



**CENTRO DE INVESTIGACIÓN EN
MATERIALES AVANZADOS, S. C.**



**POSGRADO
Maestría en
Nanotecnología**

**EFFECTO DE LA DISPERSIÓN DE
NANOTUBOS DE CARBONO EN
UNA ALEACIÓN DE ALUMINIO 7075**

**TESIS
QUE PARA OBTENER EL GRADO DE
MAESTRO EN CIENCIAS EN NANOTECNOLOGÍA**

**PRESENTAN:
ING. HUMBERTO BORJA CERDA
ING. MARIA CARRERA RAMOS
M.A. DIANA KARINA VILLAREAL
PERALTA**

**ASESOR:
DR. ROBERTO MARTÍNEZ SÁNCHEZ**

CHIHUAHUA, CHIH.

FEBRERO, 2014.

Índice.

Hipótesis.	33
I Introducción.	2
I.1 Aluminio.	2
I.2.1 Aleación aluminio 7075.	3
I.2.2 Nanotubos de carbón.	4
I.2.2.1.- Propiedades.	5
I.2.2.1.1- Propiedades Mecánicas.	5
I.2.2.1.2- Propiedades Electrónicas.	6
I.2.2.1.3- Propiedades Térmicas.	6
I.2.2.1.4- Propiedades Químicas.	6
I.2.2.1.5- Propiedades Ópticas.	7
I.2.2.2.- Aplicaciones.	7
I.3 Materiales compuestos.	10
I.4 Molienda mecánica.	11
I.4.1 Proceso de molienda mecánica.	12
I.4.1.2 Tipos de molinos.	12
I.4.1.3 Variables del proceso	15
I.4.1.4 Reforzamiento de metales y aleaciones.	18
I.5 Propiedades mecánicas.	23
I.6 Teorías de plasticidad.	27
I.6.1 Deformación por deslizamiento	29
II 3.1 Molienda mecánica.	37
II. EXPERIMENTACIÓN.	35
II.1 Introducción.	35
II.2.1 Aleación Al ₇₀₇₅ .	36

II.2.2 Generación de polvos del compuesto nanoestructurado Al7075 NTCs.	36
II.3.2 Generación de productos consolidados.	38
II.3.2.1 Compactado.	38
II.3.2.2 Sinterizado.	39
II.3.2.3 Extruido.	39
II.4 TÉCNICAS EXPERIMENTALES	40
II.4.2 Propiedades mecánicas.	40
II.4.2.1 Ensayo de microdureza Vickers.	40
II.4.2.1.1 Microdureza de polvos.	41
II.4.2.1.2 Microdureza de extruidos.	42
II.4.2.2 Ensayo de tracción.	42
II.4.3 Difracción de rayos X.	43
II.4.4 Microscopia electrónica de barrido.	44
II.4.5 Microscopia electrónica de transmisión.	44
III 3.1.1.1. Microdureza en superficie Lisa.	49
III 3.1.1.2. Microdureza en superficie Porosa.	51
III 3.3.2 Caracterización de la aleación de aluminio 7075 por medio de difracción de rayos X en condición de extruido.	64
III. 3.1.1. La prueba de Tukey	49
III. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	45
III.1 Tiempo de molienda óptimo para la Caracterización de la aleación de aluminio 7075 con nanotubos de carbono dispersados.	45
III.2 Caracterización de los compósitos de matriz de aleación de aluminio 7075	46
III.3 PROPIEDADES MECÁNICAS.	46
III.3.1 Caracterización de las propiedades mecánicas de los compósitos condición de material en polvo después de la molienda mecánica.	47
III.3.2 Caracterización de las propiedades mecánicas de los compósitos condición de extruido.	53

III.3.2.1 La prueba de Tukey.	56
III.3.2.1.1 Microdureza en corte transversal en condición de extruidos.	56
III.3.2.1.2 Microdureza en corte longitudinal en condición de extruidos.	58
III.3.3 Ensayo de tensión en condición de extrusión.	61
III.3.4.1 Caracterización de los compósitos y la aleación de aluminio 7075 por medio de difracción de rayos X en condición de polvos.	63
III.5 Análisis Morfológico.	66
III.6 Análisis microestructural.	69
IV.- Conclusiones.	74
Objetivo	34
Objetivos Particulares	34
Referencias	75
Resumen	1

Resumen.

El presente trabajo expone los resultados obtenidos durante la investigación desarrollada para medir las propiedades mecánicas de la aleación Al₇₀₇₅ con reforzamiento de nanotubos de carbono y sus repercusiones en la microestructura mediante la técnica del aleado mecánico.

La dispersión de los nanotubos de carbono dentro de la aleación Al₇₀₇₅ se realizó mediante la mezcla y la molienda mecánica previamente en un molino de alta energía SPEX, enseguida en un atricionador simoloyer, después de la molienda se obtuvo polvo metálico, consistente de una matriz de aluminio con nanotubos de carbono dispersos en la misma. La obtención del material suficiente para poder conformarlo se realizó con molindas consecutivas hasta obtener una cantidad adecuada de polvo metálico para su procesamiento posterior. Una vez obtenida esta cantidad el material fue compactado, sinterizado y extruido en caliente mediante extrusión indirecta, para obtener barras de los diferentes compósitos nanoestructurados.

La aleación Al₇₀₇₅ fue molida sin adición de nanotubos de carbono para tener un comparativo del material de control a las diferentes concentraciones. Los compósitos nanoestructurados se obtuvieron mezclando .25%, .5% y 1% de NTC, todos molidos durante periodos de 10 horas.

Se caracterizó tanto a los polvos metálicos como a las barras extruidas, para determinar las propiedades del material durante el procesamiento y una vez conformado el mismo.

La caracterización de los polvos metálicos y de las barras extruidas, se llevó a cabo mediante difracción de rayos X, microscopia electrónica de barrido, microscopia electrónica de transmisión, ensayos de microdureza y ensayos de tracción.

Con las diferentes técnicas de caracterización se determinó que los nanotubos de carbono incrementan las propiedades mecánicas del compósito nanoestructurado.

I Introducción.

Este capítulo presenta los fundamentos teóricos del reforzamiento mecánico de los materiales metálicos, así como las diferentes técnicas que se emplean para lograr este reforzamiento.

Primero se presentan las características del aluminio, material empleado en este trabajo, así como las propiedades de los nanotubos de carbono los cuales se utilizaron como dopantes para el compuesto nanoestructurado. Se describe además en que consisten los materiales compósitos nanoestructurados y sus clasificaciones, ya que estos mejoran las propiedades en comparación con un material puro, posteriormente se presentan las técnicas de procesamiento de estos materiales. Por otra parte se presentan los diferentes tipos de reforzamiento de metales y aleaciones, la teoría de plasticidad, así como la forma de evaluación de las propiedades mecánicas.

I.1 Aluminio.

La utilización industrial del aluminio ha hecho de este metal uno de los más importantes, tanto en cantidad como en variedad de usos, siendo hoy un material polivalente que se aplica en ámbitos económicos muy diversos. El aluminio se usa en forma pura, aleado con otros metales o en compuestos no metálicos. En estado puro se aprovechan sus propiedades ópticas para fabricar espejos domésticos e industriales, como pueden ser los de los telescopios reflectores. Su uso más popular sin embargo, es como papel aluminio, que consiste en láminas de material con un espesor tan pequeño que resulta fácilmente maleable y apto para embalaje alimentario. También se usa en la fabricación de latas y tetra envases.

Por sus propiedades eléctricas es un buen conductor, capaz de competir en costo y prestaciones con el cobre tradicional. Dado que, a igual longitud y masa, el conductor de aluminio tiene poco menos conductividad, resulta un componente útil para utilidades donde el exceso de peso es importante. Es el caso de la aeronáutica y de los tendidos eléctricos donde el menor peso implica en un caso menos gasto de combustible y mayor autonomía, y en el otro la posibilidad de separar las torres de alta tensión.

El aluminio es un elemento muy abundante en la naturaleza, sólo aventajado por el oxígeno y el Silicio. Se trata de un metal ligero, con una densidad de 2700 kg/m^3 , y

con un bajo punto de fusión (660 °C). Su color es blanco y refleja bien la radiación electromagnética del espectro visible y el térmico. Es buen conductor eléctrico (entre 35 y 38 m/ ($\Omega \text{ mm}^2$)) y térmico (80 a 230 W/ (m·K)).

Mecánicamente es un material blando (Escala de Mohs: 2-3-4) y maleable. En estado puro tiene un límite de resistencia en tracción de 160-200 N/mm² (160-200 MPa). Todo ello le hace adecuado para la fabricación de cables eléctricos y láminas delgadas, pero no como elemento estructural. Para mejorar estas propiedades se alea con otros metales, lo que permite realizar sobre él operaciones de fundición y forja, así como la extrusión del material. También de esta forma se utiliza como soldadura.

La capa de valencia del aluminio está poblada por tres electrones, por lo que su estado normal de oxidación es III. Esto hace que reaccione con el oxígeno de la atmósfera formando con rapidez una fina capa gris mate de alúmina Al₂O₃, que recubre el material, aislándolo de corrosiones. Esta capa puede disolverse con ácido cítrico. A pesar de ello es tan estable que se usa con frecuencia para extraer otros metales de sus óxidos. Por lo demás, el aluminio se disuelve en ácidos y bases. Reacciona con facilidad con el ácido clorhídrico y el hidróxido sódico.

I.2.1 Aleación aluminio 7075.

Entre los usos más frecuentes de la aleación Al₇₀₇₅ están: Piezas mecánicas, partes estructurales de aeronaves y otras aplicaciones donde requiera muy alta resistencia mecánica y buena resistencia a la corrosión.

Tabla 1.1 COMPOSICIÓN QUIMICA EN PORCENTAJE.

%	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Zr+Ti	Otros	Al
Min			1.20		2.10	0.18	5.10				
Max	0.40	0.50	2.00	0.30	2.90	0.28	6.10	0.20	0.25	0.15	Resto

Tabla 1.2 PROPIEDADES FÍSICAS DE LA ALEACIÓN AL 7075.

Densidad [gr/cm ³]	2.80	Coef. De dilatación (0 a 100 °C) [°C ⁻¹ x 10 ⁶]	23.5
Rango de fusión [°C]	475 – 630	Conductividad Térmica (0 a 100°C) [W/m °C]	Temple T6: 130
Módulo de elasticidad [MPa]	72000	Resistividad a 20 °C [μΩcm]	Temple T6: 5.2
Coeficiente de Poisson	0.33	Calor específico (0 a 100 °C)	915

Tabla 1.3 PROPIEDADES TECNOLÓGICAS.

Proceso	Clasificación	Proceso	Clasificación
<u>Soldabilidad:</u> Electrón Beam Gas Inerte (TIG o MIG) Por resistencia Brazing	B D B C	<u>Maquinabilidad (Temple T6)</u> Corte de viruta Brillo de sup. mecanizada	B B
<u>Embutido</u> Profundo Recocido Semi duro Duro		<u>Resistencia a la corrosión</u> Agentes atmosféricos Ambiente marino	C D
<u>Repujado</u> Temple 0		<u>Anodizado</u> Protección Brillante Duro	B C A

Clasificación: (A) Muy buena - (B) Buena - (C) Aceptable - (D) Pobre o No Recomendado

PROPIEDADES MECÁNICAS

Dureza Brinell: 165

I.2.2 Nanotubos de carbón.

Se denominan nanotubos a estructuras tubulares cuyo diámetro es del tamaño del nanómetro. Existen nanotubos de muchos materiales, tales como silicio o nitruro de boro pero, generalmente, el término se aplica a los nanotubos de carbono.

Los nanotubos de carbono son una forma alotrópica del carbono, como el diamante, el grafito o los fullerenos. Su estructura puede considerarse procedente de una lámina de grafito enrollada sobre sí misma. Dependiendo del grado de enrollamiento, y la manera como se conforma la lámina original, el resultado puede llevar a nanotubos de distinto diámetro y geometría interna. Estos están conformados como si los extremos de un folio se uniesen por sus extremos formando el susodicho tubo, se denominan *nanotubos monocapa* o de pared simple. Existen, también, nanotubos cuya estructura se asemeja a la de una serie de tubos concéntricos, incluidos unos dentro de otros, a modo de muñecas matrioskas y, lógicamente, de diámetros crecientes desde el centro a la periferia. Estos son los *nanotubos multicapa*. Se conocen derivados en los que el tubo está cerrado por media esfera de fullereno, y otros que no están cerrados.

I.2.2.1.- Propiedades.

Las propiedades más importantes de los CNT se describen brevemente a continuación: Las características más llamativas de estas estructuras son sus características mecánicas, eléctricas, térmicas, químicas, y las ópticas.

I.2.2.1.1- Propiedades Mecánicas.

Diferentes métodos se han utilizado para calcular y medir las propiedades mecánicas de los nanotubos de carbono. Una amplia variedad de datos han sido publicados. Los nanotubos de carbono tienen un módulo de Young de 1 TPA y resistencia a la tracción de 50 - 200 GPa, los valores son más altos en comparación con un diamante. Los valores para el coeficiente de Poisson son entre 0.14-0.20. Los nanotubos de carbono son muy flexibles y deformables debido a las propiedades de hoja de grafeno y la geometría del tubo. Sus densidades pueden ser tan bajas como alrededor de $1,3 \text{ g/cm}^3$.

I.2.2.1.2- Propiedades Electrónicas.

La estructura electrónica de los nanotubos de carbono sólo depende de su geometría. Los MWNT siempre están eléctricamente conducidos (metálico). Como se mencionó anteriormente, según el diámetro y su quiralidad, Las SWNT son marcas semiconductoras y metálicas. Las diferencias en la realización de las propiedades son causadas por la estructura molecular que da lugar a una estructura de banda diferente y por lo tanto un intervalo de banda diferente.

Los tipos sillón son metálicos, mientras que los nanotubos zigzag y quiral, se espera que sean generalmente semiconductores. Los nanotubos de carbono semiconductores tienen un espacio de banda inversamente proporcional con el diámetro del tubo, que varía de ~ 1.8 eV para los nanotubos de diámetro muy pequeño y 0.18 eV para nanotubos con un diámetro mayor. Movilidades de transporte de alta alrededor de $10^5 \text{cm}^2/\text{VS}$ se han reportado en nanotubos de carbono semiconductores.

I.2.2.1.3- Propiedades Térmicas.

Los nanotubos poseen la más alta conductividad térmica. Los valores de 2000-6000 W/mK, muy superior al de la plata y el cobre, han sido publicados. La alta conductividad térmica es debido a su consistencia de átomos de carbono montados en un enrejado grafitico.

I.2.2.1.4- Propiedades Químicas.

Poseen características químicas muy estables y falta de sitios funcionales en la superficie. La reactividad química CNT se ha mejorado en comparación con una hoja de grafeno, siendo éste un resultado directo de la curvatura de la superficie CNT. La reactividad de los nanotubos de carbono está directamente relacionada con la desalineación π -orbital causada por una curvatura aumentada. Por lo tanto, debe hacerse una distinción entre la pared lateral y las tapas de los

extremos de los nanotubos. Por la misma razón, se produce un menor diámetro de nanotubos en una mayor reactividad. La modificación química covalente de cualquiera de las paredes laterales o tapas de los extremos ha demostrado que es posible. Por ejemplo, la solubilidad de CNT en diferentes disolventes se puede controlar de esta manera. La investigación directa de las modificaciones químicas en el comportamiento de los nanotubos es muy difícil, ya que las muestras de nanotubos de crudo no son lo suficientemente puros. Apertura, humectación, llenado, adsorción, etc., son algunas de las propiedades interesantes dependiendo de la reactividad química de CNT.

I.2.2.1.5- Propiedades Ópticas.

Los estudios teóricos han demostrado que la actividad óptica de los nanotubos quirales desaparece si los nanotubos se hacen más grandes. El uso de la actividad óptica podría resultar en dispositivos ópticos en los que CNT juegan un papel importante.

I.2.2.2.- Aplicaciones.

Los nanotubos de carbono son materiales únicos en cuanto a estructura y propiedades y ello les convierte en una importante materia prima para el desarrollo de gran número de aplicaciones a las que pueden proporcionar características singulares.

De acuerdo con los informes revisados existen aplicaciones en:

- Materiales.

Los materiales nanorreforzados con nanotubos de carbono se consiguen dispersando éstos en una matriz de otro material. Se obtienen así nuevos materiales con interesantes propiedades mecánicas, eléctricas, electrorreológicas, hidrófobas, ignífugas, ópticas, químicas y térmicas. Entre los materiales reforzados con nanotubos de carbono destacan los de uso estructural, que aprovechan las propiedades mecánicas de los nanotubos de carbono dando lugar a compuestos ligeros y con gran resistencia mecánica. Sobre materiales tratan el 27% de las referencias científicas analizadas, el 24% de los proyectos y el 42% de las patentes. Estos datos reflejan que esta tecnología despierta gran interés científico y

gran interés industrial. Existe un alto grado de solapamiento de esta aplicación con otras; así, por ejemplo, para el desarrollo de algunos productos electrónicos se usan materiales compuestos que contienen nanotubos de carbono, mientras que en otros casos se utilizan nanotubos individuales y lo mismo ocurre en otras áreas. Se comercializan ya accesorios deportivos elaborados con materiales compuestos que incorporan nanotubos de carbono, como bates de béisbol, bicicletas, raquetas de tenis, raquetas de bádminton o palos de jockey. El mercado de los materiales se presenta así como el más avanzado de todas las aplicaciones potenciales de los nanotubos de carbono.

- Mecánica.

Se han identificado en esta área la utilización de nanotubos de carbono para el desarrollo de actuadores, amortiguadores, dispositivos para fluidos, tribología, NEMS y MEMS. Destacan, en cuanto a número de resultados, los actuadores, algunos de los cuales pueden formar parte de NEMS. Un 5% de las referencias científicas tratan sobre aplicaciones mecánicas, el 5% de los proyectos y el 5,6% de las patentes. El interés científico e industrial que se aprecia hacia estas tecnologías es moderado. No se han detectado productos comerciales ni prototipos.

Además de las siguientes áreas:

- Electrónica
- Sensores
- Biotecnología y química
- Energía
- Instrumentación científica
- Fotónica

I.2.2.3.- Técnicas experimentales de obtención.

Tabla 1.4 Propiedades de los nanotubos sintetizados por tres métodos distintos.

	Descripción.	Producto.	Ventajas.	Desventajas.
Ablación por Láser	Condensación de átomos de carbono producidos por la evaporación a temperaturas entre 3000 y 4000°C de un precursor sólido tal como el grafito. La fuente de energía es un láser de alta potencia.	NCPS*: Longitudes del orden de los 5 – 20 micrones y diámetros del orden de 1 – 2 nm. NCPM*: Longitudes del orden de los 300 nm, con un número entre 4 – 24 capas y diámetros internos entre 1,5 – 3 nm.	Para NCPS se hace posible controlar el diámetro. Los nanotubos presentan pocos defectos.	Método costoso ya que requiere un láser de alta potencia.
Descarga de Arco	Condensación de átomos de carbono producidos por evaporación de grafito haciendo uso de una descarga eléctrica entre dos electrodos de grafito.	NCPS: Tubos cortos con diámetros entre 0,6 y 1,4 nm. Se requiere catalítico metálico. NCPM: Tubos cortos con diámetros internos entre 1 y 3 nm y diámetros externos del orden de los 10 nm.	Pocos defectos estructurales para los NCPS. Para NCPM no se requieren catalíticos en el precursor. Es un método económico.	No pueden ser controladas las dimensiones del nanotubo. Resultan tubos muy cortos y crecen de manera desordenada en todas direcciones.
Deposición Química por vapor	Descomposición de un vapor o gas precursor que contiene átomos de carbono (hidrocarburo) en la presencia de un catalizador metálico sobre un sustrato.	NCPS: Tubos largos con diámetros entre 0,6 y 4 nm. NCPM: Tubos largos con diámetros entre 10 – 240 nm.	Es un método simple y económico para producción a escala industrial de tubos de carbono. Se hace posible controlar el diámetro de NCPS. Se pueden producir tubos alineados verticalmente.	Los tubos suelen ser de pared múltiple y con defectos estructurales.

*NCPS: Nanotubos de Carbono de Pared Simple

*NCPM: Nanotubos de Carbono de Pared Compuesta

I.3 Materiales compuestos.

Un material compuesto o compósito es una combinación macroscópica de dos o más materiales distintos, que tienen una interface reconocible entre ellos. Los compósitos se usan no solo por sus propiedades estructurales, sino también para aplicaciones eléctricas, térmicas, tribológicas y ambientales. Los compósitos modernos son usualmente optimizados para obtener un balance de propiedades para un rango determinado de propiedades.

Los materiales compuestos deben estar restringidos a aquellos materiales que contienen una matriz constituyente que une y provee forma a un arreglo de un constituyente de refuerzo más fuerte y más rígido. El compósito resultante tiene un balance de propiedades estructurales que son superiores a cualquiera de los constituyentes solos.

Los compósitos típicamente tienen una fase en forma de fibras o partículas que son más rígidas y resistentes que la fase de la matriz constituyente.

Los compósitos comúnmente se clasifican en dos diferentes niveles:

- EL primer nivel de clasificación es usualmente hecho con respecto al constituyente de la matriz, estos incluyen compósitos de matriz orgánica (OMCs), compósitos de matriz metálica (MMCs), y compósitos de matriz cerámica (CMCs).
- El segundo nivel de clasificación se refiere a la forma del reforzante, esto es, partículas reforzantes, fibras discontinuas (whisker) reforzantes, fibras continuas laminares reforzantes, y compósitos tejidos (arquitectura de fibras trenzadas y de punto).

Para generar un incremento en las propiedades, debe haber generalmente una fracción sustancial de volumen de los reforzantes (aprox. 10% o más). El reforzante se dice que es una partícula si todos sus tamaños son en general iguales. Estos compósitos reforzados por partículas incluyen aquellos reforzantes con forma de esferas, barras, laminillas, y cualquier forma con ejes iguales. Los reforzantes en forma de whisker con una relación de aspecto típica entre 20 y 100 aproximadamente, son considerados junto con las partículas como MMCs, y se clasifican como reforzantes discontinuos [1].

I.4 Molienda mecánica.

La molienda mecánica es una técnica de procesamiento de polvos en el que los mismos son mezclados en un molino de bolas, donde el polvo es sujeto a colisiones a alta energía con las bolas. El proceso generalmente se lleva a cabo en una atmósfera inerte. Durante la molienda mecánica se involucra la soldadura y fractura de las partículas de manera repetitiva un número elevado de veces en un molino de bolas de alta energía [2]. Originalmente fue diseñado para producir dispersión de partículas reforzantes en superaleaciones para aplicaciones en la industria aeroespacial, pero se ha observado que la molienda mecánica es capaz de sinterizar una variedad de fases en equilibrio y fuera del equilibrio de diferentes aleaciones partiendo de elementos puros o polvos pre aleados. El sintetizado de fases fuera del equilibrio incluye soluciones sólidas supersaturadas, fases cristalinas metaestables y fases cuasicristalinas, nanoestructuras y aleaciones amorfas.

La molienda mecánica y el aleado mecánico permiten la producción de materiales homogéneos partiendo de mezclas de polvos metálicos. Es una técnica en seco que emplea un molino de bolas de alta energía, en la cual, los polvos se mezclan, se sueldan y se deforman plásticamente hasta la fractura, debido a la alta energía que el molino proporciona al material, obteniendo al final un material transformado en una aleación homogénea. Las características que se pueden obtener al emplear el aleado mecánico se enlistan en la tabla 1.5.

- Producción de distribución fina de partículas de segunda fase.
- Extensión de los límites de solubilidad sólida.
- Refinamiento de tamaño de grano abajo del rango nanométrico.
- Síntesis de nuevas fases cristalinas y cuasicristalinas.
- Desarrollo de fases amorfas (vítreas).
- Desordenado de intermetálicos ordenados.
- Posibilidad de alear elementos de aleación difíciles.

Inducción (desplazamiento) de reacciones químicas a bajas temperaturas.
Procesos escalables.

Tabla 1.5 Características de material obtenido de acuerdo al tipo de molienda.

Dos términos diferentes son comúnmente empelados en la literatura para describir el proceso de partículas en polvo en molinos de bolas de alta energía. El aleado mecánico describe el proceso cuando la mezcla de polvos (de diferentes metales o aleaciones) son molidos juntos. El otro término empleado es la molienda mecánica, en la cual la molienda de polvos de composición homogénea (estequiometria), tal como metales puros, intermetálicos, aleaciones pre aleadas, donde no se requiere la transformación del material para homogeneizarlo. En muchas ocasiones estos términos se toman como iguales.

I.4.1 Proceso de molienda mecánica.

El proceso de la molienda mecánica comienza con la mezcla de los polvos en la proporción correcta y la carga del polvo mezclado en el molino junto con el medio de molienda (generalmente bolas de acero). Esta mezcla es entonces molida durante un tiempo determinado hasta que la composición de cada partícula de polvo es idéntica a proporción de los elementos en la mezcla inicial del polvo. El polvo molido es entonces consolidado en una forma rígida y tratada térmicamente para obtener las propiedades y microestructura deseada. Por lo tanto, los componentes importantes en el proceso de aleado mecánico son: la materia prima, el molino y las variables del proceso.

I.4.1.2 Tipos de molinos.

Diferentes tipos de molinos de alta energía son empleados para producir polvos mecánicamente aleados. Éstos difieren en su capacidad, eficiencia de molienda y arreglos adicionales para enfriamiento, calentamiento, etc.

Molinos de agitación SPEX. Éstos pueden moler alrededor de 10 a 20 g de polvo, son utilizados comúnmente en laboratorios de investigación. Éstos cuentan con un pequeño bote, que contiene a la muestra y las bolas de molienda, asegurado por una agarradera y girado enérgicamente hacia atrás y hacia delante muchos miles de veces por minuto. El movimiento hacia atrás y hacia delante se combina con movimientos laterales en los extremos del bote, con lo que el bote aparenta generar una figura en 8 o el signo de infinito con su movimiento. Con cada giro del bote las bolas de acero se impactan contra la muestra y con los extremos del bote, generando el molido y mezclado de la muestra. Estos molinos se consideran como molinos de alta energía. La Figura 1.1 muestra este tipo de molinos.



Figura 1.1 Equipo empleado en los molinos por agitación SPEX.

Molinos de bolas planetarios (Pulverizador). En este molino unos cuantos cientos de gramos de polvo pueden ser molidos. Estos molinos deben su nombre debido a que el movimiento de los botes se hace como el movimiento de los planetas. Éstos están arreglados en un disco de soporte rotativo y un mecanismo de movimiento especial los obliga a rotar alrededor de su propio eje. La fuerza centrífuga producida por los botes girando en su propio eje y la producida por la rotación del disco de soporte actúa sobre el contenido de los botes, que consisten en el material a moler y las bolas de molienda. Debido a que los botes y el disco de soporte giran en direcciones opuestas, las fuerzas centrífugas alternativamente actúan en la misma dirección y en dirección opuesta. Esto hace que las bolas de molienda se deslicen por la pared interna del bote, para después, junto con el material a ser molido se despegan de la pared del molde y viajan libremente hasta el lado opuesto del bote y colisionando nuevamente con la pared interna del bote, la Figura 1.2 muestra el mecanismo aquí descrito. Este tipo de molinos se puede considerar como molinos de baja energía.

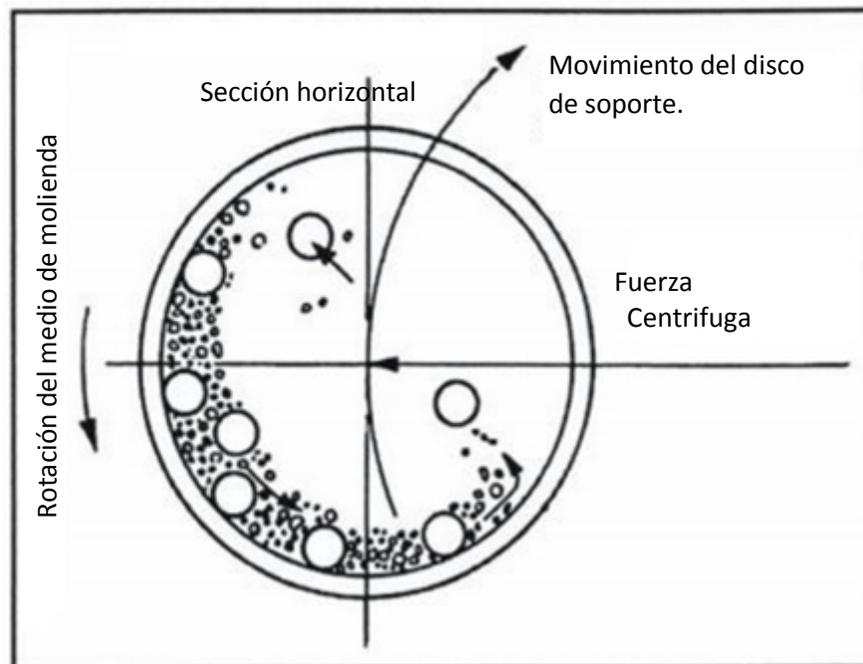


Figura 1.2 Representación esquemática del movimiento de las bolas de molienda dentro del molino.

Molinos de desgaste. Este tipo de molinos consiste en un tambor horizontal rotante medio lleno con pequeñas bolas de acero. Conforme el cilindro rota las bolas caen en el polvo metálico que está siendo triturado; la rapidez de la molienda se incrementa con la velocidad de rotación. A altas velocidades, sin embargo, la fuerza centrífuga que actúa en las bolas de acero excede la fuerza de gravedad, y las bolas quedan pegadas a la pared del tambor. En este punto la acción del pulverizado se detiene. Un molino de desgaste consiste de un tambor vertical con una serie de propulsores dentro de éste. Puestos progresivamente a ángulos derechos uno de otro, los propulsores energizan la carga de bolas, causando la reducción en el tamaño del polvo debido al impacto entre las bolas, entre las bolas y las paredes del contenedor, y entre las bolas, la flecha de agitación, y los propulsores. Alguna reducción en el tamaño de partícula parece tomar lugar entre la colisión de las mismas partículas y por deslizamiento de las bolas. Un poderoso motor hace girar los propulsores, los cuales agitan las bolas de acero en el tambor. Este tipo de molino puede moler grandes cantidades de polvo (de 0.5 a 40 kg). Son molinos de baja energía. La figura 1.3 muestra un esquema de un molino de este tipo.

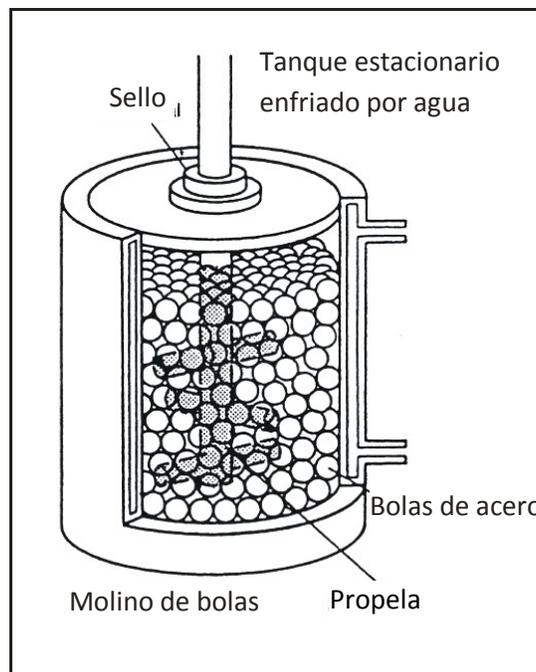


Figura 1.3 Representación del molino de desgaste.

Molinos comerciales. Este tipo de molinos son mucho más grandes que los descritos anteriormente y pueden procesar varios cientos de kilogramos. La producción se lleva a cabo en molinos de bolas con capacidades superiores a los 1250 kg.

I.4.1.3 Variables del proceso

El aleado mecánico es un proceso complejo y por lo tanto involucra la optimización de un número de variables para obtener la fase o microestructura deseada. Algunos de los parámetros importantes que tienen un efecto en la constitución final del polvo son:

- Tipo del molino.
- Contenedor del molino.
- Velocidad del molino.
- Tiempo de molienda.
- Tipo, tamaño, y distribución de tamaño del medio de molienda.
- Relación del peso entre las bolas y el polvo.
- Cantidad de llenado del bote.
- Atmósfera del molino.
- Agente de control de proceso.
- Temperatura de molienda.

Todas estas variables no son completamente independientes. Por ejemplo, el tiempo óptimo de molienda depende del tipo de molino, tamaño del medio de molienda, temperatura del molino, relación entre bolas de molienda y polvo, etc.

Tipo de molino.

Los diferentes tipos de molinos difieren en su capacidad, velocidad de operación y su capacidad para controlar la operación variando la temperatura del molino y la minimización de la contaminación de los polvos.

Contenedor de molienda.

El material usado para el contenedor de la molienda es importante debido al impacto del desgaste medio de las paredes inertes del contenedor, cierta cantidad de material puede desprenderse e incorporarse en el polvo, esto puede modificar la química del polvo. Los contenedores más comunes están hechos de diferentes grados de acero. La forma del contenedor también parece ser importante, especialmente la forma interna, los de extremos planos parece ser que generan mejores resultados.

Velocidad de molienda.

A mayor velocidad de giro del contenedor habrá mayor energía dentro del polvo, pero dependiendo del tipo de molino, existen ciertas limitaciones de la velocidad máxima a la que pueden ser empleados. Por ejemplo, en los molinos convencionales, al incrementar la velocidad de giro del molino se incrementa la velocidad con la que las bolas se mueven. Arriba de cierta velocidad crítica, las

bolas quedarán unidas a la superficie del contenedor y no caerán para ejercer ninguna fuerza de impacto. Por lo tanto, la velocidad máxima debe ser justo por debajo de este valor crítico para que las bolas caigan desde la altura máxima posible para generar una energía de colisión máxima.

Otra limitación es que a altas velocidades la temperatura del recipiente puede alcanzar un valor alto, esto puede ser ventajoso si se requiere que ocurra difusión en el sistema para homogeneizar y/o alear los polvos. Pero, en ciertos casos, el incremento de la temperatura puede ser una desventaja debido a que acelera los procesos de transformación causando una descomposición de las soluciones sólidas supersaturadas.

Tiempo de molienda.

El tiempo de molienda es el parámetro más importante. Normalmente el tiempo se escoge para obtener un estado estacionario entre las partículas de polvo fracturadas y soldadas en frío. El tiempo requiere variaciones dependiendo del tipo de molino, la intensidad de molienda, la relación entre polvo y las bolas, y la temperatura de molienda. El tiempo se decide dependiendo del tipo de sistema a moler, sin embargo, el nivel de contaminación se incrementa si el polvo es molido más tiempo del requerido.

Medio de molienda.

Los materiales más comunes empleados como medio de molienda son las aleaciones de acero. La densidad de éstas debe ser grande para producir fuerzas de impacto altas. Es deseable tener un medio de molienda del mismo material que el recipiente que contiene los polvos, y que éste sea del mismo tipo que el polvo para evitar la contaminación.

El tamaño del medio de molienda también tiene influencia en la eficiencia de molienda. Generalmente, un tamaño grande (y alta densidad) del medio de molienda es útil ya que el mayor peso de éstas transferirá mayor energía de impacto al polvo, aunque tamaños menores pueden favorecer la formación de compuestos o fases amorfas debidas posiblemente a una mayor energía de fricción que se genera entre partículas de polvo y bolas de molienda.

A pesar de que la mayoría de las investigaciones emplean un solo tamaño de medio de molienda, algunas investigaciones han empleado diferentes tamaños de bolas. Se ha predicho que la mayor energía de colisión pueden ser obtenida si se emplean bolas con diferentes diámetros. En los estados iniciales de molienda, el polvo que está siendo molido forma una capa en la superficie del medio de molienda y también se suelda en frío. Esto es ventajoso ya que previene excesivo desgaste del medio de molienda y también disminuye la contaminación del polvo debido al medio de molienda. No obstante, el espesor de esta capa debe mantenerse en un mínimo para evitar la formación de un producto final heterogéneo. Pero, la desventaja de este recubrimiento de polvo es que es difícil separar. Una combinación de bolas grandes y pequeñas durante la molienda minimizan la cantidad de soldado en frío y la cantidad de polvo recubriendo la superficie de las bolas. La explicación de esto es que los diferentes tamaños de

bolas producen fuerzas cortantes que pueden ayudar a desprender el polvo de la superficie de las bolas.

Relación en peso de las bolas y polvo. 20:1

La relación en peso de las bolas y el polvo (BPR), es una variable importante en el proceso de molienda. Una relación general de 10:1 es comúnmente usada en molinos pequeños, en molinos grandes la relación puede ser de 50:1 y hasta 100:1.

El BPR tiene un efecto significativo en el tiempo requerido para alcanzar una fase particular en el polvo siendo molido. A mayor BPR, menor tiempo requerido. Condiciones suaves (bajos valores de BPR, bajas velocidades de rotación, etc.) de molienda generan fases meta estables, mientras que condiciones duras de molienda generan fases en equilibrio.

Cantidad de llenado del contenedor.

Es necesario que exista suficiente espacio para las bolas y las partículas de polvo para que se muevan libremente durante la molienda. Generalmente el 50% del espacio del recipiente se deja vacío.

Atmósfera de la molienda.

El mayor efecto de la atmósfera de molienda es la contaminación del polvo. Los polvos son molidos en contenedores que han sido vaciados o llenados con un gas inerte como el argón o el helio para evitar la oxidación y/o contaminación de los polvos. Normalmente la carga y descarga de los polvos del contenedor se lleva a cabo dentro de una atmósfera controlada.

Agentes de control del proceso.

Las partículas de polvo se sueldan en frío unas con otras, especialmente si son dúctiles, debido a la alta deformación plástica experimentada por éstas durante la molienda. Pero, el aleado correcto de los polvos solo puede ocurrir cuando se mantiene un balance entre el número de partículas soldadas en frío y el número de partículas fracturadas. Un agente de control del proceso (PCA) se adiciona a la mezcla del polvo durante la molienda para reducir el efecto de soldado en frío. Los PCAs pueden ser sólidos, líquidos, o gases. Son generalmente compuestos orgánicos, que actúan como agentes de superficie activos. Los PCAs son absorbidos por la superficie de la partícula de polvo y minimiza el soldado en frío entre las partículas y además inhibe la aglomeración. Los PCAs se emplean en un nivel del 1 – 5% en peso del total de la carga de los polvos. Los agentes empleados pueden contener carbono, oxígeno, hidrógeno, entre otros, durante el proceso, éstos se combinan con los polvos formando carburos y óxidos que son dispersados homogéneamente en la matriz, con lo que se obtiene un pequeño aumento en la resistencia y la dureza del material. El incremento en el empleo de PCAs reduce el tamaño de partícula final a un mismo tiempo de operación.

Temperatura de molienda.

La temperatura de molienda es otro importante parámetro en la constitución del polvo molido. Debido a que procesos difusivos ocurren durante la formación de las fases aleadas, es de esperarse que la temperatura de molienda tenga un efecto significativo en cualquier sistema de aleación [3].

I.4.1.4 Reforzamiento de metales y aleaciones.

El reforzamiento de metales y aleaciones ha sido uno de los principales objetivos en el mejoramiento de la eficiencia estructural de muchos productos tales como los empleados en la industria aeroespacial, espacial y automotriz. Los mecanismos de reforzamiento son aquellos que impiden el movimiento conservativo de las dislocaciones, y estos se pueden clasificar como siguen:

a) Reforzamiento por solución sólida.

El reforzamiento por solución sólida es el incremento en el esfuerzo de flujo que resulta de la interacción entre los átomos de soluto en la solución y el movimiento de las dislocaciones. Los átomos de soluto pueden interactuar con las dislocaciones en una variedad de mecanismos tales como:

- **Interacción atómica.** Se da debido a la interacción mutua de los campos de esfuerzos elásticos los cuales rodean al átomo de soluto y a las dislocaciones de borde. Por lo que el endurecimiento debido a la interacción elástica escala directamente con el desajuste del soluto. Los átomos sustitucionales solo impiden el movimiento de dislocaciones de borde, mientras que las dislocaciones de tornillo no se ven afectadas por la presencia de estos. En el caso de átomos de soluto intersticiales, ambas dislocaciones interactúan, por lo que son más efectivos para obtener endurecimiento por solución sólida. Aparte de la magnitud y naturaleza del desajuste de los átomos de soluto, la concentración de éstos también afecta el endurecimiento general del metal.
- **Interacción de módulos.** Ocurre cuando los átomos de soluto localmente alteran los módulos del cristal, las bases de esta alteración debe tener sus orígenes en efectos electrónicos.
- **Interacción por fallas de apilamiento.** Los átomos de soluto que preferentemente son segregados a las fallas de apilamiento quedan contenidos entre los pares de dislocaciones parciales, y disminuyen la energía de falla de apilamiento, así, al moverse la dislocación, ésta es mecánicamente separada por la región rica en soluto, y la carga externa debe de hacer trabajo para que se reconstruya el par de dislocaciones parciales.

- Interacción eléctrica. Si los átomos de soluto tienen valencia diferente a la de los átomos del solvente, entonces los átomos del solvente se vuelven centros de carga en la red y tienen la oportunidad de interactuar con las dislocaciones.
- Interacción de orden de corto alcance. La tendencia de los átomos de soluto a ordenarse ellos mismos tal que pueden tener más del número de equilibrio de vecinos diferentes se conoce como ordenamiento. El efecto opuesto es la aglomeración (clustering) en donde los átomos se agrupan juntos. Los átomos de soluto que tienden a presentar aglomeración u ordenamiento de corto alcance pueden dar lugar al reforzamiento debido a que el movimiento de las dislocaciones tiende a re-arreglar los vecinos más próximos y por ende a disminuir el grado de orden o aglomeración. Esta interacción es de corto alcance.
- Interacción de orden de largo alcance. Soluciones que forman superredes de largo alcance dan lugar a reforzamiento, debido a que las dislocaciones modifican la periodicidad de largo alcance a través del plano de deslizamiento. En una superred hay un arreglo periódico de largo alcance de átomos diferentes. El principio de endurecimiento es el mismo que para la interacción de ordenamiento de corto alcance, donde la dislocación interrumpe la periodicidad de largo alcance creando vecinos más cercanos del mismo tipo de átomo a lo largo del plano activo de deslizamiento. Las regiones de desorden introducidas por los planos de deslizamiento de las dislocaciones son llamadas bordes de anti – fase debido a que los átomos a través del plano de deslizamiento están “fuera de fase” con respecto a la estructura de superred energéticamente preferida. Existen dos o más sitios de red equivalentes en una superred, el ordenamiento puede empezar en diferentes partes del cristal y formar la misma superred, pero con variaciones en la forma en que los átomos de A y B ocupan esos sitios equivalentes. En el punto donde estas regiones se afectan, la red está fuera de fase. El lugar de estos puntos es una región bidimensional conocida como borde de anti – fase térmico (Thermal anti – phase boundary APB) debido a que se origina por efectos térmicos en lugar que por deformaciones. La contribución primaria al reforzamiento debido a las interacciones por ordenamiento de largo alcance es la intersección de las dislocaciones deslizantes y las APBs. Esto típicamente conduce a un incremento en el área de APB conforme la deformación continúa y conduce a un incremento en el esfuerzo de flujo. Es el incremento en el área de APB debido a la deformación inducida la que causa que las aleaciones ordenadas se endurezcan por trabajo más rápidamente que sus equivalentes desordenadas.

b) Reforzamiento por partículas de segunda fase

El reforzamiento por partículas se refiere al incremento en la resistencia que ocurre cuando partículas pequeñas de segunda fase están presentes. La naturaleza de estas partículas puede ser desde zonas de GP, que son regiones

ricas en soluto, con la misma estructura de la matriz, o compuestos intermetálicos. Las partículas pueden ser intrínsecas al sistema y formar precipitados o pueden ser introducidas mediante aleado mecánico. Sin importar su origen, las partículas impiden el movimiento de las dislocaciones de manera análoga a la descrita para átomos de soluto. La principal diferencia es en la escala, ya que, incluso partículas muy pequeñas son muy grandes comparadas con átomos de soluto, por lo tanto, la interacción entre las dislocaciones y las partículas es generalmente de largo alcance.

El reforzamiento por interacciones dislocación – partícula de segunda fase se puede dar por dos mecanismos:

- Las dislocaciones no cortan la partícula, sino que sobrepasan la partícula, dejando circuitos de dislocación alrededor de la partícula, este mecanismo de reforzamiento recibe el nombre de mecanismo de Orowan.
- Las dislocaciones cortan o atraviesan las partículas.

El reforzamiento es controlado por el espaciamiento entre las partículas (J. C. Williams y A. W. Thompson, 1981).

El grado de reforzamiento debido a partículas de segunda fase depende en la distribución de éstas en la matriz, La dispersión puede ser descrita de acuerdo a: la forma de las partículas, especificando la fracción volumétrica, el diámetro promedio de partícula, y / o por la separación entre las partículas. Todos estos factores están interrelacionados así que un factor no puede cambiar sin afectar a los otros. Por ejemplo, para una fracción de volumen de partículas de segunda fase dada, disminuyendo el tamaño de partícula decrece la distancia promedio entre partículas. Para un tamaño de partícula dado, la distancia entre partículas disminuye con un incremento en la fracción de volumen de la segunda fase.

Las partículas finas de segunda fase adicionadas a la matriz metálica pueden actuar como barreras a las dislocaciones. Estas partículas pueden actuar como partículas impenetrables, a través de las cuales la dislocación puede moverse únicamente por cambios bruscos en la curvatura de la línea de dislocación. Por otro lado, también pueden actuar como partículas coherentes a través de las cuales de las dislocaciones pueden pasar, pero solo a niveles de esfuerzo mucho más altos que aquellos requeridos para mover la dislocación dentro de la matriz. Así las partículas de segunda fase actúan en dos diferentes formas debido a que retardar el movimiento de las dislocaciones. Dependiendo del tipo de partícula, éstas pueden ser cortadas por las dislocaciones o éstas resisten el corte y las dislocaciones se ven forzadas a pasar sobre ellas.

Cuando la partícula es pequeña y/o blanda, las dislocaciones pueden cortarla y deformarla. Hay seis propiedades de la partícula que afectan la facilidad con la que éstas pueden ser cortadas. Esto ocurre si, la partícula forma:

- Deformaciones coherentes. Las deformaciones coherentes surgen del desajuste de los precipitados, los cuales distorsionan la matriz y causan un campo de esfuerzos de dilataciones en la región del precipitado. El campo de dilatación puede interactuar con los componentes del campo de esfuerzo de la dislocación e impedir su movimiento.
- Energía de falla de apilamiento entre partícula y matriz. La interacción entre las dislocaciones y los precipitados puede ser dominada por la variación local en el ancho de la falla cuando la dislocación deslizante entra y es contenida dentro de las partículas. [4] han analizado este tipo de reforzamiento y han encontrado que la variación en el esfuerzo de flujo es linealmente proporcional a la diferencia en la energía de falla de apilamiento entre el precipitado y la matriz.
- Estructura ordenada entre ambas fases. Si las partículas tienen una estructura ordenada, entonces, el corte de éstas por dislocaciones deslizantes introduce el APB's. La contribución al reforzamiento debido a precipitados ordenados es proporcional a la energía de borde de anti – fase térmico (Thermal anti – phase boundary APB) elevada a la tres medios. El reforzamiento por partículas ordenadas es relativamente complejo y el modelo detallado depende del tamaño y espaciado de los precipitados. Generalmente las dislocaciones se mueven en pares (o más complicado en grupos) porque la segunda dislocación restituye el orden en el precipitado.
- Efecto de los módulos, la diferencia o similitud de éstos. Debido a que la energía de una dislocación depende linealmente en el módulo local, las partículas que tienen un módulo que difiere significativamente de la matriz interactuarán con la dislocación por un aumento o una disminución en su energía conforme pase por ellas.
- Esfuerzos de fricción de la red. Este mecanismo de reforzamiento ha recibido relativamente poca visibilidad debido a que es típicamente sobrepasado por otros mecanismos.
- Energía interfacial y morfología de la partícula. Cuando una partícula es cortada por un paso de una dislocación, se crea un vector de Burgers en la interfase partícula – matriz. Si la relación de superficie a volumen de las partículas es relativamente alta, entonces este incremento en el área superficial puede ser significativo y puede representar un incremento sustancial en la energía total del sistema. Tal energía debe ser administrada por el esfuerzo externo y, por lo tanto, se ve reflejada en un incremento de la resistencia. Este tipo de reforzamiento es claramente más importante en los precipitados con forma plana ya que éstos tienen la máxima relación de superficie – volumen. Este reforzamiento es linealmente proporcional a la energía interfacial γ_s .

Orowan propuso un mecanismo en el cual el esfuerzo de cedencia está determinado por el esfuerzo de corte requerido para curvar una línea de

dislocación entre dos partículas separadas una distancia λ , donde $\lambda > r$. El esfuerzo requerido para forzar la dislocación entre los obstáculos es:

$$\tau_0 = \frac{Gb}{\lambda}$$

donde λ es el espaciamiento entre partículas, que se calcula de la siguiente manera: $\lambda = \frac{4(1-f)r}{3f}$

donde f es la fracción volumétrica de partículas esféricas de radio r .

La mayoría de las teorías sobre reforzamiento con partículas de segunda fase están basadas en partículas esféricas ideales. Sin embargo, la forma de la partícula puede ser importante, principalmente porque cambia el espaciamiento entre partículas λ . A una misma fracción de volumen, partículas con forma de barras y planas incrementan su resistencia cerca de dos veces más que las partículas esféricas [5].

Los mecanismos de reforzamiento por solución sólida y por partículas tienen una influencia directa en la manera en que el material se deforma. La presencia de cualquiera de éstos, o de ambos, pueden conducir a una transición en el modo del deslizamiento comparándolo con una matriz pura. Por lo que su presencia puede tener implicaciones importantes con respecto a las propiedades del material que las contenga. Un mejoramiento importante en la resistencia no es generalmente útil si este incremento viene acompañado por una drástica reducción en ductilidad u otra propiedad importante.

Aunado a los dos mecanismos de reforzamiento mostrados, el tamaño de grano es un factor importante en las propiedades de los materiales. El rol de los límites cristalográficos como barreras para el deslizamiento se conoce desde hace más de 60 años. Es bien conocido que el refinamiento de grano incrementa el esfuerzo de fluencia. Primero Hall y al último Petch encontraron una relación del comportamiento del material en relación al tamaño de grano:

$$\sigma_y = \sigma_0 + kd^{1/2}$$

donde d es el tamaño de grano y σ_0 y k son constantes del material.

La contribución de los límites de grano para el reforzamiento de los materiales es debido a, primero, el bloqueo en el movimiento de las dislocaciones al encontrar una frontera con un alto grado de desorden, y segundo, a la generación de dislocaciones en los límites de grano, este último es el que domina la fluencia. Los materiales policristalinos no se deforman homogéneamente, y zonas de deslizamiento complejo, diferentes a las zonas de deslizamiento en el interior del grano, se generan cerca del límite de grano [6].

I.5 Propiedades mecánicas.

La resistencia de los materiales es una rama del conocimiento la cual trata con las relaciones entre las fuerzas internas, la deformación y las cargas externas. En el método general de análisis usado en la resistencia de materiales el primer paso es asumir que el miembro está en equilibrio. Las ecuaciones de equilibrio estático se aplican a las fuerzas que actúan en alguna parte del cuerpo para obtener las relaciones entre las fuerzas externas que actúan en el miembro y las fuerzas internas que resisten la acción de las cargas externas. Debido a que las ecuaciones de equilibrio deben ser expresadas en términos de las fuerzas que actúan externamente sobre el cuerpo, es necesario hacer las fuerzas internas de resistencia en fuerzas externas. Esto se logra haciendo pasar un plano a través del cuerpo en el punto de interés. La parte del cuerpo que cae en un lado del plano cortante es removido y reemplazado por las fuerzas que se ejercen en la sección de corte de la parte del cuerpo que permanece. Ya que las fuerzas que actúan en el "cuerpo libre" lo mantienen en equilibrio, las ecuaciones de equilibrio pueden aplicarse al problema.

Las fuerzas internas de resistencia son usualmente expresadas por el esfuerzo que actúa sobre cierta área, así que la fuerza interna es la integral del esfuerzo por el área diferencial sobre la cual actúa. Para poder evaluar esta integral, es necesario conocer la distribución del esfuerzo sobre el área del plano de corte. La distribución del esfuerzo se obtiene por la observación y medición de la distribución de la deformación en el miembro, debido a que el esfuerzo no puede ser físicamente medido. No obstante, ya que el esfuerzo es proporcional a la deformación para pequeñas deformaciones, la determinación de la distribución de la deformación provee la distribución del esfuerzo. La expresión para el esfuerzo es entonces sustituida en las ecuaciones de equilibrio, y éstas son resueltas en términos de las cargas y las dimensiones del miembro.

Suposiciones importantes en la resistencia de materiales son que el cuerpo a ser analizado es continuo, homogéneo, e isotrópico. Un cuerpo continuo es aquel que no contiene espacios vacíos de ningún tipo. Un cuerpo es homogéneo si tiene las mismas propiedades en todos los puntos. Un cuerpo es considerado isotrópico cuando sus propiedades no varían con respecto a la dirección u orientación.

Mientras que los materiales ingenieriles como el aluminio, el acero, etc., pueden parecer que cumplen estas condiciones, vistos en una escala macroscópica, es claramente aparente cuando se ven en el microscopio que son todo menos homogéneos e isotrópicos.

La mayoría de los metales están hechos con más de una fase, con diferentes propiedades mecánicas, tal que a nivel microscópico éstos son heterogéneos. Incluso, cada fase usualmente exhibe segregación química, y por lo tanto, las propiedades no serán idénticas de un punto a otro. Los metales están hechos de un agregado de granos que tienen diferentes propiedades en diferentes direcciones cristalográficas. La razón por la cual la resistencia de los materiales

describe el comportamiento de los metales reales es que, en general, los granos cristalinos son tan pequeños que, para una muestra de un volumen macroscópico, los materiales son estáticamente homogéneos e isotrópicos. No obstante, cuando los metales son severamente deformados en una dirección particular, como en laminación, las propiedades pueden ser anisotrópicas a escala macroscópica.

La experiencia muestra que todos los materiales sólidos pueden ser deformados cuando se sujetan a cargas externas. Se ha encontrado que a cierta carga límite un sólido recuperará sus dimensiones originales cuando la carga es retirada. La recuperación de las dimensiones originales de un cuerpo deformado se conoce como comportamiento elástico. La carga límite recibe el nombre de límite elástico, si el límite elástico se excede, el cuerpo experimentará una deformación permanente cuando la carga sea retirada. Un cuerpo que es permanentemente deformado se dice que ha experimentado una deformación plástica. Si la carga no excede el límite elástico, la deformación del cuerpo es proporcional a la carga aplicada. Esta relación se conoce como ley de Hooke.

Si una carga se aplica a un extremo de una barra, y la barra experimenta un ligero incremento en la longitud y decremento en el diámetro, el material se ha deformado una cantidad δ , llamada elongación. La deformación lineal e es la relación del cambio de la longitud con respecto de la longitud original, y se conoce como deformación ingenieril.

$$e = \frac{\delta}{L_0} = \frac{\Delta L}{L_0} = \frac{L - L_0}{L_0}$$

la deformación es adimensional.

Cuando esta carga se aplica, ésta es balanceada por las fuerzas de resistencia internas del material $\int \sigma dA$, donde σ es el esfuerzo normal al plano de corte y A es el área de sección transversal del cuerpo. La ecuación de equilibrio para esta situación es.

$$P = \int \sigma dA$$

Si el esfuerzo se distribuye uniformemente sobre toda el área A , se tiene que:

$$\sigma = \frac{P}{A}$$

Donde σ se conoce como esfuerzo ingenieril. Debajo del límite elástico la ley de Hooke se considera válida, así que el esfuerzo es proporcional a la deformación.

$$\frac{\sigma}{e} = E$$

La constante E es el módulo de elasticidad, o módulo de Young.

Los principales datos de las propiedades mecánicas de un material dúctil se obtienen de un ensayo de tracción, en el cual una muestra diseñada especialmente, se sujeta a una carga axial que va incrementándose hasta que la muestra falla. La carga y la elongación son medidas a intervalos de tiempo definidos durante la prueba y son expresados como esfuerzo y deformación de acuerdo a las ecuaciones previamente vistas. Los datos obtenidos de un ensayo de tensión son generalmente graficados en un diagrama esfuerzo – deformación.

La Figura 1.4 muestra una curva típica de esfuerzo – deformación para un material dúctil. La porción inicial OA de la curva es la región elástica la cual obedece a la ley de Hooke. El punto A es el límite elástico, definido como el esfuerzo mayor que el metal puede resistir sin experimentar una deformación permanente cuando la carga se retira. La determinación del límite elástico es muy tediosa, nada rutinaria, y dependiente de la sensibilidad de los instrumentos de medición. Por esta razón es común reemplazarlo por el límite proporcional, punto A' . El límite proporcional es el esfuerzo al cual la curva esfuerzo – deformación se desvía de la linealidad. La pendiente de la curva esfuerzo – deformación en esta región es el módulo de elasticidad.

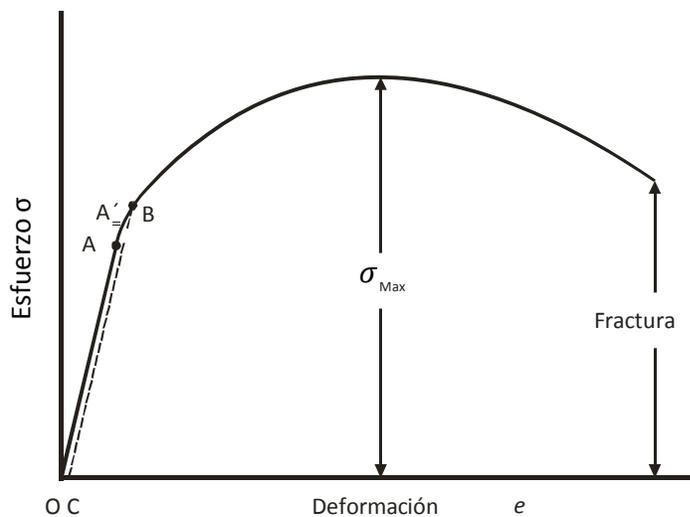


Figura 1.4 Curva típica esfuerzo – deformación.

Para propósitos ingenieriles el límite del comportamiento elástico es descrito por la resistencia de fluencia, punto B . La resistencia de fluencia está definida como el esfuerzo que producirá una pequeña cantidad de deformación permanente, generalmente igual a una deformación de 0.002. En la Figura 1.4, este porcentaje de deformación es la línea OC . La deformación plástica empieza cuando el límite elástico es excedido. Conforme la deformación plástica de la muestra se incrementa, el metal se hace más resistente (endurecimiento por deformación) por lo que la carga requerida para extender la muestra se incrementa con la deformación. Eventualmente la carga alcanza un valor máximo. La carga máxima dividida por el área original de la muestra es la resistencia tensil última (UTS).

Para un metal dúctil, el diámetro de la muestra comienza a disminuir rápidamente más allá de la carga máxima, por lo que la carga requerida para continuar con la deformación cae hasta que la muestra falla. Debido a que el esfuerzo está basado en el área original de la muestra, este también disminuye de la carga máxima a la fractura. El gráfico aquí descrito recibe el nombre de gráfico esfuerzo – deformación ingenieril.

La curva esfuerzo – deformación ingenieril no da una indicación verdadera de las características de la deformación del material debido a que se construye en base a las dimensiones originales de la muestra, y estas dimensiones cambian constantemente durante la prueba. Por lo que es necesario basarse en las dimensiones instantáneas durante la prueba.

La ecuación describe el concepto convencional de la deformación lineal.

$$e = \frac{\Delta L}{L_0} = \frac{1}{L_0} \int_{L_0}^L dL$$

La definición de deformación es satisfactoria para deformaciones elásticas donde ΔL es muy pequeño. Pero en la deformación plástica la deformación es grande, y durante la extensión la longitud calibrada cambia considerablemente. Ludwik propuso la definición de la deformación verdadera, o deformación natural ε . En esta definición de deformación el cambio en la longitud es referida a la longitud instantánea, en vez de la longitud original.

$$\varepsilon = \int_{L_0}^L \frac{dL}{L} = \ln \frac{L}{L_0}$$

la relación entre la deformación verdadera y la deformación ingenieril es

$$\varepsilon = \ln \frac{L}{L_0} = \ln(1 + e)$$

el esfuerzo verdadero es la carga en cualquier instante dividido por el área de sección transversal sobre la cual está actuando

$$\sigma = \frac{P}{A} = \frac{P}{A_0} \frac{A_0}{A}$$

pero por las relaciones de constancia de volumen se tiene que

$$\frac{A_0}{A} = \frac{L}{L_0} = e + 1$$

Por lo tanto:

$$\sigma = \frac{P}{A_0}(e + 1) = s(1 + e)$$

Con estas relaciones se describe, de manera general el comportamiento plástico de los metales cuando se someten a cargas uniaxiales[7].

I.6 Teorías de plasticidad.

Las teorías de plasticidad describen el comportamiento de los materiales a deformaciones donde la ley de Hooke ya no es válida. Un número de aspectos de la deformación plástica hacen a las formulaciones matemáticas de la teoría de la plasticidad más complejas que para la descripción del comportamiento de un sólido elástico. La deformación elástica depende únicamente de los estados iniciales y finales del esfuerzo y la deformación, mientras que la deformación plástica depende de la forma en que la carga alcanzó su estado final. Además, en la deformación plástica no es fácil medir constantes que relacionen el esfuerzo y la deformación como con el módulo de Young en la deformación elástica.

El fenómeno del endurecimiento por deformación es difícil de acomodar dentro de las teorías de plasticidad sin introducir matemáticas complejas. También, muchos aspectos del comportamiento real del material tales como anisotropía, histéresis elástica, y el efecto Bauschinger no pueden ser tratados fácilmente con las teorías de plasticidad. Sin embargo, la teoría de la plasticidad ha sido una de las más activas áreas de la mecánica. Desde el punto de vista de diseño, la plasticidad predice la carga máxima la cual puede ser aplicada a un cuerpo sin causar excesiva fluencia. Un aspecto importante de la plasticidad es obtener un mejor entendimiento de los mecanismos de la deformación plástica de los metales y como se ve afectada por los defectos cristalinos.

La curva esfuerzo – deformación obtenida de un ensayo uniaxial es de fundamental interés en plasticidad cuando la curva se grafica en términos del esfuerzo real y la deformación real. La Figura 1.5 muestra una curva típica de esfuerzo real – deformación real. La ley de Hooke es válida hasta un cierto esfuerzo de cedencia σ_0 . Más allá del σ_0 el metal se deforma plásticamente. La mayoría de los metales se endurecen por deformación en esta región, por lo que para generar mayor deformación se requieren valores más altos de esfuerzo que el valor inicial de la fluencia. Sin embargo, a diferencia de la situación en la región elástica, el esfuerzo y la deformación no están relacionados por una simple constante de proporcionalidad. Si el metal se deforma hasta el punto A, cuando la carga se retira la deformación inmediatamente disminuirá de ε_1 a ε_2 por una cantidad $\frac{\sigma}{E}$. El decremento en la deformación $\varepsilon_1 - \varepsilon_2$ es la deformación elástica recuperable.

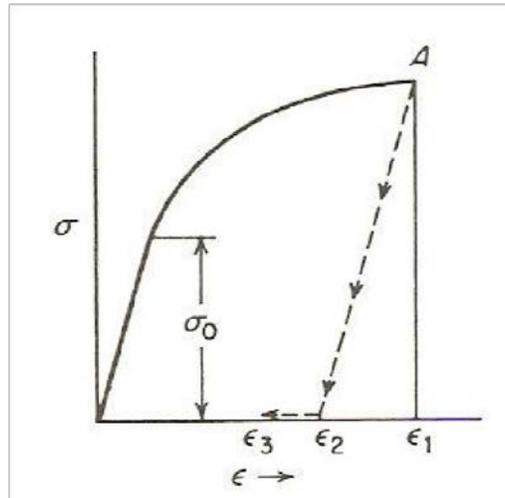


Figura 1.5 Curva típica de esfuerzo – deformación.

Una curva de esfuerzo verdadero – deformación verdadera es llamada como curva de flujo. Muchos intentos se han hecho para encontrar ecuaciones matemáticas que se ajusten a la curva. La expresión más común es:

$$\sigma = K\epsilon^n$$

donde K es el coeficiente de endurecimiento por deformación y se obtiene a $\epsilon = 1.0$ y n , el exponente de endurecimiento por deformación, es la pendiente de un gráfico $\log \sigma - \log \epsilon$. Esta ecuación es válida únicamente desde el inicio del flujo plástico y hasta la carga máxima en donde la muestra comienza a formar encuellamiento.

La Figura 1.6 a muestra la curva de flujo para un material rígido perfectamente plástico. Para este material idealizado, una muestra en tracción es completamente rígida (cero deformaciones elásticas) hasta que alcanza el esfuerzo de fluencia, con el cual el material fluye plásticamente a un esfuerzo constante de flujo (cero endurecimiento por deformación). La Figura 1.6 b ilustra la curva de flujo para un material perfectamente plástico con una región elástica. Una aproximación más realista es aproximar la curva de flujo por dos líneas rectas correspondientes a las regiones elásticas y plásticas Figura 1.6 c.

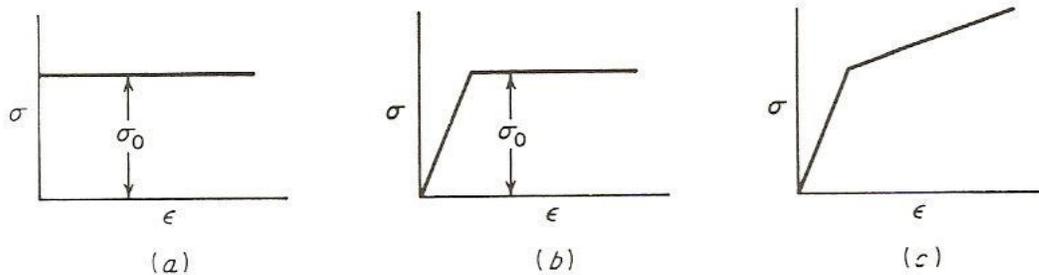


Figura 1.6 Curvas de flujo ideales. a) Material rígido idealmente plástico; b) material plástico ideal con región elástica; c) material con endurecimiento por deformación (G. E. Dieter, 1988).

I.6.1 Deformación por deslizamiento

El método usual de deformación plástica en los metales es por deslizamiento de bloques del cristal sobre otro bloque a lo largo de planos cristalográficos definidos, llamados planos de deslizamiento. La Figura 1.7 muestra la imagen clásica del deslizamiento. En la Figura 1.7 a, un esfuerzo cortante es aplicado a un cubo de metal con una superficie pulida, el deslizamiento ocurre cuando el esfuerzo cortante excede un valor crítico. Los átomos se mueven un número entero de distancias interatómicas a lo largo del plano de deslizamiento, y un escalón se produce en la superficie pulida (Figura 1.7 b). Si la superficie es nuevamente pulida después de que el deslizamiento ocurrió, la línea de deslizamiento desaparecerá (Figura 1.7 c).

El hecho de que un monocristal permanece como monocristal después de la deformación plástica homogénea impone limitantes en la manera en la cual la deformación plástica puede ocurrir. El deslizamiento ocurre en direcciones específicas en ciertos planos cristalográficos. Generalmente el plano de deslizamiento es el plano de mayor densidad atómica y la dirección de deslizamiento es la dirección más compacta dentro del plano de deslizamiento. Debido a que los planos de mayor densidad atómica son los planos mayormente espaciados en la estructura cristalina, la resistencia al deslizamiento es generalmente menor que para cualquier otro plano. El plano de deslizamiento y la dirección de deslizamiento establecen el sistema de deslizamiento.

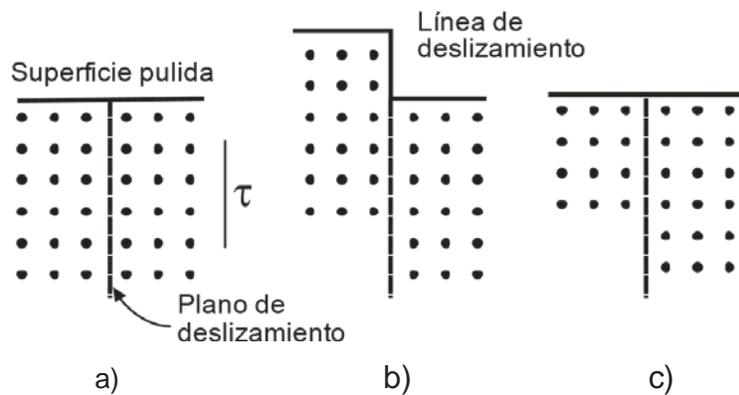
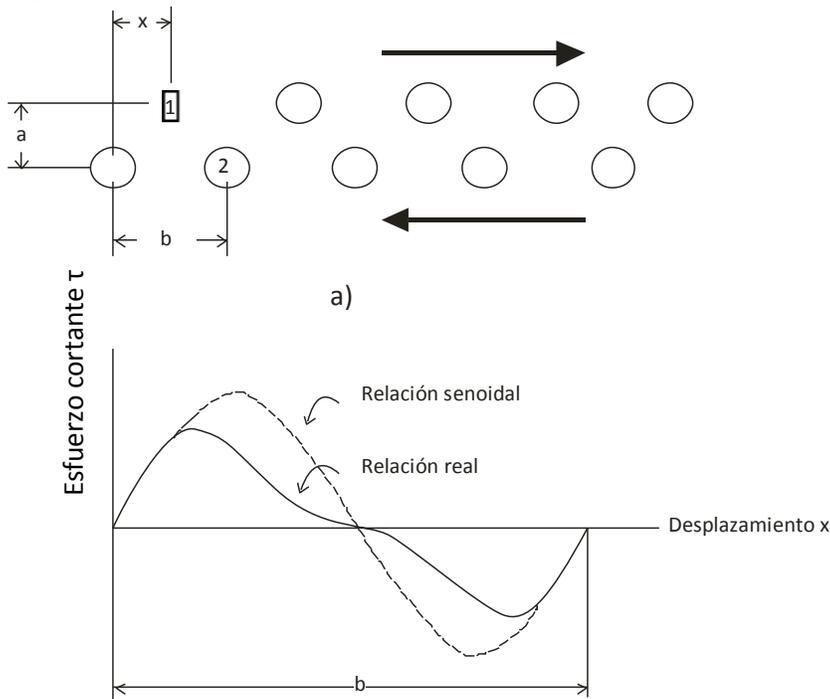


Figura 1.7. Diagrama esquemático de la idea clásica de deslizamiento.

En la estructura cúbica centrada en las caras, los planos octaédricos $\{111\}$ y las direcciones $\langle 110 \rangle$ son los sistemas de mayor empaquetamiento. Hay 8 planos $\{111\}$ en la celda unitaria FCC. Sin embargo, los planos de las caras opuestas al octaedro son paralelos entre ellos, por lo que hay únicamente 4 sets de planos octaedros. Cada plano $\{111\}$ contiene tres dirección $\langle 110 \rangle$, por lo que, la estructura FCC tiene 12 posibles sistemas de deslizamiento. Ciertos metales

muestran sistemas de deslizamiento adicionales con incremento en la temperatura. El aluminio se deforma en el plano $\{110\}$ a temperaturas elevadas.

El deslizamiento ocurre por traslación de uno de los planos de átomos sobre otro, es posible hacer una estimación razonable del esfuerzo de corte necesario para causar tal movimiento en un cristal perfecto. Considere dos planos de átomos sujetos a esfuerzo de corte homogéneo (**Figura 1.8**). Se asume que el esfuerzo de corte actúa a lo largo del plano de deslizamiento con la dirección de deslizamiento. La distancia entre átomos en la dirección de deslizamiento es b , y el espacio entre planos adyacentes es a . El esfuerzo de corte causa un desplazamiento x en la dirección de deslizamiento entre el par de planos adyacentes. El esfuerzo de corte es inicialmente cero cuando los dos planos coinciden y es cero cuando se han movido una distancia b , esto es, cuando el punto 1 del plano de arriba está sobre el punto 2 del plano de abajo, el esfuerzo cortante es cero. El esfuerzo es cero cuando los átomos de arriba están a medio camino con respecto de los átomos de abajo, ya que están en una posición simétrica. Entre estas posiciones cada átomo



es atraído hacia el átomo más cercano de la otra columna, así que el esfuerzo cortante es una función periódica del desplazamiento.

b)

Figura 1.8 a) Desplazamiento de un plano de átomos sobre otro plano atómico; b) variación del esfuerzo de corte con respecto al desplazamiento en la dirección del deslizamiento.

Como una primera aproximación, la relación entre el esfuerzo de corte y el desplazamiento puede ser expresada por una función senoidal.

$$\tau = \tau_m \text{sen} \frac{2\pi x}{b}$$

donde τ_m es la amplitud de la onda del seno y b es el periodo. A valores pequeños de desplazamiento, la ley de Hooke se aplica.

$$\tau = G\gamma = \frac{Gx}{a}$$

Para valores pequeños de x/b , la ecuación puede escribirse.

$$\tau = \tau_m \frac{2\pi x}{b}$$

Combinando las ecuaciones se obtiene una expresión para el esfuerzo máximo cortante requerido para que ocurra deslizamiento.

$$\tau_m = \frac{G b}{2\pi a}$$

En una primera aproximación b puede ser tomada igual que a , con lo que resulta que el esfuerzo teórico de un cristal perfecto es aproximadamente igual al módulo de corte dividido por 2π .

$$\tau_m = \frac{G}{2\pi}$$

El módulo de corte para metales está en el rango de 20 a 150 GPa. Por lo que ésta ecuación predice que el esfuerzo de corte teórico debe estar en el rango de 3 a 30 GPa, mientras que los valores reales del esfuerzo de corte requerido para producir deformación plástica en metales monocristalinos están en el rango de 0.5 a 10 MPa. Debido a que la resistencia teórica de corte de metales cristalinos es al menos 100 veces mayor que el esfuerzo observado, se debe concluir que otro mecanismo que solo el deslizamiento de átomos, es el responsable del deslizamiento, este mecanismo son las dislocaciones.

El concepto de dislocación fue introducido para explicar la discrepancia entre la resistencia al corte de los metales observada y teórica. En una red perfecta todos los átomos arriba y abajo del plano de deslizamiento están en posiciones de mínima energía. Cuando el esfuerzo de corte se aplica al cristal, la misma fuerza que se opone al movimiento actúa en todos los átomos. Cuando hay una dislocación en el cristal, los átomos alejados de la dislocación están en posiciones de mínima energía pero en la dislocación solo una pequeña cantidad de movimiento del átomo es requerida. De acuerdo a la Figura 1.9 a el plano extra de átomos en la dislocación de borde está en 4. Bajo la acción del esfuerzo cortante, un movimiento muy pequeño de los átomos a la derecha permitirá a este medio plano alinearse con el medio plano 5', al mismo tiempo cortando el medio plano 5 de sus vecinos abajo del plano de deslizamiento. Por este proceso la línea de dislocación de borde se ha movido de su posición inicial entre los planos 4' y 5' a una nueva posición entre los planos 5' y 6'. Debido a que los átomos alrededor de

la dislocación están simétricamente colocados en lados opuestos a la dislocación, fuerzas iguales y opuestas se oponen y permiten el movimiento. La Figura 1.9 b muestra la situación del movimiento de la dislocación, cuando el semiplano alcanza una superficie libre resulta en un escalón por deslizamiento de tamaño de un vector de Burges, o una distancia interatómica.

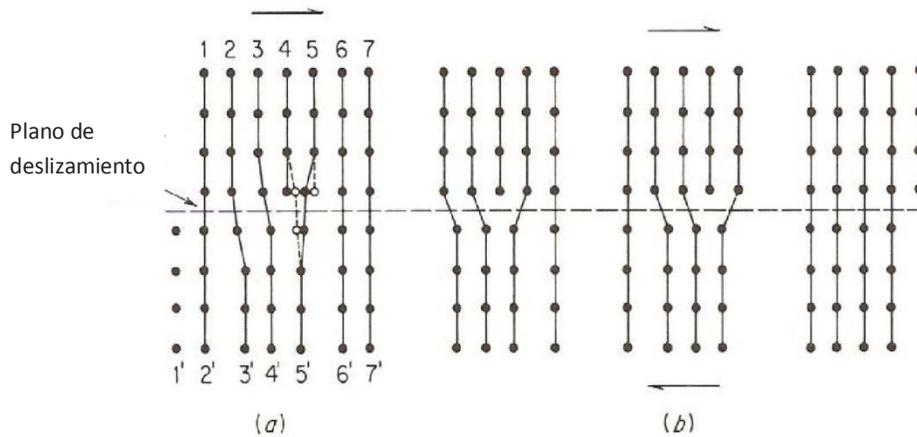


Figura 1.9 a) Movimiento atómico cerca de la dislocación en deslizamiento; b) movimiento de una dislocación de borde.

Una forma de entender el deslizamiento por movimiento de dislocaciones fue propuesta por Cottrell. Considere que la deformación plástica es la transición de un estado de no deslizamiento a un estado de deslizamiento (Figura 1.10 a). Para que ocurra esta transición se requiere vencer una barrera energética, para disminuir esta barrera, el material deslizante crecerá a expensas de la región sin deslizarse por el avance de la región interfacial (Figura 1.10 b). La región interfacial es una dislocación. Para minimizar la energía de transición, se espera que el espesor de la interfase w sea pequeño. La distancia w es el ancho de la dislocación, a menor tamaño del ancho de la dislocación, menor es la energía interfacial, pero más ancha la dislocación, menor la energía elástica del cristal porque entonces los espacios atómicos en la dirección de deslizamiento es cercana al espaciamiento de equilibrio. Así, el ancho de la dislocación se determina por el balance entre estos dos cambios de energía opuestas.

Una de las principales características de la deformación plástica en metales es el hecho de que el esfuerzo de corte requerido para producir deslizamiento se incrementa continuamente con incrementos en la deformación de corte. El incremento en el esfuerzo requerido para causar deslizamiento en el material previamente deformado se conoce como endurecimiento por deformación, o endurecimiento por trabajo.

El endurecimiento por deformación es causado por la interacción de las dislocaciones entre ellas y con las barreras las cuales impiden su movimiento a través de la red cristalina. Se sabe que el número de dislocaciones en un cristal se

incrementa con la deformación sobre el número presente en un cristal recocido. La densidad de dislocaciones en un cristal bien recocido es de 10^5 a 10^6 cm^{-2} , mientras que la densidad de dislocaciones en un metal trabajado en frío es 10^{10} a 10^{12} cm^{-2} . La multiplicación de dislocaciones puede alcanzarse por la condensación de vacantes, por regeneración bajo esfuerzos aplicados de dislocaciones por el mecanismo de Frank – Read o un mecanismo múltiple de deslizamiento cruzado, o por emisión de dislocaciones de un límite de grano de ángulo grande.[8]

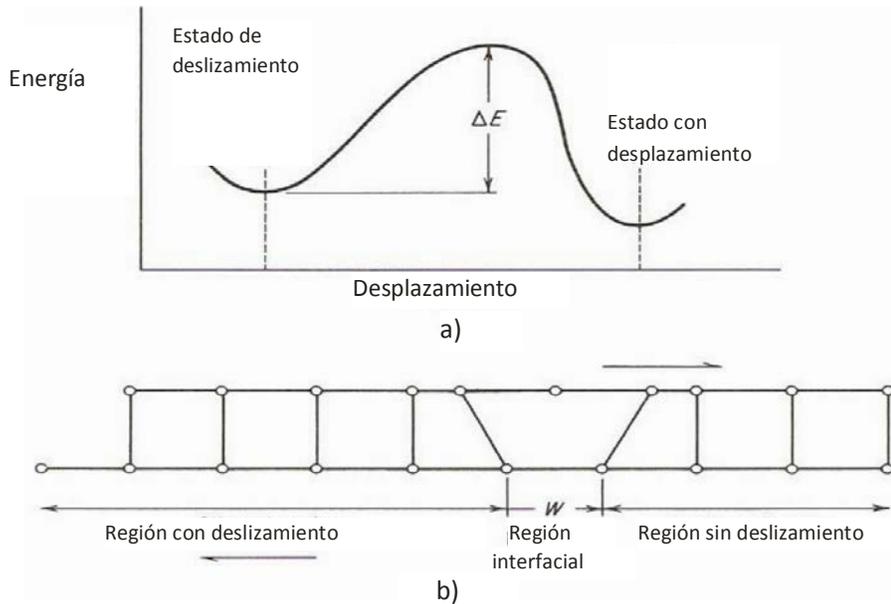


Figura 1.10 a) Cambio de la energía de un estado sin deslizamiento a un estado con deslizamiento; b) estados en el crecimiento de la región de deslizamiento.

Hipótesis.

La dispersión de nanotubos de carbono en una matriz metálica de aleación de aluminio 7075, incrementa las propiedades mecánicas de los compósitos producidos mediante una combinación de aleado mecánico y rutas de metalurgia de polvos.

La aleación Al₇₀₇₅ es la que utiliza el Zn como principal elemento después del Al. Se utiliza en aplicaciones que requieren una relación fuerza/peso elevada y también presenta una buena resistencia a la fatiga, además posee una maquinabilidad media y poca resistencia a la corrosión.

Tiene una densidad de 2,8 g/cm³, una conductividad eléctrica del 30% de IACS, el módulo de Young de 71.7 GPa (10.4 Mpsi), y su punto de fusión fluctúa entre 477° – 635° grados centígrados.

Por otro lado los nanotubos de carbono poseen un módulo de Young del orden de 1 TPa, una resistencia a la tracción en torno a los 50 GPa y una elongación del 10%. Estas propiedades son superiores a las de cualquier material conocido, por lo que esperamos mejore las propiedades de dureza y esfuerzo de tensión de la aleación.

La composición de la aleación contiene entre el 5.1 y 6.1 por ciento de Zinc, 1.2 a 2% de Cu, 2.1 y 2.9% de Mg, menos del .3% de Mn, no más del .2% de Ti y el resto de Al. Las propiedades mecánicas de la aleación 7075 dependen fundamentalmente del templeado del material.

Debido a su elevada solidez y su resistencia a la fatiga, la aleación 7075 es usada comúnmente en aeronáutica, especialmente en la estructura de alas y fuselaje. Además, ya que el material es susceptible a los choques térmicos, la aleación se emplea en las pruebas de certificación de penetración en líquidos fuera de los rangos normales de temperatura. La incorporación de nanotubos de carbono, también puede mejorar a la aleación en este sentido, ya que Los nanotubos de carbono, además de ser muy estables a altas temperaturas, presentan una altísima conductividad térmica (superior a la del diamante) en la dirección del eje. Sin embargo, si se les aplica calor en dirección perpendicular al eje, lo reflejan.

Estas propiedades se transfieren a los compuestos que contienen nanotubos de carbono. Así, se pueden desarrollar materiales con alta conductividad térmica en una dirección pero aislantes en otra, según la alineación de los nanotubos de carbono. La primera propiedad podrá ser usada para fabricar disipadores de calor.

Por todo lo anterior, esperamos obtener un incremento en las propiedades mecánicas de dureza y esfuerzo de tensión en la aleación Al-7075.

Objetivo

- Formular un material compuesto a base de Al mediante la adición de nanotubos de carbono, utilizando el aleado mecánico para obtener una distribución homogénea de las partículas y estudiar el efecto de concentración del reforzante, durante la obtención del compuesto.

Objetivos Particulares

- Determinar si existen cambios en la dureza de la aleación de Al₇₀₇₅ con la adición de nanotubos de carbono en sus diferentes porcentajes de concentración.

- Determinar si existen cambios en el esfuerzo de tensión sobre las probetas elaboradas con la aleación de Al₇₀₇₅ adicionada con nanotubos de carbono en sus distintos porcentajes de la aleación.
- Determinar la morfología de cada uno de los porcentajes de la aleación de Al₇₀₇₅ adicionada con NTC's.

II. EXPERIMENTACIÓN.

En este capítulo se presenta el desarrollo experimental empleado durante el desarrollo del presente trabajo de investigación. Desde el material empleado, hasta las diferentes técnicas de conformado y caracterización de los compósitos nanoestructurados.

II.1 Introducción.

El objetivo general del presente trabajo de investigación fue evaluar nanocompósitos de la aleación Al₇₀₇₅ y nanotubos de carbono, para incrementar la resistencia mecánica de la aleación.

Se realizaron una serie de ensayos de molienda mecánica para generar el polvo de la aleación Al₇₀₇₅ y del compuesto nanoestructurado de la aleación Al₇₀₇₅ con adiciones de nanotubos de carbono. El análisis de estos polvos permitió evaluar el efecto de la concentración de estas nanopartículas en la aleación.

Los polvos obtenidos se evaluaron mediante el microscopio electrónico de barrido y el microscopio electrónico de transmisión, así como en el difractómetro de rayos X, para determinar las características estructurales y microestructurales del material, por otra parte se evaluaron las propiedades mecánicas de los polvos mediante ensayo de microdureza Vickers.

Los polvos fueron compactados bajo presión uniaxial, sinterizados bajo una atmósfera protectora y extruidos en caliente mediante extrusión indirecta para obtener barras de material conformado, de este material se generaron probetas para la determinación de las diferentes propiedades de la aleación y de los

compósitos nanoestructurados obtenidos, una parte del material fue maquinada para obtener probetas de tracción de acuerdo a la norma ASTM B557-94, así como probetas para evaluar la microdureza, la caracterización microestructural, estructural y morfológica de las diferentes aleaciones y nanocompósitos obtenidos, empleando, para su evaluación la máquina de ensayos universal y el microdurómetro, el microscopio electrónico de barrido, el microscopio electrónico de transmisión, y el difractor de rayos X.

II.2.1 Aleación Al₇₀₇₅.

La aleación utilizada se generó a partir de polvos, se realizó el pesaje en una balanza analítica en el laboratorio con los siguientes porcentajes:

Tabla 2.1 Composición química de la aleación Al₇₀₇₅.

Porcentajes de la aleación
Al= 91.1%
Cu= 1.2%
Mn= 0.3%
Mg= 2.1%
Zn= 5.1%
Ti= 0.2%

II.2.2 Generación de polvos del compuesto nanoestructurado Al₇₀₇₅ NTCs.

Una vez que se determinaron los porcentajes de NTCs en la aleación, se pesaron calculando la cantidad de acuerdo al porcentaje restado del total de la aleación (muestras de 80gr), sin embargo es durante la molienda en donde se consigue que la composición sea homogénea. Se hicieron cuatro juegos de muestras de la siguiente manera.

La molienda mecánica se realizó en dos fases, un premezclado durante 3 minutos de cada una de las muestras dentro de un recipiente de plástico con 1 ml de metanol como agente de control de proceso dentro del molino de alta energía de nombre comercial spex 8000.

Porcentajes de la aleación	Tiempos de molienda	Aleación pura	Aleación al 0.25% de CNT's	Aleación al 0.5% de CNT's	Aleación al 1% de CNT's
Al= 91.1%	10 hrs. de molienda mecánica	72.88 gr.	72.6978 gr.	72.5156 gr.	72.1512 gr.
Cu= 1.2%		0.96 gr.	0.9575 gr.	0.9552 gr.	0.9504 gr.
Mn= 0.3%		0.24 gr.	0.2394 gr.	0.2388 gr.	0.2376 gr.
Mg= 2.1%		1.68 gr.	1.6758 gr.	1.6716 gr.	1.6632 gr.
Zn= 5.1%		4.08 gr.	4.0698 gr.	4.0596 gr.	4.0392 gr.
Ti= 0.2%		0.16 gr.	0.1596 gr.	0.1592 gr.	0.1584 gr.
CNT's		0.0 gr.	0.2 gr.	0.4 gr.	0.8 gr.

Tabla 2.2 Composición Química y contenido de NTC, en la aleación.

II 3.1 Molienda mecánica.

Una vez premezclados los polvos del compuesto se depositan en el molino Simoloyer de alta energía figura 2.1, aquí se les agregaron nuevamente 1 ml de metanol como agente de control de proceso, el cual evita la aglomeración del material, el molino contiene bolas de acero endurecido de 3.2 mm de diámetro como medio de molienda, la proporción peso : bola utilizada fue de 20:1 y previo al funcionamiento se extrae la mayor cantidad de oxígeno y se agrega gas argón, esto para tener una atmosfera controlada y evitar la oxidación del material, cada muestra se sometió a 10 horas de molienda.



Figura 2.1 Molino atricionador simoloyer

II.3.2 Generación de productos consolidados.

Se caracterizó tanto a los polvos metálicos como a las barras extruidas, para determinar las propiedades del material durante el procesamiento y una vez conformado el mismo.

II.3.2.1 Compactado.

Cada muestra de polvos se depositó en un dado de acero de 40mm de diámetro interior y una profundidad de 40mm que funciona de molde, luego se introduce un vástago de un diámetro de ligeramente menor al dado recubierto con estereato de calcio para su lubricación, con una prensa hidráulica se le aplica una presión de 50 toneladas por un tiempo de 2 minutos, después se retira el material en forma de una pastilla de 40 mm de diámetro por 40mm de alto, a la cual se le llama "material en verde".



Figura 2.2 Molde y vástago con estereato de calcio en sus paredes



Figura 2.3 Material en verde



Figura 2.4 Prensa y molde para compactación de polvos

II.3.2.2 Sinterizado.

Se realiza un vacío hasta que la presión baja hasta 4 o 5 mm y posteriormente, se introduce gas argón para tener una atmosfera controlada, luego se estabiliza la presión entre 640 y 650 mm para finalizar el ciclo. Luego se programa el horno para que aumente 10°C cada minuto hasta llegar a la temperatura de 450°C. Una vez que llegue a esta temperatura, se reprograma para que permanezca en ese punto por un periodo de 3 horas. Al transcurrir este tiempo, se comienza a bajar la temperatura en periodos de 10°C por minuto, hasta llegar a los 50°C para poder extraer las piezas tratadas. Durante este proceso, se logra disminuir los poros encontrados en el tocho obtenido después del compactado.



Figura 2.5 Horno NEYTECH programable para tratamientos térmicos.

II.3.2.3 Extruido.

Los productos obtenidos de la sinterización, fueron sometidos al proceso de extrusión en caliente, con el objetivo de obtener barras extruidas, las cuales se maquinaron para obtener probetas para los ensayos de tensión así como muestras para la microdureza, el tipo de extrusión utilizado fue extrusión indirecta, debido a que requiere menos fuerza ya que no existe fuerza de rozamiento entre el material compactado y la pared del dado.

En la figura 2.6 se observa el tocho para la extrusión, así como las barras extruidas obtenidas por dicho proceso, las condiciones empleadas para llevar a cabo este paso fueron las siguientes: temperatura de extrusión 500°C y la fuerza

aplicada fue de 470MPa, obteniéndose una barra extruida de aproximadamente 400 mm de largo por 13mm de diámetro.



Figura 2.6 Tocho cubierto de grasa para lubricar



Figura 2.7 Barra extruida

II.4 TÉCNICAS EXPERIMENTALES

II.4.2 Propiedades mecánicas.

La mecánica de materiales trata del comportamiento de los cuerpos solidos bajo la acción de fuerzas, las propiedades mecánicas dependen de su composición y microestructura, en este apartado se presenta el análisis de dureza, esfuerzo, deformación, deformación elástica y plástica.

II.4.2.1 Ensayo de microdureza Vickers.

La dureza está relacionada con las propiedades elásticas y plásticas del material. El valor de dureza obtenido en una prueba determinada solo sirve como comparación entre materiales o tratamientos. Los resultados obtenidos pueden utilizarse para estimar otras propiedades mecánicas.

El ensayo de microdureza Vickers cae dentro de la categoría de resistencia a la indentación, donde la muestra está en reposo sobre una plataforma rígida y un indentador de geometría determinada se imprime sobre la muestra bajo una carga estática determinada. El valor de dureza que se obtiene es proporcional al área de la mella que se imprime una vez retirada la carga de prueba.

El indentador del ensayo Vickers es un indentador piramidal de diamante de base cuadrada con un ángulo incluido de 136° entre las caras opuestas. El intervalo de carga está generalmente entre los 10 y 1000 gramos. La diagonal medida del ensayo de dureza se sustituye en la ecuación siguiente para obtener el valor de dureza Vickers.

$$HV = \frac{1.584L}{d^2}$$

En donde:

L = carga aplicada, en kg

d = Longitud de la diagonal del cuadrado de la impresión, en mm.

(S. H. Avner, 1979).

II.4.2.1.1 Microdureza de polvos.

Una vez que las muestras salieron de la microscopia electrónica de barrido, se llevaron al microdurómetro vickers (Figura 2.8); para determinar la carga con la que se realizarían las medidas de dureza, primero se hicieron mediciones con las cargas de 200 gr; después con la de 100 gr, posteriormente con la de 50 gr; y finalmente con la de 25 gr. Quedando como definitiva esta última, ya que en el resto de las cargas había muchas variaciones, además de que la marca resultante de la prueba, era muy borrosa y no se notaban las esquinas para poder obtener una lectura confiable.



Figura 2.8 Microdurómetro vickers LECO LM300AT

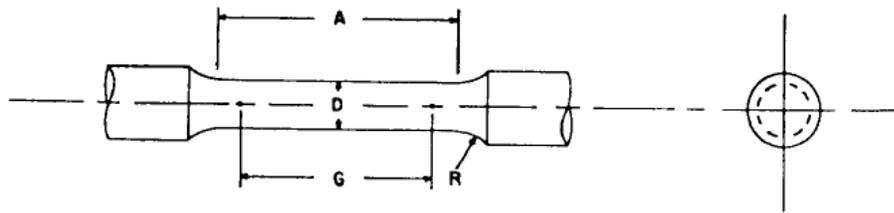
II.4.2.1.2 Microdureza de extruidos.

De las barras obtenidas luego de la extrusión se hicieron cortes transversales y longitudinales que se montaron en baquelita para llevarlos al microdurómetro, después de un proceso de pulido se realizó el análisis determinando la precarga del microdurómetro al igual que en los polvos, en este caso se utilizó la de 200 gr por un tiempo de indentación de 15s. Para evitar error en las mediciones, se determinó la media de 10 mediciones para cada muestra, conforme a lo indicado en la norma ASTM E-384.

II.4.2.2 Ensayo de tracción.

Una vez que las barras se obtuvieron de la etapa de extruidos, éstas se maquinaron en torno para realizar el ensayo de tensión. Las dimensiones de las probetas para el ensayo de tensión, fueron realizadas en base a la norma ASTM B557M. Las pruebas del ensayo de tensión, se llevaron a cabo en una máquina universal INSTRON de 5 toneladas INS-001 Se utilizó un desplazamiento constante de cabezal de 1 mm/min a temperatura ambiente.

La figura 2.9, muestra el esquema y las dimensiones de las probetas de acuerdo a la norma ASTM B557-94, las que se utilizaron fueron las de un diámetro nominal de 6



milímetros.

Figura 2.9

Tabla 2.3 DIMENSIONES EN mm				
Diámetro nominal	Espécimen Estándar	Especímenes pequeños proporcionales al estándar		
	12.5	9	6	4
G-longitud calibrada	62.5 ± 0.10	45.00 ± 0.09	30.00 ± 0.06	20.00 ± 0.04
D-Diámetro	12.5 ± 0.25	9.00 ± 0.10	6.00 ± 0.10	4.00 ± 0.05
R-Radio	9	8	6	4
A-Longitud de la sección reducida	75	54	36	24



Figura 2.10 Máquina Universal INSTRON de 5 toneladas



Figura 2.11 Barra fracturada por tensión

II.4.3 Difracción de rayos X.

Se realizó rayos X tanto en polvos como en el producto consolidado, con la finalidad de determinar el tamaño de partículas en los polvos y de cristal y la posible formación de nuevas fases durante las etapas de procesamiento (sinterización y sobretodo la extrusión en caliente). La preparación de las muestras en extruido para este análisis consistió en cortar discos de ~10mm de diámetro, desbastados por ambos lados con lija N° 1500. El difractómetro utilizado fue un modelo Panalytical X'Pert Pro con detector X'Celerator. Los difractogramas se obtuvieron utilizando las siguientes condiciones de trabajo: 20 a 100 grados con un paso de 0.05 grados y 170 s/paso y se les colocó una máscara 10.

II.4.4 Microscopia electrónica de barrido.

Se utilizó un microscopio electrónico de barrido con emisión de campo modelo JSM7401F operado entre 3 y 5 kV para el estudio morfológico y microestructural de polvos. Para la composición elemental de la aleación extruida, y la distribución de las fases dentro de la matriz, y la morfología de la misma, se utilizó microscopía electrónica de transmisión (MET) en un microscopio Philips analítico modelo CM200 operado a 200 kV con el propósito de observar la microestructura a 500 aumentos retrodispersado, 1500 y 5000 aumentos en electrones secundarios.

II.4.5 Microscopia electrónica de transmisión.

Se extrajeron muestras de las barras extruidas, con dimensiones aproximadas de 10 mm de diámetro por 1 mm de espesor, cortadas en dirección transversal a la barra, de las distintas composiciones de adición de NTC's . Para la preparación de las muestras de transmisión fueron desbastadas (hasta lija # 1500 por ambos lados) hasta lograr un espesor menor a 100 μm . Posteriormente se cortaron pequeños discos de 3 mm diámetro, dichas muestras se electropulieron usando una solución de 25 % de HNO_3 y 75 % de metanol con un voltaje de 8 V y un flujo de 25 en un Tenupul 5 digital controlado automáticamente (Ünlü 2007). La temperatura del electrolito se mantuvo a 20 ± 4 °C usando nitrógeno líquido. Se utilizó además una técnica de FIB para obtener mejores resultados en cuanto a las fotografías tomadas por el MET.

III. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

En el presente capítulo veremos los resultados de trabajar con la aleación Al₇₀₇₅ después de dispersar en ella 0.25, 0.5 y 1.0 por ciento de nanotubos de carbono con la finalidad de realizar un comparativo en cuanto a los cambios en sus propiedades mecánicas, específicamente dureza y esfuerzo de tensión

III.1 Tiempo de molienda óptimo para la Caracterización de la aleación de aluminio 7075 con nanotubos de carbono dispersados.

Para realizar la caracterización de la aleación Al₇₀₇₅ NTC se consultó en trabajos realizados con anterioridad, encontrando que en la mayoría de los casos se obtuvo para ésta aleación Al₇₀₇₅ un aumento favorable en las propiedades mecánicas al someterla a 10 horas de Molienda Mecánica.

Después de la molienda durante un cierto período de tiempo, se alcanza un determinado equilibrio, cuando se establece un equilibrio entre la velocidad de soldadura, que tiende a aumentar el tamaño de partícula promedio, y la tasa de fractura, que tiende a disminuir el tamaño medio de partícula compuesta. Las partículas más pequeñas son capaces de soportar deformación sin romperse y tienden a ser soldadas en piezas más grandes, con una tendencia general para impulsar a las partículas muy pequeñas como a las muy grandes, hacia un tamaño intermedio [15] En esta etapa, cada partícula contiene sustancialmente todo los ingredientes de partida, en la proporción que se mezclaron entre sí y las partículas llegan a la saturación de la dureza debido a la acumulación de energía de deformación. La distribución del tamaño de la partícula es estrecha, ya que el tamaño de las partículas grandes es reducido por fragmentación, en la misma proporción en el que el tamaño de las partículas aumenta mediante la aglomeración. [2]

III.2 Caracterización de los compósitos de matriz de aleación de aluminio 7075

Como se mencionó anteriormente, se adicionaron nanotubos de carbono como material reforzante a la aleación de aluminio 7075 en diferentes concentraciones, con la finalidad de estudiar el comportamiento mecánico de los compósitos obtenidos por molienda mecánica. Figura 3.1

Nomenclatura de compósitos	de % NTC	Tiempo de molienda (h)
Al ₇₀₇₅	0.00	10
Al ₇₀₇₅ -0.25% NTC	0.25	10
Al ₇₀₇₅ -0.50% NTC	0.50	10
Al ₇₀₇₅ -1.00% NTC	1.00	10

Tabla 3.1 Porcentaje de adición de nanotubos de carbono en la matriz de la aleación Al7075, para un mismo tiempo de molienda.

III.3 PROPIEDADES MECÁNICAS.

Para determinar la variación que existe entre las propiedades mecánicas durante el conformado del material, se evalúan las propiedades mecánicas de la aleación Al₇₀₇₅ después de la molienda mecánica (condición de material en polvo) y después del proceso de conformado (condición de extrusión).

Las propiedades mecánicas son evaluadas después de la molienda, ya que en la operación de molienda se modifica de forma importante las características morfológicas de las partículas, la distribución de tamaños y la dureza del material por fenómenos de endurecimiento por deformación plástica del material, además de que ocurren cambios micro estructurales, refinamiento de grano, y acumulación de estrés interno, entre otros [10]. En adición Cintas et al [11] mencionan que la alta dureza alcanzada en el polvo aleado puede ser el resultado de los efectos

producidos por el fortalecimiento de la deformación plástica, el refinamiento del tamaño del grano y la presencia de dispersores o átomos de soluto. Otros contemplan el incremento en la densidad de las dislocaciones [12], [13].

Zhao et al. [14] en su estudio muestra de manera experimental una micrografía de dos partículas con marcas resultado de micro-indentación de un polvo molido de AM, comparado con una partícula original, donde es evidente que la partícula sin deformar, presenta una huella mayor comparada con la partícula procesada por molienda.

El testigo utilizado para realizar la comparación de las propiedades mecánicas de los compósitos preparados, fue la misma aleación Al₇₀₇₅ sin elementos de reforzamiento. Mencionándose con anterioridad su composición en la Tabla 3.1.

III.3.1 Caracterización de las propiedades mecánicas de los compósitos condición de material en polvo después de la molienda mecánica.

Después del aleado mecánico las muestras tanto de la aleación Al₇₀₇₅ como los compósitos formados con los diferentes porcentajes de NTC's en condición de polvo se trataron de la manera ya mencionada en el capítulo anterior para someterse a un análisis de microdureza de cada una de las muestras, los resultados se muestran en la Tabla 3.2.

NÚMERO DE MUESTRA	0.00% NTC'S		0.25% NTC'S		0.50% NTC'S		1.00% NTC'S
	TIPO DE SUPERFICIE		TIPO DE SUPERFICIE		TIPO DE SUPERFICIE		
	LISA	POROSA	LISA	POROSA	LISA	POROSA	LISA
1	133	65.9	107.2	96.4	117.8	91.6	140.1
2	126.4	86.8	105.4	77.4	108.9	78.7	125.9
3	99.2	106	109.4	85.2	100.4	94.5	154.9
4	107.5	67.8	110.1	44.2	103.1	82.4	157.9
5	133.9	67.4	93.3	81.1	103.6	93.4	131.5
6	137.1	70.6	98.6	112.3	107.5	91.5	133.2
7	124.5	54.6	103.6	79.1	114.5	85.4	132.6
8	139.9	96	109.7	66		95.3	128.6
9	120.8	54.1	111.2	67.7		83.6	136.7
10	134.1	79.2	112.1	50.3		90.8	142.7
Media	124.9631506	73.1609206	105.897946	73.4168512	107.814466	88.549071	138.048101
Desv Std	13.25847318	17.0729285	6.05423635	20.2667791	6.3308015	5.74007356	10.7359676

Tabla 3.2. Microdureza de la aleación Al₇₀₇₅ –NTC´s en condición de molienda

En la Tabla 3.2 se muestran los valores de microdureza de la aleación Al₇₀₇₅ en condición de molienda, obtenidos en el análisis de microdureza HV con una carga aplicada de 25 gr. por periodos de tiempo de 15 segundos y en función de porcentaje de NTC´s dispersado. Se dividió el análisis en superficie lisa y porosa, ya que se tomaron las indentaciones dentro de la misma muestra en partes que se observaban porosas y lisas, excepto en la muestra con el 1.0 % de NTC´s, ya que en ella se distinguían pocas partes porosas. Se puede observar en las muestras porosas una desviación estándar mayor que en las muestras lisas, esto es debido a que cuando se realizaba la indentación en las superficies más porosas se observaba que la marca de la indentación no era tan legible y producía fracturas en las muestras, debido a la fragilidad de la misma, también se puede observar que la dureza en las partes porosas de la muestra es bastante menor a las partes lisas.

En la Figura 3.1 se distingue claramente el endurecimiento por trabajo en los polvos de la aleación conforme se aumenta la proporción de los NTC´s dispersados, lo que nos muestra que éstos trabajan como barreras de contención a las fracturas, produciendo con ello un aumento en la propiedad mecánica de la dureza.

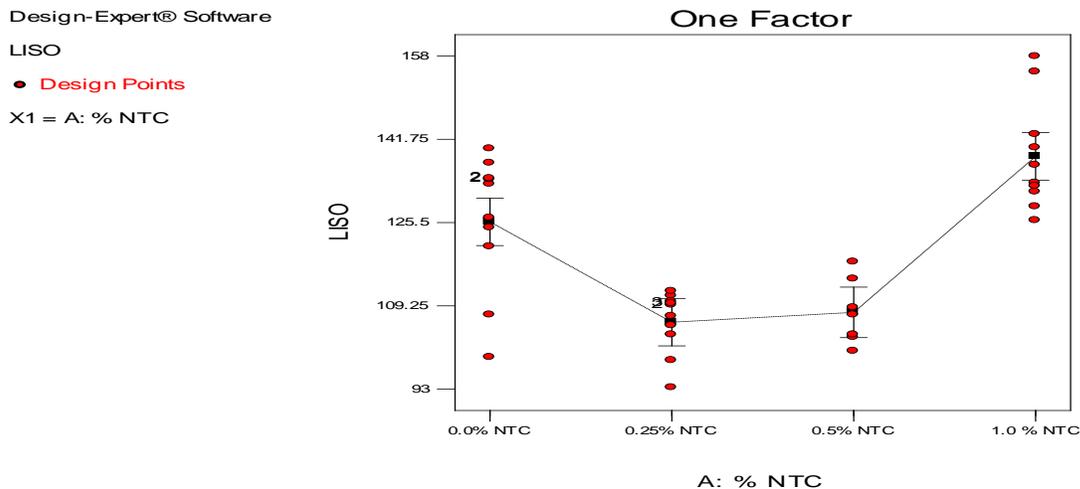


Figura 3.1 Microdureza del compuesto según el porcentaje de NTC´s en polvo de superficie lisa.

El incremento en la microdureza del compuesto nanoestructurado se debe en parte a la distribución uniforme de partículas dispersas de tamaño nanométrico en la matriz de aluminio. El aumento en la microdureza del compuesto nanoestructurado es altamente dependiente del tipo, distribución y tamaño de las partículas de segunda fase (8) (9), también es debida al refinamiento del tamaño de grano, inducido por el proceso de AM.

III. 3.1.1. La prueba de Tukey

Se utiliza para probar todas las comparaciones de las medias por pares entre ellas mismas. Para poder lograrlo, Tukey hace uso de la distribución del estadístico del rango standarizado mostrandose a continuación en la siguientes tablas.

III 3.1.1.1. Microdureza en superficie Lisa.

	Sum of		Mean	F	p-value	
Source	Squares	df	Square	Value	Prob > F	
Model	6655.69953	3	2218.56651	22.9521897	< 0.0001	significant
A-% NTC	6655.69953	3	2218.56651	22.9521897	< 0.0001	significant
Pure Error	3189.79129	33	96.660342			
Cor Total	9845.49081	36				

Tabla 3.3. Distribución del estadístico del rango standarizado de polvos en superficie lisa.

En la Tabla 3.3 se muestra la distribución del estadístico standarizado de las microdurezas en polvos de superficie lisa, el valor F del módulo de 22.9521 implica que el modelo es significativo. Solo hay una probabilidad de 0.01% de que un “Valor del modelo de esta magnitud pudiera ocurrir debido a ruido.

Los valores de “prob F” menores que 0.055 indican que los términos del modelo son significativos.

En este caso A son términos significativos del modelo.

Los valores mayores que 0.1000 indican que los términos del modelo no son significativos. Y no se encuentra ningún valor mayor a 0.1000 por lo que los términos del modelo son significativos. Si hubiese muchos términos del modelo no significativos (sin contar los que se necesitan para apoyar la jerarquización), la reducción del modelo puede mejorarlo.

Std. Dev.	9.83159916	R-Squared	0.67601501
Mean	120.456757	Adj R-Squared	0.64656182
C.V. %	8.16193248	Pred R-Squared	0.59692773
PRESS	3968.44432	Adeq Precision	10.0073937

Tabla 3.4. Precisión Adecuada

En la Tabla 3.4 se muestra que la “R cuadrada predicha” de 0.5969 concuerda razonablemente con la “R cuadrada ajustada” de 0.64656. Ya que la diferencia mayor que 0.2 entre la “R cuadrada predicha” y la “R cuadrada ajustada” indican un posible problema con el modelo y/o los datos, y en nuestros datos se observa una diferencia menor a 0.2 por lo que no existe problema con el modelo.

La “Precisión adecuada” mide la relación de la señal a ruido. Es deseable una relación mayor que 4. La relación de 10.007 indica una señal adecuada para usarse éste modelo para navegar el espacio del diseño.

Treatment Means (Adjusted, If Necessary)		
num.	Estimated	Standard
Treatment	Mean	Error
1-0.0% NTC	125.64	3.10902464
2-0.25% NTC	106.06	3.10902464
3-0.5% NTC	107.971429	3.71599519
4-1.0% NTC	138.41	3.10902464

Tabla 3.5. Error Standard entre las muestras de la misma concentración de NTC’s de la forma lisa.

	Mean		Standard	t for H0	
Treatment	Difference	df	Error	Coeff=0	Prob > t
1 vs 2	19.58	1	4.39682481	4.45321359	< 0.0001
1 vs 3	17.6685714	1	4.84506496	3.64671507	0.0009
1 vs 4	-12.77	1	4.39682481	-2.90436862	0.0065
2 vs 3	-1.9114285	1	4.84506496	-0.39451041	0.6957
2 vs 4	-32.35	1	4.39682481	-7.35758221	< 0.0001
3 vs 4	-30.438571	1	4.84506496	-6.28238665	< 0.0001

Tabla 3.6. Comparación significativa entre las diferentes muestras de microdureza según los porcentajes de NTC’s dispersados

En la Tabla 3.6 se muestran los valores de “Prob mayores que |t|”, los “menores que 0.05000 indican que la diferencia entre las medias de los dos tratamientos es significativa, los valores de “Prob mayores que |t| “mayores que 0.1 indican que la diferencia en las medias de los dos tratamientos no es significativa, esto indica

una mínima diferencia de la microdureza, entre las muestras de 0.25 % y la de 0.5% de NTC´s dispersados.

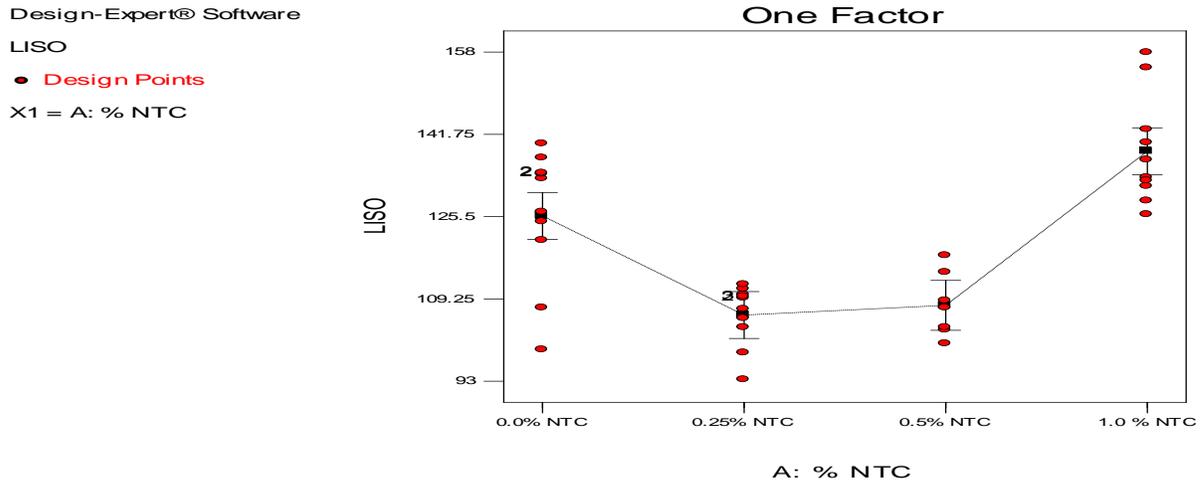


Figura 3.2 Distribución de las muestras de microdureza tomadas paara los compositos con diferentes porcentajes de NTC´s en muestras lisas.

III 3.1.1.2. Microdureza en ssuperficie Porosa.

	Sum of		Mean	F	p-value	
Source	Squares	df	Square	Value	Prob > F	
Model	26913.721	3	8971.24033	42.1959244	< 0.0001	significant
A-% NTC	26913.721	3	8971.24033	42.1959244	< 0.0001	
Pure Error	7653.93	36	212.609167			
Cor Total	34567.651	39				

Tabla 3.7. Distribución del estadístico del rango standarizado de polvos en superficie porosa.

En la Tabla 3.7 se muestra la distribución del estadístico estandarizado de las microdurezas en polvos de superficie porosa, el valor F del módulo de 42,1959 implica que el modelo es significativo. Solo hay una probabilidad de 0.01% de que un “Valor del modelo de esta magnitud pudiera ocurrir debido a ruido.

Los valores de “prob F” menores que 0.055 indican que los términos del modelo son significativos.

En este caso A son términos significativos del modelo.

Los valores mayores que 0.1000 indican que los términos del modelo no son significativos. Y no se encuentra ningún valor mayor a 1.000 por lo que los términos del modelo son significativos. Si hubiese muchos términos del modelo no

significativos (sin contar los que se necesitan para apoyar la jerarquización), la reducción del modelo puede mejorarlo.

Std. Dev.	14.5811236	R-Squared	0.77858114
Mean	94.485	Adj R-Squared	0.76012956
C.V. %	15.43221	Pred R-Squared	0.72664338
PRESS	9449.2963	Adeq Precision	13.7867284

Tabla 3.8. Precisión Adecuada

En la Tabla 3.8 se muestra que la “R cuadrada predicha” de 0.72664 concuerda razonablemente con la “R cuadrada ajustada” de 0.760129. Ya que la diferencia mayor que 0.2 entre la “R cuadrada predicha” y la “R cuadrada ajustada” indican un posible problema con el modelo y/o los datos, y en nuestros datos se observa una diferencia menor a 0.2 por lo que no existe problema con el modelo.

“Precisión adecuada” mide la relación de la señal a ruido. Es deseable una relación mayor que 4. La relación de 13.7867 indica una señal adecuada para usarse este modelo para navegar el espacio del diseño.

Treatment Means (Adjusted, If Necessary)		
num.	Estimated	Standard
treatment	Mean	Error
1-0.0% NTC	74.84	4.61095616
2-0.25% NTC	75.97	4.61095616
3-0.5% NTC	88.72	4.61095616
4-1.0% NTC	138.41	4.61095616

Tabla 3.9. Error Standard entre las muestras de la misma concentración de NTC’s de la forma porosa.

	Mean	Standard	t for H0		
Treatment	Difference	df	Error	Coeff=0	Prob > t
1 vs 2	-1.13	1	6.52087673	-0.17328958	0.8634
1 vs 3	-13.88	1	6.52087673	-2.12854813	0.0402
1 vs 4	-63.57	1	6.52087673	-9.74868911	< 0.0001
2 vs 3	-12.75	1	6.52087673	-1.95525855	0.0583
2 vs 4	-62.44	1	6.52087673	-9.57539953	< 0.0001
3 vs 4	-49.69	1	6.52087673	-7.62014098	< 0.0001

Tabla 3.10. Comparación significativa entre las diferentes muestras de microdureza según los porcentajes de NTC’s dispersados en las muestras lisas.

En la Tabla 3.10 se muestran los valores de “Prob mayores que |t|” “menores que 0.05000 indican que la diferencia entre las medias de los dos tratamientos es significativa, los valores de “Prob mayores que |t|” “mayores que 0.1 indican que la

diferencia en las medias de los dos tratamientos no es significativa, esto indica una mínima diferencia de la microdureza, entre las muestras de 0.25 % y la de 0.5% de NTC´s dispersados.

Design-Expert® Software
 POROSO
 ● Design Points
 X1 = A: % NTC

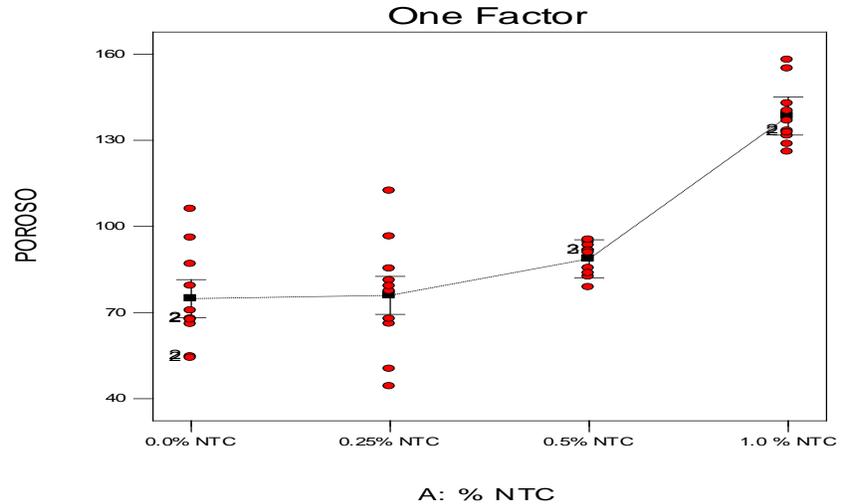


Figura 3.3 Distribución de las muestras de microdureza tomadas paara los compositos con diferentes porcentajes de NTC´s de muestras porosas.

III.3.2 Caracterización de las propiedades mecánicas de los compósitos condición de extruido.

Después de obtenerse los compósitos, y para obtener un producto consolidado (barra), los productos de la molienda fueron procesados por diferentes etapas, como son: compactado en frío, sinterizado, extrusión en caliente, y el maquinado de probetas para tensión, después de la prueba de tensión, se extrajeron secciones transversales y longitudinales de cada una de las barras con las composiciones ya mencionadas en la tabla 3.1.

En condición de extrusión, se pulieron y se realizaron diez mediciones de microdureza en escala Vickers, a cada uno de los compósitos, las cuales se muestran en la tabla 3.11.

A medida que se fue aumentando el porcentaje de adición de NTC´s a la matriz de la aleación, el valor de la microdureza se incrementa en el corte transversal, al igual que en el corte longitudinal.

Para determinar si los valores obtenidos por los ensayos de microdureza presentan variación entre ellos, se realizó un análisis de varianza (One-Way ANOVA), utilizando el nivel más alto de significancia de un 99%.

La figura 4.9, muestra el análisis de varianza obtenido de dicho ensayo, indicándonos de que las medias de la población son significativamente diferentes, así también se aplicó el test de Tukey, para los valores de microdureza, el cual compara los valores de las medias de cada muestra con un nivel de significancia de 99%, primeramente hace la comparación de los valores del material Al7075 (A), con el resto de los valores de microdureza de los compósitos (Al7075-0.25% NTC's(B), Al7075-0.50% NTC's (C), Al7075-1.0% NTC's (D), y determina si es significativamente diferente con un nivel de significancia del 99%.

Por ejemplo el valor medio de microdureza del material Al7075 (A), no es diferente con el material 0.25 (B), sin embargo al seguir adicionando NTC's, el test de Tukey nos indica de que Al7075 (D) mostrado en la tabla 3.15 para el corte transversal y en la tabla 3.19 para el corte longitudinal, es significativamente diferente para el resto de las composiciones.

Lo que nos indica que la incorporación de NTC's en el 1.0% dentro de la Al7075 nos genera el incremento mayor en la microdureza de los porcentajes estudiados

En la Figura 3.4 se puede observar la variación de la microdureza en función del aumento al porcentaje de los nanotubos dispersados en la aleación Al₇₀₇₅, después del sinterizado y la extrusión en caliente.

MICRODUREZA VICKERS carga 200gr 15 seg.								
	0.00%		0.25%		0.50%		1.00%	
MUESTRA	Transversal HV	Longitudinal	Transversal	Longitudinal	Transversal	Longitudinal	Transversal	Longitudinal
1	112.8	102.9	116.7	101.8	114.9	104.1	126.6	125.1
2	112	110.4	113.3	108.5	108.3	106.5	136.8	120.5
3	110.6	107.5	123.5	118.8	113.8	110.4	130.3	132.2
4	112.6	109.4	116.2	105.6	123.5	111.9	127.3	133
5	107.2	111.4	115.9	116.8	109.5	111.7	124.2	114.8
6	108.7	105.4	109.6	108	111.4	115.4	123.3	137.9
7	112.7	119.3	114.2	108.2	113.7	115.1	121	122.3
8	106.7	107.9	110.4	104.8	122.4	117	128.9	130.1
9	116	111.2	113.2	103.8	111	114	127	127.3
10	111	107.6	104	110.4	110.7	101.4	129.5	125.3
MEDIA	110.997048	109.222345	113.594755	108.549529	113.816952	110.638492	127.423317	126.686893
DESV STD	2.84919092	4.39064662	5.14867836	5.45406067	5.17554077	5.18785976	4.37377284	6.75775275

Tabla 3.11. Microdureza de la aleación Al₇₀₇₅ –NTC's en condición de extruido en función del aumento de porcentaje de NTC's dispersados

En la Tabla 3.11 Se muestra la microdureza de las barras extruidas, de las cuales se realiza un corte transversal y otro longitudinal, para observar si existe un cambio en la dureza entre la parte central de la barra y las paredes de la misma, en los resultados obtenidos podemos observar que la microdureza en los cortes transversales es mayor a la microdureza de los cortes longitudinales, esto podría deberse a que en el momento de la extrusión, las partículas de la aleación presenten menor fricción en la parte central y la dispersión de los reforzantes se realice de manera más homogénea.

Podemos también observar que en los resultados de las microdurezas de los cortes longitudinales se obtiene una desviación estándar mayor que en los cortes transversales.

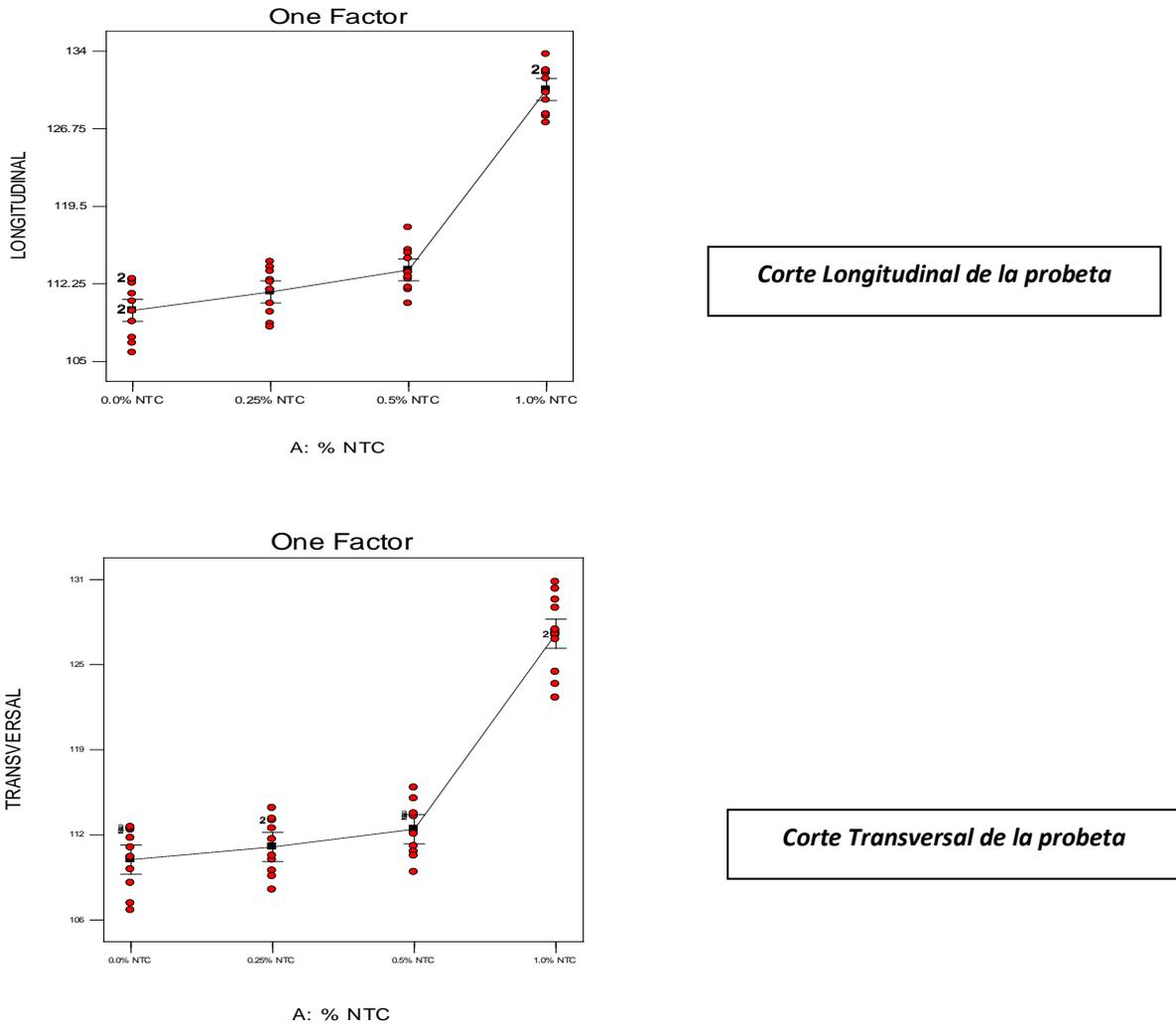


Figura 3.4 Comportamiento de la microdureza en función de las partículas dispersantes NTC's después del sinterizado y la extrusión en caliente.

III.3.2.1 La prueba de Tukey.

Se utiliza para probar todas las comparaciones de las medias por pares entre ellas mismas. Para poder lograrlo, Tukey hace uso de la distribución del estadístico del rango standarizado mostrandose a continuación en la siguientes tablas.

III.3.2.1.1 Microdureza en corte transversal en condición de extruidos.

Source	Sum of Squares	df	Mean Square	F Value	p-value Prob > F
Model	1835.502	3	611.834	110.870224	< 0.0001
A-% NTC	1835.502	3	611.834	110.870224	< 0.0001
Pure Error	198.665	36	5.5184		
Cor Total	2034.167	39			

Tabla 3.12. Distribución del estadístico del rango standarizado de extruidos de corte transversal.

En la Tabla 3.12 se muestra la distribución del estadístico estandarizado de las microdurezas en extruidos de corte transversal, el valor F del módulo de 27.3465 implica que el modelo es significativo.

Solo hay una probabilidad de 0.01% de que un “Valor del modelo de esta magnitud pudiera ocurrir debido a ruido.

Los valores de “prob F” menores que 0.055 indican que los términos del modelo son significativos.

En este caso A son términos significativos del modelo.

Los valores mayores que 0.1000 indican que los términos del modelo no son significativos. Si hay muchos términos del modelo no significativos (sin contar los que se necesitan para apoyar la jerarquización), la reducción del modelo puede mejorarlo.

Std. Dev.	4.4872845	R-Squared	0.6950174
Mean	116.535	Adj R-Squared	0.66960218
C.V. %	3.85058953	Pred R-Squared	0.62347827
PRESS	894.920988	Adeq Precision	11.5996858

Tabla 3.13. Precisión Adecuada

En la Tabla 3.13 se muestra que la “R cuadrada predicha” de 0.62347 concuerda razonablemente con la “R cuadrada ajustada” de 0.6696. La diferencia mayor que 0.2 entre la “R cuadrada predicha” y la “R cuadrada ajustada” indican un posible problema con el modelo y/o los datos, y en nuestros datos se observa una diferencia menor a 0.2 por lo que no existe problema con el modelo.

La “Precisión adecuada” mide la relación de la señal a ruido. Es deseable una relación mayor que 4. La relación de 11.599 indica una señal adecuada para usarse este modelo para navegar el espacio del diseño.

Treatment Means (Adjusted, If Necessary)		
num.	Estimated	Standard
treatment	Mean	Error
1-0.0% NTC	111.03	1.41900395
2-0.25% NTC	113.7	1.41900395
3-0.5% NTC	113.92	1.41900395
4-1.0% NTC	127.49	1.41900395

Tabla 3.14. Error Standard entre las muestras de la misma concentración de NTC’s de extruidos de corte transversal.

Treatment	Mean	df	Standard	t for H0	
	Difference		Error	Coeff=0	Prob > t
1 vs 2	-0.93	1	1.05056863	-0.88523489	0.3819
1 vs 3	-2.23	1	1.05056863	-2.12265999	0.0407
1 vs 4	-16.59	1	1.05056863	-15.7914481	< 0.0001
2 vs 3	-1.3	1	1.05056863	-1.23742511	0.2239
2 vs 4	-15.66	1	1.05056863	-14.9062132	< 0.0001
3 vs 4	-14.36	1	1.05056863	-13.6687881	< 0.0001

Tabla 3.15. Comparación significativa entre las diferentes muestras de microdureza según los porcentajes de NTC’s dispersados en extruidos de corte transversal.

En la Tabla 3.15 se muestran los valores de “Prob mayores que |t| “menores que 0.05000 indican que la diferencia entre las medias de los dos tratamientos es significativa.

Los valores de “Prob mayores que |t| “mayores que 0.1 indican que la diferencia en las medias de los dos tratamientos no es significativa. Esto indica que existe una diferencia significativa en la microdureza entre las muestras con 0.0% y 1.00% y entre la muestras de 0.25% y las de 1.00% y entre las muestras con 0.50% y las de 1.00% de NTC´s dispersados.

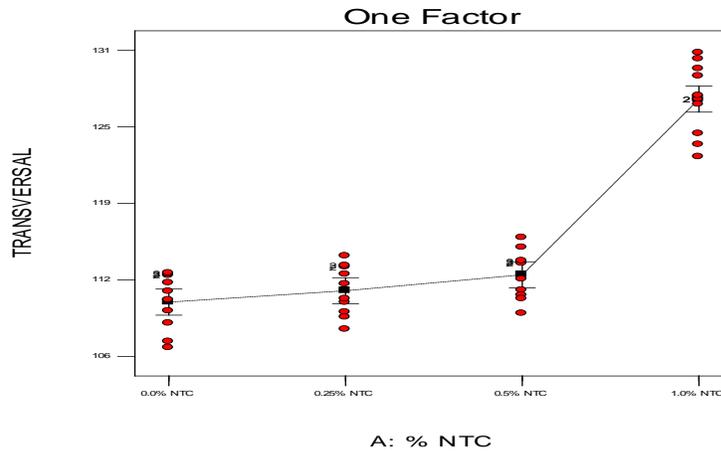


Figura 3.5 Distribución de las muestras de microdureza tomadas para los compositos con diferentes porcentajes de NTC´s en condición de extruidos de corte transversal.

III.3.2.1.2 Microdureza en corte longitudinal en condición de extruidos.

Source	Sum of Squares	df	Mean Square	F Value	p-value Prob > F
Model	2725.622	3	908.540	177.000942	< 0.0001
A-% NTC	2725.622	3	908.540	177.000942	< 0.0001
Pure Error	184.787	36	5.132		
Cor Total	2910.409	39			

significant

Tabla 3.16. Distribución del estadístico del rango standarizado de extruidos de corte longitudinal.

En la Tabla 3.16 se muestra la distribución del estadístico estandarizado de las microdurezas en extruidos de corte longitudinalal, el valor F del módulo de 27.3465 implica que el modelo es significativo.

Solo hay una probabilidad de 0.01% de que un “Valor del modelo de esta magnitud pudiera ocurrir debido a ruido.

Los valores de “prob F” menores que 0.055 indican que los términos del modelo son significativos.

En este caso A son términos significativos del modelo.

Los valores mayores que 0.1000 indican que los términos del modelo no son significativos. Si hay muchos términos del modelo no significativos (sin contar los que se necesitan para apoyar la jerarquización), la reducción del modelo puede mejorarlo.

Std. Dev.	4.4872845	R-Squared	0.6950174
Mean	116.535	Adj R-Squared	0.66960218
C.V. %	3.85058953	Pred R-Squared	0.62347827
PRESS	894.920988	Adeq Precision	11.5996858

Tabla 3.17. Precisión Adecuada

En la Tabla 3.17 se muestra que la “R cuadrada predicha” de 0.62347 concuerda razonablemente con la “R cuadrada ajustada” de 0.6696.

La diferencia mayor que 0.2 entre la “R cuadrada predicha” y la “R cuadrada ajustada” indican un posible problema con el modelo y/o los datos, y en nuestros datos se observa una diferencia menor a 0.2 por lo que no existe problema con el modelo.

La “Precisión adecuada” mide la relación de la señal a ruido. Es deseable una relación mayor que 4. La relación de 11.599 indica una señal adecuada para usarse este modelo para navegar el espacio del diseño.

Treatment Means (Adjusted, If Necessary)		
num.	Estimated	Standard
treatment	Mean	Error
1-0.0% NTC	111.03	1.41900395
2-0.25% NTC	113.7	1.41900395
3-0.5% NTC	113.92	1.41900395
4-1.0% NTC	127.49	1.41900395

Tabla 3.18. Error Standard entre las muestras de la misma concentración de NTC’s de extruidos de corte longitudinal.

	Mean		Standard	t for H0	
Treatment	Difference	df	Error	Coeff=0	Prob > t
1 vs 2	-1.73	1	1.01320997	-1.70744471	0.0964
1 vs 3	-3.79	1	1.01320997	-3.74058696	0.0006
1 vs 4	-20.65	1	1.01320997	-20.3807706	< 0.0001
2 vs 3	-2.06	1	1.01320997	-2.03314225	0.0495
2 vs 4	-18.92	1	1.01320997	-18.6733259	< 0.0001
3 vs 4	-16.86	1	1.01320997	-16.6401837	< 0.0001

Tabla 3.19. Comparación significativa entre las diferentes muestras de microdureza según los porcentajes de NTC's dispersados en extruidos de corte longitudinal.

En la Tabla 3.19 se muestran los valores de “Prob mayores que |t|” “menores que 0.05000 indican que la diferencia entre las medias de los dos tratamientos es significativa.

Los valores de “Prob mayores que |t|” “mayores que 0.1 indican que la diferencia en las medias de los dos tratamientos no es significativa. Esto indica que existe una diferencia significativa en la microdureza entre las muestras con 0.0% y 1.00% y entre la muestras de 0.25% y las de 1.00% y entre las muestras con 0.50% y las de 1.00% de NTC's dispersados.

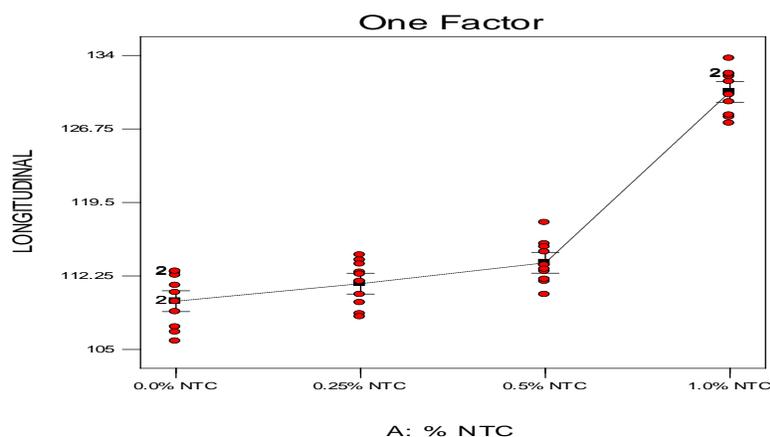


Figura 3.6. Distribución de las muestras de microdureza tomadas para los composites con diferentes porcentajes de NTC's en condición de extruidos de corte longitudinal.

III.3.3 Ensayo de tensión en condición de estrusión.

La variación de los esfuerzos máximo y cedencia de las muestras extruidas están dadas en función de la fracción en peso de los NTC's incorporados en la Aleación 7075.

La Figura 3.7 muestra las curvas típicas esfuerzo-deformación, obtenidas de los ensayos de tensión para la aleación Al₇₀₇₅, y así como para la aleación Al₇₀₇₅ reforzada con los distintos porcentajes ya mencionados de nanotubos de carbono. Solo se grafican dos repeticiones por cada material, y posteriormente en la Figura 3.8 se grafican los valores de las medias del esfuerzo máximo de cada compuesto evaluado, contra la variación del porcentaje de NTC's, como se puede observar en ésta gráfica, existe una tendencia a incrementar el esfuerzo máximo al irse incrementando el porcentaje de NTC's. como se muestra en la Tabla 3.21.

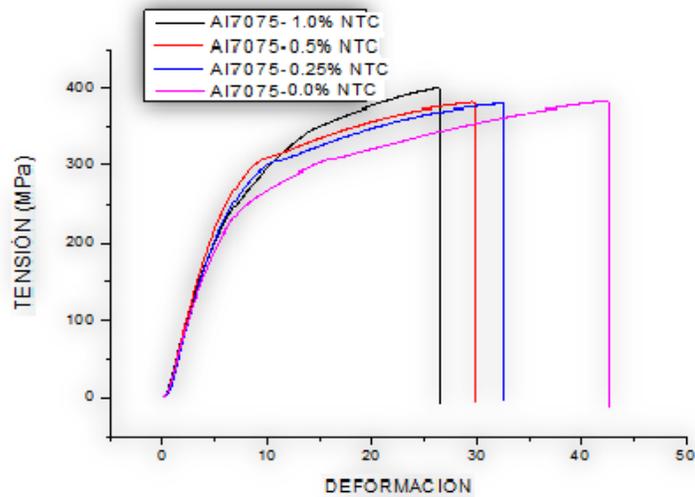


Figura 3.7 Curvas esfuerzo-deformación, obtenidas de los ensayos de tensión, de la aleación Al₇₀₇₅ y de los compósitos en condición de extruido, según su porcentaje de NTC's.

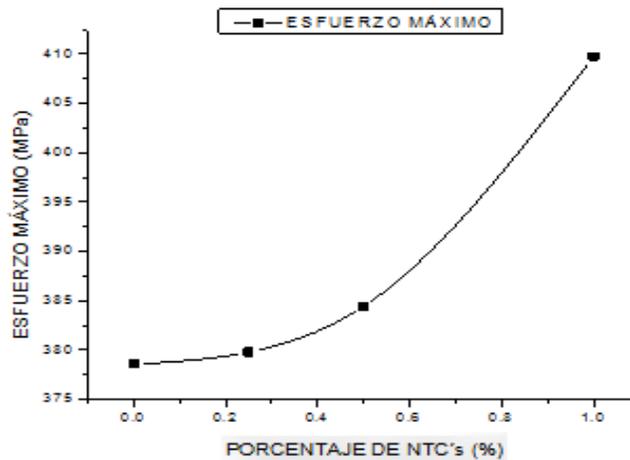


Figura3.8. Esfuerzo máximo por concentración de NTC's dispersados en la Al₇₀₇₅

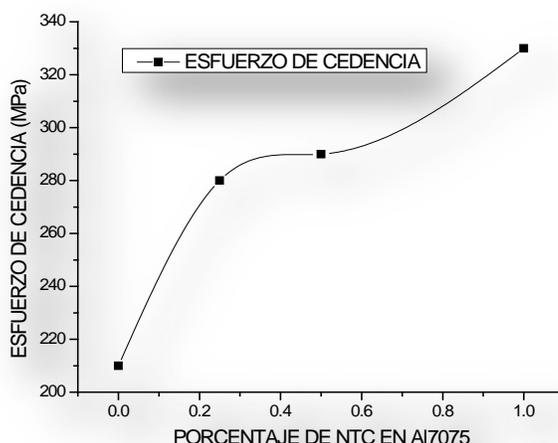


FIGURA 3.9. Gráfica Esfuerzo de Cedencia de la Aleación Al₇₀₇₅ con los diferentes porcentajes de NTC's dispersados.

En la Figura 3.9 se grafica el esfuerzo de Cedencia alcanzado por cada uno de los compósitos de la Al₇₀₇₅ con los diferentes porcentajes de NTC's dispersados.

MUESTRA	CARGA MÁXIMA Kg	ESFUERZO MÁXIMO MPa
AL ₇₀₇₅ -0.0%NTC 1	1312.0556	378.5674
AL ₇₀₇₅ -0.25%NTC1	1373.1282	379.7893
AL ₇₀₇₅ -0.5%NTC2	1389.9065	384.4360
AL ₇₀₇₅ -1.0%NTC 1	1554.3329	409.7419

Tabla 3.20 Carga y Esfuerzo máximo de los compositos de NTC's y la Al7075

PRUEBA DE TENSIÓN	Esfuerzo Máximo Al7075 0.0% NTC's Mpa	Esfuerzo Máximo Al7075 0.25% NTC's Mpa	Esfuerzo Máximo Al7075 0.5% NTC's MPa	Esfuerzo Máximo Al7075 1.0% NTC's Mpa
1	362.7235	379.7893	400.9486	429.7419
2	358.4363	384.436	400.0359	
MEDIA	360.5799	382.11265	400.49225	429.7419

Tabla 3.21. Medias de Esfuerzo Máximo de cada compósito formado por los diferentes porcentajes de NTC's

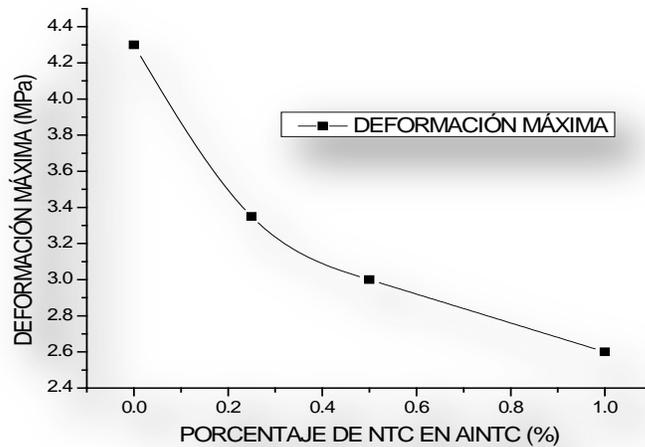


Figura 3.11 Deformación máxima por concentración de NTC´s dispersados en la aleación Al₇₀₇₅

En la Figura 3.11 podemos observar como varia la deformación máxima con respecto al porcentaje de NTC´s dispersados en la AL7075, se observa como la Al₇₀₇₅-0.0%NTC´s muestra una deformación máxima mayor que los compósitos Al₇₀₇₅-0.25%NTC´s y Al₇₀₇₅-0.5%NTC´s, y Al₇₀₇₅-1.0%NTC´s.

III.3.4.1 Caracterización de los compósitos y la aleación de aluminio 7075 por medio de difracción de rayos X en condición de polvos.

La aleación Al7075, junto con el material reforzante (NTC´s), se sometieron al proceso de molienda mecánica en distintas concentraciones, tal como se muestra en la tabla 3.1, después de dicho proceso, se obtuvieron compósitos con distinto porcentaje de material reforzante, los cuales fueron analizados por difracción de rayos x, tal como se muestra en la figura 3.12, apreciándose que no existe alteraciones en los picos de los compósitos obtenidos, es decir, no existe un corrimiento de los picos, y así mismo, no hay formación de nuevos compuestos o fases, que pudieran ser ocasionadas por el material reforzante, se puede observar, únicamente un pequeño ensanchamiento de los picos al tener un porcentaje del 1.00% de NTC´s.

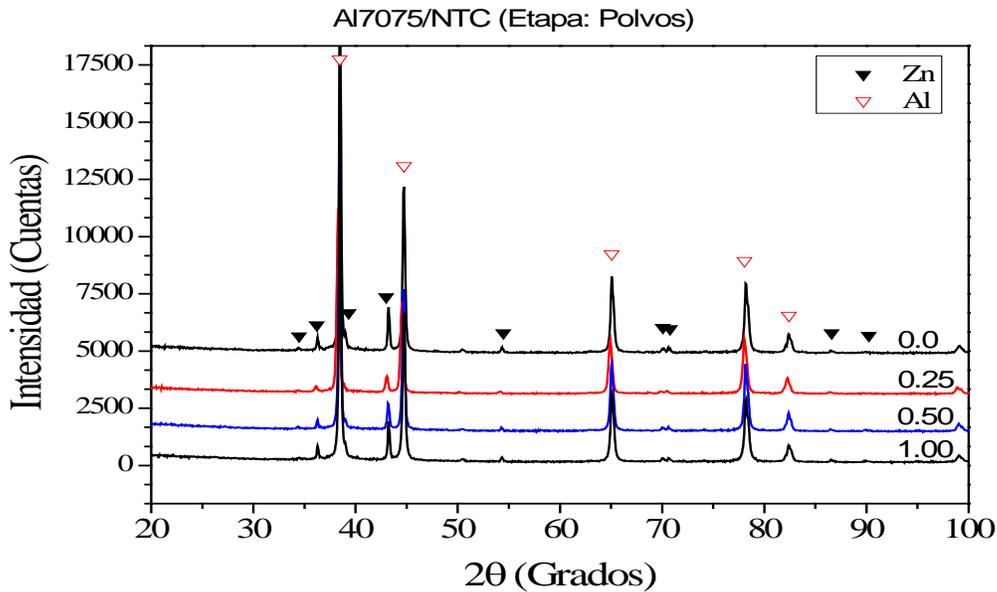


Figura 3.12 --Patrones de difracción de las muestras de Al₇₀₇₅ con diferentes porcentajes de NTC's dispersados.

III 3.3.2 Caracterización de la aleación de aluminio 7075 por medio de difracción de rayos X en condición de extruido.

La aleación Al7075, junto con el material reforzante (NTC's), se sometieron al proceso de molienda mecánica en distintas concentraciones, tal como se muestra en la tabla 3.1, después de dicho proceso, se sinterizaron y posteriormente pasaron por un proceso de extruido, los cuales fueron analizados por difracción de rayos x, tal como se muestra en la figura 3.13, apreciándose que en comparación con los patrones de difracción de polvos de la figura 3.12, se observa que disminuye la presencia de zinc y aparece una nueva fase de Al₄C₃ indicándonos la presencia de carburos formados a partir del metanol utilizado durante el proceso de molienda o también debido a átomos de carbono desprendidos durante la separación de los nanotubos de carbono durante el proceso de molienda mecánica. Estos carburos explican el incremento en las propiedades mecánicas de la aleación.

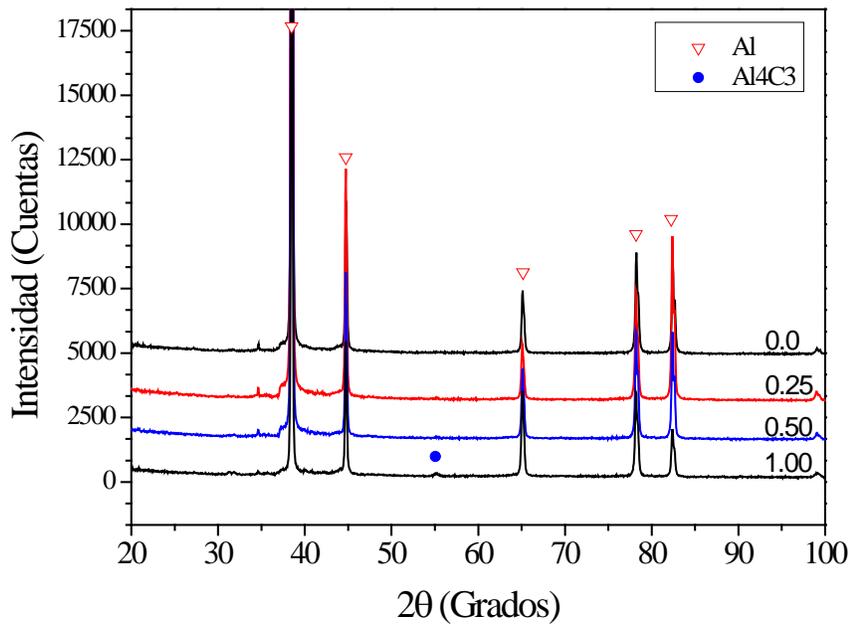


Figura 3.13 --Patrones de difracción de las muestras de Al₇₀₇₅ con diferentes porcentajes de NTC's dispersados en condición de extruido.

III.5 Análisis Morfológico.

La variación aparente de la morfología está en función de la concentración de nanotubos de carbono utilizados durante el proceso. La figura 3.3.1 muestra la secuencia de la morfología de la aleación Al₇₀₇₅ a) puro, b) 0.25%, c) 0.5% y d) 1.0% en peso de nanotubos de carbono respectivamente después de someterse cada muestra al aleado mecánico por un tiempo de 10 horas.

En la figura 3.3.1 se pueden apreciar los cambios de tamaño de partícula en función de la concentración de NTC, donde en la figura 3.3.1 (a) encontramos la aleación Al₇₀₇₅ pura, observándose mucha variación en el tamaño de partícula y una morfología también variante en forma de rocas; mientras que en la figura 3.3.1 (b) se muestra un aumento drástico en el tamaño de partícula aunque más uniforme entre ellas, mostrando una morfología de hojuelas. Estos cambios son debidos al aleado mecánico y al efecto del ACP [3].

Por otro lado, en la figura 3.3.1 (c) el tamaño de partícula disminuye un poco con respecto a la figura 3.3.1 (b), mientras que se observa una morfología similar entre ellas. Finalmente, en la figura la figura 3.3.1 (d) se muestra la morfología de polvos mucho más uniforme del tamaño de partícula y variaciones en la forma presentada.

Todas las muestras presentan una morfología equiaxial típica en éste tipo de sistemas como lo menciona Benjamín [15] [12]; la cual es asociada a las partículas que presentan alta capacidad de deformación, relativa al proceso de aleado mecánico (AM), donde la soldadura es el principal mecanismo envolvente.

Para la realización del posterior análisis morfológico de metalurgia de polvos, obtenidos de un proceso de AM, fue necesario montar las muestras en caliente de cada una de las composiciones estudiadas. Las micrografías se obtuvieron de un microscopio electrónico de barrido, las cuales se muestran en la siguiente figura 3.3.2, donde en el inciso a) se muestra la imagen de la aleación Al 7075 pura, en el inciso b) Al 7075 con 0.25% de Nanotubos de Carbono, el inciso c) Al 7075 con 0.5% de Nanotubos de Carbono y el inciso d) Al 7075 con 1% de Nanotubos de Carbono.

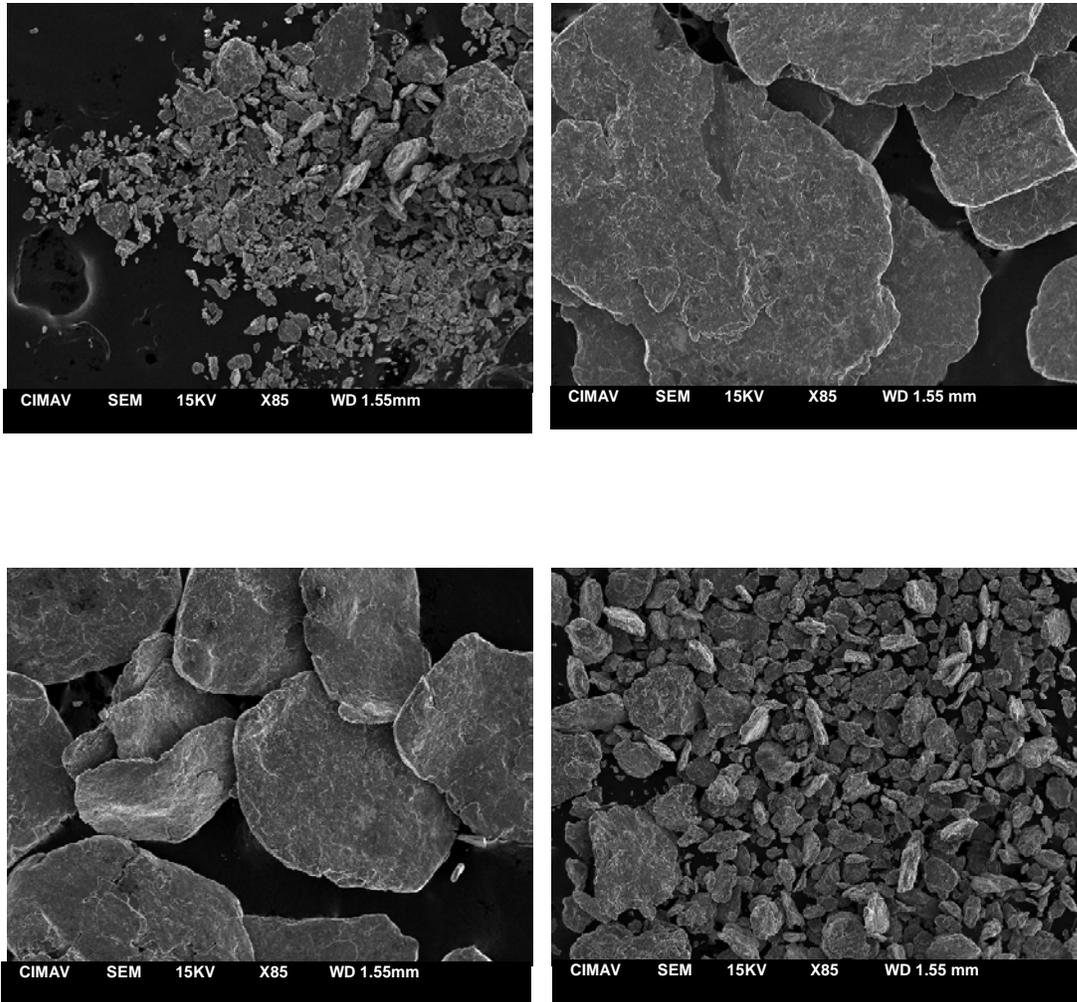


Figura 3.14 Micrografías obtenidas de MEB mostrando la morfología de polvos obtenidos de la AM (10 h), en función de la concentración en peso de NTC a) Puro, b) 0.25%, c) 0.5% y d) 1%.

Basándonos en los estudios realizados por Benjamín (Benjamin JS, 1974,5), donde menciona en sus trabajos iniciales que éste tipo de morfología es muy típica para los sistemas dúctil-frágil, en el cual, los polvos frágiles, que generalmente son duros, son reducidos durante el aleado mecánico y los fragmentos son atrapados entre láminas de partículas dúctiles formadas por deformación plástica; mas sin embargo, cuando el polvo ha sido procesado hasta el punto donde las uniones no pueden ser detectadas mediante un microscopio óptico, se ha alcanzado una fina dispersión aleatoria de partículas quebradizas en la matriz metálica, formando una microestructura típica como la mostrada en la figura 3.15.

La aglomeración, según la teoría de Smoluchowsky, se da cuando las partículas de los distintos materiales chocan, esto produce un contacto permanente, y la velocidad del proceso de aglomeración está controlado por la difusión (Walton, 1979)

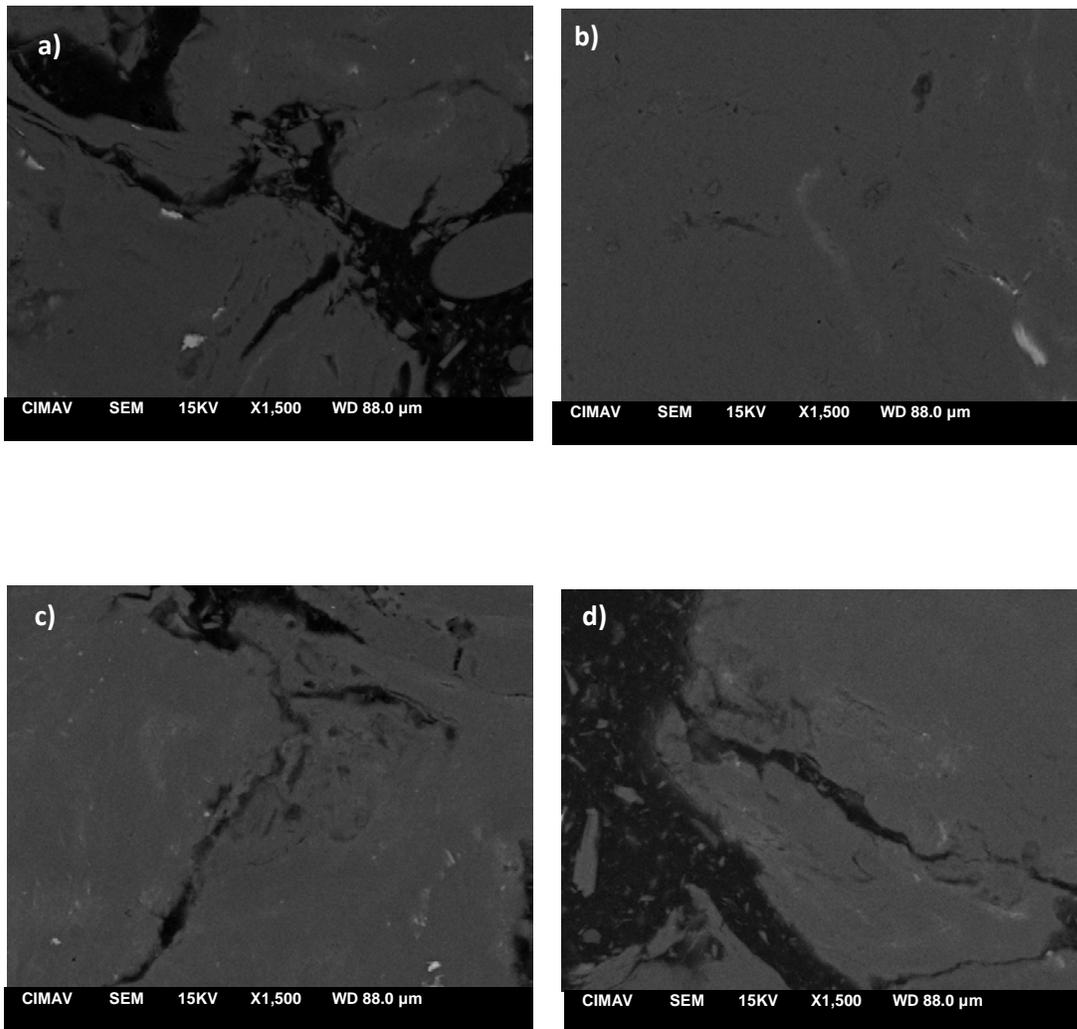


Figura 3.15 Micrografías (MEB) estructura morfológica de polvos después de MM (10 h) y montados en caliente de la aleación Al₇₀₇₅ en función de la concentración de NTC a) puro, b) 0.25%, c) 0.5%, d) 1%.

III.6 Análisis microestructural.

Para la realización del análisis microestructural, se utilizaron solo los extruidos de la muestra que contenía 1% de NTC en peso de una matriz metálica Al₇₀₇₅. Para esto, se requirió de la utilización de un Microscopio Electrónico de Transmisión (MET) para poder obtener las micrográficas resultantes que se muestran en las siguientes imágenes. Por medio del mencionado microscopio, también se obtuvo un análisis de espectroscopia de energía dispersa (EDS) donde se muestra el porcentaje atómico de cada uno de los elementos encontrados en un área de muestra enfocada.

Se observó una distribución homogénea de partículas nanométricas resultantes del aleado mecánico (AM), formando segundas fases distribuidas en la matriz de aluminio formadas por el agente de control de proceso utilizado (ACP), que en este caso fue utilizado el metanol. En la figura 3.16 se muestran éstas segundas fases.

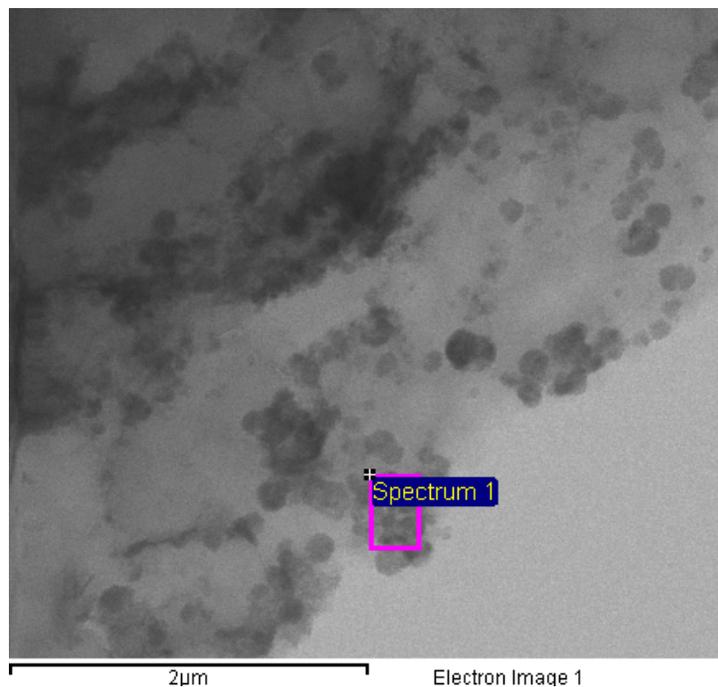


Figura 3.16 micrografía obtenida por MET mostrando dispersión de segundas fases distribuidas de manera homogénea en una matriz de aluminio. Al₇₀₇₅-NTC al 1%

En la tabla 3.22 se muestran los resultados de EDS de la muestra extruida de Al₇₀₇₅-1% NTC., el cual nos arroja resultados de % atómico del área de la muestra señalado como Spectrum 1 en la figura 3.16, demostrando de ésta manera la existencia de una segunda fase que ayuda a reforzar el material por la formación de óxidos y carburos. Dicha fase es la responsable de incrementar la resistencia mecánica de la aleación Al7075,

favoreciéndose la nucleación y el crecimiento de éstas fases, con lo que se incrementa la resistencia de la aleación por la presencia de la fase (R. Flores-Campos, 2012), así como por los nanotubos de carbono que frenan el movimiento de las dislocaciones, ayudando al reforzamiento de la aleación por medio de la dispersión de nanopartículas (R. Martínez, 2010).

Spectrum	C	O	Mg	Al	S	Cu	Zn	Hg
Spectrum 1	2.29	14.10	5.09	57.40	6.03	12.93	1.76	0.39

Tabla 3.22 Resultados de EDS de una muestra de Al₇₀₇₅-NTC al 1% mostrando el % atómico del área de la muestra señalado. Los elementos analizados están normalizados

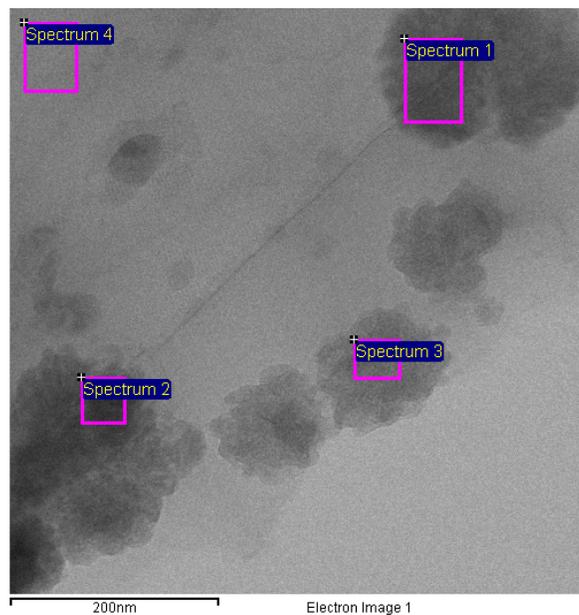


Figura 3.17 micrografía obtenida MET mostrando dispersión de segundas fases distribuidas de manera homogénea en una matriz de aluminio. Al₇₀₇₅-NTC al 1%

Spectrum	C	O	Mg	Al	S	Cu	Zn	Hg
Spectrum 1		7.65	0.87	67.10	6.90	14.95	2.09	0.45
Spectrum 2	5.22	14.16	1.25	43.50	12.69	21.42	1.37	0.39
Spectrum 3	7.51	19.78	3.61	32.87	12.15	22.30	1.32	0.47
Spectrum 4		3.10		93.16		1.51	2.23	

Tabla 3.23 Resultados de EDS de una muestra de Al₇₀₇₅-NTC al 1% mostrando el % atómico del área de la muestra señalado. Los elementos analizados están normalizados.

Si hacemos un acercamiento de la figura 3.16, se obtendría la imagen de la figura 3.17, sobre la cual se realiza nuevamente un análisis EDS, del que se muestran los resultados en la tabla 3.23, observando la presencia de carbonos en los spectrums 2 y 4; y oxígenos en todos los spectrums ayudando la formación de óxidos y carburos en el reforzamiento homogéneo de la matriz de Al.

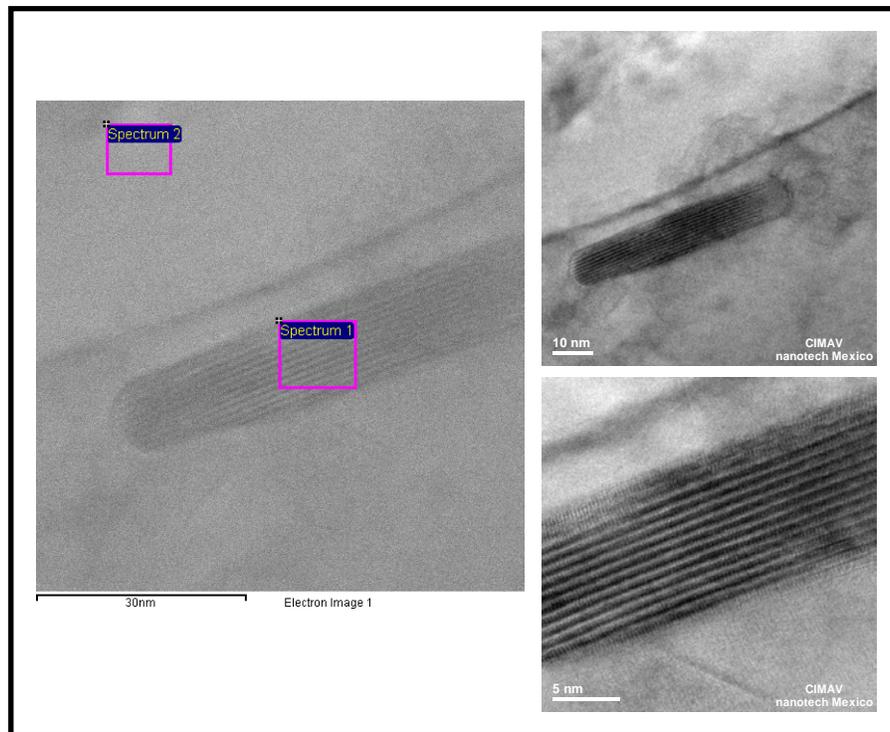


Figura 3.18 Micrografía obtenida de MET mostrando la presencia de carburos generados durante el proceso del AM.

Spectrum	C	O	Mg	Al	Cu	Zn
Spectrum 1	1.65	6.37	4.38	84.39	1.36	1.86
Spectrum 2		1.36	1.27	93.87	1.37	2.13

Tabla 3.24 Resultados de EDS de una muestra de Al₇₀₇₅-NTC al 1% mostrando el % atómico del área de la muestra señalado. Los elementos analizados están normalizados

En la figura 3.18 se muestran micrografías obtenidas de MET, comprobando la presencia de carburos generados en la matriz de Aluminio como efecto del uso del agente de control de proceso, formando compuestos que se incorporan en forma de inclusiones y/o dispersiones dentro de las partículas durante la molienda. En éste caso, ayudó a la

formación de carburos, los cuales ayudan al reforzamiento de las partículas; y en consecuencia, en la dureza a la macro escala del material.

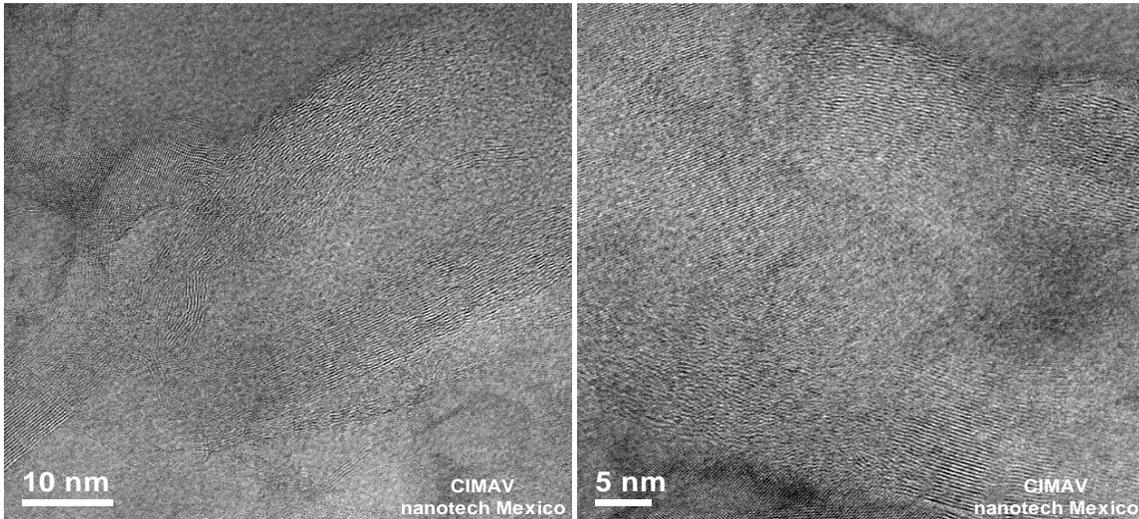
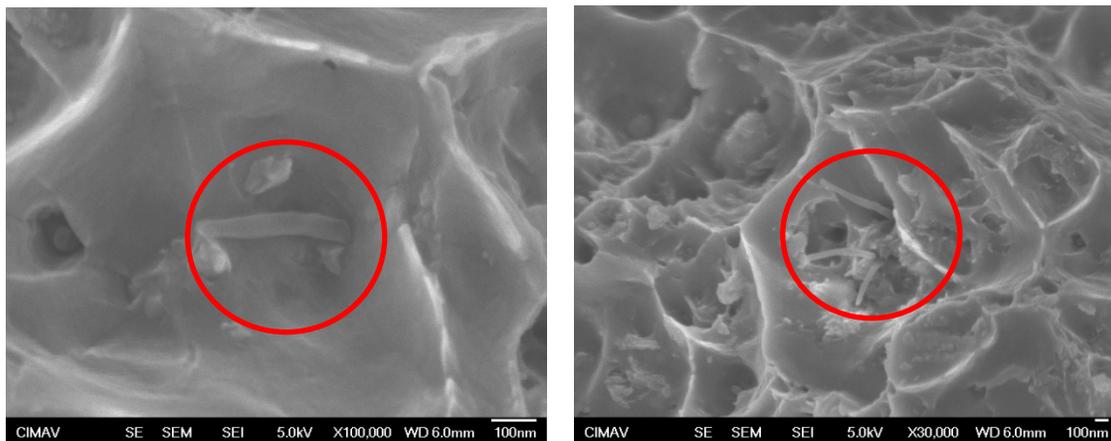


Figura 3.19. Micrografía obtenida por Microscopio Electrónico de Transmisión (MET). Comprobando la presencia de Nanotubos de Carbono distribuidos en la matriz de aluminio Al 7075-1% NTC en su condición de extruido.

Como puede apreciarse en la figura 3.19, donde se comprueba la evidencia de la presencia de Nanotubos de Carbono distribuidos de manera homogénea en la matriz metálica de Al 7075-1% NTC. Se observa claramente que los Nanotubos de Carbono encontrados son de pared múltiple, ya que se detecta el patrón de alineación en ambas imágenes.



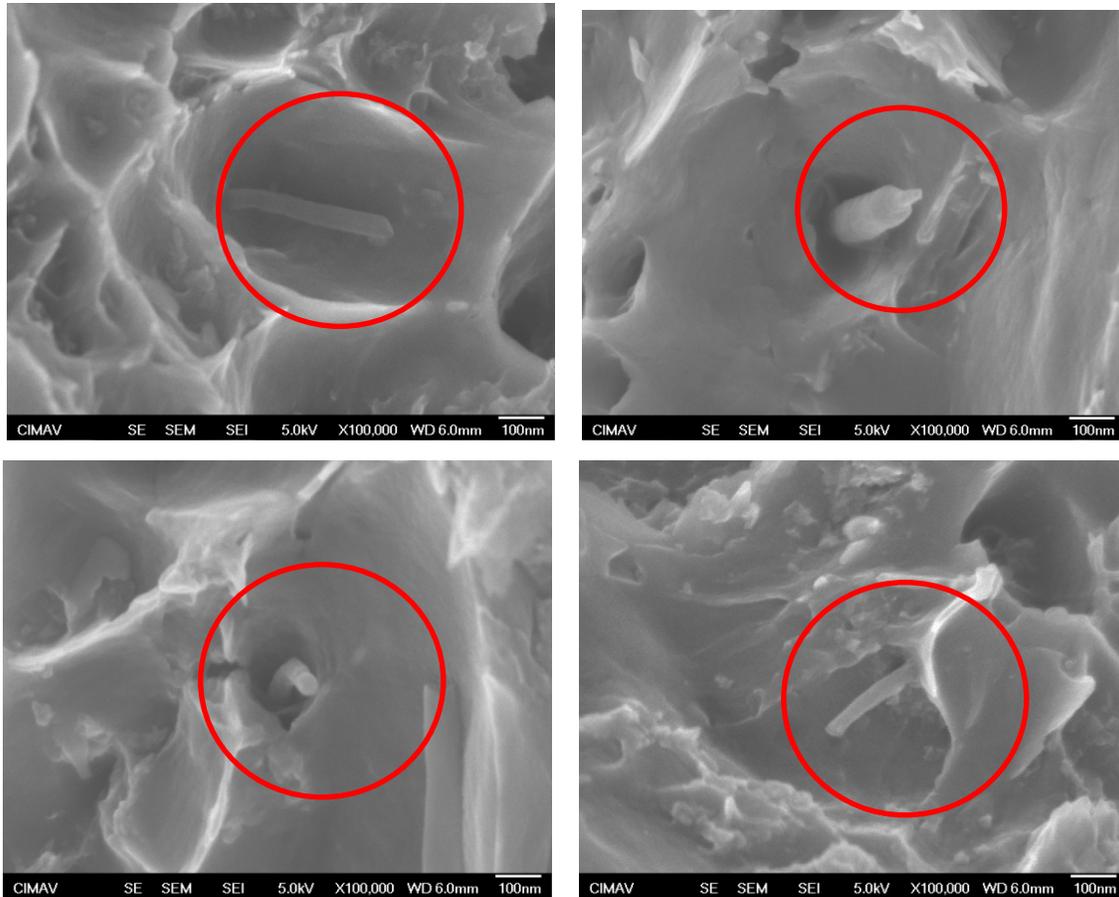


Figura 3.20 Fractografías obtenidas de MEB mostrando la presencia de NTC en el compuesto Al₇₀₇₅-1%NTC en su condición de extruido.

En la figura 3.20 se muestran las fractografías obtenidas por MEB mostrando la presencia de NTC en el compuesto Al₇₀₇₅-1%NTC en su condición de extruido después que fueron realizadas las pruebas de tracción en la máquina universal. Es evidente que los nanotubos incorporados a la aleación no se observan fracturados en ninguna de las fractografías, por lo que se puede mencionar que al momento en que se realizó la prueba mecánica de las probetas maquinadas, el material de la aleación se fracturó con más facilidad que los NTC.

IV.- Conclusiones.

Los resultados analizados en esta investigación permiten formular las siguientes conclusiones:

- Los compósitos nano estructurados de Al7075 –NTC's producidos mediante la dispersión de nanotubos de carbono dentro de la matriz de aluminio por los procesos de molienda mecánica y extrusión en caliente aumentan, sus propiedades mecánicas de dureza y esfuerzo de tensión, en comparación con la Al₇₀₇₅ de blanco.
- El procesamiento por MM/AM induce a un refinamiento del tamaño de grano, lo cual induce a limitar el movimiento de las dislocaciones, que trae como consecuencia un incremento tanto en la dureza como en la resistencia mecánica del material.
- Se observó una distribución homogénea de las partículas nanométricas dispersadas dentro de la matriz de Aluminio, con lo que se obtuvo el endurecimiento por disolución sólida, provocando un incremento en la dureza del material.
- La dispersión de NTC's dentro de la red cristalina de aluminio, crean una disolución sólida, de manera intersticial que dificulta el movimiento de las dislocaciones, e induce a una elevada deformación en la red cristalina de la matriz, lo cual produce la fijación de las dislocaciones, provocando así un aumento en la dureza y esfuerzo de tensión del compósito.
- Mediante el extruido, el compósito se endurece al ser deformado plásticamente, las dislocaciones comienzan a deslizarse a través de la estructura cristalina hasta encontrar un obstáculo que la sujetará por los extremos. La dislocación comienza a arquearse por el centro, formando un lazo, creando una nueva dislocación. Los Campos de esfuerzos de las nuevas dislocaciones interferirán en el deslizamiento de las otras, lo cual incrementa el esfuerzo necesario para deformar el metal, logrando así el endurecimiento del material.
- En el compósito, aparecen diversas fases que afectan en gran medida al incremento en las propiedades mecánicas, de dureza y esfuerzo de deformación, ya que éstas también son impedimento para el desplazamiento de las dislocaciones.
- Las propiedades mecánicas del compósito se incrementan conforme aumenta la cantidad en peso de las nanopartículas dispersadas en la aleación.
- La dispersión del 1.0% en peso de nanotubos de carbono en la aleación Al₇₀₇₅ de la investigación, es la que produce el mayor incremento en las propiedades mecánicas del compósito nanoestructurado.

Referencias

- [1] (ASM Hand book, 2001).
- [2] (L. Lü y M. O. Lai, 1988)
- [3] Suryanarayana, C. (2001). Mechanical alloying and Milling. 46, 1-184.
Walton, A. G. (1979). Morphology. The formation and properties or precipitates. 151-185.
- [4] Hirsch y Kelly
- [5] (G. E. Dieter, 1988)
- [6] (J. C. Williams y A. W. Thompson, 1981)
- [7] (G. E. Dieter, 1988)
- [8] (R. E. Reed-Hill y R. Abbaschian, 1994)
- [9] H. T. Son, T. S. Kim C. Suryanarayana, B. S. Chun. Homogeneous dispersion of graphite in a 6061 aluminum alloy by ball milling. Mat. Sci. Eng. A 348, (2003), p. 163-169.
- [10] H. T. Son, T. S. Kim C. Suryanarayana, B. S. Chun. Homogeneous dispersion of graphite in a 6061 aluminum alloy by ball milling. Mat. Sci. Eng. A 348, (2003), p. 33.
- [11] J. Cintas, F.G. Cuevas, J.M. Montes, E.J. Herrera. High-strength PM aluminium by milling in ammonia gas and sintering. Scripta Mater. 53, (2005), p. 1165-1170
- [12] M. Kouzeli, A. Mortensen. Size dependent strengthening in particle reinforced Aluminium. A. Mater. 50, (2002), p. 39-51.
- [13] Z. Razavi Hesabi, A. Simchi, S. M. Seyed Reihani. Structural evolution during mechanical milling of nanometric and micrometric Al₂O₃ reinforced Al matrix composites. Mat. Sci. Eng. A 428, (2006), p. 159-168.
- [14] Naiqin Zhao, Philip Nash, Xianjin Yang. The effect of mechanical alloying on sic distribution and the properties of 6061 aluminum composite. J. Mat. Pros. Tech. 170, (2005), p. 586-592.
- [15] 1976, Benjamin JS. Sci Amer y 234(5): (1974,5). *Metall Trans*, 1929-1934.
- [16] JS, B. (1976;234(5)). 40-48.
R. Flores-Campos, I. E.-C.-Y.-R. (2012). Micro estructura y propiedades mecánicas de la aleación Al 7075 procesado por molienda mecánica y extrusión en caliente indirecta. *caracterización de materiales*. 63, 39-46.
R., M.-S. (2010). *Reforzamiento de aleaciones de aluminio por dispersión de nano-partículas*. Chihuahua, Chihuahua, México.