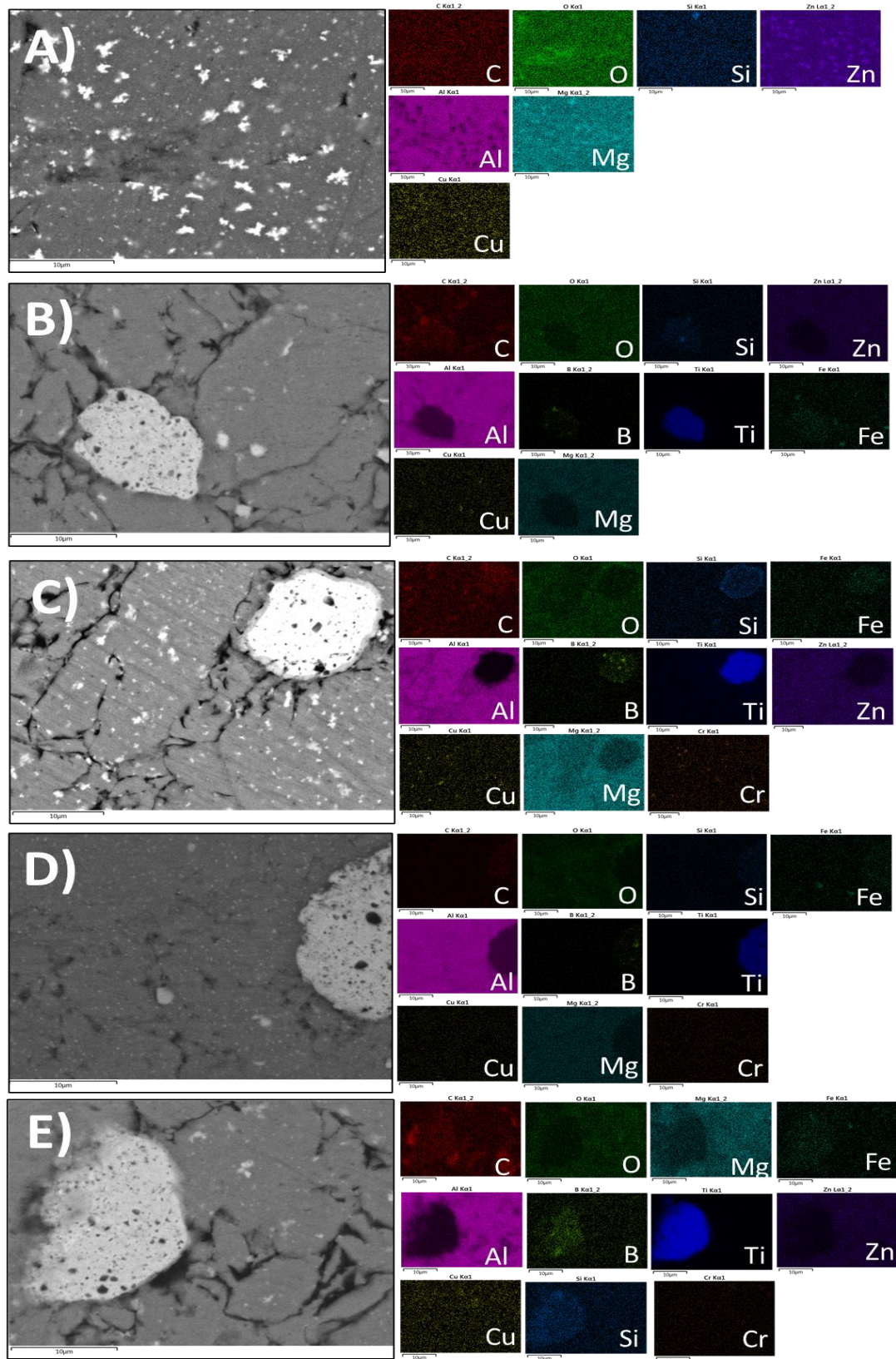


Figura 42 Mapeos elementales del compuesto con diferentes % de partículas híbridas  $B_4C/Ti$ .

#### 6.3.5.2 MOLIENDA MECÁNICA 4 h

Análisis del compuesto obtenido por molienda mecánica por 4 h (figura 43).

- Compuesto Al-7075 con 1.5% B<sub>4</sub>C/Ti 4 h:

A 500X, las partículas híbridas B<sub>4</sub>C/Ti están incrustadas en la matriz de Al-7075. Se aprecian las fases presentes incluso la de los elementos aleantes de la matriz. Al aumentar a 2000X, la imagen se enfoca en una partícula híbridas donde la fase negra es el B<sub>4</sub>C dentro del Ti.

- Compuesto Al-7075 con 2.5% B<sub>4</sub>C/Ti 4 h:

A 500X, se ven las partículas híbridas en la matriz, están rodeadas de una segunda fase desconocida, de color más oscuro que la matriz, esta morfología envuelve a las indistintamente a todas las partículas híbridas. A 2000X solo se hace más evidente esta fase.

- Compuesto Al-7075 con 5% B<sub>4</sub>C/Ti 4 h:

500X y 2000X, sobre la matriz se encuentran partículas híbridas y una segunda fase de composición desconocida que precipitó de manera esferoidal con tamaños similares a los de las partículas híbridas (fase blanca). A diferencia del precipitado que aparece en la composición de 2.5% B<sub>4</sub>C/Ti esta fase está distribuida sobre la matriz y no alrededor de las partículas.



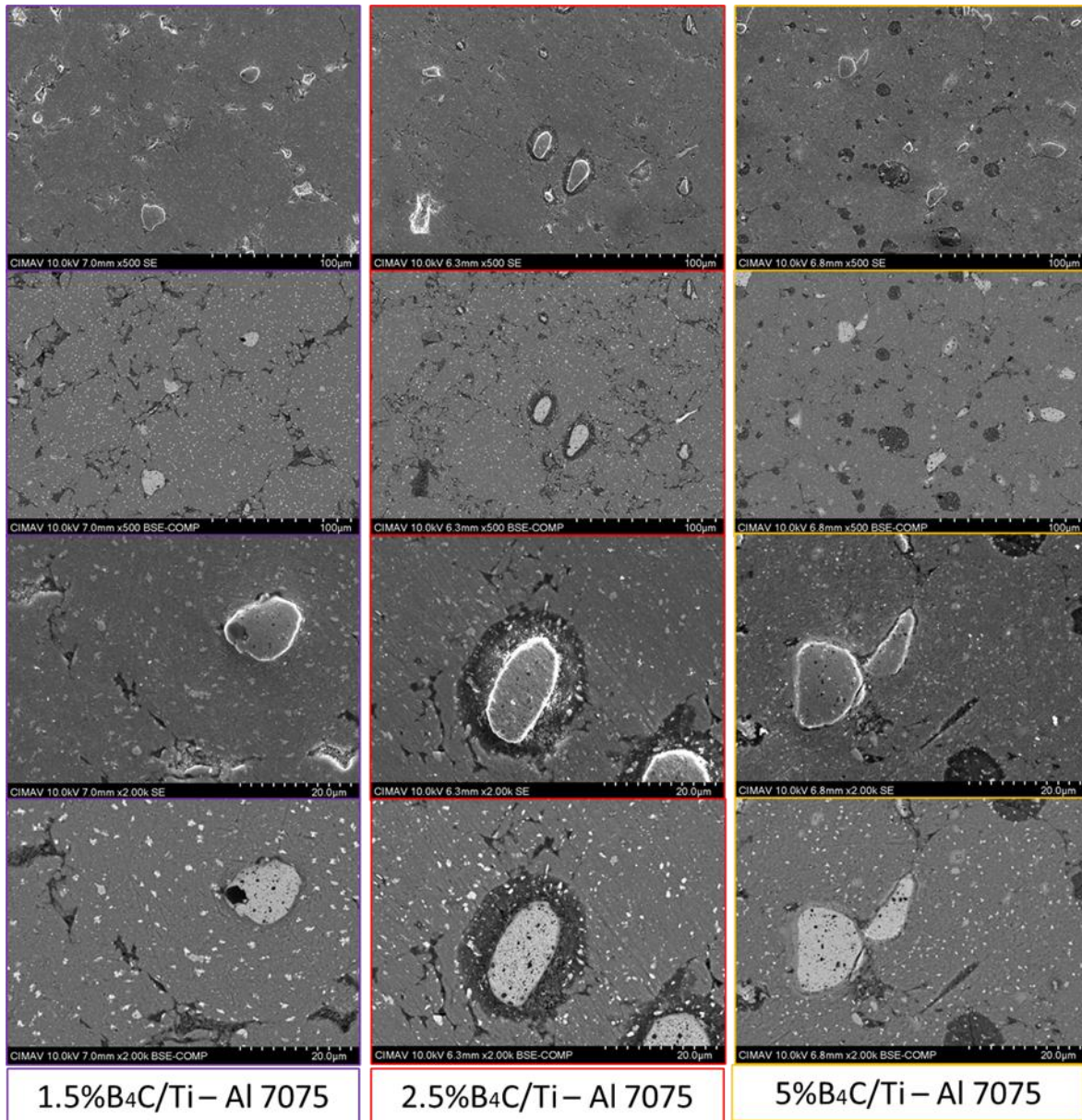


Figura 43 Micrografías MEB de compuestos obtenidos por moliendas de 4 h.

## ANÁLISIS EDS

Se realizó un análisis EDS a 10 µm en las 6 muestras (figura 44), para poder identificar qué elementos están presentes tanto en las partículas como en la matriz de Al-7075 con y sin T6.

- A) Las imágenes de 1.5, 2.5 y 5% pertenecen al material compuesto sinterizado, la fase continua es el Al que es el elemento predominante. En esta fase continua existen los elementos aleantes de la aleación dispersos en ella, como lo son Zn, C, Mg, Si y Cu. La fase blanca está compuesta por Mg, Cu, Si y Zn.

Las partículas incrustadas en la matriz de fase clara son Ti, las cuales contienen partículas de  $B_4C$ . en el caso de la composición 2.5 a estas partículas están rodeadas por otra fase mas oscura el cual es oxido de aluminio, esta misma fase se encuentra en la composición del 5% pero ya no rodea a las partículas de Ti.

- B) Las imágenes de T-1.5 a T-5%  $B_4C/Ti$  son las muestras tratadas térmicamente, en todas las micrografías se enfoca en las partículas híbridas, por lo tanto, se describen de manera general. El Ti se muestra como una fase clara con incrustaciones de  $B_4C$ , en toda la superficie de la muestra se encuentra C, O, Si, Zn, Fe, Mg, Cu y el Al, debido a que son elementos aleantes de la aleación. Algunos de estos elementos (C, Si y Fe) aparecen en mayor concentración en la misma área que está la partícula de Ti. A diferencia de las muestras sin T6 la matriz se ve más limpia de elementos aleantes, disminuyendo la presencia de estos drásticamente.

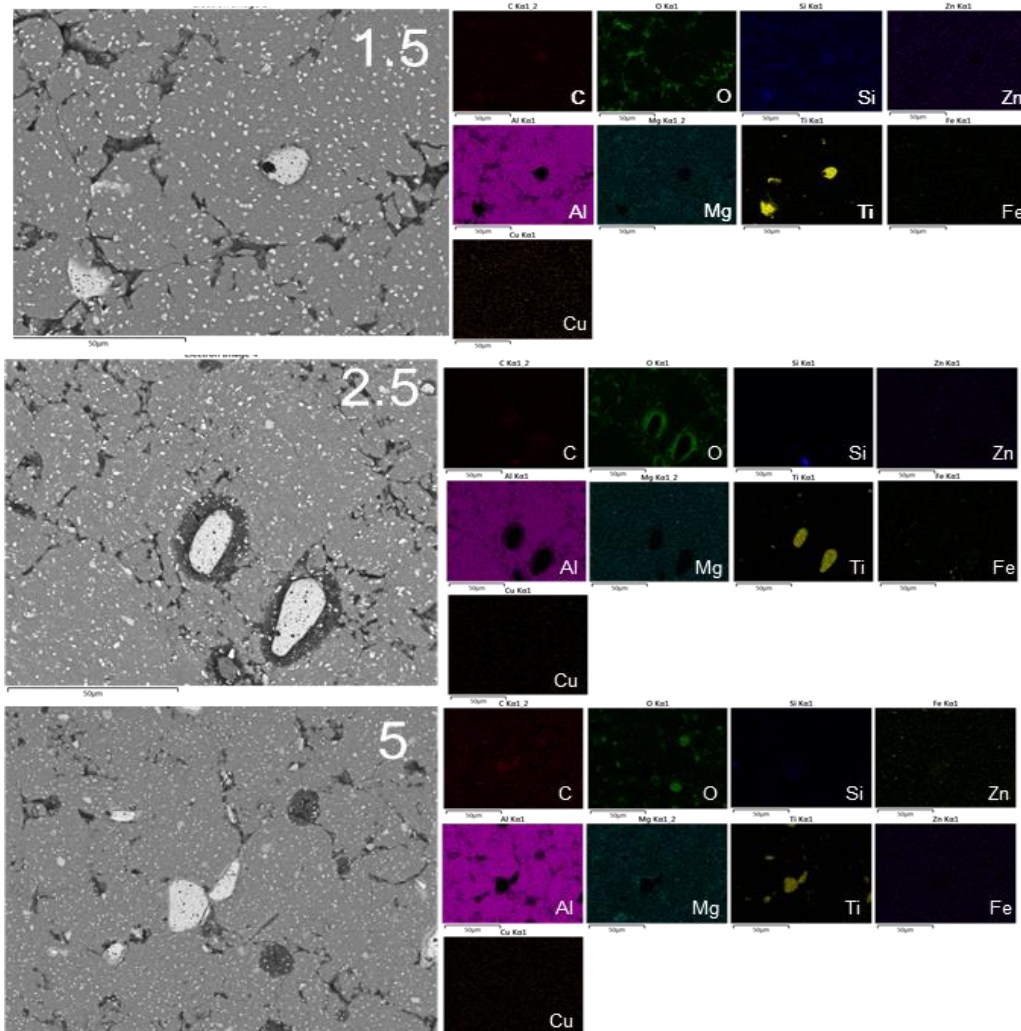


Figura 44 Mapeos elementales del compuesto con diferentes % de partículas híbridas  $B_4C/Ti$ .

### 6.3.6 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE TRANSMISIÓN.

La preparación de la muestra fue por medio del haz de iones focalizados (FIB), por medio de fresado con iones de galio una pequeña sección de la muestra de bajo espesor para poder tener mejor resolución en HRTEM (figura 45-A) y TEM (figura 45-B, C). Las muestras antes de ser analizadas fueron sometidas al ensayo de compresión.

#### 6.3.6.1 MOLIENDA MECÁNICA 2 h

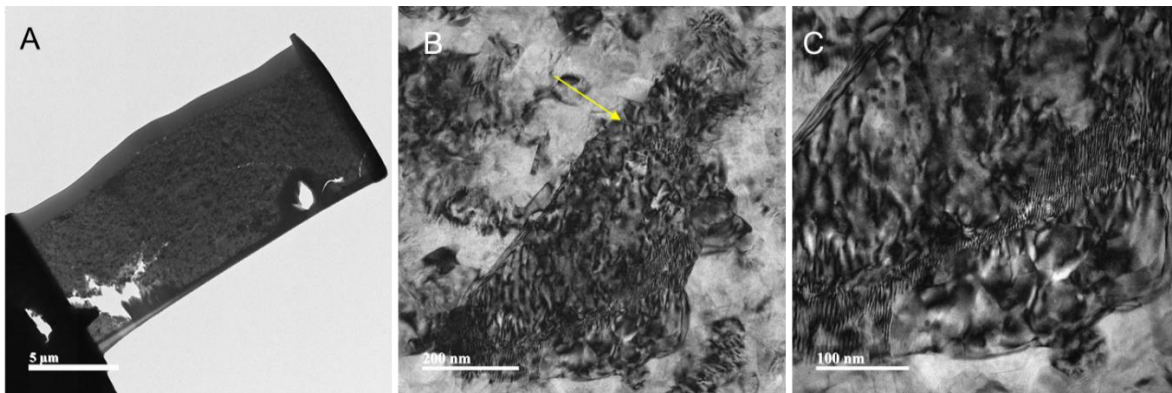


Figura 45 Micrografías por HRTEM del compuesto de composición 2.5%  $B_4C/Ti$ .

Se analizó una probeta de composición de 2.5% de  $B_4C/Ti$ , la probeta pasó por un proceso de deformación previamente por lo que aumenta la densidad de dislocaciones en el material. A una escala de 200 nm (inciso B) se observa un grano de la matriz de Al, la flecha amarilla señala una dislocación dentro del grano el cual es semejante a un zipper. En la parte inferior del grano (inciso C) se aprecian marcas continuas de líneas distorsionadas casi paralelas entre sí, estas marcas son patrones de Moiré, los cuales se forman al interponer planos atómicos uno sobre otro con la misma orientación y red reticular. Estos patrones suelen ser completamente paralelos al no tener presencia de planos con dislocaciones entre ellos. [25]

## 7. CONCLUSIONES

- La morfología de las partículas híbridas es esferoidal en las dos moliendas generadas, de manera que son aptas como material de refuerzo, sin que promuevan el riesgo de generar fisuras en la matriz al ser expuestas a cargas.
- Las condiciones óptimas de obtención de las partículas híbridas fue el parámetro de 10 h, muestra mayor aglomeración del  $B_4C$  en puntos preferenciales sobre la partícula de Ti.
- En los compuestos de ambas moliendas, la porosidad del material se comporta de manera ascendente conforme aumenta la cantidad de porcentaje de las partículas híbridas.
- La porosidad de las probetas en verde y sinterizadas de ambas moliendas muestran que la porosidad disminuye al sinterizar las probetas, disminuyendo del 13.3 a 6.35% en los compuestos obtenidos por 2h y de 13.6 a 7.8% en 4 h.
- La porosidad afecta en las propiedades mecánicas del material compuesto directamente, bajando el rendimiento el mismo grado de porosidad de los compuestos.
- El ensayo de micro dureza Vickers, al aumentar las horas de molienda para generar al material compuesto aumenta su dureza.
- Todas las composiciones en las dos condiciones del material compuesto superan la dureza Vickers del Al-7075-O (68  $HV_{(0.025)}$ ) alcanzando un máximo en la composición de 10%B<sub>4</sub>C/Ti molienda 2 h con 313.64  $HV_{(0.025)}$  y 2.5%B<sub>4</sub>C/Ti con 353.53  $HV_{(0.025)}$  de la molienda de 4 h .
- El aumento de las partículas híbridas en la composición ayuda a generar un mayor endurecimiento, sin embargo, no es un endurecimiento exponencial en un momento decae la propiedad.
- El esfuerzo de cedencia, comparando con la aleación de referencia en la condición Al-7075-O (265 MPa) es superado por todos los compuestos y sus composiciones a excepción de la composición 10%B<sub>4</sub>C/Ti molienda 2 h (248.26 MPa).
- El esfuerzo máximo de cedencia es alcanzado por la composición 1.5%B<sub>4</sub>C/Ti con 466.83 MPa seguido de 2.5%B<sub>4</sub>C/Ti con 425.06 MPa de las moliendas de 4 h.
- Las mejores propiedades en el material compuesto, se alcanzan con el parámetro de molienda de 4 h, dentro de las composiciones optimas se encuentra 1.5 y 2.5%B<sub>4</sub>C/Ti.



- Dentro de los mecanismos de endurecimiento presentes comprobables en los materiales compuestos, es la presencia de dislocaciones en donde observamos en las imágenes por HRTEM y debido a los porcentajes partículas híbridas añadidas a la matriz podemos hablar de endurecimiento por dispersión debido a que los porcentajes de partículas reforzantes son altos.



## 8. BIBLIOGRAFÍA

1. Mouritz, A.P., *Introduction to aerospace materials*. 2012: Elsevier.
2. Askeland, D.R., *Ciencia e ingeniería de los materiales*. 2004.
3. Davim, J.P., *Introduction to Mechanical Engineering*. 2018: Springer.
4. Callister, W.D., et al., *Materials science and engineering: an introduction*. 2021: Wiley.
5. Carter, C.B. and M.G. Norton, *Ceramics in biology and medicine*. Ceramic Materials: Science and Engineering, 2007: p. 635-651.
6. Makisima, A., "Possibility of Hybrids Materials". Ceramic Japan, 2004: p. 90-91.
7. M.F. Ashby, Y.J.M.B., *Designing hybrid materials*. Acta Materialia, 2003. **51**(19): p. 5801-5821.
8. Thwe, M.M. and K. Liao, *Durability of bamboo-glass fiber reinforced polymer matrix hybrid composites*. Composites science and technology, 2003. **63**(3-4): p. 375-387.
9. Paul, D.R., *Polymer Blends Volume 1*. Vol. 1. 2012: Elsevier.
10. Taha, M.A., R.A. Youness, and M.F. Zawrah, *Review on nanocomposites fabricated by mechanical alloying*. International Journal of Minerals, Metallurgy, and Materials, 2019. **26**(9): p. 1047-1058.
11. Xia, M., et al., *Preparation of Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Al core-shell energetic composite by two-step ball milling method and its application in solid propellant*. Materials, 2019. **12**(11): p. 1879.
12. Yadav, M.K., A.N. Siddiquee, and Z.A. Khan, *Characterization of Ti-Al intermetallic synthesized by mechanical alloying process*. Metals and Materials International, 2020: p. 1-9.
13. Chen, Y., *Book Review: Mechanical Alloying and Milling*. By C. Suryanarayana. 2005, Wiley Online Library.
14. Yefimov, N., *Handbook of non-ferrous metal powders: technologies and applications*. 2009: Elsevier.
15. Annan, K., et al., *Influence of milling parameters on the structural and phase formation in Ti-20% Al alloy through mechanical milling*. Materials Today: Proceedings, 2021. **38**: p. 779-783.
16. He, T., et al., *Mechanical properties and tribological behavior of aluminum matrix composites reinforced with Fe-based metallic glass particles: Influence of particle size*. Powder Technology, 2020. **361**: p. 512-519.
17. Mohankumar, S., et al., *Experimental investigation on the tribological-mechanical properties of B<sub>4</sub>C and fly ash reinforced Al 359 composites*. Materials Today: Proceedings, 2020. **21**: p. 748-754.
18. Li, G., et al., *Strengthening 2024Al alloy by novel core-shell structured Ti/B<sub>4</sub>C composite particles*. Materials Science and Engineering: A, 2019. **755**: p. 231-234.
19. Michael Oluwatosin Bodunrin, K.K.A., Lesley Heath Chown, *Aluminium matrix hybrid composites: a review of reinforcement philosophies; mechanical, corrosion and tribological characteristics*. Journal of Materials Research and Technology, 2015. **4**(4): p. 434-445.

20. Alaneme, K.K. and K.O. Sanusi, *Microstructural characteristics, mechanical and wear behaviour of aluminium matrix hybrid composites reinforced with alumina, rice husk ash and graphite*. Engineering Science and Technology, an International Journal, 2015. **18**(3): p. 416-422.
21. Arcentales, F.R.D., S.G.G. Hurtado, and V.H.G. Barragán, *Obtención de materiales compuestos híbridos de matriz poliéster reforzada con fibra de coco y fibra de vidrio para la elaboración de tableros*. Revista Politécnica, 2014. **33**(1).
22. Dhandapani, S., et al., *Synthesis and characterization of dual particle (MWCT+ B4C) reinforced sintered hybrid aluminum matrix composites*. Particulate Science and Technology, 2016. **34**(3): p. 255-262.
23. ASTM, E., *384-99. Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials*, ASTM Committee, 1999: p. 1-24.
24. International, A., *E9-19. STANDARD TEST METHODS OF COMPRESSION TESTING OF METALLIC MATERIALS AT ROOM TEMPERATURE*, 2019.
25. Brown, P.D., *Transmission Electron Microscopy-A Textbook for Materials Science*, by David B. Williams and C. Barry Carter. Microscopy and Microanalysis, 1999. **5**(6): p. 452-453.
26. Epp, J., *X-ray diffraction (XRD) techniques for materials characterization. In Materials characterization using nondestructive evaluation (NDE) methods*. Woodhead Publishing, 2016: p. 81-124.
27. Renau-Piqueras, J. and M. Faura, *Principios básicos del microscopio electrónico de barrido*. 1994.
28. Nichi-shimbashi, M.-k., *Ultra-high Resolution Scanning Electron Microscope in SU8200* H.H.-T. Corporation, Editor. 2013, Hitachi High-Technologies Corporation: Tokyo, Japan.
29. Zhang, Y., et al., *Microstructure, mechanical and wear properties of core-shell structural particle reinforced Ti-O alloys*. Vacuum, 2017. **139**: p. 44-50.
30. Wang, Y., et al., *Coarsening kinetics and strengthening mechanisms of core-shell nanoscale precipitates in Al-Li-Yb-Er-Sc-Zr alloy*. Journal of Materials Science & Technology, 2021. **61**: p. 197-203.
31. Data, M.M.P., *Aluminum 7075-O*.
32. Imran, M. and A.A. Khan, *Characterization of Al-7075 metal matrix composites: a review*. Journal of Materials Research and Technology, 2019. **8**(3): p. 3347-3356.
33. Database, M.M., *Boron Carbide*.
34. Solodkyi, I., et al., *Floating zone partial re-melting of B4C infiltrated with molten Si*. Ceramics International, 2017. **43**(17): p. 14718-14725.