

POSGRADO EN CIENCIA E INGENIERÍA DE MATERIALES

**“ESTUDIO Y CARACTERIZACIÓN DE LAS  
PROPIEDADES DE UN  
COMPUESTO Cu – AL<sub>2</sub>O<sub>3</sub> OBTENIDO MEDIANTE  
EL MÉTODO DE METALURGIA DE POLVOS”**

**T E S I S**

QUE PARA OBTENER EL GRADO DE

**MAESTRO EN CIENCIA  
E INGENIERIA DE MATERIALES**

P R E S E N T A

**ING. HECTOR MANUEL PALACIOS RAMIREZ**

Director de tesis

Dr. Andrés Herrera Vázquez



Querétaro, Qro. Septiembre 2009



Universidad Nacional  
Autónoma de México



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

## *Dedicatoria*

*Dedico esta tesis a mis padres José Palacios de Santiago y Ana Elia Ramírez Cordero, que con esfuerzo y sacrificio ayudaron a la conclusión de una etapa más en mi vida. Muchas gracias con todo mi cariño y mi admiración.*

## **Agradecimientos**

Agradezco al **Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT)**, el apoyo económico brindado durante 2 años, para mi formación académica y el desarrollo de este proyecto, por apoyar el desarrollo científico y tecnológico de nuestro país y a personas con el deseo de seguir superándose.

Agradezco también a las personas que han contribuido al desarrollo y conclusión de este proyecto de investigación, asesorándome durante el proceso de maestría, en aspectos tanto teóricos, como prácticos. **Tutor Dr. Andrés Herrera Vázquez, asesores Dr. Miguel Ocampo Mortera y Dr. Arturo Barba Pingarron**

Además agradezco a las personas que me apoyaron en el desarrollo técnico de la tesis:

Por su apoyo en Microscopia Electrónica de Barrido:

**M. en I. Q. Alicia del Real López**

**Ing. José Luis Cabrera Torres**

En Rayos X:

**Dr. Eric Mauricio Rivera Muñoz**

En análisis de imágenes:

**Dr. Jorge D. Mendiola Santibáñez**

Por su apoyo técnico

**M.C. José García**

Y por aportar sus conocimientos durante este tiempo como profesores en mi formación académica:

**Dra. Beatriz Millán Malo**  
**Dr. Mario Enrique Rodríguez**  
**Dr. Andrés Herrera**  
**Dr. Miguel Ángel Ocampo Mortera**  
**Dr. Rafael Quintero Torres**  
**Dr. Rodrigo Velázquez Castillo**

A los que me apoyaron para que pudiera realizar todos los trámites académico-administrativos necesarios.

**Fís. Rosa Elena Escalera López**  
**C.P. Antonio Ruiz Magaña**  
**C.P. Miguel Velázquez Mora**  
**Asistente Paloma Calderón Barrera**  
**Sec. María del Carmen Mendoza López**  
**Sra. María Concepción Gutiérrez Limón**

En general a todos los integrantes de CFATA que tuvieron algo que ver tanto en la motivación como en lo académico para que llegara hasta la etapa en la que me encuentro en este momento que es la redacción del trabajo de tesis.



## INDICE

<b>ÍNDICE DE FIGURAS.....</b>	<b>v</b>
<b>ÍNDICE DE TABLAS.....</b>	<b>ix</b>
<b>RESUMEN.....</b>	<b>x</b>
<b>IDENTIFICACION DEL PROBLEMA.....</b>	<b>xi</b>
<b>OBJETIVOS.....</b>	<b>xii</b>
<b>INTRODUCCIÓN.....</b>	<b>13</b>
<b>CAPÍTULO I</b>	
<b>ANTECEDENTES.....</b>	<b>16</b>
1.1 INTRODUCCIÓN A LOS ANTECEDENTES.....	16
1.2 ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES DE CU-AL <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	17
1.3 PROPIEDADES DE COBRE ENDURECIDO POR DISPERSIÓN DE AL <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , PREPARADO POR ALEADO MECÁNICO.....	18
1.4 COMPUESTOS DE MATRIZ DE COBRE CON REFUERZO CERÁMICO.....	19
<b>CAPITULO II</b>	
<b>FUNDAMENTO TEORICO.....</b>	<b>22</b>
2.1 COBRE (Cu).....	22
2.1.1 Características físicas del Cobre.....	23
2.1.2 Características mecánicas.....	24
2.2 ALÚMINA (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ).....	24
2.2.1 Definición.....	25
2.2.2 Tipos de Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	25
2.2.2.1 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> activada o adsorbente.....	25
2.2.2.2 Alfa (α) Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	26
2.2.2.3 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> tabular.....	27
2.2.2.4 Beta Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (β).....	27
2.2.2.5 Gama Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (γ).....	27



2.2.3 Tipo de material y estructura cristalina .....	27
2.2.4 Propiedades de la $Al_2O_3$ .....	28
2.3 METALURGIA DE POLVOS (PULVIMETALURGIA).....	29
2.3.1 Proceso de la metalurgia de polvos.....	30
2.4 MECANISMOS DE DEFORMACIÓN.....	34
2.4.1 Microfracturación, cataclasis y deslizamiento friccional.....	35
2.4.2 Maclado mecánico y torsión.....	36
2.4.3 Deslizamiento por disolución.....	37
2.4.4 Deslizamiento por dislocación.....	38
2.5 MATERIALES COMPUESTOS.....	40
2.5.1 Clasificación de los materiales compuestos.....	42
2.5.2 Temperaturas de trabajo de los materiales compuestos.....	44
2.5.3 Tipos de materiales compuestos.....	45
2.5.3.1 <i>Materiales compuestos laminados</i> .....	45
2.5.3.2 <i>Materiales compuestos reforzados con partículas</i> .....	45
2.5.3.3 Materiales compuestos reforzados con Fibras.....	48
2.5.3.4 <i>Materiales compuestos reforzados por dispersión</i> .....	48
2.5.3.5 <i>Materiales compuestos matriz metálica</i> .....	49
2.5.4 Interface matriz-refuerzo.....	50
2.6 CLASIFICACIÓN DE LAS INCLUSIONES.....	51
2.7 MÉTODOS CONVENCIONALES DE REFORZADO.....	52
2.8 COMPUESTOS MATRIZ METÁLICA: PROPIEDADES Y COMPORTAMIENTO.....	54
2.9 ALEADO MECÁNICO.....	55
<b>CAPITULO III</b>	
<b>DESARROLLO EXPERIMENTAL.....</b>	<b>57</b>
3.1 LUGAR DONDE SE DESARROLLÓ LA INVESTIGACIÓN Y EQUIPO UTILIZADO .....	57
3.2 PREPARACIÓN DE MUESTRAS.....	58



3.2.1 Pesado de polvos.....	58
3.2.2 Mezclado.....	61
3.2.3 Compactado.....	61
3.2.4 Medición.....	62
3.2.5 Sinterizado.....	64
3.2.6 Corte de muestras.....	66
3.3 PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS PARA PRUEBAS METALOGRAFICAS.....	67
3.3.1 Pulido de las muestras.....	69

## **CAPITULO IV**

<b>TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN.....</b>	<b>72</b>
4.1 MICROSCOPIA ÓPTICA .....	72
4.2 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO.....	75
4.2.1 Espectroscopia de energía dispersa de rayos X .....	78
4.3 DUREZA.....	80
4.3.1 Definición.....	80
4.3.2 Ensayos de microdureza.....	81
4.3.3 Tipos de ensayo de dureza.....	82
4.4 ANALISIS DE IMÁGENES.....	84
4.4.1 Granulometría.....	84

## **CAPITULO V**

<b>RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS.....</b>	<b>87</b>
5.1 PARTÍCULAS DE COBRE Y $Al_2O_3$ ANALIZADAS EN MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO.....	87
5.2 RESULTADOS DE MICROSCOPIA OPTICA.....	89
5.3 RESULTADOS DE MICROSCOPIA ELECTRONICA DE BARRIDO.....	94
5.4 RESULTADOS DE LOS ENSAYOS DE DUREZA.....	101
5.4.1 Comparación de dureza vs temperatura.....	106





---

5.4.2 Reprensadas $\text{Al}_2\text{O}_3$ 300nm.....	108
5.5 RESULTADOS OBTENIDOS POR ANALISIS DE IMÁGENES.....	110
<b>CONCLUSIONES.....</b>	<b>118</b>
<b>PERSPECTIVAS.....</b>	<b>121</b>
<b>REFERENCIAS.....</b>	<b>122</b>
<b>ANEXOS.....</b>	<b>125</b>



## INDICE DE FIGURAS

**Figura 1.1** Piezas elaboradas mediante la metalurgia de polvos

**Figura 2.1** Estructura cristalina del Cobre

**Figura 2.2** Estructura de la alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )

**Figura 2.3** estructura de la  $\text{Al}_2\text{O}_3$

**Figura 2.4** Mapa de deformación en el que se muestran las condiciones aproximadas de temperatura y esfuerzo diferencial a las que cada mecanismo de deformación domina

**Figura 3.1** Bascula gravimétrica

**Figura 3.2** Prensa hidráulica

**Figura 3.3** Vernier Electrónico marca Mitatoyo

**Figura 3.4** Horno para el sinterizado

**Figura 3.5** Cortadora de diamante

**Figura 3.6** Muestra sinterizada

**Figura 3.7** Corte del molde para obtener la muestra en la resina.

**Figura 3.8** Instalación del molde para el vaciado

**Figura 3.9** Resina y acelerador

**Figura 3.10** Mezclado de la resina con el acelerador

**Figura 3.11** Vaciado de la mezcla al molde que contiene la muestra del componente.

**Figura 3.12** Sacar del molde la muestra de resina que contiene el compuesto.

**Figura 3.13** Muestra en la resina.

**Figura 3.14** Pulidora Struers Rotopool

**Figura 3.15** Secadora de probetas metalográficas (specimen dryer)

**Figura 3.16** Muestra pulida a espejo

**Figura 3.17** Diagrama donde se muestra el procedimiento para la elaboración de las muestras de  $\text{Cu-Al}_2\text{O}_3$

**Figura 4.1** Esquema de un microscopio de luz reflejada. Microscopio metalográfico.



**Figura 4.2** Microscopio Óptico

**Figura 4.3** Esquema del funcionamiento interno del Microscopio Electrónico de Barrido. <sup>[20]</sup>

**Figura 4.4** Esquema de la información que se puede obtener según la radiación que emite la muestra. <sup>[20]</sup>

**Figura 4.5** Microscopio Electrónico de Barrido

**Figura 4.6** Tipos de penetradores o indentadores para el ensayo de dureza

**Figura 4.7** Dimensiones de Prueba de dureza Vickers.

**Figura 4.8** Microdurómetro

**Figura 4.9** Diagrama del proceso para caracterizar las muestras de Cu-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

**Figura 5.1** Micrografías del Cobre a diferentes aumentos a) 150x, b) 1500x y c) 1000x

**Figura 5.2** Micrografías de la Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 300nm diferentes aumentos a) 250x, b) 1000x y c) 30000x

**Figura 5.3** Micrografías de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> de 40 nm diferentes aumentos a) 300x, b) 1000x, c) 1900x y d) 7500x donde se observan las aglomeraciones de partículas pequeñas que forman las esferas grandes.

**Figura 5.4** a, b y c micrografías de las muestras que contienen 100% Cu

**Figura 5.5** en las micrografías a, b, c, d, e, f y g se muestran las características que se presentan con los dos tipos de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> utilizada en este trabajo

**Figura 5.6** Las micrografías a, b, c y d muestran el crecimiento de grano para el compuesto, conteniendo 1.5% de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

**Figura 5.7** en las micrografías a y b se muestra el crecimiento de grano con orientación al azar, para el compuesto, conteniendo 1% de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

**Figura 5.8** se presentan las micrografías a, b y c donde se puede observar de manera cualitativa o semicuantitativa que el tamaño de grano en las muestras sin sinterizar se encuentra entre 5 y 10 micrómetros, a diferencia de las que si están sinterizadas en las cuales los tamaños pueden llegar a ser de entre 10 y 30 micrómetros.



**Figura 5.9** se presentan las micrografías a, b y c donde se puede observar de manera cualitativa o semicuantitativa el tamaño de grano en las muestras sin sinterizar.

**Figura 5.10.** En las micrografías a, b, c y d se muestra la  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de 40 nanómetros que se aloja principalmente dentro de los poros y los límites de grano como aglomeración aparentando ser un solo grano de mayor tamaño ( $5\mu$ ), muestras A5, A6, A7 y A8.

**Figura 5.11** En las micrografías a, b, c y d se presentan pequeños granos de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  que se aloja principalmente dentro de los poros y los límites de grano muestras A2, A3, A4 y B1.

**Figura 5.12** Imágenes de mapeo (a y b) donde el cobre, el aluminio y el oxígeno se encuentran representados por los puntos color rosa, naranja y morado respectivamente. Donde las imágenes (a) corresponden a la  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de 300 nanómetros y (b) a la  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de 40 nanómetros.

**Figura 5.13** Micrografías de muestras sin reprensado a, c, y e) y reprensadas b, d y f).

**Figura 5.14** la variación de la dureza con respecto al porcentaje de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de 300 nm según la temperatura de sinterizado.

**Figura 5.15** variación de la dureza con respecto al porcentaje de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de 40 nm según la temperatura de sinterizado.

**Figura 5.16** variación de la dureza con respecto a la temperatura de sinterizado

**Figura 5.17** variación de la dureza con respecto a la temperatura de sinterizado y al tipo de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (40 nm y  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de 300 nm)

**Figura 5.18** se observa al igual que la anterior las muestras presentan mayor dureza cuando contiene  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de 40 nm que cuando contienen  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de 300 nm.

**Figura 5.19** Figura 5.19 comparación de las muestras sometidas a sinterizado de  $840^\circ\text{C}$  prensadas vs las muestras reprensadas.

**Figura 5.20** comparación de las muestras sinterizadas a  $840^\circ\text{C}$  prensadas vs las muestras reprensadas, esto para tamaños de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de 40 nm en matriz de Cobre.



**Figura 5.21** Tamaños promedio de poros de las muestras con 1, 1.5 y 2% de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de 300nm en relación a la temperatura de sinterizado.

**Figura 5.22** Ampliación de la figura (grafica) 5.18 se obtiene la 5.22 donde se encuentra la variación del tamaño de poro solamente en las muestras que si estuvieron sometidas a tratamiento térmico.

**Figura 5.23** Tamaños promedio de poros de las muestras con 1, 1.5 y 2% de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de 40nm en relación a la temperatura 0 °C (en verde).

**Figura 5.24** Ampliación de la figura 5.23, donde se observar que las muestras que contienen 1% de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  son las que presentan un tamaño promedio de poro más pequeño. Y las que tienen mayor tamaño promedio de poro son las muestras que contienen 2 y 1.5% de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  que están tratadas a 840°C.

**Figura 5.25** muestras que con respecto a la cantidad de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  y a la temperatura de sinterizado tienen un tamaño de poro promedio mayor y un tamaño promedio de poro menor (1.5% de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  y la que no tiene tratamiento térmico respectivamente) graficas a), b), c) y d).



---

## INDICE DE TABLAS

**Tabla 1.1** Comparacion de producción relativa para algunos de los polvos metálicos más comunes.

**Tabla 2.1** Temperatura de sinterizado para algunos materiales

**Tabla 2.2** Clasificación de inclusiones

**Tabla 3.1** Materiales, reactivos y equipos utilizados para la obtención de muestras de materiales compuestos.

**Tabla 3.2** identificación de las muestras según sus características

**Tabla 3.3** Porcentaje de Cu y de los dos tipos de  $Al_2O_3$

**Tabla 3.4** Presentan las dimensiones y masa de muestras.

**Tabla 3.5** Temperaturas de sinterizado

**Tabla 5.1** Promedio de dureza obtenido de las muestras ensayadas



## RESUMEN

Con la aplicación de la tecnología de metalurgia de polvos, se fabricaron entre otros materiales, piezas de cobre y aleaciones de cobre por prensado y sinterizado de las mismas (Cu-Sn, Cu-Zn). Los polvos secos y clasificados por tamaño se comprimieron en moldes para luego calentarse a temperaturas elevadas, inferiores a la temperatura de fusión de los componentes.

Por otro lado los materiales compuestos están formados por la combinación de dos o más materiales para obtener determinadas propiedades (físicas, químicas, etc.) tales que sean superiores a aquellas de sus constituyentes. Los materiales compuestos de interés en el presente trabajo fueron los materiales compuestos de matriz metálica.

El propósito de esta investigación es el aportar conocimientos sobre el comportamiento de los materiales compuestos cobre-partículas de alúmina, para lo cual se utilizó la tecnología de metalurgia de polvos en la elaboración de dichos materiales. Se obtuvieron muestras con diferentes concentraciones de Cu y  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , mismas que se prensaron a  $4 \text{ ton/cm}^2$  (para adoptar una forma cilíndrica), posteriormente fueron sinterizadas a diferentes temperaturas (840, 870 y  $900 \text{ }^\circ\text{C}$ ), y una vez que se obtuvieron las muestras con la forma deseada se reprensaron sobre la base del cilindro a  $7 \text{ ton/cm}^2$  algunas de ellas.

Se caracterizaron las muestras obtenidas por Microscopia Óptica y por Microscopia Electrónica de Barrido, para observar la morfología de la estructura desarrollada y obtener el tamaño de grano de la matriz mediante análisis de imágenes, así mismo se les realizaron pruebas mecánicas en modo de dureza. Los resultados fueron analizados y discutidos, obteniéndose conclusiones presentadas en este trabajo; desde como elaborar una aleación mediante la técnica de metalurgia de polvos y caracterizándola con las pruebas ya antes mencionadas.



## IDENTIFICACION DEL PROBLEMA

Uno de los principales mecanismos de endurecimiento en ciertas aleaciones ocurre a través del tratamiento térmico de solución sólida y envejecimiento, el cual consiste en añadirle pequeñas cantidades de ciertos átomos de otro elemento químico (normalmente metálico) de tal manera que por medio de calentamiento de la aleación formada se puedan poner en solución dentro del metal solvente los átomos de soluto y posteriormente inmediatamente se le da un enfriamiento rápido, se mantienen las condiciones de "desorden" o solución a temperatura ambiente; a continuación se da un tratamiento de envejecimiento que consiste en un calentamiento de la aleación a temperaturas relativamente bajas, de tal manera que permita la precipitación y dispersión uniforme de precipitados coherentes y uniformes, elevando de esta manera sus propiedades mecánicas.

Sin embargo el uso de estas aleaciones y este tipo de tratamientos de endurecimiento a altas temperaturas, provoca que se origine un proceso de sobre envejecimiento por coalescencia y crecimiento de estos precipitados, provocando una disminución de las propiedades mecánicas de dureza. De ahí la propuesta de incorporar partículas nanométricas de alta dureza y estabilidad como son los óxidos metálicos (alúmina) para lograr una elevación de dichas propiedades mecánicas aun a altas temperaturas.





## OBJETIVOS

Los objetivos planteados para la realización del presente trabajo son:

### *OBJETIVO GENERAL*

Estudiar las propiedades físico - mecánicas (morfología, estructura y dureza) de un compuesto de polvos de  $\text{Cu-Al}_2\text{O}_3$  con diferentes concentraciones de los constituyentes, para lo cual se prepararon muestras mediante el método de metalurgia de polvos, y se utilizaron pruebas experimentales, para su caracterización y evaluación.

### *OBJETIVOS PARTICULARES*

- I. Obtener un material compuesto mediante el proceso de metalurgia de polvos, con diferentes composiciones de Cobre y de Alúmina ( $\text{Cu-Al}_2\text{O}_3$ ).
- II. Una vez obtenidas las muestras con las condiciones que se requieran, analizar su dureza antes y después del sinterizado.
- III. Mediante un estudio de análisis de imágenes, analizar la morfología y tamaño de grano del compuesto antes y después del sinterizado.
- IV. Determinar las concentraciones de los constituyentes ( $\text{Cu-Al}_2\text{O}_3$ ) y la temperatura de sinterizado adecuada para que el compuesto presente mejores propiedades mecánicas y físicas.
- V. Desarrollar un método apropiado y sencillo para obtener un compuesto  $\text{Cu-Al}_2\text{O}_3$  con buenas propiedades tanto físicas como mecánicas.



## INTRODUCCIÓN

El uso de los metales en polvos se remonta a varios centenares de años. Se sabe que los Incas utilizaron polvo de Oro para elaborar joyas, los egipcios (3000 AC) polvo de Fierro, indúes (300 DC) formaron una columna de Fe de más de 6 ton de polvo de Fe reducido. En 1800 Rusia e Inglaterra lo utilizaron para la fabricación de piezas de Pt forjadas y monedas de Cu, Ag y Pb prensadas y sinterizadas, en 1910 Coolidge fabricó el primer hilo de W para bombillas incandescentes (para Edison), en 1940 se realizaron nuevas aleaciones basadas en W y aleaciones de Fe con otros metales refractarios (Nb, W, Mo, Zr y Ti). Pero fue apenas en el siglo pasado que, impulsada por los avances tecnológicos de la segunda guerra mundial, la industria de la metalurgia de polvos (pulvimetalurgia) se creó como tal.

Desde entonces y gracias a sus continuos avances, la calidad y utilidad de sus productos, la metalurgia de polvos ha crecido más rápidamente que cualquier otro proceso de manufactura de piezas metálicas.

Dentro de las aplicaciones del cobre se destacan aquéllas que tienen relación con sus buenas propiedades eléctricas y térmicas; sin embargo sus propiedades mecánicas son relativamente bajas. Es por este motivo que se han desarrollado una serie de aleaciones de cobre, de alta resistencia; sin embargo, desgraciadamente presentan propiedades térmicas bajas en relación a aquéllas del cobre puro <sup>[1]</sup>.

Por otra parte, el desarrollo de aleaciones en base cobre de alta resistencia a temperaturas elevadas es poco promisorio debido a que los precipitados de estas aleaciones, a altas temperaturas, tienden a la coalescencia y/o disolución. Con la finalidad de superar estos inconvenientes, se han desarrollado las llamadas aleaciones endurecidas por dispersión.



Estos materiales presentan una combinación única de alta resistencia mecánica y altas conductividades eléctrica y térmica. Adicionalmente, estas propiedades se mantienen incluso después de exposiciones a temperaturas cercanas al punto de fusión del cobre puro (sinterizado). Mediante la adición de dispersoides termodinámicamente estables, que no coalescen y no se disuelven a temperaturas altas, producen en el cobre excelentes propiedades mecánicas.

Estas partículas deben encontrarse uniformemente distribuidas y deben ser lo suficientemente pequeñas para que con fracciones volumétricas bajas, el espaciado entre ellas produzca un efecto de endurecimiento notable. Las partículas finas deben mantener su espaciado y tamaño originales a temperaturas altas. Los métodos comúnmente usados en la obtención de aleaciones endurecidas por dispersión son, entre otros, mezcla mecánica, descomposición de sales, oxidación interna, reducción selectiva y aleación mecánica.

La importancia de realizar el presente trabajo es estudiar el comportamiento mecánico de cobre endurecido por dispersión con partículas de alúmina aleadas mecánicamente a partir de sus componentes en forma de polvos.

En el presente trabajo se utilizó el proceso de metalurgia de polvos desde sus inicios (el polvo metálico), para obtener muestras a partir de la compactación de polvos y la unión térmica de las partículas de polvo a elevadas temperaturas mediante el sinterizado para obtener un compuesto de  $\text{Cu-Al}_2\text{O}_3$

Los capítulos I y II introducen al tema de los materiales compuestos que son aquellos que están formados por la combinación de dos o más materiales para obtener propiedades superiores a aquellas de sus constituyentes. También se presenta la técnica de metalurgia de polvos utilizada en este trabajo para la elaboración de los compuestos y se da una breve descripción del Cu y la  $\text{Al}_2\text{O}_3$  mencionando sus principales características y aplicaciones.



Los capítulos III y IV tratan sobre el desarrollo experimental y se da una explicación de las técnicas usadas para el análisis de las muestras obtenidas del compuesto Cu-  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , desde la preparación de las muestras hasta el análisis por Microscopía Óptica y Microscopía Electrónica de Barrido y realizar pruebas de dureza y análisis de imágenes.

El capítulo V presenta los resultados obtenidos mediante los ensayos de Microscopía Óptica, Microscopía Electrónica de Barrido, ensayos de dureza y análisis de imágenes.

Para terminar se mencionan las conclusiones a las que se llegó una vez analizado los resultados experimentales, de las propiedades estudiadas de los materiales obtenidos además de analizar la relación que existe entre las diferentes variables y las perspectivas que se tiene a futuro con la continuación del trabajo.



# CAPITULO I

## ANTECEDENTES

### 1.1 INTRODUCCIÓN A LOS ANTECEDENTES

Debido a sus atractivas propiedades mecánicas a altas temperaturas el compuesto Cu- Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ha sido el foco de numerosas aplicaciones, e investigaciones debido a que provee muchas ventajas como lo son fuerza y resistencia, alta conductividad eléctrica y térmica. El compuesto de Cu- Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ha sido fabricado por varios métodos como lo son: el fundido convencional, sinterizado y compactación de polvos y oxidación interna. <sup>[2,3]</sup>

Se han fabricado piezas de cobre y aleaciones de cobre por prensado y sinterización en caliente de polvos. Estos polvos se fabrican por atomización de cobre fundido o por precipitación química o electroquímica a partir de una solución acuosa de sales de cobre. Los polvos secos y clasificados por tamaño se comprimen en moldes y luego se calientan los comprimidos a temperaturas elevadas, inferiores a la temperatura de fusión. De este modo se logran buenas tolerancias dimensionales que hacen innecesario en ocasiones, el mecanizado.

Entre las primeras piezas fabricadas deben mencionarse los bujes porosos para descansos y bujes de bronce grafitado, ambos usados en descansos autolubricantes. Un material nuevo obtenido por esta vía es el cobre endurecido por dispersión con Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> o de carburo de tantalio con fines particulares.

En la tabla 1.1 se muestra la producción mundial de algunos de los polvos metálicos más comunes. La producción de una gran cantidad de estos polvos hace referencia a la importancia de ellos en cuanto a usos y aplicaciones, de ahí que los de mayor importancia según dicha tabla son el hierro y el acero, pero se observa que también el Cu ocupa un lugar importante en cuanto a la producción de polvos.



Tabla 1.1 Comparación de producción relativa para algunos de los polvos metálicos más comunes. <sup>[4]</sup>

## 1.2 ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES DE CU- $\text{Al}_2\text{O}_3$

Por muchos años la industria permanentemente demanda materiales con alta conductividad térmica en combinación con altas propiedades mecánicas a elevadas temperaturas. Las aleaciones base Cobre, debido a su excelente conductividad eléctrica y térmica, son especialmente convenientes para estas aplicaciones. El desarrollo de aleaciones de Cobre con altas propiedades mecánicas a elevadas temperaturas es complicado ya que estas aleaciones son endurecidas por envejecimiento y tienden a la disolución de precipitados a esas temperaturas.

La adición de dispersoides termodinámicamente estables, los cuales son resistentes a la disolución a elevadas temperaturas, puede resultar con excelentes propiedades mecánicas de aleación de Cobre.



Asumiendo que el tamaño de los dispersoides es menor a 50  $\mu\text{m}$  con, una pequeña trayectoria libre entre partículas dispersas, altos esfuerzos se pueden alcanzar debido a estos defectos. [5]

Las propiedades mecánicas de cobre endurecido por dispersión de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , han sido estudiadas así como el material obtenido mediante molienda reactiva de polvos de Cu y Al y mediante extrusión. Las mezclas de polvos de Cu y  $\text{Al}_2\text{O}_3$  fueron atricionadas, compactadas en frío y extruidas a 700 °C. Se efectuaron recocidos entre 400 °C y 900 °C y se midió su dureza a temperatura ambiente.

Los resultados indican que la dureza del cobre atricionado y extruido, aumenta al incrementar el contenido de aluminio: 40-48 RB (Dureza Brinell), para 0%p Al; 73-74 RB para 0.47%p Al; y 78-89 RB para 1.18%p Al.

La resistencia al ablandamiento en caliente también aumenta al incrementarse el contenido de Al: para el Cu solo, la dureza se mantiene aproximadamente constante hasta 500 °C; con la adición de 0.47%p Al esta temperatura aumenta a 600 °C y 700 °C; con 1.18%p Al aumenta a 900 °C. Los resultados de ensayos de tracción se explican en términos de los mecanismos de refuerzo involucrados.

### 1.3 PROPIEDADES DE COBRE ENDURECIDO POR DISPERSIÓN DE $\text{Al}_2\text{O}_3$ , PREPARADO POR ALEADO MECÁNICO.

Se ha estudiado la resistencia al ablandamiento en caliente de cobre endurecido por dispersión de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , obtenido por mezcla mecánica en un molino de alta energía. El comportamiento de la resistencia al ablandamiento de estos materiales, es evaluado a través de su dureza tras recocidos de 1 h entre 400 y 900 °C. La dureza de estos materiales se mantiene aproximadamente constante hasta 700 °C, para luego disminuir, con una pendiente determinada por las características microestructurales.



El análisis mediante Microscopia Electrónica de Transmisión de las muestras extruidas, revela una estructura fina de subgranos con tamaños del orden de 0.3-0.5  $\mu\text{m}$ .<sup>[6]</sup>

La aleación mecánica ha sido uno de los nuevos métodos de proceso de polvos metálicos en estado sólido. Esta técnica es una alternativa para los métodos tradicionales donde la producción de los materiales es realizada por síntesis a altas temperaturas. Materiales nanoestructurales son formados por aleación mecánica.

Una de las ventajas de esta técnica de síntesis es que pueden ser producidas a relativamente bajas temperaturas y económicamente más baratas que los métodos convencionales<sup>[7]</sup>.

Las aleaciones de cobre endurecidas por dispersión de cerámicas nanométricas se utilizan como electrodos para soldadura, interruptores de alto desempeño, electromotores e intercambiadores de calor, entre otros.

Las aplicaciones de estos materiales se basan en su alta conductividad eléctrica y/o térmica (proveída por la matriz de cobre) junto con una alta resistencia mecánica a altas temperaturas. Esto último se logra mediante el endurecimiento por dispersión y retención del tamaño fino del grano y subgrano, proporcionados por la dispersión de cerámicas insolubles y estables termodinámicamente.<sup>[8]</sup>

#### 1.4 COMPUESTOS DE MATRIZ DE COBRE CON REFUERZO CERÁMICO

Motivados por la reducción de peso y el aumento de fiabilidad del sector aeroespacial, durante los últimos años se han detectado las ventajas de los compuestos de matriz de Cu que pueden ofrecerse en numerosas aplicaciones.<sup>[9]</sup>





El procesamiento de composites con refuerzo discontinuo, se hace generalmente por Metalurgia de Polvos. Particularmente, en la ex Unión Soviética han sido patentados procesos por Metalurgia de Polvos para productos Cu/grafito para aplicación en contactos eléctricos. En los Estados Unidos (Metcer Technology) se han desarrollado composites de Cu/W por Metalurgia de polvos para obtener alta resistencia mecánica sin ceder en conductividad térmica para ser utilizados en soportes de circuitos electrónicos.

Actualmente, en algunas universidades de EEUU, Corea, España y Francia, se encuentran en estudio composites obtenidos por fundición de matriz de Cu con refuerzos discontinuos ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ , SiC, grafito) debido al atractivo económico que estos presentan. <sup>[10]</sup>

Algunos productos fabricados por metalurgia de polvos se muestran en la figura (figura 1.1):

- Filtros metálicos
- Carburos cementados
- Placas de batería
- Cables y alambres para uso magnético
- Engranés y rotores para bombas
- Escobillas para motores
- Cojinetes porosos
- Magnetos
- Contactos eléctricos





## CAPITULO II

### FUNDAMENTO TEÓRICO

#### 2.1 COBRE (Cu)

El **cobre** es un elemento metálico, que provino de las profundidades de la Tierra hace millones de años, impulsado por los procesos geológicos que esculpieron nuestro planeta. Al llegar cerca de la superficie dio origen a diversos tipos de yacimientos. En su manifestación más evidente aparece en vetas con muy alto contenido de cobre, e incluso como **cobre nativo o natural**. Pero estos depósitos de cobre en estado natural o de muy alta pureza abastecieron a la humanidad durante largo tiempo, y después de miles de años se agotaron.

El cobre nativo, primer metal usado por el hombre, era conocido por algunas de las más antiguas civilizaciones de las que se tiene noticia y ha sido utilizado desde al menos hace 10.000 años aunque el descubrimiento accidental del metal bien pudo producirse varios milenios antes. Hacia el 5.000 a.C ya se realizaba la fusión y refinamiento del cobre a partir de óxidos como malaquita y azurita. Se han recuperado monedas, armas y utensilios domésticos hechos de cobre y bronce de 3.000 a.C., incluso tuberías de cobre.

En la actualidad, la mayor parte del cobre disponible aparece disperso en grandes áreas, mezclado con material mineralizado y con roca estéril. Estos son los yacimientos porfíricos, que sólo pudieron ser explotados cuando se desarrollaron las tecnologías metalúrgicas necesarias para separar y recuperar el metal. Hay una gran cantidad de compuestos que contienen Cobre, que se clasifican en dos grupos: los minerales sulfurados y los minerales oxidados.

El porcentaje de Cobre presente en estos minerales es conocido por los especialistas como 'ley de Cobre', y su valor es variable. En algunos yacimientos esa ley es de 1 a 1,8%, y con frecuencia resulta menor, así que la mayor parte del material explotado en las minas es desechado.



El cobre, de símbolo Cu, es el elemento químico de número atómico 29. Se trata de un metal de transición de color rojizo y brillo metálico que, junto con la plata y el oro, forma parte de la llamada familia del cobre, caracterizada por ser los mejores conductores de electricidad. Gracias a su alta conductividad eléctrica, ductilidad y maleabilidad, se ha convertido en el material más utilizado para fabricar alambres eléctricos y otros componentes eléctricos y electrónicos. Las principales características del Cobre son:

### 2.1.1 Características físicas del Cobre

Entre las características físicas del cobre se tienen las siguientes:

- Estructura FCC (figura 2.1)
- Parámetro de red  $a=3.6078 \times 10^{-8}$  cm
- Grupo espacial Fm 3m
- Se puede encontrar en estado puro
- Tiene una densidad o peso específico de  $8920 \text{ kg/m}^3$ .
- Tiene un punto de fusión de  $1083^\circ\text{C}$ .
- Punto de ebullición es de unos  $2567^\circ\text{C}$
- El peso atómico del cobre es de 63,54.
- Es de color rojizo.
- Buen conductor del calor. Calor específico de 0 a  $100^\circ\text{C}$   $0.092 \text{ cal/g } ^\circ\text{C}$
- Después del oro y la plata es el que conduce mejor el calor y la electricidad.
- Tenaz
- Dúctil y maleable

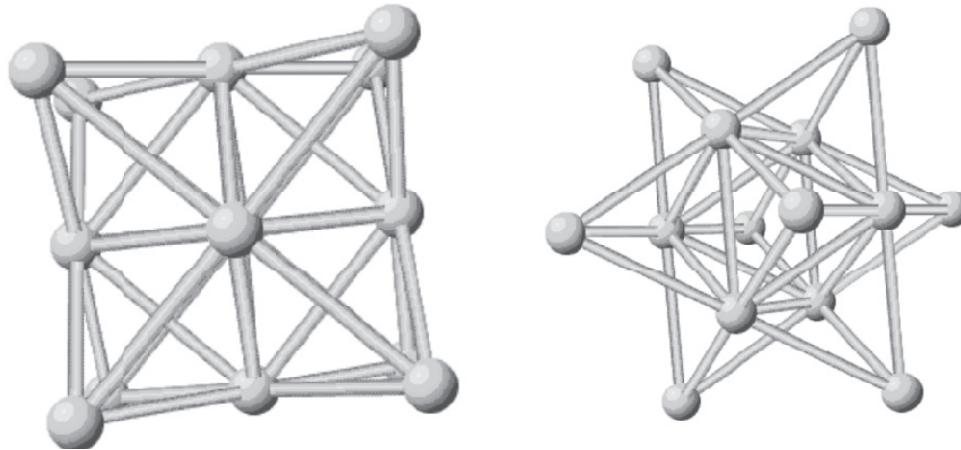


Figura 2.1 Estructura cristalina del Cobre

### 2.1.2 Características mecánicas

Entre las características mecánicas del cobre se tienen las siguientes:

- De fácil mecanizado.
- Dureza 49 a 87 HV kgf/mm<sup>2</sup>
- Muy maleable, permite la producción de láminas muy delgadas.
- Muy dúctil, permite la fabricación de cables eléctricos muy finos.
- Material blando. Escala de Mohs 3.
- Permite la fabricación de piezas por fundición y moldeo.
- Material soldable.
- Permite tratamiento térmico. (Temple y recocido).

### 2.2 ALÚMINA (AL<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)

La alúmina (**Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>**) es un material cerámico muy versátil, sus propiedades la hacen especialmente apta para aplicaciones en donde la temperatura es un factor crítico, además de su relativa facilidad para adaptarse a diversos trabajos y usos.



Su dureza ha permitido darle forma a la industria del abrasivo, que es de las más antiguas y rentables ya que en el mundo, en un momento determinado alguna empresa está utilizando un abrasivo para dar forma a piezas de manufactura.

### 2.2.1 Definición

Alúmina es el óxido de aluminio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ). Junto con la sílice, es el ingrediente más importante en la constitución de las arcillas y barnices. La  $\text{Al}_2\text{O}_3$  se halla también en forma de óxidos hidratados que son los componentes de la Bauxita y de la laterita (esta consta principalmente de hidróxidos aluminico y férrico, sílice y menores proporciones de otros óxidos).

La  $\text{Al}_2\text{O}_3$  fundida y vuelta a cristalizar es idéntica en sus propiedades químicas y físicas al corindón natural. Sólo le superan en dureza el diamante y algunas sustancias sintéticas, particularmente entre otros el carborundo o carburo de silicio.

### 2.2.2 Tipos de $\text{Al}_2\text{O}_3$

#### 2.2.2.1 $\text{Al}_2\text{O}_3$ activada o adsorbente

La  $\text{Al}_2\text{O}_3$  activada es una forma porosa y adsorbente que se produce calentando los hidratos a temperatura de superficie para expulsar la mayor parte del agua combinada. La sustancia comercial viene en granos gruesos, en terrones, bolas y tabletas de diversos tamaños y tienen entre 100 y 400  $\text{m}^2$  de área por gramo.

La  $\text{Al}_2\text{O}_3$  activada es un material con buenas propiedades de adsorción de fluoruros del agua y constituyen el material adsorbente mas usado para este fin.

Los tipos muy adsorbentes o aluminas activadas se expanden en forma granular y de tabletas de tamaño apropiado para lechos catalizadores fijos.



La magnitud de su superficie depende del método de preparación y del grado de activación. La mayoría de los tipos contienen carbonato sódico como impureza, pero en algunas variedades solo llega al 0.1% o menos. Algunas aluminas activadas tienen resistencia excepcional al calor y conservan su área a 800°C.

#### 2.2.2.2 Alfa ( $\alpha$ ) $\text{Al}_2\text{O}_3$

La  $\text{Al}_2\text{O}_3$  se usa principalmente para la obtención de aluminio metálico. A causa de la gran proporción de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  que contiene la bauxita, y de que se puede refinar económicamente, esta es la principal sustancia comercial de la que se obtiene esta  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Se produce  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  sin otras fases cristalinas cuando por varias horas se calienta cualquiera de las alúminas hidratadas puras o  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  a 1250°C o más.

Uno de los caracteres notables de la  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  es su dureza, 9 de la escala de Mohs, por consiguiente, puede servir bien como abrasivo.

Entre otras aplicaciones de la  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  son de mencionar su empleo para lechos en el tratamiento de aceros especiales de aleación, como fundente en la fusión de aceros especiales, componente de vidrios de poca dilatación térmica y de vidriados para porcelana y como materia prima para la fabricación de porcelanas dentales. Con poca proporción de carbonato sódico se usa como material refractario para aisladores eléctricos, en los que conviene que no haya carbonato.

Esta es la  $\text{Al}_2\text{O}_3$  utilizada para este trabajo la cual tiene las siguientes características: su estructura es Cubica Centrada en las Caras (FCC), con un parámetro de red de 7.924 Å.



### 2.2.2.3 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tabular

La Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tabular es una variedad porosa de poca área, que conserva su porosidad a temperaturas comprendidas en el intervalo de fusión de la Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

Tiene aplicación en la fabricación de ladrillos de alta calidad y formas para hornos de fusión de metales, tanques de vidrio, boquillas de quemadores y usos similares en rudas condiciones de servicio. La Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tabular es un material excelente para cuerpos de aisladores eléctricos para la industria del radio y para cuerpos de aisladores de bujías de encendido para aeroplanos y automóviles.

### 2.2.2.4 Beta (β) Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Hay referencias de una forma llamada β- Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, pero Ridgway y sus colaboradores observaron que esta Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> solo se forma en presencia de un álcali; por consiguiente, es esencialmente un aluminato cuya composición aproximada es Na<sub>2</sub>O.11Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> o Na<sub>2</sub>O.12Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

### 2.2.2.5 Gama (γ) Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Cuando se calienta a temperatura suficientemente alta los trihidratos de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> o el alfa-monohidrato, pierden su agua combinada, y a 900°C se forma una nueva variedad cristalina de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> llamada γ- Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Calentando la Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> a más de 1000°C, se convierte en γ-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. En consecuencia la γ-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> es una forma cristalina intermedia del óxido. La formación de la γ-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> en la descomposición de un hidrato es progresiva, y la imagen de difracción de los rayos X cambia en complejidad y precisión de líneas al aumentarse la temperatura

### 2.2.3 Tipo de material y estructura cristalina

Los cristales de óxido de aluminio son normalmente hexagonales y de tamaño diminuto. Los tamaños mayores de los granos se forman de numerosos cristales, a diferencia de los grandes granos monocristalinos del carburo de silicio figura 2.2.



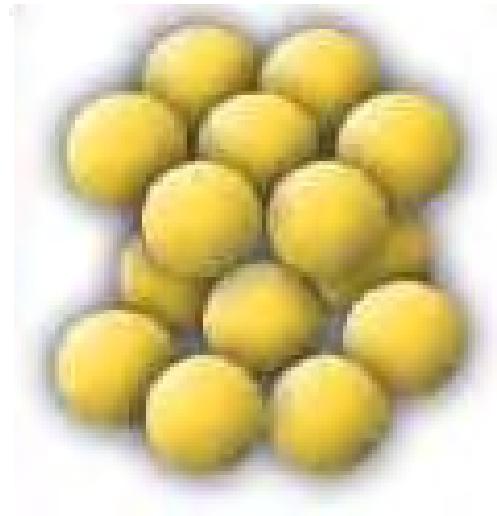
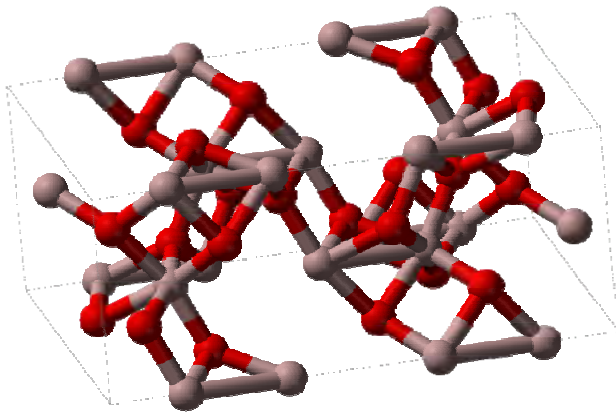


Figura 2.2 y 2.3 estructura de la Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

#### 2.2.4 Propiedades de la Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

- *Propiedades Físicas*

Se encuentra en forma de óxidos

Absorción de Agua – saturación 0 %

Densidad 3.9 g/cm<sup>-3</sup>

Porosidad Aparente 0 %

Estructura hexagonal

Punto de fusión 2072 °C

Conductividad Térmica 20 °C, 26-35 (W m<sup>-1</sup> K<sup>-1</sup>)

Punto de Recocido 2100 °C

Polvo de color blanco

- *Propiedades Mecánicas*

Material duro 9 en la escala de Mohs

Dureza – Vickers 1500-1650 kgf mm<sup>2</sup>

Módulo de Tracción 300-400 GPa

Resistencia a la Compresión 2200-2600 Mpa

Resistencia a la Tracción 260-300 MPa

No es maleable ni dúctil



### 2.3 METALURGIA DE POLVOS (PULVIMETALURGIA).

La metalurgia de polvos es un método para producir partes metálicas monolíticas, consiste en la compactación de polvos en moldes de la forma deseada la cual se calienta a continuación para permitir que la difusión y el sinterizado unan los granos y se forme una masa sólida.

El uso de los metales en polvos se remonta a varios centenares de años atrás. Pero fue apenas en el siglo pasado que, debido a avances tecnológicos de la segunda guerra mundial, la industria de la pulvimetalurgia se creó como tal.

Desde entonces y gracias a sus continuos avances y la calidad y utilidad de sus productos la metalurgia de polvos ha crecido en producción y desarrollo más rápidamente que cualquier otro proceso de manufactura de piezas metálicas.

En este proceso no siempre se utiliza el calor, pero cuando se utiliza este tiene que mantenerse por debajo de la temperatura de fusión de los metales a trabajar para llevarse a cabo la compactación y el sinterizado.

Cuando se aplica calor en el proceso subsecuente de la metalurgia de los polvos se le conoce como sinterizado, este proceso genera la unión de partículas finas con lo que se mejora la resistencia de los productos y otras de sus propiedades.

Las piezas metálicas producto de los procesos de la metalurgia de los polvos son producto de la mezcla de diversos polvos de metales que se complementan en sus características.

El metal en forma de polvo es más caro que en forma sólida y el proceso es sólo recomendable para la producción en masa de los productos, en general el costo de producción de piezas producto de polvo metálico es más alto que el de la fundición, sin embargo es justificable y rentable por las propiedades excepcionales que se obtienen con este procedimiento.



### 2.3.1 Proceso de la metalurgia de polvos

*Producción y caracterización de polvos.* El tamaño, forma y distribución de los polvos afectan las características de las piezas a producir, por lo que se debe tener especial cuidado en la forma en la que se producen los polvos. Las principales características de los polvos a considerar son:

*Forma.*- La forma del polvo depende de la manera en la que se produjo el polvo, está puede ser esférica, quebrada, dendrítica, plana o angular.

*Finura.*- La finura se refiere al tamaño de la partícula, se mide por medio de mallas, mismas que consisten en cribas normalizadas, las que se encuentran entre las 36 y 850 micras.

*Distribución de los tamaños de partículas.*- Se refiere a las cantidades de los tamaños de las partículas que participan en la composición de una pieza de polvo, esta distribución de tamaños tiene gran influencia en la fluidez y densidad de las partículas y en la porosidad final del producto. La medición de tamaño de partícula se hace en un Dispensor de Luz y una vez que se tiene la muestra lista mediante el método de Metalurgia de polvos (esto es para nuestro caso) se hace el análisis en Microscopía Óptica o Microscopía Electrónica de Barrido.

*Fluidez.*- Capacidad de un metal líquido para fluir y llenar la cavidad de un molde, si solidificarse de manera prematura.

*Propiedades químicas.*- Son características de reacción ante diferentes elementos. También se relacionan con la pureza del polvo utilizado.

*Compresibilidad.*- Es la relación que existe entre el volumen inicial del polvo utilizado y el volumen final de la pieza comprimida. Esta propiedad varía considerablemente en función del tamaño de las partículas de polvo y afecta directamente a la resistencia de las piezas.



*Densidad aparente.*- Se expresa en kilogramos por metro cúbico. Esta debe ser constante siempre, para que la pieza tenga en todas sus partes la misma cantidad de polvo.

*Facilidad de sinterización.*- La sinterización es la unión de las partículas por medio del calor. Dependerá del tipo de polvo que se esté utilizando, por lo que existen tantas temperaturas de sinterización como materiales utilizados.

Todos los metales pueden producirse en forma de polvo, sin embargo, no todos cumplen con las características necesarias para poder conformar una pieza. Los dos metales más utilizados para la producción de polvo para la fabricación de piezas son el cobre y el hierro. También se llegan a utilizar polvos de níquel, plata, tungsteno y aluminio.

Existen diferentes formas de producir polvos metalúrgicos dependiendo de las características físicas y químicas de los metales utilizados:

*Compactación.*-Consiste en la acción de comprimir al polvo que fluyó a un recipiente con la forma deseada de la pieza a producir. Como en el prensado, donde los polvos se prensan en moldes de acero con la forma requerida, la presión varía entre 1 y 4 ton. La mayoría de las prensas que fueron diseñadas para otros fines pueden ser utilizadas para la producción de piezas de polvo. Pueden utilizarse prensas hidráulicas, sin embargo es más común que se usen las mecánicas debido a su alta capacidad de producción.

*Sinterizado.* Es el proceso por medio del cual con el aumento de la temperatura, las partículas de los cuerpos sólidos se unen por fuerzas atómicas. Con la aplicación de calor, las partículas se adhieren entre si hasta su más mínimo contacto y la efectividad de las reacciones a la tensión superficial se incrementa.



Cualquier gas presente que interfiera con la unión es expulsado para tener una atmosfera inerte libre de gases. Las temperaturas para el sinterizado son menores a la temperatura de fusión del polvo de mayor concentración en la mezcla utilizada.

El proceso consiste en el calentamiento en horno con atmósfera controlada a una temperatura de alrededor del 75% de la de fusión (en nuestro caso la temperatura de fusión del Cobre es de 1084°C y la temperatura a la cual se llevó el sinterizado fue de 840, 870 y 900 °C). En general, los hornos son continuos con tres cámaras:

- En la *cámara de purga* se consume el aire y se volatilizan los lubricantes y aglutinantes al tiempo que se calienta lentamente el compactado.
- En la *cámara de alta temperatura* se produce la unión de las partículas de compactado por difusión en estado sólido.
- En la cámara de enfriamiento se hace descender la temperatura del producto ya sinterizado.

En todo el proceso, es fundamental mantener una atmósfera controlada para evitar la rápida oxidación de las pequeñas partículas metálicas al elevarse las temperaturas en presencia de oxígeno. Para ello, se emplean atmósferas reductoras comúnmente de hidrógeno, amoníaco disociado y/o nitrógeno.

Si el sinterizado se efectúa durante un tiempo prolongado pueden eliminarse los poros y el material se hace más denso. La velocidad de sinterizado depende de la Temperatura, energía de activación, coeficiente de difusión, tamaño de las partículas originales.



Para cada material existe una amplia gama de temperaturas de sinterizado, sin embargo las que se muestran en la tabla 2.1 han demostrado ser satisfactorias para los materiales comúnmente utilizados.

<b>Materiales sinterizados</b>	<b>Temperaturas de sinterizado</b>
Hierro	1095 °C
Acero inoxidable	1180 °C
Cobre	870 °C
Carburo de tungsteno	1480 °C

Tabla 2.1 temperatura de sinterizado para algunos materiales

El tiempo de sinterizado varía entre los 15 y 40 minutos dependiendo de la temperatura de fusión del material y de la velocidad de calentamiento del horno.

Una vez conocido este proceso de la metalurgia de polvos, debe concluirse que es un método al que hay que tener en cuenta para fabricar muchas de las piezas que normalmente utiliza la industria.

Las propiedades mecánicas de las piezas obtenidas son a veces inalcanzables por cualquier otro tipo de fabricación trayendo beneficios importantes tanto en lo económico (costos de piezas y mantenimiento) como en el funcionamiento de la maquinaria.

Habría que entrar a hacer un análisis profundo de costos, de producción y de mercado, pero un cálculo simple indica como una buena oportunidad para investigar y desarrollar una empresa que genere no sólo riqueza monetaria sino también riqueza tecnológica para el país.



## 2.4 MECANISMOS DE DEFORMACIÓN

La figura 2.4 es un ejemplo simplificado de mapa de deformación en el que están representadas las cinco categorías de mecanismos de deformación en diferentes regiones del espacio temperatura-esfuerzo diferencial.

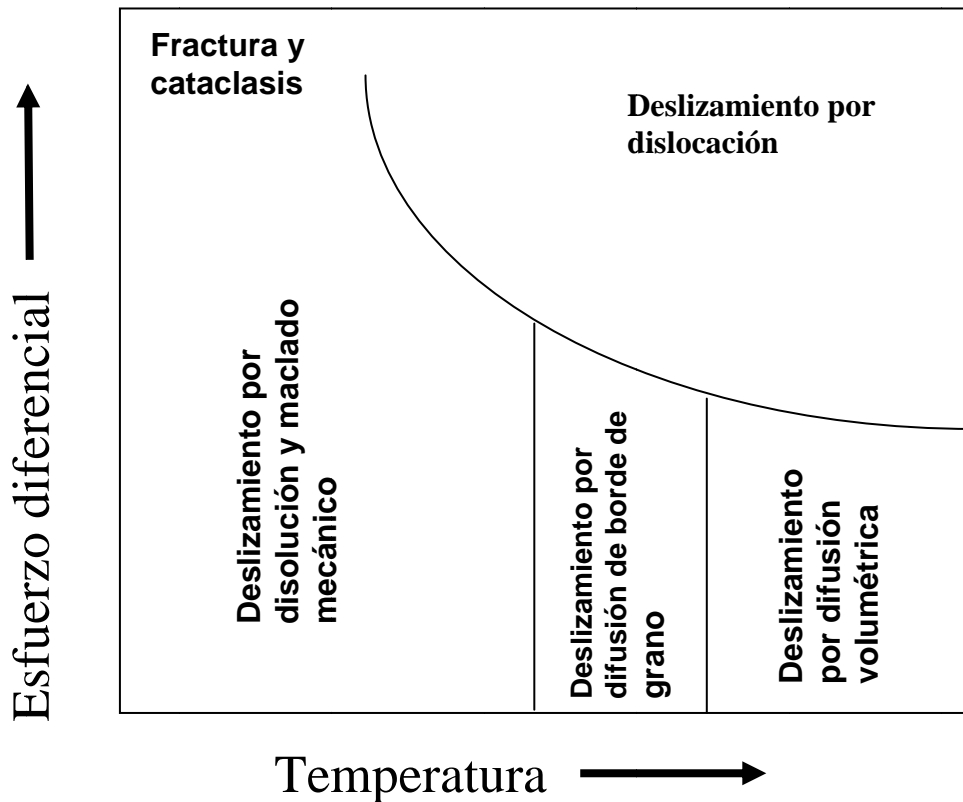


Figura 2.4 mapa de deformación en el que se muestran las condiciones aproximadas de temperatura y esfuerzo diferencial a las que cada mecanismo de deformación domina

La microfracturación, la cataclasis y el deslizamiento friccional implican la formación, crecimiento y coalescencia de microfracturas y el deslizamiento friccional a favor de dichas microfracturas o de bordes de grano.

El maclado mecánico y torsión son dos mecanismos de deformación menos agresivos en el deslizamiento friccional. La deformación se produce por flexión, no por rotura, de la red cristalina.



Los tres tipos de deslizamiento tienen su origen en la actuación de mecanismos distintos, aunque en los tres casos se produce un cambio en la forma y el tamaño de los cristales en respuesta a la actuación de esfuerzos dirigidos.

El deslizamiento por difusión cambia la forma y el tamaño de los cristales por el movimiento de átomos y vacancias en el interior de los cristales y a lo largo de los bordes de grano.

El deslizamiento por disolución cambia la forma y el tamaño de los cristales por disolución y re-precipitación de material. El deslizamiento por dislocación, que es el mecanismo de deformación por excelencia, opera por deslizamiento intracristalino en la red de los materiales (movimiento de dislocaciones).

#### 2.4.1 Microfracturación, cataclasis y deslizamiento friccional

La microfracturación, la cataclasis y el deslizamiento friccional son todos ellos mecanismos de deformación frágil que operan a la escala de granos y subgranos. Las microgrietas individuales, en respuesta a la actuación de esfuerzos, se forman, propagan y coalescen para dar lugar a microfracturas y fracturas de mayores dimensiones. Las microgrietas se abren en tensión y pueden acomodar deformación por deslizamiento friccional.

La cataclasis tiene como resultado la *disminución progresiva del tamaño de grano*, conforme los granos de mayores dimensiones se fragmentan para dar granos menores. También tiene como resultado una *disminución de la selección* ya que se crean granos cada vez más pequeños pero sin que desaparezcan los de dimensiones mayores.





La causa principal de la fracturación que se produce durante la cataclisis se debe a concentraciones de esfuerzos alrededor de los bordes de las microgrietas y en los contactos entre granos.

#### 2.4.2 Maclado mecánico y torsión

El maclado mecánico es un mecanismo de deformación que provoca la flexión (doblado), más que la rotura, de la red cristalina de los metales. En el caso más simple, una macla mecánica se forma cuando la red cristalina de un material se somete a un esfuerzo de cizalla simple paralelo a un plano cristalográfico favorable.

Después del maclado cada parte del cristal termina siendo una imagen especular de la otra. El grado de flexión de la red está limitado por la estructura cristalina del material.

Son necesarias dos condiciones para que se genere una macla mecánica: (1) debe existir al menos un plano reticular vulnerable sobre el que se produzca la cizalla o la rotación; y (2) dicho plano debe estar orientado de forma que el esfuerzo de cizalla resuelto sobre él sea suficiente para deformar la red cristalina.

El maclado mecánico no es especialmente sensible a la presión confinante ya que este proceso no implica deslizamiento friccional o dilatación. Además, la facilidad para producir maclas tampoco varía mucho con la temperatura. Lo que sí afecta al maclado es el esfuerzo diferencial, que debe ser suficientemente alto como para ser capaz de deformar por flexión la red cristalina.



La torsión, como el maclado mecánico, supone una flexión de la red cristalina, utilizando planos de debilidad. Suele afectar a bandas discretas dentro de un cristal y en lámina delgada esto se observa por un ángulo de extinción distinto al del resto del material.

La rotación de la red cristalina durante la torsión no está limitada a un ángulo específico, dictado por restricciones cristalográficas como en el caso de las maclas mecánicas, y puede acomodar por tanto mayores deformaciones.

Las maclas de deformación se suelen distinguir de las maclas de crecimiento por su forma: las primeras tienen forma de cuña, mientras que las segundas son rectas y con escalones.

Las maclas mecánicas suelen estar restringidas a una parte del cristal, cerca de las zonas que han sufrido una concentración de esfuerzos mayores, y esto suele ocurrir en los bordes de los cristales, donde entran en contacto con los granos vecinos. Las maclas de crecimiento, por el contrario, son más comunes que afecten a todo el cristal

#### 2.4.3 Deslizamiento por disolución

El deslizamiento por disolución o disolución por presión implica la disolución selectiva, el transporte y la reprecipitación de material por medio del fluido intersticial presente en los límites de grano o en los poros entre granos.

El deslizamiento por disolución depende de tres procesos interconectados: disolución de material en la fuente, difusión o migración del material disuelto, y reprecipitación. Al ser sometidos a un esfuerzo diferencial, los granos se disuelven con mayor facilidad en aquellos segmentos del borde de grano donde el esfuerzo compresivo es mayor.



Este proceso de disolución y precipitación selectiva sobre un mismo grano cambia la forma de los granos y refleja la orientación de los ejes de esfuerzos durante el tiempo que el deslizamiento por disolución estuvo activo.

El proceso opuesto, la precipitación del material previamente disuelto, puede observarse en lámina delgada en forma de nuevos cristales, rellenos fibrosos en venas o rellenos fibrosos en sombras de presión y zonas abrigadas.

#### 2.4.4 Deslizamiento por dislocación

Los cristales contienen normalmente defectos, denominados defectos cristalinos, que se pueden agrupar en dos categorías principales: defectos puntuales y defectos lineales. Los defectos puntuales son átomos extra (intersticiales) o átomos ausentes (vacancias) y los defectos lineales suelen ser debidos a la presencia de medio plano “extra” en la red cristalina.

La forma de un cristal no puede cambiarse permanentemente sólo comprimiéndolo. Para producir un cambio permanente en la forma de un cristal hay que cambiar la posición relativa de sus átomos o moléculas. Esto se consigue mediante el movimiento de los defectos cristalinos a través de la red cristalina, proceso que se conoce con el nombre de deslizamiento por dislocación o deformación intracristalina.

Vacancias y dislocaciones son los dos tipos de defectos que más contribuyen a la plasticidad cristalina, pero para producir grandes deformaciones en un cristal deben crearse continuamente defectos nuevos, lo que se produce en zonas particulares de los cristales, denominadas fuentes de vacancias y fuentes de dislocaciones.



Las dislocaciones responden a la aplicación de un esfuerzo moviéndose. La deformación intracristalina por deslizamiento de dislocaciones es uno de estos procesos que cambia permanentemente la forma de los cristales. Las dislocaciones tienen una orientación particular con respecto a la red cristalina y sólo pueden moverse según determinadas direcciones cristalográficas.

La combinación de un plano de deslizamiento y una dirección de deslizamiento dentro de ese plano (el vector de Burgers de la dislocación) recibe el nombre de sistema de deslizamiento.

Cuando en un cristal se cruzan varios sistemas de deslizamiento, las dislocaciones pueden enredarse, lo que dificulta su movimiento posterior. Tales nudos de dislocaciones pueden impedir el movimiento de las nuevas dislocaciones, que se amontonan detrás de las bloqueadas. El cristal se hace más difícil de deformar y se endurece. Este proceso se denomina endurecimiento por deformación.

Sin embargo, hay otros mecanismos de deformación que permiten a la deformación dúctil continuar. Uno de los más importantes es aquel que permite a una dislocación superar un obstáculo por el movimiento de vacancias hacia la línea de dislocación, con lo que la dislocación cambia su plano de deslizamiento. Este proceso se denomina ascenso de dislocaciones.

Como las dislocaciones se mueven sólo en planos cristalográficos específicos, un material (metal) que se deforma por movimiento de dislocaciones puede desarrollar una orientación preferente en los granos que la componen.

Otro efecto que es común observar en cristales deformados a temperaturas bajas por deslizamiento por dislocación son lamelas de relieve óptico elevado y con orientaciones preferentes que reciben el nombre de lamelas de deformación.



Las lamelas de deformación son especialmente abundantes en el cuarzo, donde suelen tener una orientación basal. <sup>[11]</sup>

## 2.5 MATERIALES COMPUESTOS <sup>[12]</sup>

Los materiales compuestos están formados por la combinación de dos o más materiales para obtener propiedades (físicas, químicas, etc.) tales que sean superiores a aquellas de sus constituyentes. En Ciencia de Materiales reciben el nombre de materiales compuestos aquellos que cumplen las siguientes propiedades:

- Están formados de 2 o más componentes distinguibles físicamente y separables mecánicamente (decantación, filtración, sedimentación, etc).
- Presentan varias fases químicamente distintas, completamente insolubles entre sí y separadas por una intercara.
- Sus propiedades mecánicas son superiores a la simple suma de las propiedades de sus componentes.

El diseño de un componente estructural utilizando materiales compuestos involucra simultáneamente el diseño de la estructura y del material. A diferencia de los materiales convencionales como el acero, las propiedades del compuesto pueden ser diseñadas simultáneamente con los aspectos estructurales.

Las propiedades del compuesto pueden ser variadas de manera continua sobre un amplio rango de valores, bajo el control del diseñador. Una gama bastante amplia de características del material puede ser empleada para el diseño de un material compuesto diversas ventajas sobre los materiales compuestos, como por ejemplo: <sup>[12]</sup>



- Reducción de peso.
- Propiedades de que se adaptan (esfuerzo y deformación)
- Larga vida útil.
- Resistencia estática y dinámica (fatiga).
- Rigidez.
- Inseparable con la humedad
- Resistencia a la corrosión
- Resistencia a la abrasión.
- Capacidad de trabajo a altas y bajas temperaturas.
- Incrementa o disminuye la conductividad térmica, eléctrica o acústica.
- Dureza y durabilidad.
- Apariencia estética.
- Bajos costos de manufactura y rapidez.

Entre las desventajas que pueden presentar estos materiales se tienen:

- Dificultad para atacarse químicamente para realizarle análisis.
- Si la matriz es débil la dureza disminuye.
- Costo de materias primas y de fabricación.
- Posible disminución de parámetros físicos transversales.
- Degradación del medio ambiente.

La palabra *compuesto* en el término *material compuesto*, significa que dos o más materiales son combinados en una escala macroscópica para formar un tercer material con mejores propiedades.

Diferentes materiales pueden ser combinados a escala molecular, tales como las aleaciones metálicas, pero para fines prácticos, estos materiales pueden ser considerados homogéneos.



De este modo, los materiales compuestos son heterogéneos en una escala molecular y muchos de ellos existen en la naturaleza. El más común de ellos es la madera. Uno de los materiales compuestos más antiguos, ampliamente utilizados son, los ladrillos de adobe, compuesto de arcilla y paja.

Las altas relaciones, resistencia/peso o rigidez/peso de los materiales compuestos son bien conocidas en la industria aeronáutica. Otras industrias y disciplinas incorporan desde hace muchos años las ventajas de los materiales compuestos.

### 2.5.1 Clasificación de los materiales compuestos <sup>[12,13]</sup>

De las diferentes clasificaciones que podemos hacer de los materiales compuestos, quizás la más importante sea la que se refiere a su matriz, y en la cual podemos identificar tres grupos principales:

- a) Materiales compuestos de matriz metálica
- b) Materiales compuestos de matriz cerámica
- c) Materiales compuestos de matriz polimérica

Los materiales compuestos de matriz metálica son aleaciones de metal reforzados con fibras continuas, whiskers (versión de fibras cortas en forma de monocristales), o partículas, tienen gran resistencia a altas temperaturas pero por lo general son pesados.

Algunas de las ventajas de los materiales compuestos de matriz metálica son un alto esfuerzo tensil, alto punto de fusión, pequeño coeficiente de expansión térmica, estabilidad dimensional y alta ductilidad.



Han sido desarrollados principalmente para componentes aeroespaciales, industria automotriz, industria eléctrica y electrónica y de motores de automoción. Se clasifican en tres grandes grupos, de acuerdo con el tipo de refuerzo incorporado: reforzados con fibras continuas, reforzados con fibras discontinuas y reforzados con partículas. <sup>[12]</sup>

Las técnicas de producción para Materiales Compuestos Matriz Metálica se clasifican básicamente en cuatro tipos según el estado de la matriz durante el proceso: en estado líquido (fundición), en estado sólido (pulvimetalurgia), en estado semisólido y gaseoso (deposición de vapor, atomización). <sup>[13]</sup>

Los materiales compuestos de matriz cerámica son más recientes, y mejoran las propiedades mecánicas como la resistencia mecánica y la tenacidad de los materiales cerámicos tradicionales, especialmente en rangos de bajas temperaturas.

También se clasifican de acuerdo con el tipo de refuerzo incorporado: reforzados con fibras continuas, reforzados con fibras discontinuas y reforzados con partículas.

Las principales fibras de refuerzo que se combinan con las matrices cerámicas son las de carburo de silicio y las de  $Al_2O_3$ , y en el caso de fibras discontinuas y partículas se utilizan como refuerzo agujas cerámicas de carburo de silicio.

En cuanto a los materiales compuestos de matriz polimérica, podemos definirlos como materiales con buenas propiedades mecánicas, resistentes a la corrosión y a los agentes químicos, y que dadas sus particulares características, pueden ser moldeados con gran libertad de formas.





Son aquellos materiales en los cuales la matriz está constituida por un polímero y el refuerzo es algún tipo de fibra, ya sea sintética o inorgánica.

Podemos destacar entre estos los materiales compuestos termoestables, con sus principales grupos de matrices, las resinas poliéster, viniléster, *epoxi*, y fenólicas; y, como materiales de refuerzo, las fibras de vidrio, las aramídicas (*kevlar*) y las de carbono, tomando la forma de numerosos tipos de estructuras textiles simples o combinadas.

### 2.5.2 Temperaturas de trabajo de los materiales compuestos

La temperatura de trabajo, es el rango de temperaturas en el cual los materiales pueden ser procesados sin sufrir cambio o pérdidas en sus propiedades mecánicas y químicas. Dependiendo de la temperatura de fusión de los materiales con los cuales se realizará el compuesto las temperaturas de trabajo son:

- Compuestos que trabajen a una temperatura menor a 200 °C, generalmente usan como matriz un polímero.
- Compuestos que trabajen a temperaturas mayores, usualmente usan como matriz un metal. Estos son fabricados por un proceso de polvos, por infiltración de fibras o partículas en el metal fundido, ó mediante mezcla de materiales particulados en la fundición.
- A temperaturas altas los compuestos cerámicos tienen un uso potencial. Fibras cerámicas adentro de un compuesto cerámico a menudo pueden absorber la energía durante la propagación de grietas, limitando su crecimiento.



Existen algunas otras formas de clasificar los materiales compuestos tales como:

### 2.5.3 Tipos de materiales compuestos <sup>[14,15]</sup>

#### 2.5.3.1 *Materiales compuestos laminados*

Los materiales compuestos laminados son capas de materiales unidos por un adhesivo orgánico u otra unión, están formadas por paneles unidos entre sí. Un material compuesto laminado puede ser apilado de manera tal de maximizar la dependencia direccional de resistencia y que la rigidez pueda adaptarse al entorno de cargas.

Para lograr esto, capas de material unidireccional denominadas láminas son orientadas para satisfacer los requerimientos de cargas.

Las láminas están formadas por las fibras y una matriz. Debido al uso de láminas direccionales, las propiedades de resistencia a la tracción, flexión y corte torsional pueden ser desacopladas unas de otras.

#### 2.5.3.2 *Materiales compuestos reforzados con partículas*

El uso de partículas como material reforzante, es muy amplio en los materiales compuestos matriz metálica (CMM), ya que asocian menores costos y permiten obtener una mayor isotropía de propiedades en el producto. Sin embargo, para tener éxito en el CMM desarrollado, se debe tener un estricto control del tamaño y la pureza de las partículas utilizadas.

Los refuerzos típicos de mayor uso en forma de partícula son los carburos (TiC, B<sub>4</sub>C), los óxidos (SiO<sub>2</sub>, TiO<sub>2</sub>, ZrO<sub>2</sub>, MgO), la mica y el nitruro de silicio (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>). En los últimos años se han empezado a utilizar partículas de refuerzo de compuestos intermetálicos, principalmente de los sistemas Ni-Al y Fe-Al. <sup>[14,15]</sup>



Son materiales compuestos formados por partículas de un material duro y otro frágil dispersas discreta y uniformemente, rodeadas por una matriz más blanda y dúctil. Los podemos clasificar en:

- Endurecidos por dispersión: pequeño porcentaje de partículas, de pequeño tamaño. Los cuales presenten las siguientes características:

- Las partículas tienen un diámetro aproximado entre 10 y 100 nm
- Las interacciones que hay entre matriz-partícula se pueden describir a nivel atómico o molecular observándolas mediante microscopia.
- El endurecimiento de la matriz se produce debido a la interacción atómica de las partículas con las dislocaciones.
- La fase dispersa puede ser metálica o no metálica (óxidos).
- El incremento de la resistencia del compuesto, cuando las partículas son incoherentes con la matriz, está inversamente relacionado con el espaciado entre partículas.

- Particulados verdaderos: son partículas de gran tamaño y elevado porcentaje de las mismas.

Los materiales compuestos reforzados con partículas que contienen grandes cantidades de partículas gruesas, no bloquean el deslizamiento de las dislocaciones con eficacia. Están diseñados para producir combinaciones de propiedades poco usuales, y no para mejorar la resistencia.



Los materiales compuestos reforzados con partículas presentan algunas características como:

- El grado de aumento de las propiedades de la matriz depende de la fuerza de cohesión (Es la fuerza con la que las partículas son capaces de permanecer lo más unidas posibles) en la interface matriz-partícula.
- En la mayoría de los compuestos, la fase dispersa es más dura y resistente que la matriz (más blanda y dúctil).
- Las partículas tienden a restringir la deformación de la matriz.
- Los parámetros en sus propiedades mecánicas aumentan al incrementarse la cantidad de partículas.

Las partículas no presentan una dimensión predominante como las fibras y generalmente su presencia no es tan efectiva en el incremento de la resistencia de la matriz.

La presencia de partículas muy rígidas en una matriz puede, de hecho, reducir la resistencia mecánica en virtud de la concentración de tensiones en el material de la matriz adyacente. Por lo tanto, el uso de partículas se utiliza para mejorar otras propiedades como: <sup>[16]</sup>

- Conductividad y aislamiento térmico, eléctrico y acústico.
- Resistencia a las altas temperaturas.
- Reducción de la fricción
- Resistencia al desgaste superficial.
- Mejora de la dureza superficial.
- Reducción de costos.



### 2.5.3.3 Materiales compuestos reforzados con Fibras

Las fibras pueden ser continuas, largas o cortas y de diferentes longitudes. En cuanto a su disposición, éstas pueden ser paralelas, unidireccionales, o bidireccionales, en forma de tejido, o inclusive pueden estar aleatoriamente orientadas tanto en fibras continuas como tejidos.

Las fibras son utilizadas en los compuestos debido a que estas son livianas, rígidas y fuertes. Las fibras pueden disponerse de un mismo material o bien, como muchas fibras mezcladas (sistemas híbridos). Las fibras más comunes disponibles comercialmente son: [17]

- Fibras de vidrio
- Fibras de carbono y grafito
- Fibras de aramida (aromáticas, orgánicas o *Kevlar*)
- Fibras de polietileno
- Fibras de carburo de silicio
- Fibras de nitruro de silicio, sílice, alúmina.
- Fibras de monocristales (*whiskers*)
- Fibras de Asbesto.
- Fibras cerámicas.

La elección del tipo de fibra dependerá entre otros factores de las propiedades mecánicas y ambientales deseadas y del costo de la fibra.

### 2.5.3.4 Materiales compuestos reforzados por dispersión:

Son un grupo de materiales endurecidos por dispersión. Contienen un tamaño de partícula de 10-250 nm de diámetro. A estas partículas se las conoce como dispersoides, bloquean el movimiento de las dislocaciones produciendo un pronunciado efecto de endurecimiento.



Las características principales de estos compuestos son: resistencia mecánica disminuye gradualmente al aumentar la temperatura (el aumento de temperatura hace que los átomos vibren rompiendo o deformando el enlace molecular). El dispersante debe tener baja solubilidad en la matriz y no reaccionar químicamente con ella.

### *2.5.3.5 Materiales compuestos matriz metálica*

Los materiales compuestos de matriz metálica (CMM) han sido destinados especialmente a aplicaciones estructurales en la industria automotriz, aeroespacial, militar, eléctrica y electrónica, las cuales usualmente exigen altos valores de rigidez, resistencia y módulo específico.

Para el caso de las aplicaciones en el sector eléctrico y electrónico, el diseño de propiedades termomecánicas y termofísicas con una máxima transferencia de calor, combinada con una mínima distorsión térmica es la clave para que estos materiales sean los candidatos ideales. <sup>[18]</sup>

Las técnicas de producción para CMM se clasifican básicamente en cuatro tipos según el estado de la matriz durante el proceso: en estado líquido (fundición, infiltración), en estado sólido pulvimetalurgia (PM), sinterización, prensado en caliente), en estado semisólido (compocasting) y gaseoso (deposición de vapor, atomización, electrodeposición), éste último de poca difusión, pero bastante utilizado en la obtención de CMM para el sector electrónico. <sup>[19]</sup>

Los porcentajes de uso de los métodos de procesamiento de CMM para el sector electrónico están representados por las técnicas en estado líquido con un 69% (una de las técnicas de mayor uso para la producción de CMM) y pulvimetalurgia con un 31 %. <sup>[20]</sup>



Se ha comprobado que según la ruta de procesamiento, los Compuestos Matriz Metálica (CMM) tienden a poseer propiedades diferentes. Para las rutas de mayor porcentaje de utilización, se tiene que mediante técnicas en estado líquido, donde la aleación en estado líquido entra en contacto directo con el material reforzante, es posible obtener CMM con baja conductividad térmica, los cuales pueden estar constituidos por Al/SiCw, Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (p), Al/C, Mg/C, y Ti/SiC.

De igual manera, es posible obtener por rutas en estado sólido, composites de matriz de Cu o Ag reforzados con partículas de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SiO<sub>2</sub> o BeO, los cuales presentan un modesto mejoramiento de la resistencia y una buena conductividad eléctrica.

Mediante la misma ruta de procesamiento y usando como refuerzo Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> o SiC en matrices de Al, se ha encontrado que los CMM presentan un bajo coeficiente de expansión térmica (CET). [14, 21, 22]

#### 2.5.4 Interface matriz-refuerzo

La zona de interface es una región de composición química variable, donde tiene lugar la unión entre la matriz y el refuerzo, que asegura la transferencia de las cargas aplicadas entre ambos y condiciona las propiedades mecánicas finales de los composites. [23]

Existen algunas cualidades necesarias para garantizar una unión interfacial adecuada entre la matriz y el reforzante: una buena mojabilidad del reforzante por parte de la matriz metálica, que asegure un contacto inicial para luego, generar la unión en la interface una estabilidad termodinámica apropiada, la existencia de fuerzas de unión suficientes que garanticen la transmisión de esfuerzos de la matriz al refuerzo y que sean además estables a altas temperaturas.



En el sector eléctrico y electrónico, se debe tener en cuenta que los CET de la matriz y de los refuerzos deben ser similares para limitar los efectos de los esfuerzos internos a través de la interface, sobre todo al utilizar el compuesto a altas temperaturas. [21, 24]

## 2.6 CLASIFICACIÓN DE INCLUSIONES

Las inclusiones se pueden clasificar de distintas maneras, por ejemplo: por su origen, su composición o su tamaño. Como se muestra en la tabla 2.2

<i>Origen</i>	<i>Composición</i>	<i>Tamaño</i>
Endógenas	Óxidos	Microinclusiones
Exógenas	Sulfuros	Macroinclusiones

Tabla 2.2 Clasificación de inclusiones

Por origen. En los puntos anteriores se menciona la formación de inclusiones en el acero como resultado de la desoxidación y de la precipitación de sulfuros.

Por composición. Las inclusiones producto de la desoxidación, modificadas posteriormente, están compuestas por distintas fases de un conjunto de óxidos.

Por tamaño. Finalmente, las inclusiones se pueden clasificar según su tamaño, en macro y microinclusiones. La frontera que las separa es algo arbitraria y ha venido variando en el tiempo.

Las microinclusiones son las más abundantes y suelen estar distribuidas uniformemente. Las microinclusiones pueden originar discontinuidades importantes actuando como concentradores de tensiones.





Esto las hace responsables de fallas y defectos en los productos finales. El tamaño crítico a partir del cual estas inclusiones afectan las propiedades depende directamente de la aplicación del producto final y las solicitaciones a las que va a estar sometido.

## 2.7 MÉTODOS CONVENCIONALES DE REFORZADO [27]

Los resultados experimentales muestran que el endurecido por deformación es la habilidad de un metal para ser más resistente a la deformación conforme este es deformado. Está relacionada en una manera singular a la densidad de dislocación ( $\rho$ ) después de la deformación.

Básicamente el endurecido por trabajado resulta de la interacción entre el movimiento de dislocaciones sobre diferentes planos de deslizamiento. Esto hace que se requieran más altas cargas para otra deformación plástica.

Varias teorías explican las interacciones de las dislocaciones con diferentes tipos de barrera (por ejemplo las dislocaciones límites de grano, átomos de soluto y con las precipitaciones) que resulta en endurecimiento por deformación, característico de los metales.

El trabajado en frío de metales, el cual conduce al reforzado de metales como un resultado del endurecimiento por trabajo, es una técnica de reforzamiento utilizada rutinariamente.

Un aspecto importante del reforzado por refinamiento de grano es el resultado en un mejoramiento en dureza ocurrido en esos esfuerzos. Otra manera fácil de reforzar metales impide el movimiento de dislocaciones, es aquel de introducir heterogeneidades tales como átomos de soluto precipitados o partículas duras en una matriz dúctil.



Cuando introducimos átomos de soluto en una solución (C, N, o Mg en Fe) obtenemos soluciones sólidas endurecidas. El endurecimiento por precipitación de un metal es obtenido por la descomposición de una solución sólida sobresaturada formando finalmente una segunda fase de endurecimiento por precipitación. [26]

Tanto los precipitados de segunda fase y de dispersión actúan como barreras de movimiento de dislocación en la matriz dúctil, así la matriz es más resistente a la deformación. Algunos sistemas de endurecimiento por dispersión presentan altos niveles de fuerza a elevadas temperaturas mientras que las precipitaciones originadas por tratamiento térmico tienden a disolverse a esta temperatura. Otros sistemas de precipitación tienen la ventaja de habilitar uno de los procesos de aleación en una condición de ablandamiento que da el tratamiento de precipitación. [27]

Otra aproximación de obtener el aumento representado es el proceso de solidificación rápida. Para metales enfriados a una velocidad de  $10^4 - 10^9 \text{ Ks}^{-1}$  es posible producir una microestructura única.

Muchos polvos finos o cintas de materiales solidificados rápidamente están procesados entre el volumen del material para presiones calientes o calor de extrusión.

Los materiales solidificados rápidamente pueden ser amorfos (nanocristalinos) o soluciones sólidas dendricas conteniendo concentraciones de soluto sumamente superior a estos materiales procesados convencionalmente. Esta microestructura única da unas muy favorables propiedades mecánicas. [28]

Todo el proceso de la industria de la metalurgia de polvos tiene su comienzo con los procesos por el cual se fabrican los polvos metálicos. Hay gran variedad de procesos para producir polvos de metales.



## 2.8 COMPUESTOS MATRIZ METÁLICA: PROPIEDADES Y COMPORTAMIENTO

[15, 24, 29]

Bajo condiciones ideales, el compuesto muestra un límite superior de propiedades mecánicas y físicas definido generalmente por la regla de las mezclas la cual predice que el módulo elástico del compuesto ( $E_c$ ) está comprendido entre un máximo y un mínimo y es función de la fracción de volumen ( $V$ ).

Máximo:

$$E_c = E_m V_m + E_f V_f$$

M=: matriz

f= fase dispersa

V= fracción de volumen

E= modulo elástico

c= compuesto

Mínimo:

$$E_c = \frac{E_m E_f}{E_m V_f + E_f V_m}$$

Donde:  $V_m = 1 - V_f$

Es posible sintetizar compuestos con una combinación de propiedades específicas de la aleación (tenacidad, conductividad eléctrica y térmica, resistencia a la temperatura, estabilidad ambiental, procesabilidad) con las propiedades específicas de los cerámicos reforzantes (dureza, alto módulo de Young, bajo coeficiente de expansión térmica).

Las propiedades mecánicas que exhiben los CMM son consideradas superiores con respecto a los materiales que los componen de manera individual. Dicho aumento en propiedades, depende de la morfología, la fracción en volumen, el tamaño y la distribución del refuerzo en la aleación base. Además dichos factores controlan la plasticidad y los esfuerzos térmicos residuales de la matriz.

[15, 24, 29]



---

## 2.9 ALEADO MECÁNICO [33,34]

El método del aleado mecánico se ha empleado para producir una gran variedad de materiales que han encontrado aplicaciones como materiales magnéticos, cerámicas, materiales para el almacenamiento de hidrógeno, fases intermetálicas, etc.

El aleado mecánico es un proceso que involucra la repetida deformación, fractura y soldadura continua de partículas al estar sujetas a una molienda constante, mediante esta técnica se obtienen aleaciones en el estado sólido. Y materiales avanzados, debido al enfriamiento microestructural a que son llevados los polvos de elementos metálicos, no metálicos o compuestos, en el cual ocurre una combinación atómica hasta obtener una aleación verdadera de los compuestos. [33]

El proceso de aleación mecánica se desarrolló alrededor del año 1960 por J. Benjamín y colaboradores. El objetivo principal de su trabajo fue producir aleaciones endurecibles por dispersión de óxidos. La aleación mecánica es definida como un proceso de molienda de polvos, generalmente en seco, en el cual se emplea un equipo capaz de impartir fuerzas de impacto de alta energía. Dichas fuerzas dan origen a la unión y mezclado íntimo de las partículas y a la fractura de las mismas. [34]

Numerosas aplicaciones requieren de materiales, con alta resistencia y alta conductividad eléctrica y/o térmica. El material más promisorio es el cobre por su alta conductividad eléctrica y térmica, y variados son los métodos utilizados para mejorar sus propiedades mecánicas. En los últimos años, el proceso de aleado mecánico (AM) ha sido el método más utilizado para producir compuestos de polvos metálicos con una fina microestructura.



El proceso ha sido empleado para obtener aleaciones con solubilidades extendidas, materiales amorfos, estructuras nanocristalinas y compuestos inorgánicos.

Las propiedades de un material específico obtenido por AM son muy sensibles a las condiciones experimentales (tipo de molino, energía absorbida, atmósfera, etc.). [35]



## CAPITULO III

### DESARROLLO EXPERIMENTAL

#### 3.1 LUGAR DONDE SE DESARROLLÓ LA INVESTIGACIÓN Y EQUIPO UTILIZADO

El desarrollo experimental se llevó a cabo en el Centro de Física Aplicada y Tecnología Avanzada (CFATA) de la UNAM y en el Centro Nacional de Metrología (CENAM) y trata de la preparación de un material compuesto de Cu y  $Al_2O_3$  por el proceso de metalurgia de polvos el cual consiste en la caracterización de los polvos de los materiales con los cuales se va a trabajar (Cobre y  $Al_2O_3$ ), mezclado, compactado ( $4 \text{ ton/cm}^2$  y  $7 \text{ ton/cm}^2$  para un reprensado sobre las bases de la muestra) y sinterizado (a 840, 870 y 900 °C) con el fin de obtener los resultados experimentales deseados y posteriormente analizarlos y discutirlos. Los materiales, reactivos y equipos que se utilizaron se encuentran en la tabla 3.1

Tabla 3.1. Materiales, reactivos y equipos utilizados para la obtención de muestras de materiales compuestos.

MATERIALES	REACTIVOS PARA CARACTERIZACIÓN	EQUIPOS
Cobre (Cu) 98.81% Cu (ACUPOWDER International, LLC)	Bromuro de Potasio (2g, grado reactivo) + Hydrochloric acid (4 gotas, grado Industrial) + Sulfuric Acid (8mL, grado Industrial) + 100 mL agua destilada)	Prensa hidráulica marca Mickel's con capacidad de 15 toneladas
Alúmina ( $Al_2O_3$ ) de 300 nm y 40 nm (AMERICAN ELEMENTS)	Cloruro de Cu 10% con Hidróxido de Amonio	Pulidor Struers Rotopool
	Pasta de diamante ( $\frac{1}{4} \mu$ y $\frac{1}{2} \mu$ )	Microscopio óptico metalográfico Marca Olympus, modelo PG3
	Alúmina en liquido	Microscopio Electrónico de Barrido, marca JEOL, Modelo JSM-6390LV.
	Alcohol etílico 96°	Secadora eléctrica
	Agua destilada y potable	Microdurómetro con pantalla digital marca MICROMET 5003
	Resina poliéster	



Los constituyentes utilizados para la obtención del material compuesto fueron: Cobre industrial suministrado por Metal Powder Products, de ACUPOWDER International, de tamaño micrométrico ( $4\ \mu$ ) con una composición de Cu 99.81% (0.21 pérdida de hidrógeno) de grado 165c, lote número 7117 con una densidad aparente de 2.8 g/cc. De acuerdo al certificado proporcionado por la empresa.

La  $\text{Al}_2\text{O}_3$  utilizada para este trabajo fue una  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de 0.3 micras (300 nm) de Struers <sup>TM</sup> y  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de 40 nm suministrada por American's Leading Manufacturer of Rare Earth and Advanced Material Products, con una composición de Calcio (Ca) 1.6 ppm (máximo), Cobalto (Co) 0.8 ppm (máximo), Hierro (Fe) 0.2 ppm (máximo), Sodio (Na) 300 ppm (máximo) y Silicio (Si) 3.5 ppm (máximo), el resto es  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Extraída del lote 1031516334-445 con una apariencia de polvo blanco.

### 3.2 PREPARACIÓN DE MUESTRAS

La preparación de las muestras se llevó a cabo mediante la técnica de metalurgia de polvos la cual consistió en:

#### 3.2.1 Pesado de polvos.

Se pesaron y se preparó las mezclas de polvos, tanto de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (40 y 300 nm) como de Cobre, considerando las diferentes composiciones de muestras bajo estudio es decir: 1, 1.5 y 2% en peso de Alúmina y material restante al 100% en peso de Cobre, es decir: 99, 98.5 y 98% de Cu debido a que las muestras tienen una composición diferente tanto de Cu como de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . El peso total de la muestra conteniendo Cobre y  $\text{Al}_2\text{O}_3$  fue de 1.309 gr.



Los materiales fueron pesados en una Balanza Gravimétrica Electrónica marca OHAUS Explorer numero de articulo V12140 con una capacidad máxima de 210 g. figura 3.1.



Figura 3.1 Balanza gravimétrica

A las muestras se les asignó una clave para identificarlas de acuerdo al tipo y cantidad de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  utilizado en cada una de ellas como se muestra en la tabla 3.2, además de las de Cobre puro quedando de la siguiente forma:

Tabla 3.2 Identificación de las muestras según sus características

<b>Nombre</b>	<b>% Cu</b>	<b>% <math>\text{Al}_2\text{O}_3</math></b>	<b>Tipo de <math>\text{Al}_2\text{O}_3</math> (nm)</b>
1,8,D3 y D4	100		
A1, A2, A3, A4	98	2	300
B1, B2, B3, B4	98.5	1.5	300
C1, C2, C3, C4	99	1	300
A5, A6, A7, A8	98	2	40
B5, B6, B7, B8	98.5	1.5	40
C5, C6, C7, C8	99	1	40





En la tabla 3.3 se encuentran los pesos en % de la  $Al_2O_3$  y del Cu para la obtención de diferentes muestras.

Tabla 3.3 Porcentaje de Cu y de los dos tipo de  $Al_2O_3$ . Obsérvese que las muestras se clasificaron como 1, 8, A, B, C o D de acuerdo al porcentaje de  $Al_2O_3$ .

MUESTRA	Cu %	Peso Cu (g)	$Al_2O_3$ %	Peso $Al_2O_3$ (g)	Tipo de $Al_2O_3$ (nm)
1	100	1.309	0		
8	100	1.309	0		
A1	98	1.283	2	0.026	300
A2	98	1.283	2	0.026	300
A3	98	1.283	2	0.026	300
A4	98	1.283	2	0.026	300
A5	98	1.283	2	0.026	40
A6	98	1.283	2	0.026	40
A7	98	1.283	2	0.026	40
A8	98	1.283	2	0.026	40
B1	98.5	1.289	1.5	0.020	300
B2	98.5	1.289	1.5	0.020	300
B3	98.5	1.289	1.5	0.020	300
B4	98.5	1.289	1.5	0.020	300
B5	98.5	1.289	1.5	0.020	40
B6	98.5	1.289	1.5	0.020	40
B7	98.5	1.289	1.5	0.020	40
B8	98.5	1.289	1.5	0.020	40
C1	99	1.296	1	0.013	300
C2	99	1.296	1	0.013	300
C3	99	1.296	1	0.013	300
C4	99	1.296	1	0.013	300
C5	99	1.296	1	0.013	40
C6	99	1.296	1	0.013	40
C7	99	1.296	1	0.013	40
C8	99	1.296	1	0.013	40
D3	100	1.309			
D4	100	1.309			



### 3.2.2 Mezclado

Una vez pesados los polvos con sus respectivas cantidades de Cu y  $\text{Al}_2\text{O}_3$  para cada muestra, se mezclaron en un tubo de plástico (portamuestra) durante dos minutos para lograr homogenizar y distribuir las partículas.

### 3.2.3 Compactado

Después de mezclar los polvos de Cu y  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de cada muestra se compactaron los polvos para darle forma a la muestra bajo estudio. Se realizó en una prensa hidráulica marca Mikel's con una capacidad de 15 toneladas figura 3.2.

Los polvos para cada muestra se vaciaron en un dado de acero inoxidable H-13 (Este acero tiene temple y doble revenido, se usa para moldes de forjar), colocando éste en la prensa y aplicando una fuerza de 3 toneladas en la que se mantuvo esta presión durante 10 s. para obtener el compactado.

Por último, al eliminar la fuerza aplicada se extrajo la muestra del dado para depositarla nuevamente en un portamuestras. En este caso se obtuvieron 28 muestras de forma cilíndrica.



Figura 3.2 Prensa hidráulica

### 3.2.4 Medición

Se midieron y se pesaron las probetas obtenidas después de compactarlas. La medición se hizo con un Vernier Electrónico marca Mitutoyo figura 3.3. Los pesos y medidas de las probetas están reportados en la tabla 3.4.



Figura 3.3 Vernier Electrónico marca Mitutoyo



Tabla 3.4. Se presentan las dimensiones y masa de muestras

MUESTRA	PESO (g.)	MEDIDA	
		ALTURA (mm)	DIAMETRO(mm)
1	1.280	4.930	6.370
8	1.290	5.005	6.368
A1	1.290	5.090	6.370
A2	1.285	5.314	6.370
A3	1.270	5.201	6.370
A4	1.279	5.289	6.369
A5	1.270	4.667	6.370
A6	1.294	4.996	6.370
A7	1.253	4.540	6.368
A8	1.248	4.618	6.372
B1	1.282	5.155	6.370
B2	1.289	5.156	6.370
B3	1.283	5.170	6.370
B4	1.273	5.223	6.370
B5	1.287	4.737	6.372
B6	1.277	4.636	6.368
B7	1.285	4.763	6.369
B8	1.289	4.781	6.372
C1	1.296	5.092	6.373
C2	1.305	5.138	6.370
C3	1.277	5.432	6.372
C4	1.284	5.202	6.370
C5	1.289	4.683	6.367
C6	1.285	4.705	6.370
C7	1.288	4.654	6.367
C8	1.285	4.660	6.370
D3	1.260	5.107	6.372
D4	1.288	5.211	6.370

Las muestras se pesaron en un balanza gravimétrica obteniendo un peso promedio de 1.28 g. y se midieron con un vernier electrónico tanto la altura como el diámetro, obteniendo las medidas promedio de 5.10 mm y 6.3 mm respectivamente.



### 3.2.5 Sinterizado

Una de las etapas más importantes de la metalurgia de polvos es el sinterizado ya que es aquí en donde la pieza adquiere la resistencia para realizar la función ingenieril para la cual se ha fabricado, debido a que tiene el propósito de incrementar la unión entre las partículas de polvo y la resistencia de la pieza creando enlaces fuertes entre las partículas.

En nuestro caso esta operación se llevó a cabo en un horno de resistencia de forma cilíndrica adaptado en el laboratorio. Las medidas del horno son, 35 cm de diámetro por 45 cm de altura, donde las muestras se colocaron en una cámara de acero inoxidable. Figura 3.3



Figura 3.4. Horno para el sinterizado

La cámara cuenta con un orificio por donde se introduce un termopar tipo Cromel – Alumel que sirve como controlador de temperatura. Dicha cámara trabajó con un flujo de gas de Argón de  $0.283 \text{ m}^3 / \text{hr}$  ( $10 \text{ ft}^3 / \text{hr}$ ) a  $0.566 \text{ m}^3 / \text{hr}$  ( $20 \text{ ft}^3 / \text{hr}$ ).



Para este trabajo se mantuvo una atmosfera de Argón controlada haciendo pasar un flujo de este gas en el rango de  $0.283 \text{ m}^3 / \text{hr}$  ( $10 \text{ ft}^3/\text{hr}$ ) a  $0.566 \text{ m}^3/\text{hr}$  ( $20 \text{ ft}^3/\text{hr}$ ) medido por un flujometro.

Las temperaturas de sinterizado para cada muestra se encuentran reportadas en la tabla 3.5. Las muestras que no fueron sinterizadas se denominan “en verde”.

Tabla 3.5. Temperaturas de sinterizado

<b>MUESTRA</b>	<b>TEMPERATURA</b>
1	En verde (sin sinterizar)
8	840 °C
A1	En verde
A2	840 °C
A3	870 °C
A4	900 °C
A5	En verde
A6	840 °C
A7	870 °C
A8	900 °C
B1	En verde
B2	840 °C
B3	870 °C
B4	900 °C
B5	En verde
B6	840 °C
B7	870 °C
B8	900 °C
C1	En verde
C2	840 °C
C3	870 °C
C4	900 °C
C5	En verde
C6	840 °C
C7	870 °C
C8	900 °C
D3	870 °C
D4	900 °C



Para alcanzar las temperaturas de sinterizado en el horno, tomo tiempos de 7, 8 y 10 minutos para 840, 870 y 900 °C respectivamente. Una vez alcanzada esta temperatura se mantuvo durante 15 minutos para que se llevara a cabo el sinterizado, después del cual el horno se apagó y se dejó enfriar hasta 500 °C, inmediatamente después la cámara fue sacada del horno para dejarla enfriar hasta 200 °C y destaparla después para que las muestras fueran enfriadas a temperatura ambiente, el proceso de enfriamiento tardo de 15 a 20 minutos.

Al sacar las muestras de la cámara de sinterizado se apreció una cascarilla (de tamaño micrométrico) de óxido color café sobre toda la superficie de la muestra la cual se desprendía con facilidad, esto debido a la oxidación que se genera por el cambio de temperatura que se tiene al extraer la muestra del horno y exponerla a temperatura ambiente.

NOTA: el flujo de argón fue controlado para todas las muestras de la misma manera, se inicio con un flujo de 0.283 m<sup>3</sup> / hr (10pie<sup>3</sup>/hr.). Al llegar a 260 °C se subió a 0.4245 m<sup>3</sup>/hr (15 pie<sup>3</sup>/hr.). Este flujo se conservó hasta 420 °C. Una vez alcanzada esta temperatura se aumentó a 0.566 m<sup>3</sup>/hr (20pie<sup>3</sup>/hr.) hasta alcanzar las temperaturas de sinterizado ya antes mencionadas.

### 3.2.6 Corte de muestras

Después de sinterizar las muestras se realizó un corte de 3 mm a todas ellas con una cortadora metalográfica marca Struers, modelo Accutom-2, (Figura 3.4) con el fin de prepararlas para aplicarles un reprensado de 7 toneladas y realizarles un estudio igual que a las no reprensadas para observar y comparar posibles cambios que pudieran presentar.



Cabe mencionar que no todas las muestras pudieron cortarse de manera satisfactoria debido a que algunas se destruyeron al no resistir la carga de la cortadora. Las muestras que pudieron cortar para ser analizadas son: A2, A3, A6, B1, B2, B4, B5, B6, B7, B8, C2, C4, C6, C7 y C8. Las muestras que se destruyeron ya no fueron repetidas debido a que ya no se contaba con suficiente material para poder repetir las y las muestras que si resistieron el corte son a las que se les aplico el reprensado y fueron que se realizo el análisis análisis como a las no reprensadas.

Todas las muestras fueron preparadas y observadas en Microscopia Óptica y Electrónica de Barrido, además, se sometieron a ensayos de Dureza Vicker's.

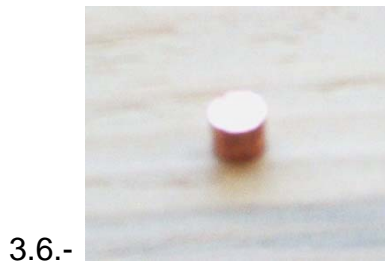


Figura 3.5. Cortadora de diamante

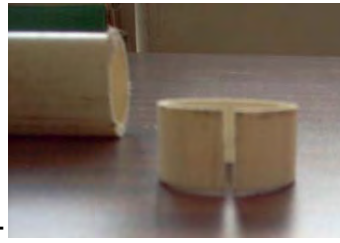
### 3.3 PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS PARA PRUEBAS METALOGRAFICAS

Las probetas-muestras se montaron en resina poliéster para obtener un tamaño de muestra adecuado para adaptarlas al portamuestras del Microscopio Electrónico de Barrido y para el análisis de microdureza (3 cm de diámetro por 1 cm de altura). El procedimiento de montaje de las muestras en resina es el que se presenta de la figura 3.6 a 3.13.





3.6.-



3.7.-



3.8.-



3.9.-



3.10.-



3.11.-



3.12.-



3.13.-

Figuras:

3.6.- Muestra sinterizada

3.7.- Corte del molde para obtener la muestra en la resina

3.8.- Instalación del molde para el vaciado

3.9.- Resina y acelerador

3.10.- Mezclado de la resina con el acelerador

3.11.- Vaciado de la mezcla al molde que contiene la muestra del componente.

3.12.- Sacar del molde la muestra de resina que contiene el compuesto.

3.13.- Muestra de tamaño deseado



### 3.3.1 Pulido de las muestras

Una vez montadas las muestras en resina se pasó a la preparación de las mismas mediante el método metalográfico. Se pulieron dichas muestras en una Pulidora Struers Rotopool. Figura 3.14.

Utilizando papel lija de diferentes tamaños de grano la secuencia de uso del papel lija fue de: 200, 400, 600, 1000 y 1200 micras ( $\mu$ ) con el objetivo de obtener una superficie plana, libre de toda huella de marcas de herramienta, y en la que todas las marcas del lijado sigan la misma dirección. El pulido final fue con paño agregando pasta de diamante de  $\frac{1}{4}$  y  $\frac{1}{2}$  micras para retirarle las impurezas que le pudieran haber quedado de las lijas lavando en cada pulida con agua destilada para dejarlas libres de algún contaminante, además, se enjuagaron con alcohol para el secado y para evitar que se oxidaran.



Figura 3.14 Pulidora Struers Rotopool

Al final se obtuvieron muestras pulidas a espejo que se colocaron en una Secadora de probetas metalográficas (Specimen Dryer), marca Buehler, modelo Torramet como el que se muestra en la figura 3.15, mientras se hacía el mismo procedimiento con cada una de las muestras.

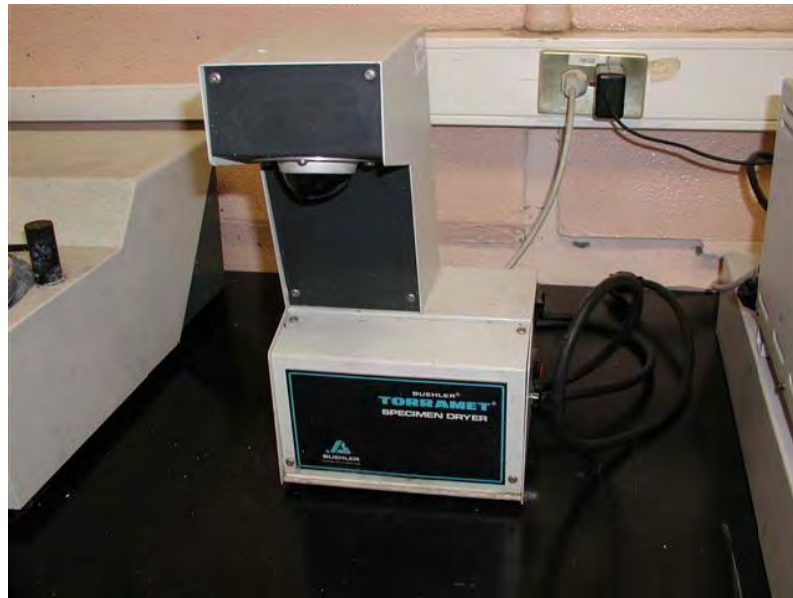


Figura 3.15 Secadora de probetas metalográficas (specimen dryer), marca Buehler

Después que se obtuvieron todas las muestras pulidas a espejo y limpias como la que se muestra en la figura 3.15, se atacaron con un reactivo a base de Cloruro de Cu 10% con Hidróxido de Amonio y Bromuro de Potasio para revelar la microestructura y obtener una mejor imagen en el Microscopio Óptico y Microscopio Electrónico de Barrido.



Figura 3.16 Muestra pulida a espejo

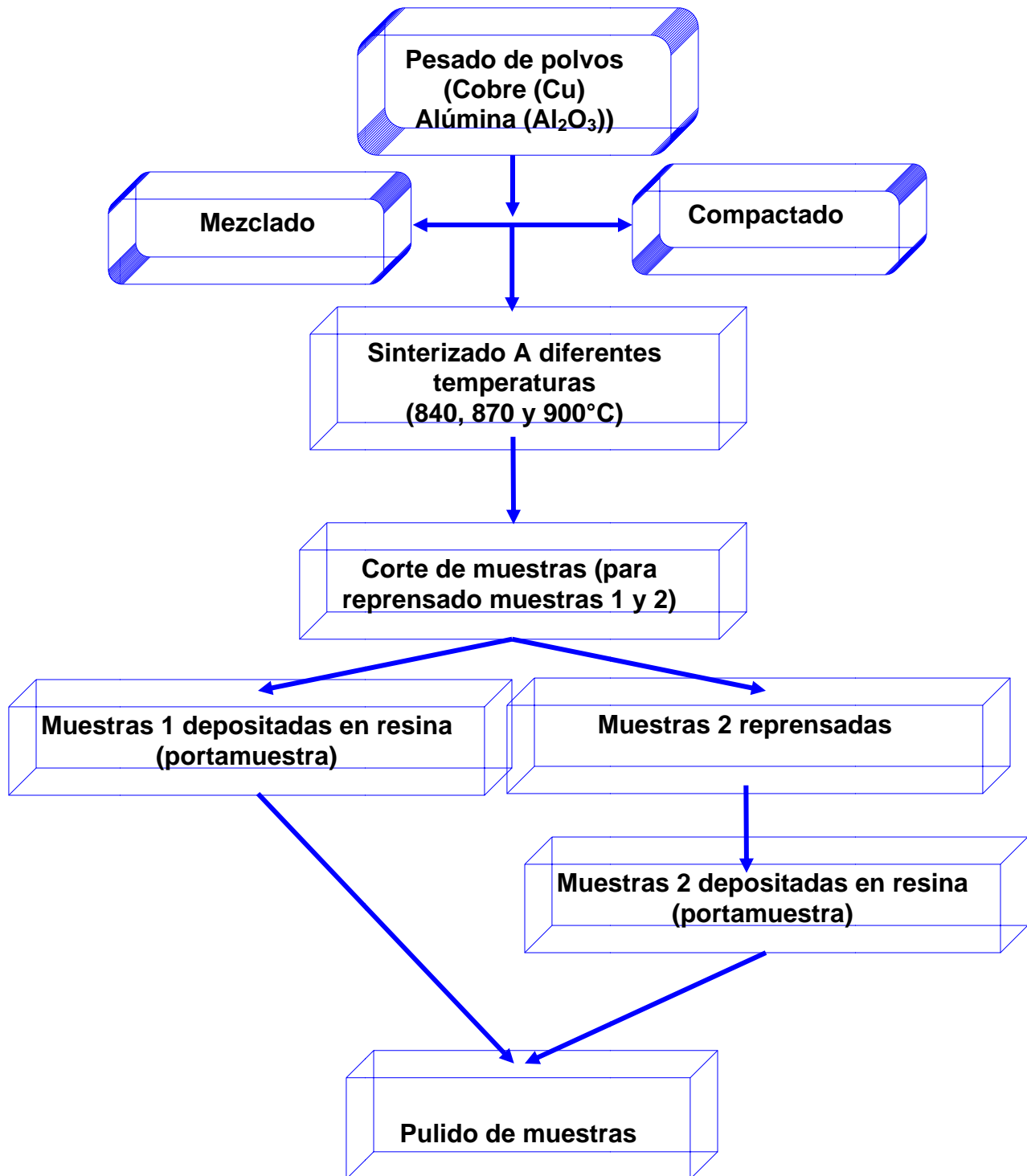


Figura 3.17 Diagrama donde se muestra el procedimiento para la elaboración de las muestras de Cu- Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>



---

## CAPITULO IV

### TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN

#### 4.1 MICROSCOPIA ÓPTICA <sup>[30]</sup>

En cualquier estudio de materiales, la forma correcta de proceder es empezar por el nivel macroscópico, antes de estudiar los detalles microscópicos, y utilizar, la microscopía óptica y electrónica no como técnicas competitivas, sino complementarias.

El microscopio óptico, puede ser de luz transmitida o luz reflejada. El primero se utiliza para aquellos materiales en los que se pueden realizar cortes de capas muy finas que dejan pasar la luz visible; para materiales muy opacos, como en el caso de este trabajo, se utiliza el de luz reflejada.

El microscopio óptico de reflexión consiste en un haz paralelo de rayos procedentes de una fuente luminosa adecuada, que se refleja en un vidrio plano inclinado (prisma) para que, a través del objetivo, alcance la probeta metalográfica.

Una fracción de la luz incidente sobre la superficie de la probeta es reflejada por ella, y vuelve a pasar a través del objeto dando una imagen ampliada del área iluminada.

La luz continúa hacia arriba a través del reflector de vidrio plano y se amplifica una vez más al pasar por el sistema superior de lentes, denominado *ocular*. En la figura 4.1 se muestra el esquema de un microscopio óptico de luz reflejada.

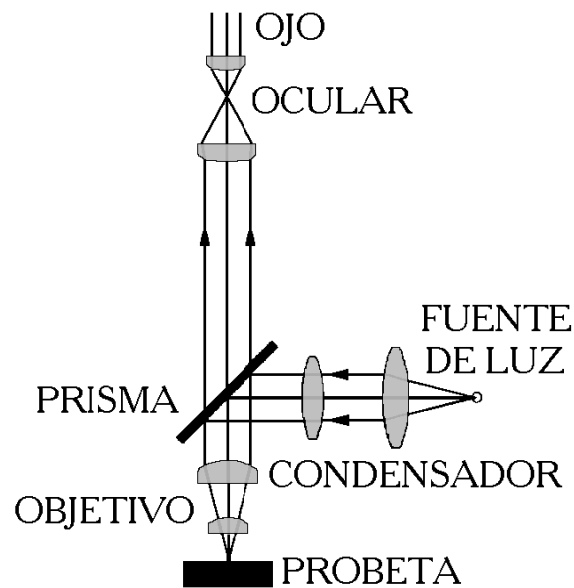


Figura 4.1 Esquema de un microscopio de luz reflejada. Microscopio metalográfico.

Existen distintas variantes de observación en Microscopía Óptica, pero la utilizada en este trabajo es Microscopía óptica normal (de campo brillante coloreado): donde el material a observar se colorea o se ataca con colorantes específicos que aumentan el contraste y revelan detalles que no se aprecian de otra manera.

La máxima ampliación que se consigue con los microscopios metalográficos es, aproximadamente, de 1500 aumentos. Con el empleo de muestras atacadas con el reactivo apropiado para la muestra puede mejorarse este límite (en este caso se uso Bromuro de Potasio (2g, grado reactivo) + Acido Hidroclórico (4 gotas, grado Industrial) + Acido Sulfúrico (8mL, grado Industrial) + 100 mL agua destilada, para observar la morfología del material compuesto)), hasta unos 2000 aumentos.

No obstante, este es la mayor magnificación que se puede conseguir con microscopía óptica, debido al tamaño de la longitud de onda de la luz visible (aprox. 4000 Å).



Para aumentar la magnificación, se deben emplear electrones en vez de fotones para "iluminar" la muestra, lo que nos lleva a emplear microscopios electrónicos.

Como resultado, en estos microscopios se puede obtener imágenes donde se observa la macro y microestructura, es decir el tratamiento mecánico y térmico que ha sufrido el material, proporcionando información importante para caracterizar el material.

En cuanto a la macroestructura suministra información tal como: <sup>[30]</sup>

- Segregaciones
- Inclusiones no metálicas
- Tratamientos térmicos
- Defectos de fabricación
- Orientación de los granos
- Penetración del temple

Cuanto mayor sea el poder resolutivo, mayor será la definición de un objeto. El poder resolutivo de un microscopio compuesto depende de la longitud de onda utilizada y de una propiedad óptica de la lente conocida como apertura numérica.

Como los microscopios ópticos utilizan luz visible, la longitud de onda está fija y es por lo que la resolución de un objeto está en función de la apertura numérica; cuanto mayor sea la apertura, el objeto resuelto será más pequeño.

Para el presente trabajo se utilizó un Microscopio Óptico metalográfico Marca Olympus, modelo PG3, con modo de observación en campo brillante con una resolución del óptico de aproximadamente 1 micrómetro, el Microscopio utilizado es como el que se muestra en la figura 4.2



Figura 4.2 Microscopio Óptico

#### 4.2 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO. [32]

La técnica consiste en hacer incidir un delgado haz de electrones acelerados, con energías desde unos cientos de eV hasta unas decenas de keV (50 KeV), sobre una muestra gruesa, opaca a los electrones.

Este haz se focaliza sobre la superficie de la muestra de forma que realiza un barrido de la misma siguiendo una trayectoria de líneas paralelas como se esquematiza en la figura 4.3

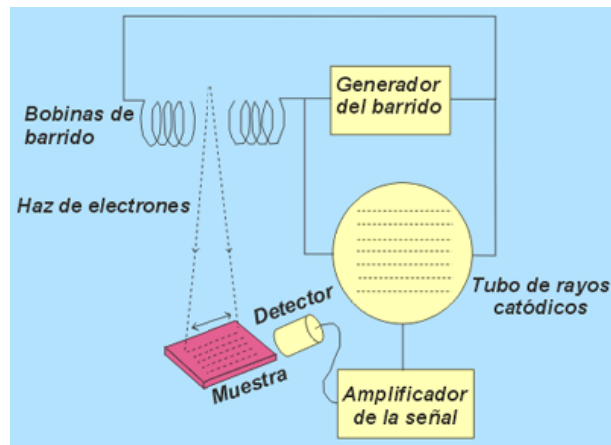


Figura 4.3 Esquema del funcionamiento interno del Microscopio Electrónico de Barrido.





La interacción de los electrones incidentes con la muestra produce una serie de radiaciones secundarias: electrones secundarios, electrones retrodispersados, electrones transmitidos, radiación X, electrones Auger, catodoluminiscencia y energía absorbida (por la muestra). La utilización de una u otra nos permite obtener distintas informaciones sobre la muestra como se ve en la figura 4.4

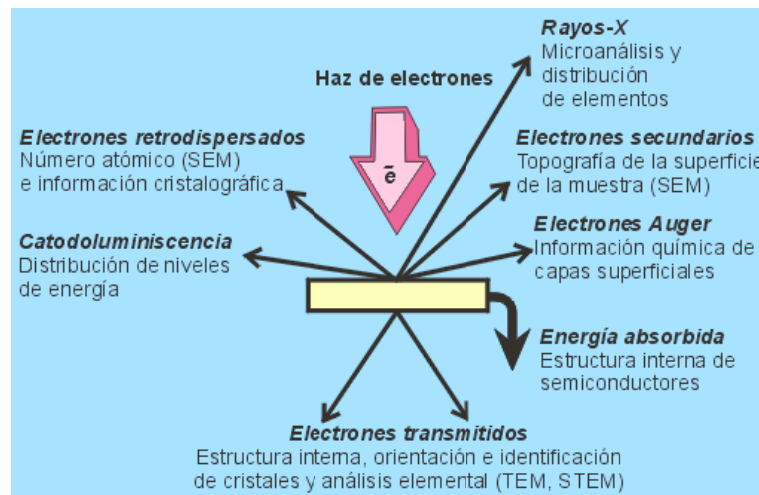


Figura 4.4 Esquema de la información que se puede obtener según la radiación que emite la muestra.

De todas las formas de radiación resultantes de la interacción del haz incidente y la muestra hay dos realmente fundamentales en un microscopio de barrido (MEB): los *electrones secundarios* y los *electrones retrodispersados*. Los primeros son electrones de baja energía (decenas de eV) que resultan de la emisión por parte de los átomos constituyentes de la muestra (los más cercanos a la superficie) debido a la colisión del haz incidente.

Los electrones retrodispersados sin embargo, son electrones del haz incidente que han interactuado (colisionado) con los átomos de la muestra y han sido reflejados. La intensidad de ambas emisiones varía en función del ángulo que forma el haz incidente con la superficie del material, es decir depende de la topografía de la muestra.



La señal emitida por los electrones y radiación resultantes del impacto se recoge mediante un detector y se amplifica para cada posición de la sonda. Las variaciones en la intensidad de la señal que se producen conforme la sonda barre la superficie de la muestra se utilizan para modificar la intensidad de la señal en un tubo de rayos catódicos que se desplaza en sincronía con la sonda.

De esta forma existe una relación directa entre la posición del haz de electrones y la fluorescencia producida en el tubo de rayos catódicos. El resultado es una imagen topográfica muy ampliada de la muestra.

El aumento de la imagen producido por el microscopio de barrido resulta de la relación entre las dimensiones de la imagen final y el área de la muestra que ha sido barrida. Así, por ejemplo, si la sonda barre un área de  $1 \text{ mm}^2$  de la muestra y la imagen en la pantalla es de  $100 \text{ mm}^2$ , ésta ha sido ampliada 100 veces. Estos microscopios tienen un rango de aumentos que varía desde 10X hasta 200.000X con una distancia focal de 35 mm.

El poder de resolución del microscopio es determinado directamente por el área mínima que la sonda es capaz de escanear. El menor diámetro de la sonda con un número mínimo de electrones.

Si la muestra no es buena conductora se acostumbra recubrirla con una película conductora metálica o de carbono para evitar que ésta se cargue cuando sea irradiada en este caso se le colocó una cinta de carbón. En el caso de nuestras muestra debido a que el porta muestra es de resina se tuvo que forrar con papel aluminio y se le puso una cinta de carbón y otra de aluminio para que se cargara y observar de mejor calidad la imagen.

*Modos de operación:* si el microscopio dispone de varios sistemas de detección es posible diferenciar entre energías electrónicas, principalmente entre la señal producida por los *electrones secundarios* y la generada por los *electrones retrodispersados*.



Con los electrones secundarios se obtiene una imagen de apariencia tridimensional de la muestra.

La intensidad de emisión de los electrones retrodispersados depende del número atómico medio de los átomos de la muestra, así los átomos más pesados producen mayor cantidad de electrones retrodispersados. Una imagen originada por los electrones retrodispersados revela diferencias en la composición química por diferencias de contraste.

En el presente trabajo se utiliza la técnica de Microscopia Electrónica de Barrido para estudiar la morfología del material compuesto, el tamaño de partícula, el tamaño y la distribución de poros y la distribución de los componentes mediante el mapeo general de muestra.

#### 4.2.1 Espectroscopia de energía dispersa de rayos X <sup>[36]</sup>

La Espectroscopia de energía dispersa de rayos x (EDS) es una técnica analítica utilizada para el análisis elemental o Caracterización química de una muestra. Se basa en la investigación de una muestra a través de las interacciones entre la radiación electromagnética y la materia, el análisis de rayos X emitida por la materia en respuesta a los choques con las partículas cargadas. Sus capacidades de caracterización se debe en gran parte al principio fundamental de que cada elemento tiene una única estructura atómica permitiendo que los rayos X que son característicos de la estructura atómica de un elemento para ser identificados únicamente unos de otros.

Hay cuatro componentes principales de la configuración de EDS: la fuente del haz, el detector de rayos X, el procesador de pulso, y el analizador. Sin embargo, los sistemas de EDS son los más comúnmente encontrados en microscopios electrónicos de barrido (MEB-EDS) Y microsondas electrónica.



Los Microscopios Electrónicos de Barrido están equipados con un cátodo y un lente magnético para crear y enfocar un haz de electrones, y desde la década de 1960 han sido equipados con las capacidades de análisis elemental.

Un detector se utiliza para convertir energía de rayos X en voltaje las señales, esta información es enviada a un procesador de pulso, que mide las señales y los pasa a un analizador para la visualización de datos y análisis.

Se utilizó un Microscopio Electrónico de Barrido, marca JEOL, Modelo JSM-6390LV. Se obtuvieron imágenes en modo SEI (alto vacío) y en modo BEI (Bajo vacío). Microanálisis con EDS con sistema NORAN SISTEM SIX.



Figura 4.5 Microscopio Electrónico de Barrido



## 4.3 DUREZA <sup>[30]</sup>

### 4.3.1 Definición

La dureza da una medida de la resistencia de los materiales a la deformación plástica localizada. Se denomina dureza a la resistencia a ser rayado que ofrece la superficie lisa de un material, y refleja, de alguna manera, su resistencia a la abrasión. En el caso de los metales representa una medida de resistencia a la penetración por otro material más duro.

Este ensayo puede representar resistencia al rayado o penetración y una medida cualitativa de la resistencia del material. Los ensayos de dureza consisten en la medida de la profundidad o tamaño de la huella generada por un indentador.

Difieren entre sí en función de la geometría del indentador y de las cargas aplicadas. Mediante el estudio de la dureza de un material se evalúa, en parte, la estructura atómica del mismo que es la expresión de su enlace más débil.

La dureza es una forma de evaluación de la reacción de una estructura cristalina a una tensión sin rotura. En los cristales con enlaces metálicos, que pueden fluir plásticamente, el rayado da lugar a una ranura o surco. <sup>[30]</sup>

Por el contrario, en materiales frágiles el rayado es la manifestación de una microfractura. En estos ensayos se usan distintos penetradores, los cuales se muestran en la siguiente figura 4.6



Ensayo	Penetrador	Forma del penetrador	
		Vista lateral	Vista superior
Brinell	Esfera de 10mm de acero o de carburo de tungsteno		
Microdureza Vickers	Pirámide de diamante		
Microdureza Knoop	Pirámide de diamante		
Rockwell y Rockwell superficial	<ul style="list-style-type: none"> <li>Cono de diamante</li> <li>Esferas de acero de <math>\frac{1}{16}, \frac{1}{8}, \frac{1}{4}, \frac{1}{2}</math> pulgadas de diámetro</li> </ul>		

Figura 4.6 Tipos de penetradores o indentadores para el ensayo de dureza

#### 4.3.2 Ensayos de microdureza.

El término 'microdureza' es realmente erróneo. No hay nada de 'micro' sobre la dureza de los materiales que se ensayan. Solo el tamaño que resulta de las huellas es 'micro'. El término 'micro-indentación' de dureza sería quizás una mejor descripción. Desde hace tiempo, se considera microdureza cuando se emplean cargas de 2Kg o menos.

Este ensayo consiste en generar una huella muy pequeña para medir la dureza de zonas de pequeño tamaño, esto se hace aplicando cargas muy pequeñas, es decir que son ensayos de precisión.



En metalurgia se utilizan para evaluar la dureza entre fases diferentes o para analizar la dureza de un recubrimiento (como son los galvanizados).

El principal inconveniente es que necesitan una gran preparación superficial, llegando al pulido metalográfico o pulido a espejo.

#### 4.3.3 Tipos de ensayo de dureza

Hay diferentes tipos predominantes de ensayos de dureza:

El primero es el ensayo Brinell, en el cual se comprime una esfera de acero duro, por lo general de 10mm de diámetro, contra la superficie del material. Se mide el diámetro de la impresión que suele ser de 2 a 6 mm, y se calcula el número de dureza Brinell (HB).

El segundo es dureza Rockwell se usa una bola de acero de pequeño diámetro para materiales blandos y un cono o indentador de diamante para materiales duros. La máquina de ensayo mide en forma automática la profundidad de penetración del indentador la cual se convierte en un número de dureza Rockwell (HR).

Otro tipo de ensayo de dureza es Knoop (HK), es un ensayo de microdureza que genera indentaciones tan pequeñas que se requiere un microscopio para obtener la medida, en estos ensayos la carga es menor a 2 N.

Y el ensayo de dureza Vickers, que fue introducido en Inglaterra en 1925 el cual usa un indentador de diamante en forma de pirámide, se puede hacer como ensayo de macro o de microdureza con ciertas dimensiones como las que muestran en la figura 4.7.



Con el término Vickers también se refiere a la pirámide de diamante.

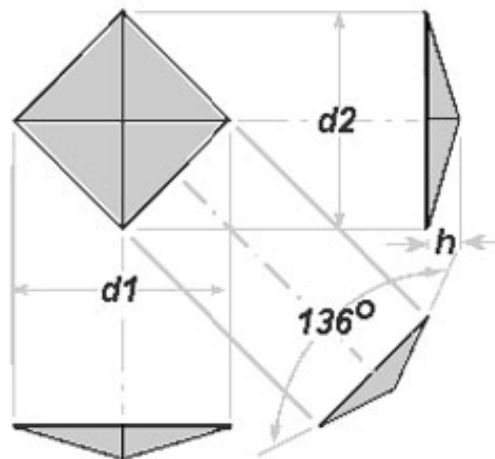


Figura 4.7 Dimensiones de Prueba de dureza Vickers.

Para medir la microdureza las muestras fueron pulidas y limpiadas para evitar que tuvieran algún residuo que afectara el análisis.

Este se llevo a cabo con un Microdurómetro con pantalla digital marca MICROMET 5003, Modelo Matsuzawa Seiki MXT-7e, # Serie MX9599 como el que se muestra en la figura 4.8. La carga utilizada fue de 300 gf. Se realizó dureza por microidentación en escala Vickers.





Figura 4.8 Microdurómetro

#### 4.4 ANALISIS DE IMÁGENES

##### 4.4.1 Granulometría. <sup>[31]</sup>

El análisis de imágenes se refiere al estudio granulométrico en los datos de los microanálisis obtenidos en el microscopio electrónico de barrido para determinar el tamaño de partícula y el tamaño de poro.

Se denomina granulometría a la distribución por tamaños de las partículas que constituyen un agregado, y es empleada en diversas áreas para describir las cualidades del tamaño y forma de gránulos individuales dentro de un producto.

El concepto de granulometría fue introducido por G. Matheron a finales de los años 60.

Es decir la granulometría es la medición de los granos de una formación sedimentaria y el cálculo de la abundancia de los correspondientes a cada uno de los tamaños previstos por una escala granulométrica.



En el presente trabajo, se obtuvo información de las diferentes estructuras claras y oscuras que conforman la imagen que se obtiene del Microscopio Electrónico de Barrido mediante el uso de un software de computadora por medio de curvas que se obtienen de manera similar a una densidad granulométrica.

La medida granulométrica asociada a las regiones claras que representa los granos de la muestra se denotará como  $\chi$ , y entre ellas se encuentran la apertura  $\gamma_{\mu B}(f)(x)$  morfológica y se obtiene mediante la siguiente ecuación (3):

$$\chi = \frac{\text{vol}[\gamma_{(\mu-1)B}(f)(x)] - \text{vol}[\gamma_{\mu B}(f)(x)]}{\text{vol}[f(x)]} \quad (3)$$

Mientras que la medida granulométrica asociada a las regiones oscuras que representan a los poros que se encuentran en la muestra, se denota como  $\zeta$ , y la cerradura  $\varphi_{\mu B}(f)(x)$  morfológica y se calcula mediante la siguiente expresión (4):

$$\zeta = \frac{\text{vol}[\varphi_{\mu B}(f)(x)] - \text{vol}[\varphi_{(\mu-1)B}(f)(x)]}{\text{vol}[f(x)]} \quad (4)$$

Donde *vol* se utiliza para indicar que debe obtenerse el volumen sobre la imagen procesada o sobre la imagen original, B es de elemento estructural cuadrado básico,  $\mu$  es un parámetro de tamaño.

Las ecuaciones (3) y (4) se utilizan en este trabajo para deducir las curvas granulométricas. Dichas ecuaciones permiten obtener una medida volumétrica normalizada de los residuos granulométricos de las estructuras claras y oscuras que conforman a la imagen.

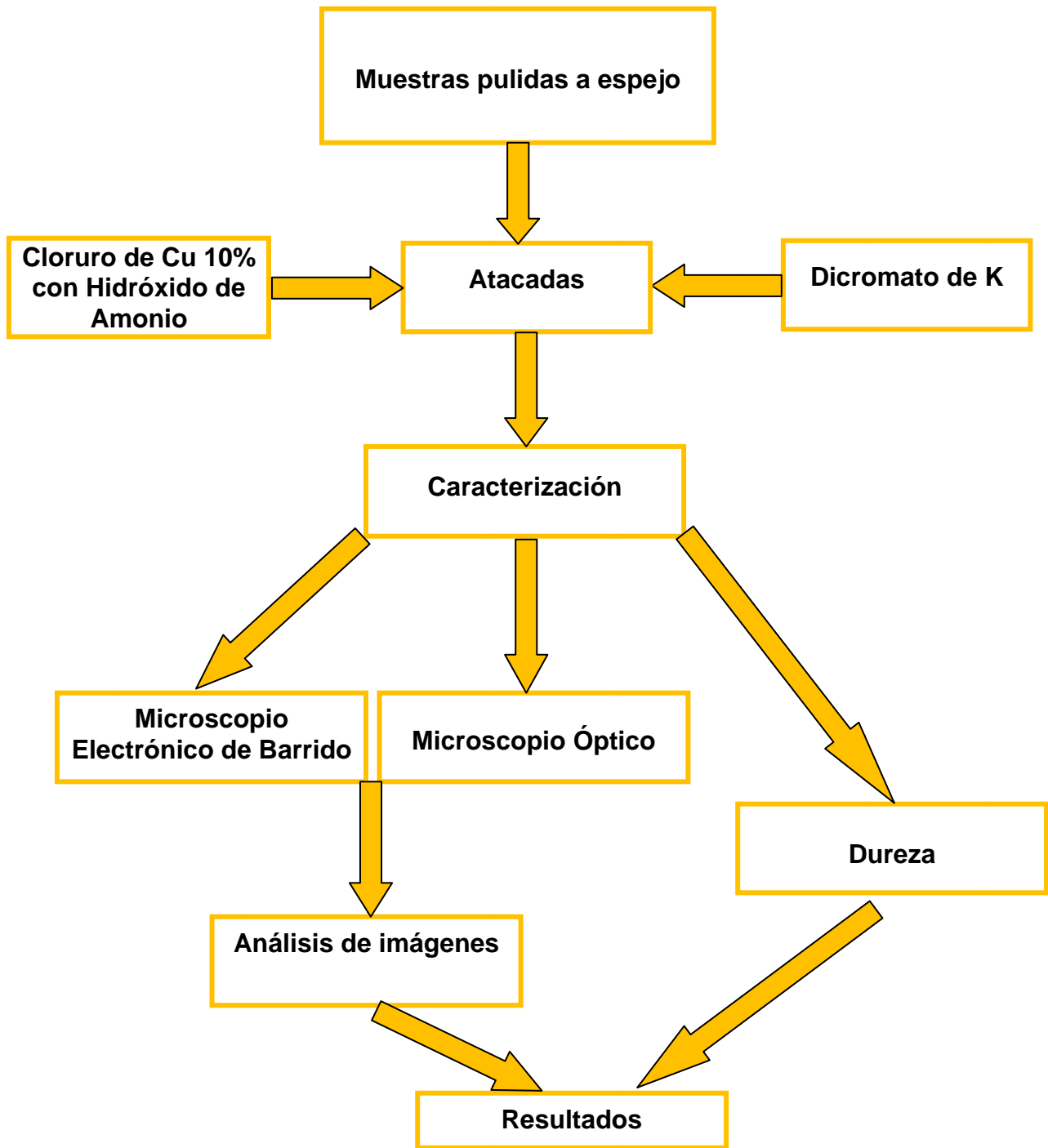


Figura 4.9 Diagrama del proceso para caracterizar las muestras de Cu- Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>



## CAPITULO V

### RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS

#### 5.1 PARTÍCULAS DE COBRE Y $Al_2O_3$ ANALIZADAS EN MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO

En la figura 5.1 se muestran micrografías del Cobre obtenidas mediante Microscopia Electrónica de Barrido con el fin de obtener las medidas y características físicas de los materiales que se utilizaron en el compuesto observándose como resultado un tamaño promedio de partícula de  $3 \mu m$  (figura 5.1 c) y de forma esférica, aunque en algunos casos se presentaron algunas aglomeraciones de hasta  $100 \mu m$  (figura 5.1), para la separación de partículas se utilizó un dispersante de partículas (para la de  $300 \text{ nm}$  agua destilada filtrada con una membrana de  $0.2 \mu m$  y se utilizó un filtro de  $0.2 \mu m$ , para la de  $40$  no se utilizó filtro ni para la del Cu, se llevó a cabo en un tiempo de inserción de  $10 \text{ s}$ ) y obtener un tamaño promedio de partícula.

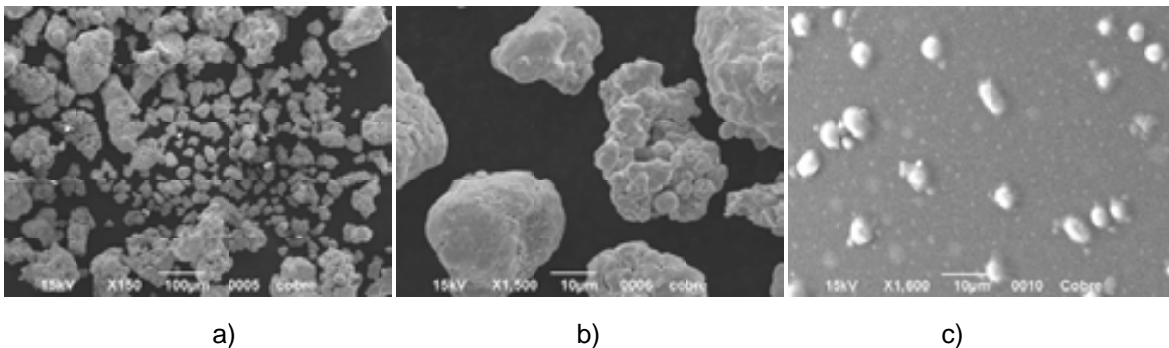


Figura 5.1 Micrografías del Cobre a diferentes aumentos a) 150x, b) 1500x y c) 1600x

En la figura 5.2 se muestran micrografías de la  $Al_2O_3$  de  $300 \text{ nm}$  obtenidas mediante Microscopia Electrónica de Barrido con el fin de corroborar las medidas dadas por el fabricante y obtener las características físicas de  $Al_2O_3$  dando como resultado un tamaño promedio de grano de  $300 \text{ nm}$  ( $0.3 \mu m$ ) de forma esférica, en algunos casos se presentaron algunas aglomeraciones de hasta  $100 \mu m$  como las de las micrografías a y b.



Se utilizó un dispersante de partículas para separar las partículas y obtener un tamaño promedio de partícula lo cual no se logró por completo pero se dejaron ver aunque pegadas ya de manera más independiente y medirlas con más facilidad como se muestra en la micrografía c.

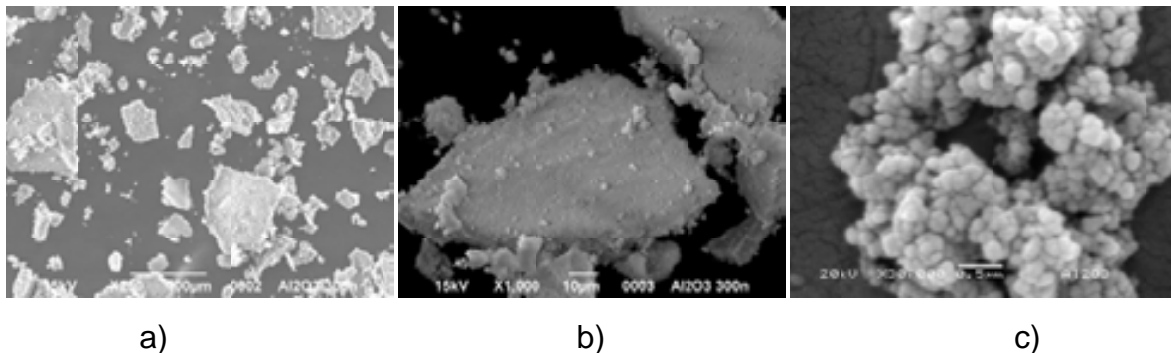
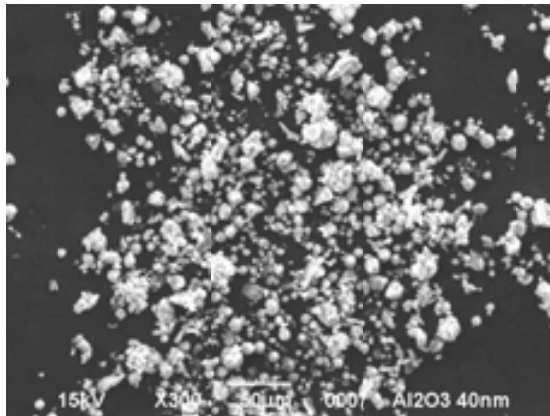
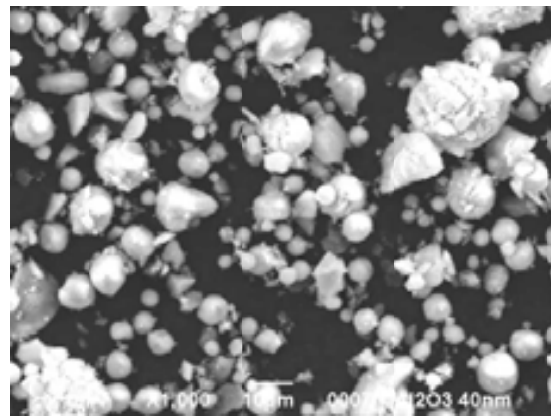


Figura 5.2 Micrografías de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de 300nm diferentes aumentos a) 250x, b) 1000x y c) 30000x

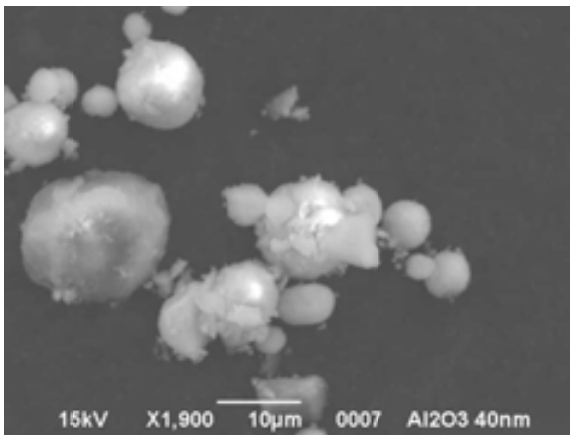
En la figura 5.3 se muestran micrografías de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de 40 nm obtenidas mediante Microscopia Electrónica de Barrido con el fin de corroborar las medidas dadas por el fabricante y obtener las características morfológicas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . En este caso no se lograron separar las partículas con el dispersante utilizado (agua destilada filtrada con una membrana de 0.2  $\mu\text{m}$  para la  $\text{Al}_2\text{O}_3$  para la de 300 nm y para la  $\text{Al}_2\text{O}_3$  40 nm no se utilizó filtro al igual que la de Cu y se llevó cabo durante un tiempo de 10 seg de integración ) teniendo aglomeraciones de 10, 20 y 30  $\mu\text{m}$  como en las micrografías a y b, y con el dispersante se obtuvo un tamaño promedio de 5 y 4  $\mu\text{m}$  como las de las micrografías c y d observándose una forma esférica de las partículas en el aglomerado.



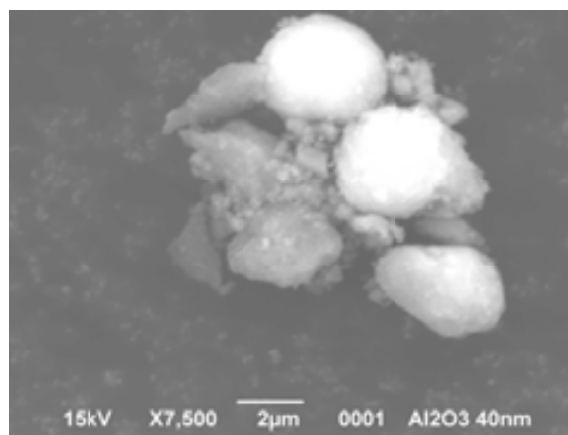
a)



b)



c)

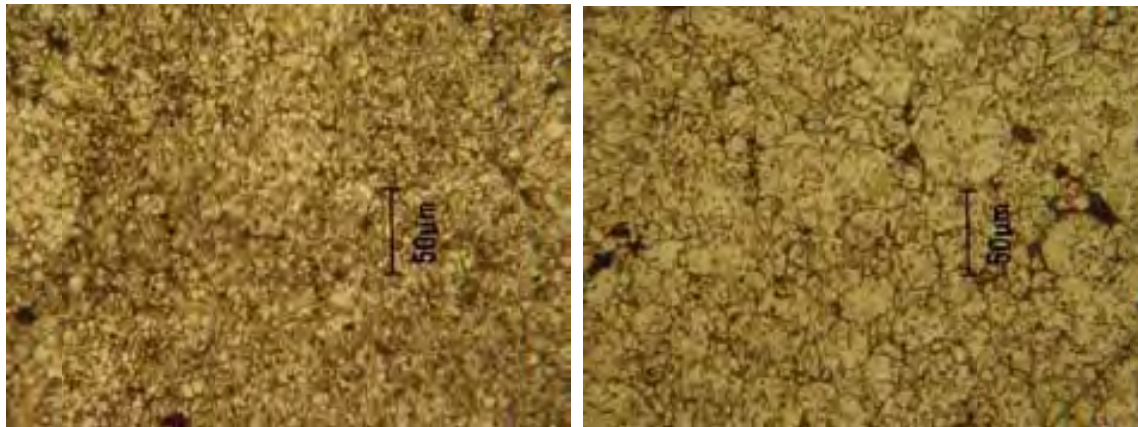


d)

Figura 5.3 Micrografías de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de 40 nm diferentes aumentos a) 300x, b) 1000x, c) 1900x y d) 7500x donde se observan las aglomeraciones de partículas pequeñas que forman las esferas grandes.

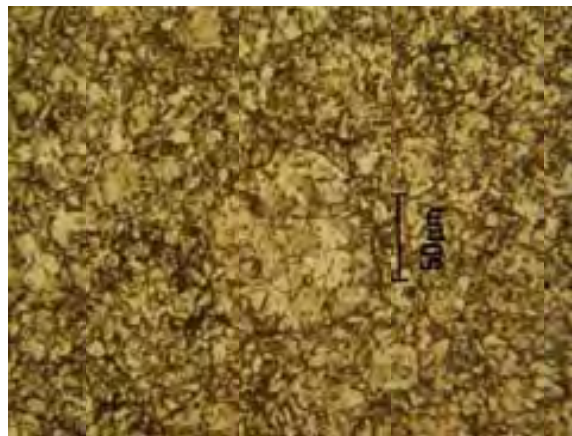
## 5.2 RESULTADOS DE MICROSCOPIA OPTICA

En la figura 5.4 las muestras 1, 8 y D3 que están constituidas 100% de Cu pero sin sinterizar (en verde (a)), sinterizada a 840 °C (b) y a 870 °C (c) respectivamente se puede apreciar que con el tratamiento térmico de sinterizado el tamaño de grano aumenta, ya que se cuenta con menos límites de granos y es lógico ya que durante este tratamiento térmico que se lleva a cabo a temperaturas menores que la de fusión del Cu, tiene lugar la difusión atómica entre las superficies de contacto de las partículas con el fin de que estas resulten químicamente unidas mediante enlaces fuertes.



a) 1

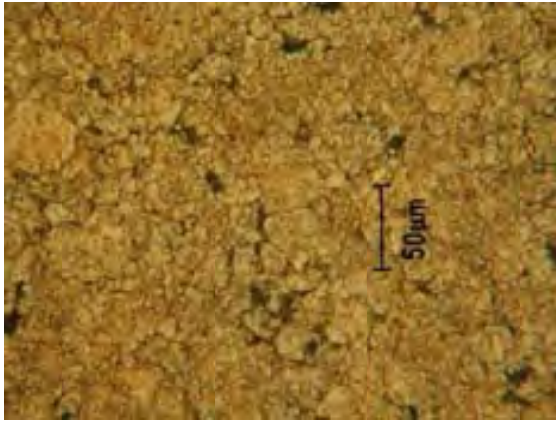
b) 8



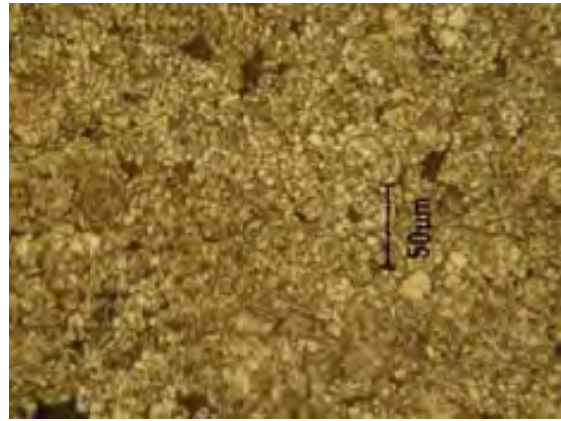
c) D3

Figura 5.4 a) 0°C, b) 840°C y c) 870°C micrografías de las muestras que contienen 100% Cu

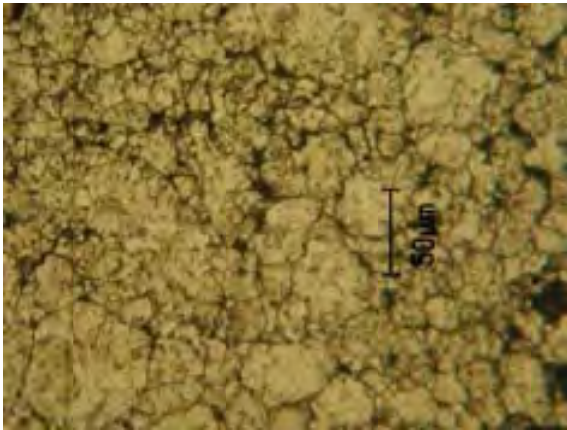
En las muestras que contienen de los dos diferentes tipos de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  por esta técnica de Microscopia Óptica no se observan modificaciones apreciables en cuanto a la estructura del material, pero se aprecia que existen menos espacios vacíos entre los granos, esto puede deberse a que la  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de 40 nm penetra más fácilmente entre esos espacios que la de 300 nm, dejando menos espacios vacíos o rellenando los espacios entre los límites de grano y poros del material. Como se aprecia en la figura 5.5.



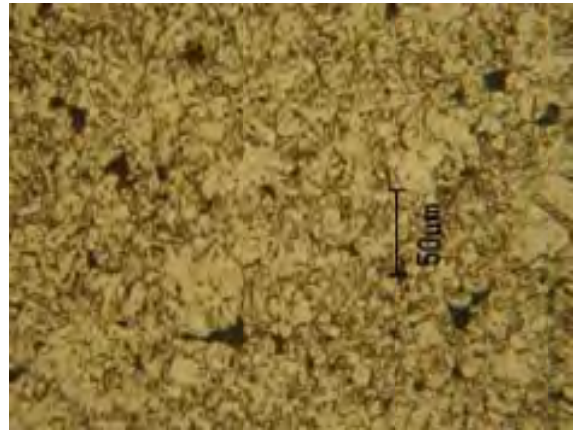
a) A1 (300nm).



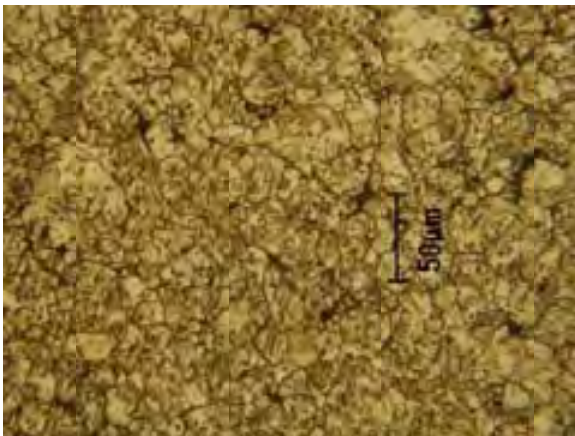
b) A5 (40nm)



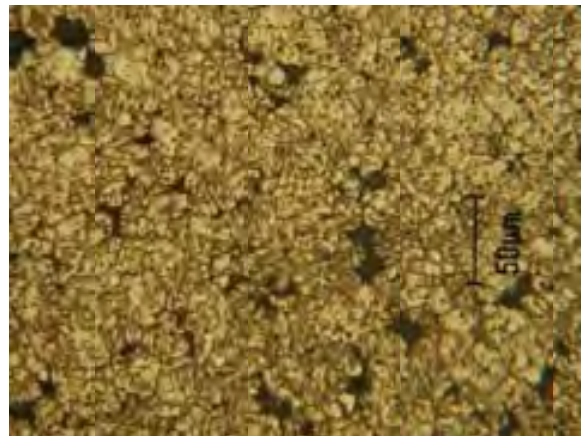
c) A2 (300nm).



d) A6 (40nm)

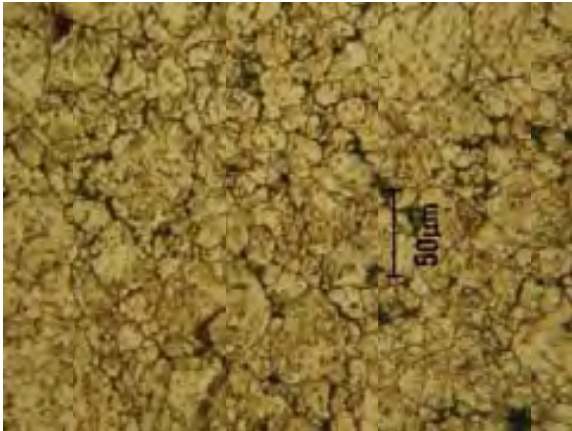


e) A3 (300nm).

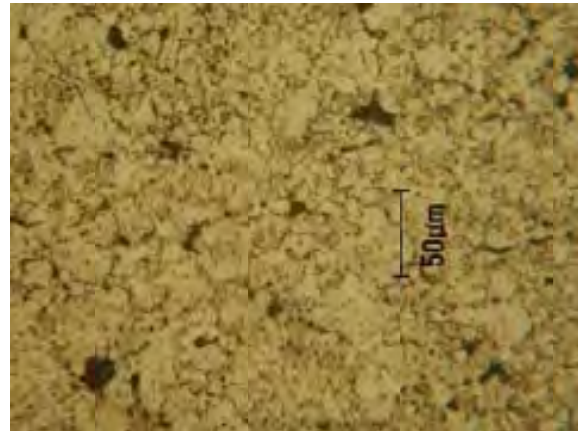


f) A7 (40nm)





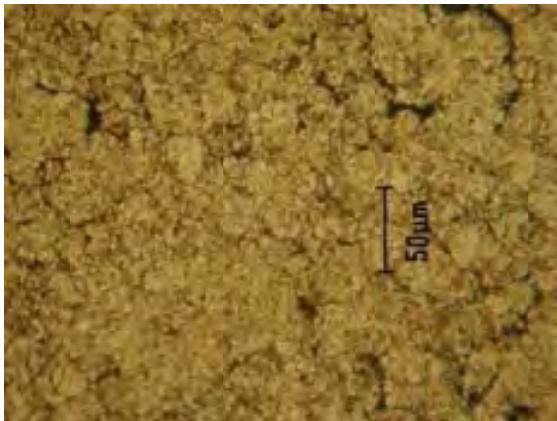
g) A4 (300nm).



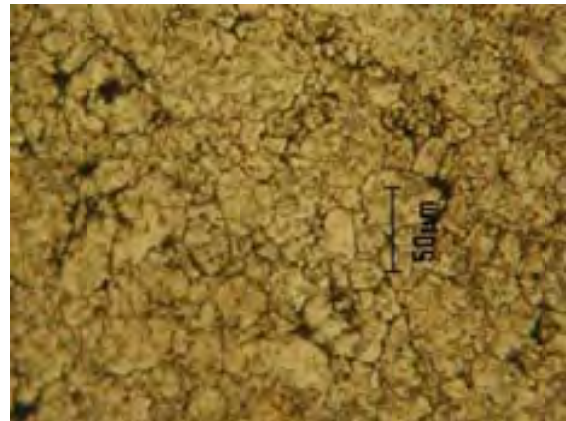
h) A8 (40nm)

Figura 5.5 en las micrografías a, b, c, d, con  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de 300 nm y e, f, g y h con  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de 40 nm, se muestran las características que se presentan con los dos tipos de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  utilizada en este trabajo.

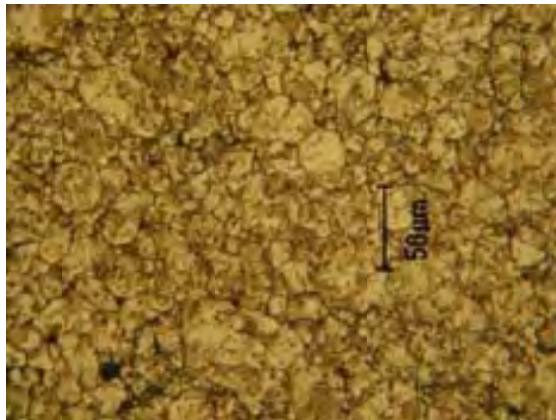
Se observa la misma tendencia de crecimiento de grano en las muestras anteriores que contenían simplemente Cu. Figura 5.6



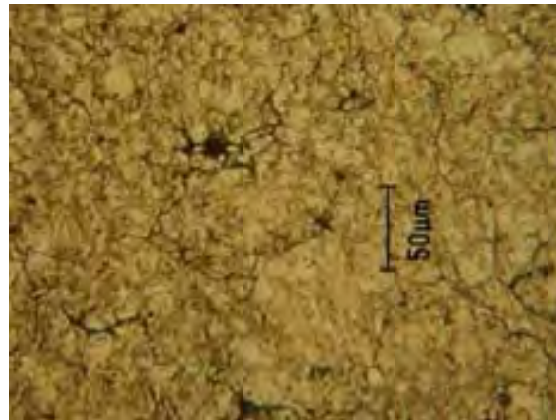
a) B1.



b) B2



c) B3.



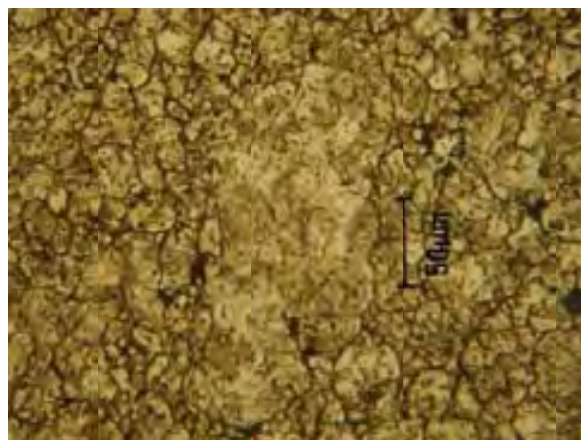
d) B4

Figura 5.6 Las micrografías a, b, c y d muestran el crecimiento de grano para el compuesto, conteniendo 1.5% de  $\text{Al}_2\text{O}_3$

Las observaciones obtenidas por Microscopia Óptica se puede observar que no existe segregación apreciable de las fases Cu-  $\text{Al}_2\text{O}_3$  sino que hay una distribución aparentemente homogénea en todas las muestras. Además, en todas las imágenes obtenidas se observa que la distribución y orientación de los granos en las muestras con y sin  $\text{Al}_2\text{O}_3$  y con y sin tratamiento térmico es al azar o de manera isotrópica, es decir, que no tienen ninguna orientación preferencial lo cual hace suponer que el material tendrá las mismas propiedades en cualquier punto, como se muestra en la figura 5.7 (a y b).



a) C2.



b) C7

Figura 5.7 en las micrografías a y b se muestra el crecimiento de grano con orientación al azar, para el compuesto, conteniendo 1% de  $\text{Al}_2\text{O}_3$

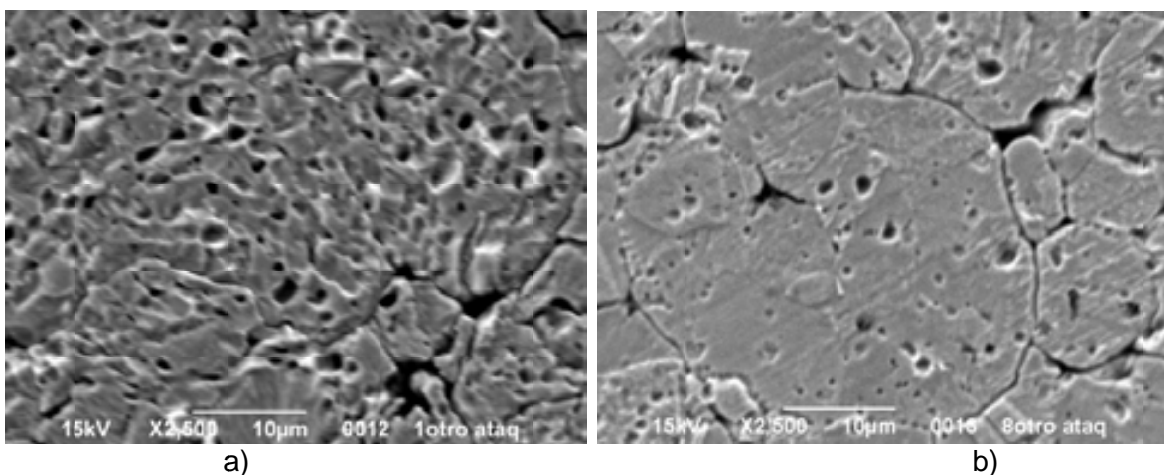


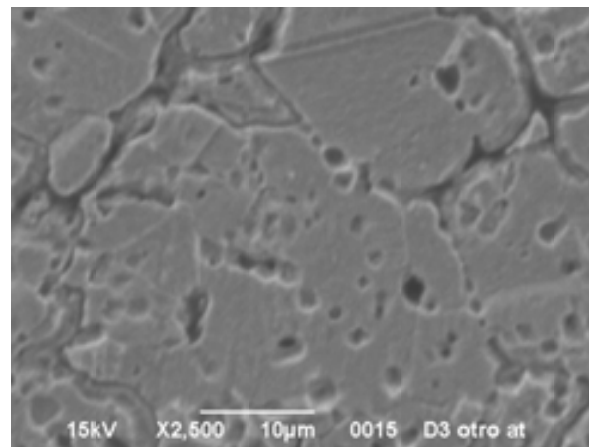
### 5.3 RESULTADOS DE MICROSCOPIA ELECTRONICA DE BARRIDO

En la figura 5.8 se presentan las micrografías obtenidas por Microscopia Electrónica de Barrido de las muestras 1, 8 y D3, sin sinterizar (a), sinterizadas a 840 (b) y a 870 °C (c) respectivamente, donde se corrobora lo que ya se había encontrado en Microscopia Óptica, que el tamaño de grano aumenta al aplicarle el tratamiento térmico de sinterizado debido a la coalescencia de las partículas por difusión.

Además, se puede observar que en las muestras tratadas a 840°C aunque el tamaño de grano aumenta lo hace de forma heterogénea, es decir, que existen grandes diferencias entre los tamaño de grano, en cambio en las que están tratadas a 870°C se observa un crecimiento de grano más homogéneo, es decir, que los tamaños de grano son mas uniformes.

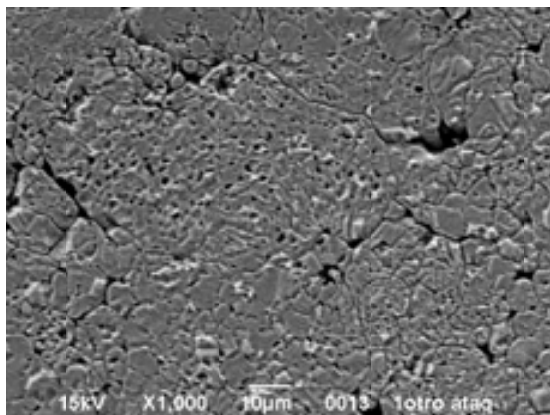
Entonces se puede decir que conforme aumenta la temperatura de sinterizado existe más homogeneidad en el tamaño de grano, esto puede deberse a que se van uniendo los granos más pequeños para formar otros de mayor tamaño.



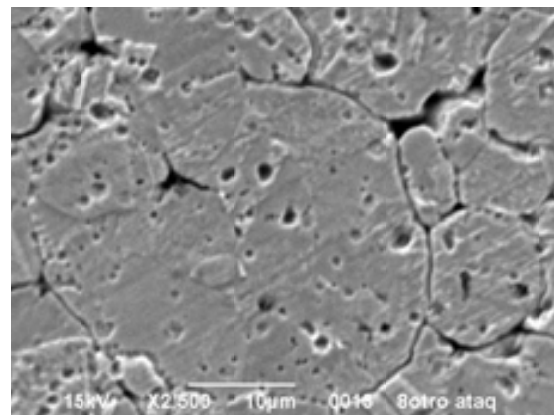


c)

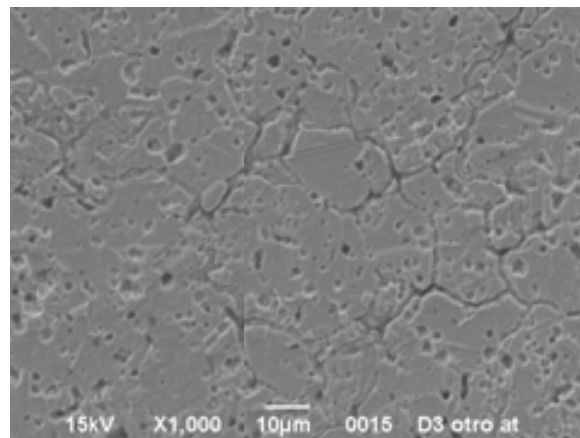
Figura 5.8 se presentan las micrografías a, b y c donde se puede observar de manera cualitativa que el tamaño de grano en las muestras sin sinterizar se encuentra entre 5 y 10 micrómetros, a diferencia de las que están sinterizadas de tamaños entre 10 y 30  $\mu\text{m}$ .



a)



b)



c)

Figura 5.9 se presentan las micrografías a, b y c donde se puede observar de manera cualitativa o semicuantitativa el tamaño de grano en las muestras sin sinterizar.



En las micrografías de las figuras 5.10 y 5.11 se observa la presencia de la  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , aun cuando esta se encuentra en muy bajo porcentaje en comparación al cobre ya que así el cobre ocupa el mayor espacio en la muestra, se puede distinguir como se encuentra alojada principalmente en los poros o entre los límites de grano, lo cual se puede verificar en la figura 5.12 donde se realizó un mapeo de análisis elemental en la cual se observa la distribución de partículas, y a pesar de que se esperaría ver con más claridad la  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de mayor tamaño, aquí se evidencia más la de 40 nanómetros, lo cual se puede deber a la aglomeración que tienden a sufrir las partículas de dicho material.

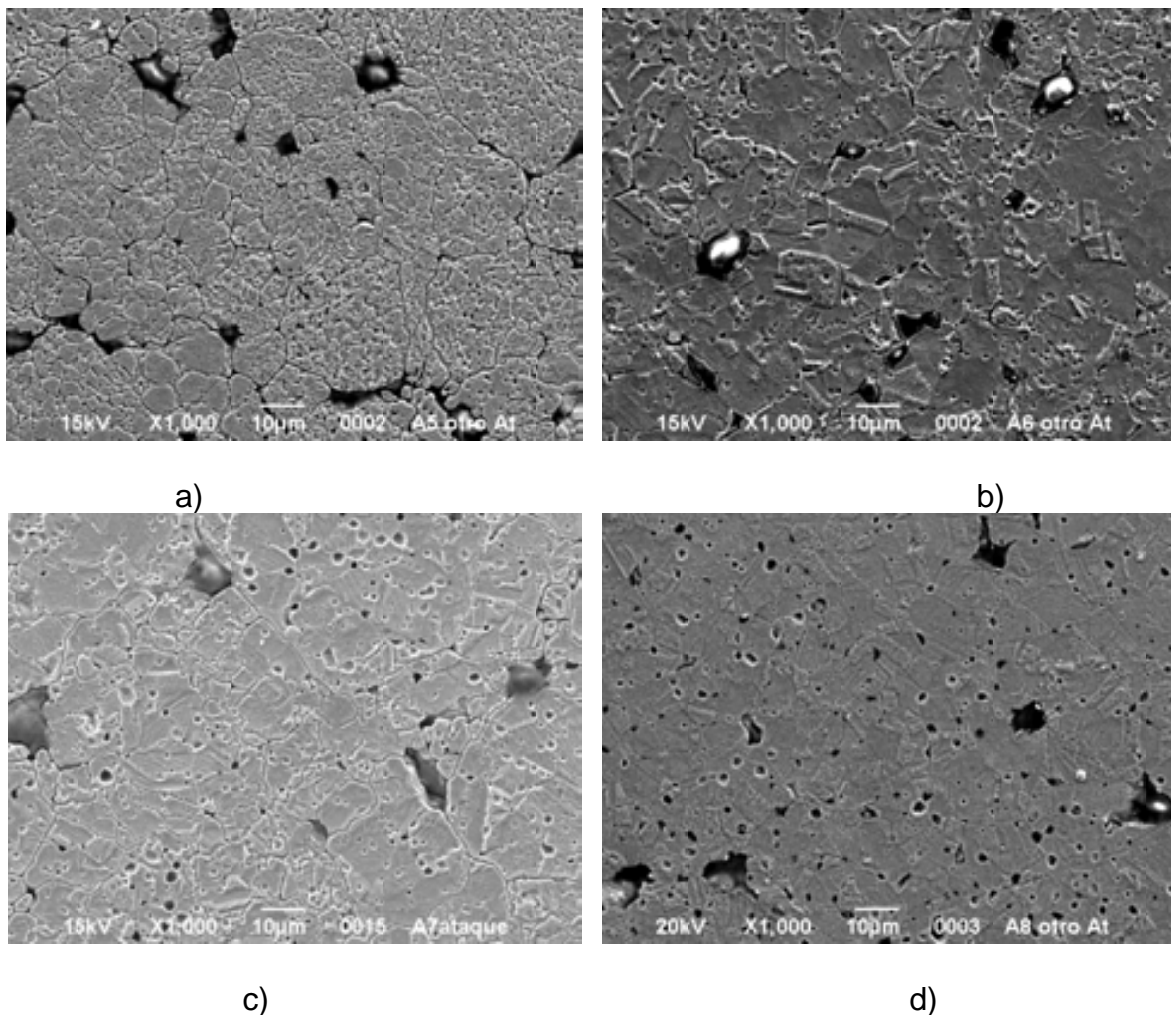


Figura 5.10. En las micrografías a, b, c y d se muestra la  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de 40 nanómetros que se aloja principalmente dentro de los poros y los límites de grano como aglomeración aparentando ser un solo grano de mayor tamaño ( $5\mu$ ), muestras A5, A6, A7 y A8.

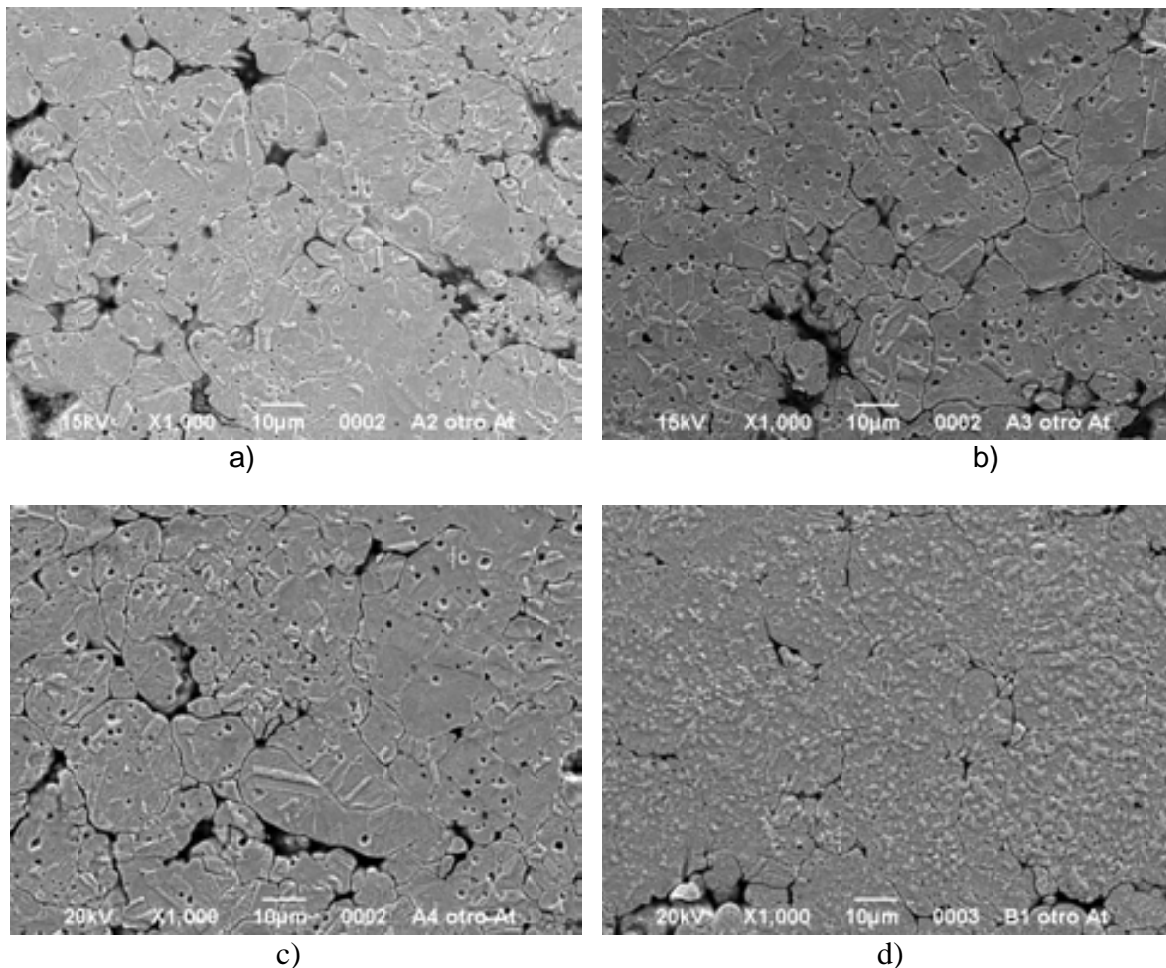


Figura 5.11 En las micrografías a, b, c y d se presentan pequeños granos de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  que se aloja principalmente dentro de los poros y los límites de grano, muestras A2, A3, A4 y B1.

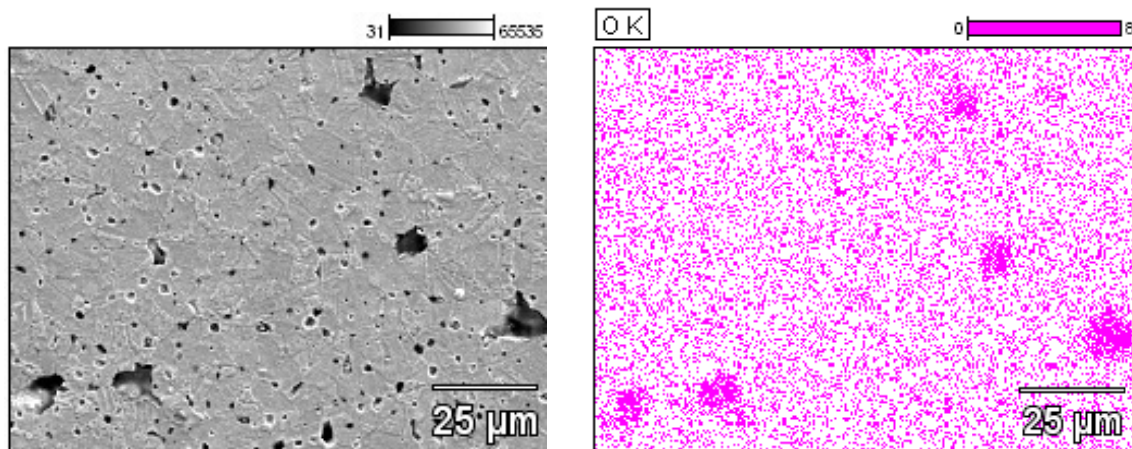
Se ha encontrado que las partículas tanto de cobre como las de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (de 40 y 300 nm) se encuentran como dos fases diferentes y que aun aplicándoles el tratamiento térmico, sin importar la temperatura a la cual se llegó ni el tiempo que se mantuvieron las muestras, éstas siguen teniendo la presencia de los componentes formando fases diferentes lo cual sugiere que no hubo ningún tipo de unión diferente a la unión mecánica que sufrieron debido al proceso de compactado, dentro de las presiones, las temperaturas de sinterizado y los tiempos de sinterizado usados en el presente trabajo.

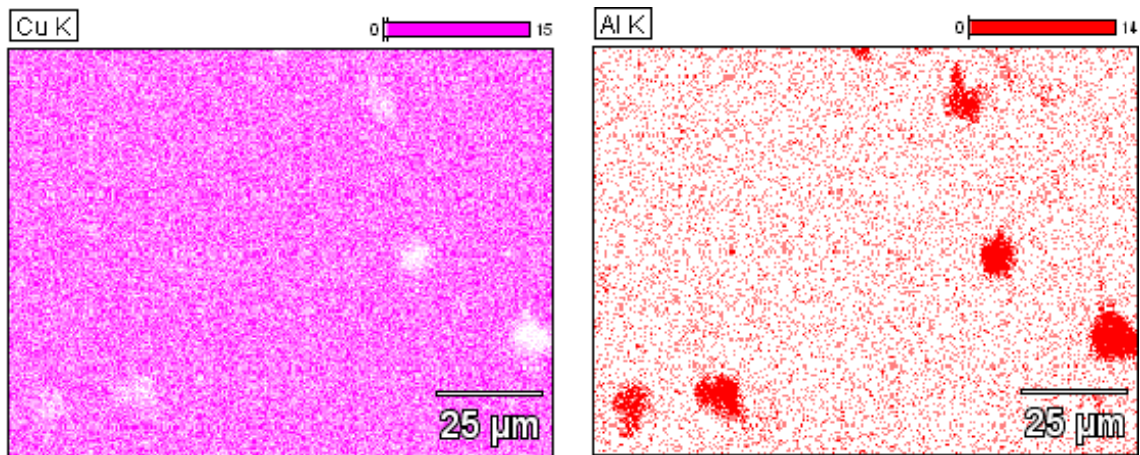


Se pretendía que las partículas de cada componente tuvieran uniones estructurales entre las diferentes partículas de los materiales utilizados ya sea de forma mecánica o debido al tratamiento de sinterizado ya que al aumentar la temperatura las partículas se deforman y cambian de lugar y pueden llegar a fusionarse pero en este caso no se dió. Pero en este caso no se dio, quedando las partículas unidas, pero solo sobre sus bordes (la  $\text{Al}_2\text{O}_3$  rodea las partículas de Cu).

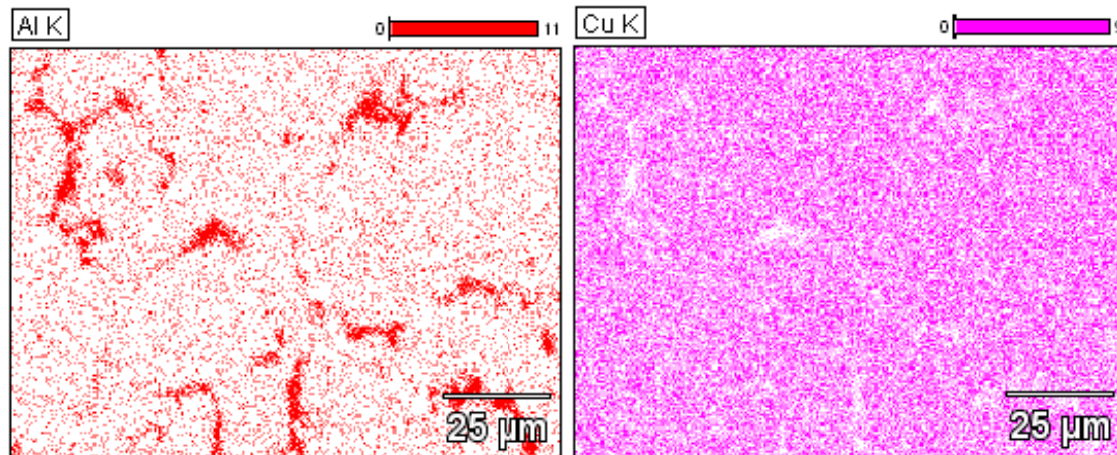
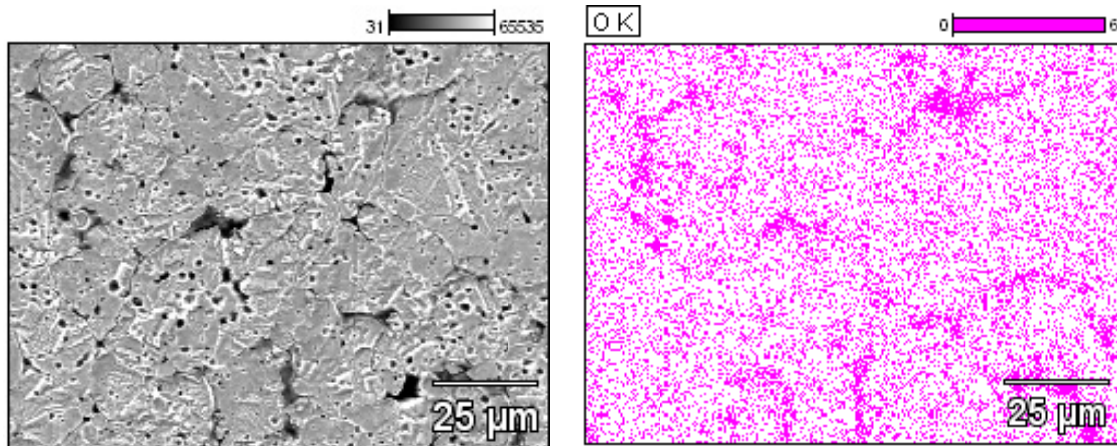
En cuanto a la manera como se encuentran distribuidas las partículas tanto de cobre como de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  en la muestra, esto se puede apreciar mejor en los resultados de mapeo obtenidos por Microscopia Electrónica de Barrido como se muestra en la figura 5.12.

Para ambos tipos de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , donde se observa que si se superpone la imagen que contiene únicamente al cobre sobre la micrografía que contienen ambos constituyentes, los espacios que están vacíos o que tienen porosidad son efectivamente los espacios que aparecen en la imagen de mapeo en color blanco y al igual al sobreponer la imagen de mapeo del aluminio con la de oxígeno se ve que ambos se encuentran ocupando los mismos espacios los cuales son los que se encuentran coloreados y a su vez los que se encontraban en blanco en la imagen que contiene al cobre en color.





a)



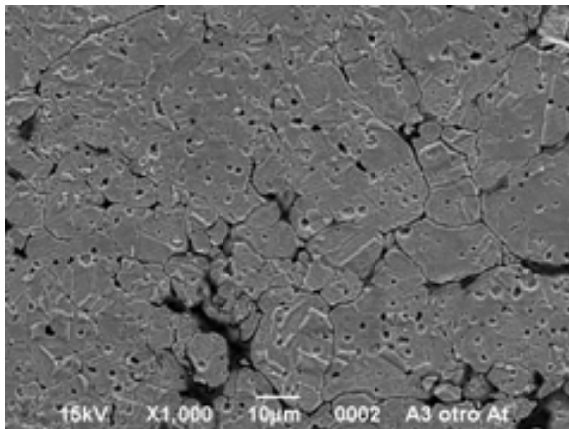
b)

Figura 5.12. Imágenes de mapeo (a y b) donde el cobre, el aluminio y el oxígeno se encuentran representados por los puntos color rosa, naranja y morado respectivamente. Donde las imágenes a corresponden a  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de 300 nanómetros y b a  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de 40 nanómetros.

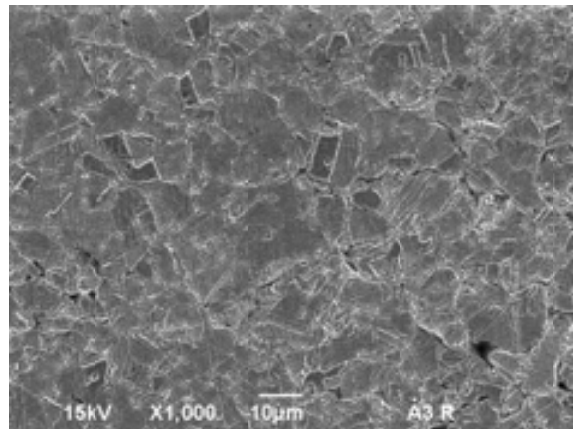




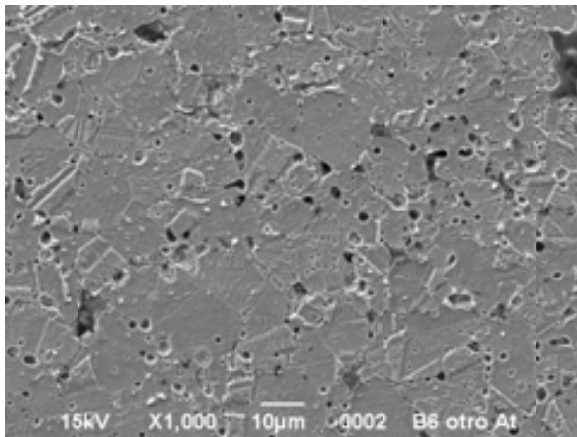
De las muestras obtenidas después del tratamiento térmico, que se les aplicó un reprensado se obtuvieron las micrografías que se muestran en la figura 5.13, donde se puede apreciar que la porosidad disminuyó en gran proporción en todos los casos debido a la unión de las partículas por la fuerza externa aplicada durante este proceso. Por lo tanto, se espera que dichas muestras presenten un aumento en su dureza.



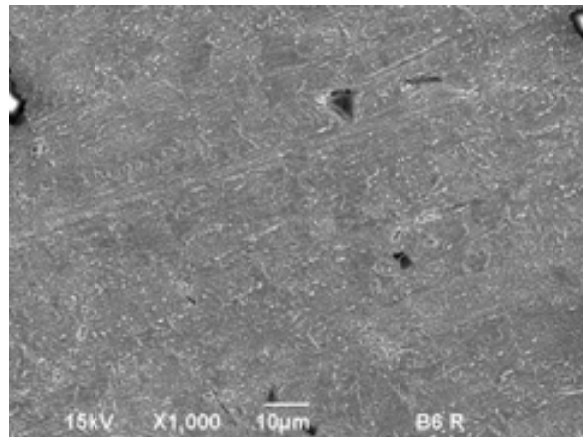
a)



b)



c)



d)

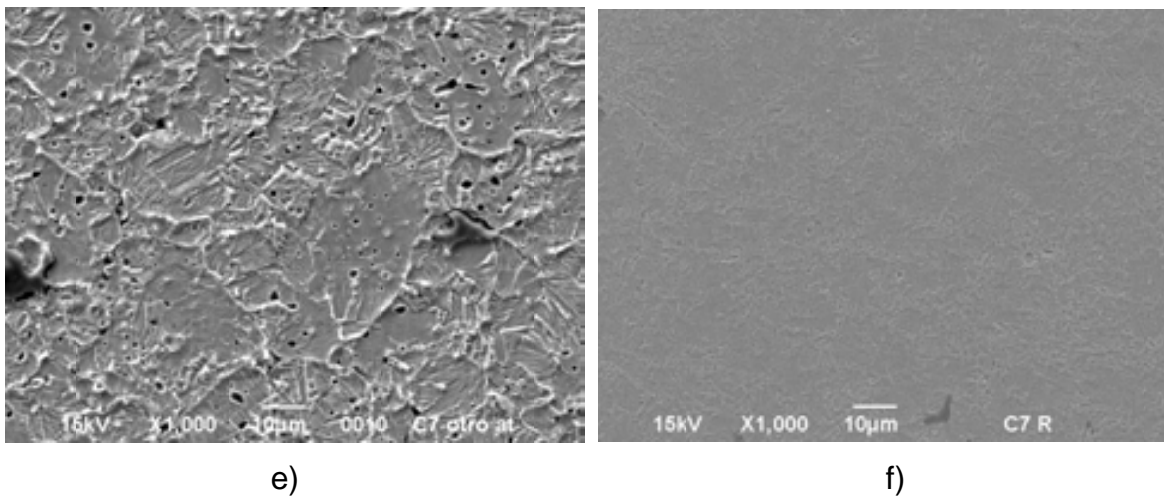


Figura 5.13. Micrografías de muestras sin reprensado a) A3 2%  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , c), B6 1.5%  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , y e) C7 1%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  y reprensadas b) A3 2%  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , d) B6 1.5 %  $\text{Al}_2\text{O}_3$  y f) C7 1%  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

#### 5.4 RESULTADOS DE LOS ENSAYOS DE DUREZA

En la tabla 5.1 se presentan de manera resumida los resultados obtenidos de las pruebas de dureza realizadas a las muestras obtenidas por metalurgia de polvos a diferentes temperaturas de sinterizado con un proceso de prensado, reprensado y además de muestras sin tratamiento térmico, también en esta tabla se presentan características tales como: nombre de la muestra, porcentaje y tipo de Alúmina, y las temperaturas a las cuales fueron sinterizadas.

Los ensayos de dureza se realizaron de acuerdo al criterio que se sigue en la determinación de esta propiedad en materiales metálicos, en este caso se le aplico una carga de 300 gf. por microindentación en escala Vicker's.

En cuanto a la dureza, esta se presenta como promedio de dureza de una serie de 6 mediciones a cada muestra y de estas se obtuvo el promedio aritmético, obteniendo así dichos resultados.



---

De esta tabla se puede observar que sin considerar el reprensado, las muestras sin sinterizar son las que presentan la mayor dureza y además que las muestras que tienen  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de mayor tamaño (300 nm) presentan una dureza mayor que las que tienen la  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de menor tamaño (40 nm).

También se observa que las muestras reprensadas incrementan su dureza considerablemente llegando a presentar en todos los casos más del doble de dureza que el que se obtiene con un solo proceso de prensado.

Es de observarse que no todas las muestras tiene un resultado de dureza después del reprensado, esto es debido a que al someter las muestras a presión algunas tendían a fracturarse. Solo las que quedaron se analizaron posteriormente.



Tabla 5.1 Promedio de dureza obtenido de las muestras ensayadas

Muestras prensadas	Muestras reprensadas	% de Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (restos Cu)	Tipo de Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (nm)	Tem. de sinterizado (°C)	Promedio dureza preñ (HV)	Promedio dureza repren (HV)	Peso (g.)
1				En verde	119.68		1.279
8				840	51.2		1.290.
<b>A1</b>		<b>2</b>	<b>300</b>	<b>En verde</b>	<b>104.86</b>		<b>1.290</b>
<b>A2</b>	<b>A2</b>	<b>2</b>	<b>300</b>	<b>840</b>	<b>55.35</b>	<b>144.96</b>	<b>1.285</b>
<b>A3</b>	<b>A3</b>	<b>2</b>	<b>300</b>	<b>870</b>	<b>47.12</b>	<b>118.34</b>	<b>1.270</b>
<b>A4</b>		<b>2</b>	<b>300</b>	<b>900</b>	<b>53.23</b>		<b>1.279</b>
A5		2	40	En verde	100.67		1.269
A6	A6	2	40	840	55.62	142.70	1.294
A7		2	40	870	65.47		1.252
A8		2	40	900	60.30		1.247
<b>B1</b>	<b>B1</b>	<b>1.5</b>	<b>300</b>	<b>En verde</b>	<b>115.75</b>	<b>142.25</b>	<b>1.281</b>
<b>B2</b>	<b>B2</b>	<b>1.5</b>	<b>300</b>	<b>840</b>	<b>58.50</b>	<b>149.70</b>	<b>1.288</b>
<b>B3</b>		<b>1.5</b>	<b>300</b>	<b>870</b>	<b>58.03</b>		<b>1.283</b>
<b>B4</b>	<b>B4</b>	<b>1.5</b>	<b>300</b>	<b>900</b>	<b>57.72</b>	<b>134.77</b>	<b>1.273</b>
B5	B5	1.5	40	En verde	108.17	160.60	1.287
B6	B6	1.5	40	840	54.40	154.25	1.277
B7	B7	1.5	40	870	52.32	134.25	1.284
B8	B8	1.5	40	900	55.28	168.60	1.288
<b>C1</b>		<b>1</b>	<b>300</b>	<b>En verde</b>	<b>138.88</b>		<b>1.295</b>
<b>C2</b>	<b>C2</b>	<b>1</b>	<b>300</b>	<b>840</b>	<b>65.52</b>	<b>145.87</b>	<b>1.305</b>
<b>C3</b>		<b>1</b>	<b>300</b>	<b>870</b>	<b>56.13</b>		<b>1.276</b>
<b>C4</b>	<b>C4</b>	<b>1</b>	<b>300</b>	<b>900</b>	<b>52.08</b>	<b>161.69</b>	<b>1.284</b>
C5		1	40	En verde	124.98		1.288
C6	C6	1	40	840	61.18	160.12	1.284
C7	C7	1	40	870	51.07	147.60	1.288
C8	C8	1	40	900	56.15	154.64	1.284
D3				870	52.34		1.259
D4				900	52.56		1.287



En la figura 5.14 se observa la variación de la dureza con respecto al porcentaje de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de 300 nm según la temperatura de sinterizado, en la cual se puede observar que la que tiene mayor dureza es la muestra que contiene 1% de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  y esta sin sinterizar y la que presenta menor dureza es la que contiene 2% de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  y esta sinterizada a 870 °C. además se puede observar que las muestras que no están sinterizadas son las que tienen mayor dureza.

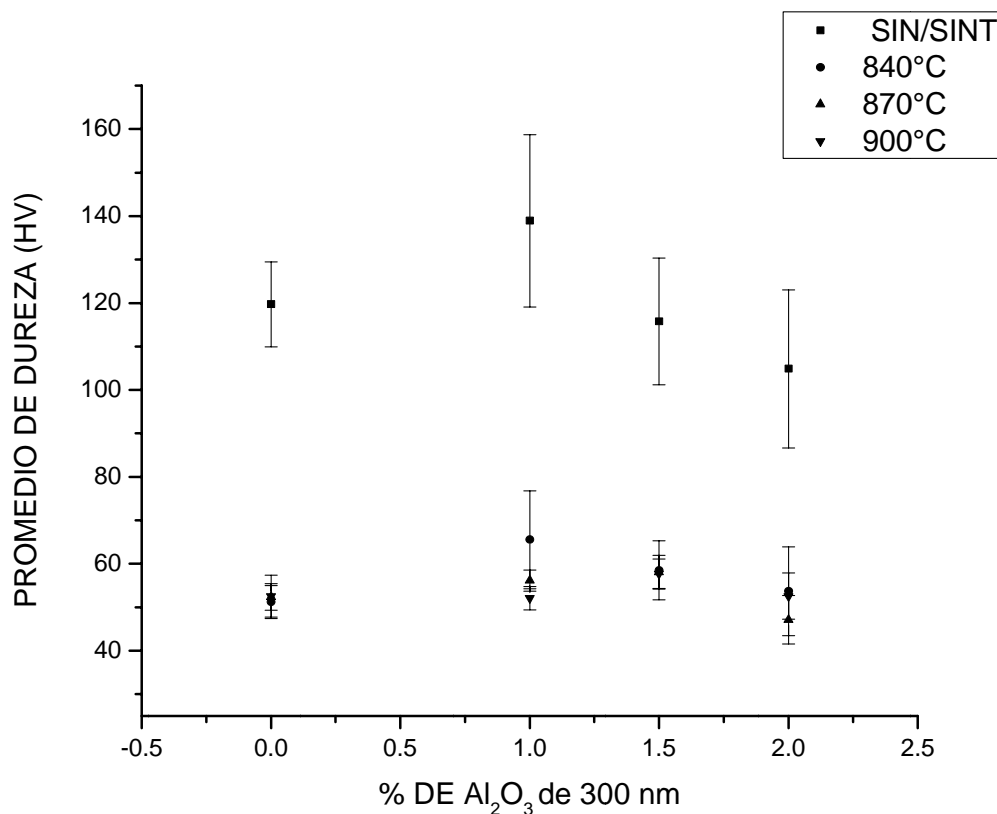


Figura 5.14 variación de la dureza con respecto al porcentaje de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de 300 nm según la temperatura de sinterizado.

En la figura 5.15 se observa la variación de la dureza con respecto al porcentaje de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de 40 nm según la temperatura de sinterizado, en la cual se puede observar que al igual que en la anterior, la muestra que contiene 1% de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  es la que presenta mayor dureza en las muestras sin sinterizar y entre las muestras sinterizadas también la de 1% de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  pero sinterizada a 870°C es la que presenta menor dureza.

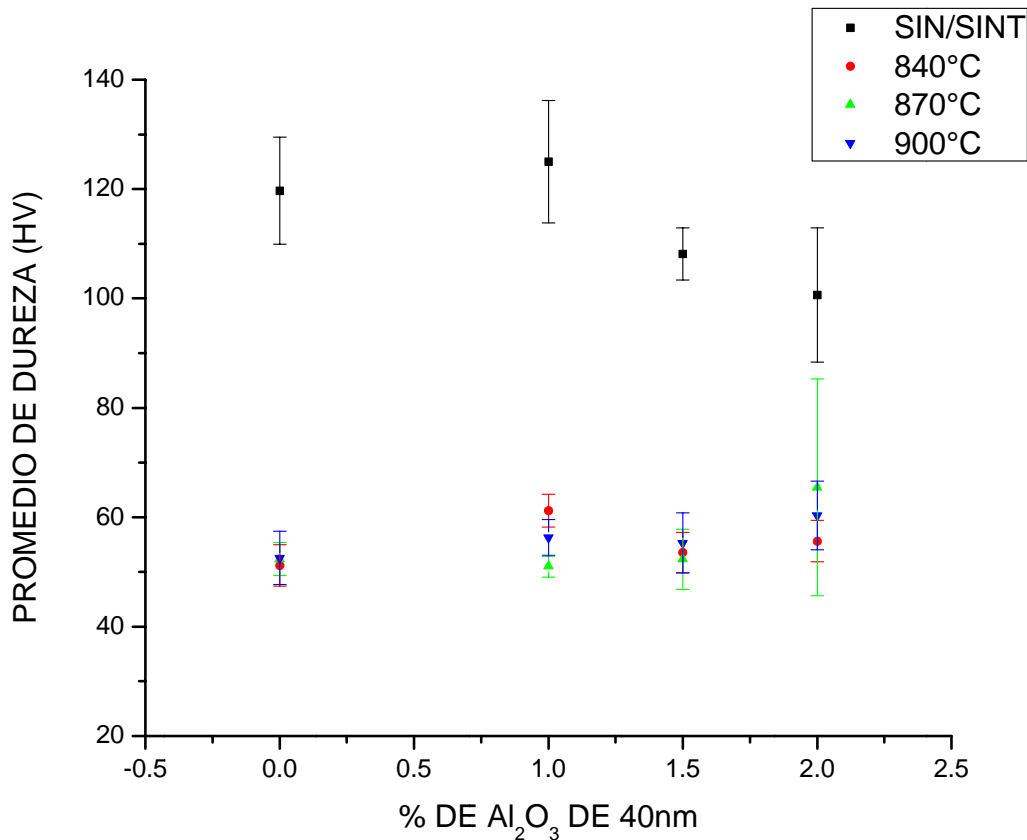


Figura 5.15 variación de la dureza con respecto al porcentaje de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> de 40 nm según la temperatura de sinterizado.

Se esperaría que conforme aumenta el porcentaje de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, la dureza también aumente pero esto no es así ya que aunque la Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> le proporcione dureza al Cobre, también influye el hecho de que la temperatura le disminuye la dureza, obteniendo como resultado durezas de magnitudes arbitrarias, con respecto al porcentaje de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y a la temperatura de sinterizado.

De todo lo anterior lo que se observa claramente es que las muestras sin sinterizar son las que presentan mayor dureza independientemente del porcentaje de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.



### 5.4.1 Comparación de dureza vs temperatura

En la tabla 5.1 se muestra como varía la dureza con respecto a la temperatura, se observa que la dureza disminuye conforme aumenta la temperatura en muestras que contienen 1% de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de 300 nm, sin embargo en la que contiene 1% de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de 40 nm no sigue este mismo comportamiento en la muestra tratada a  $900^\circ\text{C}$  ya que esta tiene una dureza mayor que la que está tratada a  $870^\circ\text{C}$ .

Los resultados de dureza presentados en la tabla 5.1 dan como resultado la figura 5.16. En la cual se observa la variación de la dureza con respecto a la temperatura.

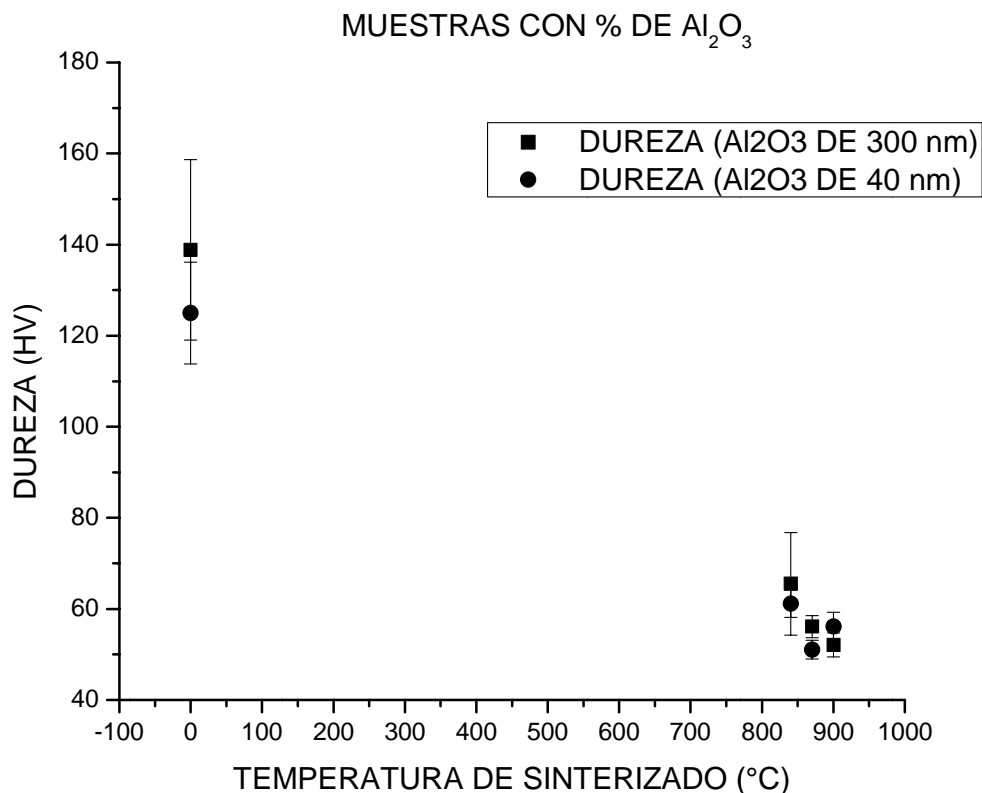


Figura 5.16 variación de la dureza con respecto a la temperatura de sinterizado



En la tabla 5.1 se muestra como varia la dureza con respecto a la temperatura, para Cu – 1.5% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> de 40nm se observa que la dureza tiene un comportamiento arbitrario influenciado tanto por la temperatura como por el tipo de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (300 nm y 40 nm).

Utilizando los datos de la tabla 5.1 se obtuvo la figura 5.17 donde se observa que al someter a tratamiento térmico de sinterizado las muestras presentan mayor dureza cuando contiene Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> de 40 nm que cuando contienen Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> de 300 nm.

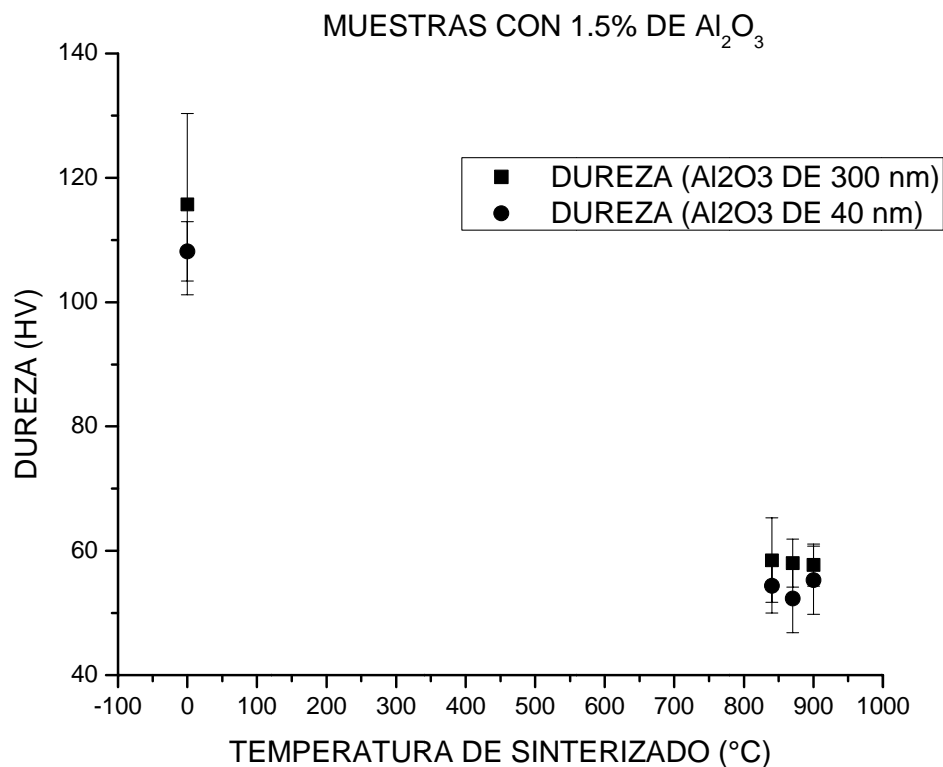


Figura 5.17 variación de la dureza con respecto a la temperatura de sinterizado y al tipo de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (40 nm y Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> de 300 nm)

En la tabla 5.1 se muestra como varia la dureza con respecto a la temperatura de sinterizado, se observa que la dureza también en este caso tiene un comportamiento arbitrario influenciado tanto por la temperatura como por el tipo de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.



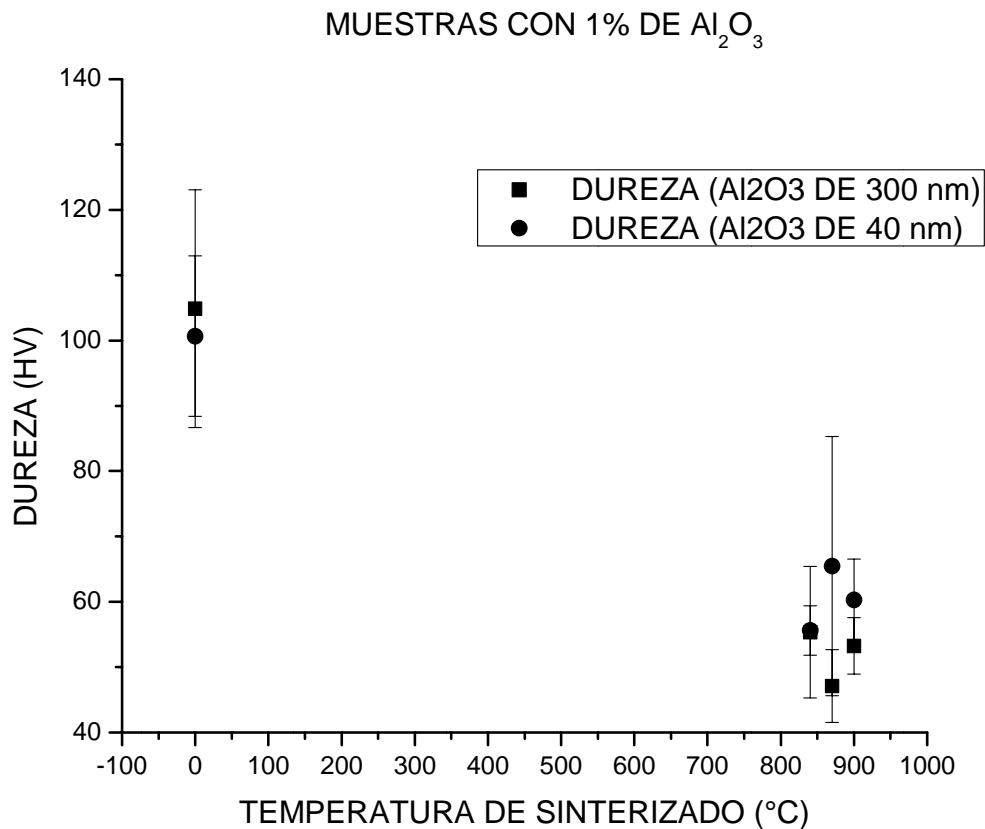


Figura 5.18 se observa que las muestras presentan mayor dureza cuando contiene  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de 40 nm que cuando contienen  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de 300 nm.

De los resultados obtenidos anteriormente se observa que las muestras sin sinterizar presentan mayor dureza, sin embargo de las que se muestran sinterizadas las que contiene 1% de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  son las que presentan una variación uniforme en cuanto a la disminución de la dureza debido al incremento de la temperatura.

#### 5.4.2 Muestras reprensadas Cu- $\text{Al}_2\text{O}_3$ (300nm)

En la tabla 5.1 se presentan los resultados de dureza de las muestras con diferentes porcentajes de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de 300 nm con un tratamiento de prensado y estas mismas sometidas a otro de reprensado.



De los datos anteriores (tabla 5.1) se obtuvo la figura 5.19 que corresponde a muestras con  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de 300nm, donde es muy claro ver que las muestras reprensadas presentan una mayor dureza de hasta más del 100% que las muestras únicamente sometidas a proceso de prensado, debido a la unión entre granos que se dio cuando se le aplicó otra carga mayor (7 ton) a la que se le había dado anteriormente.

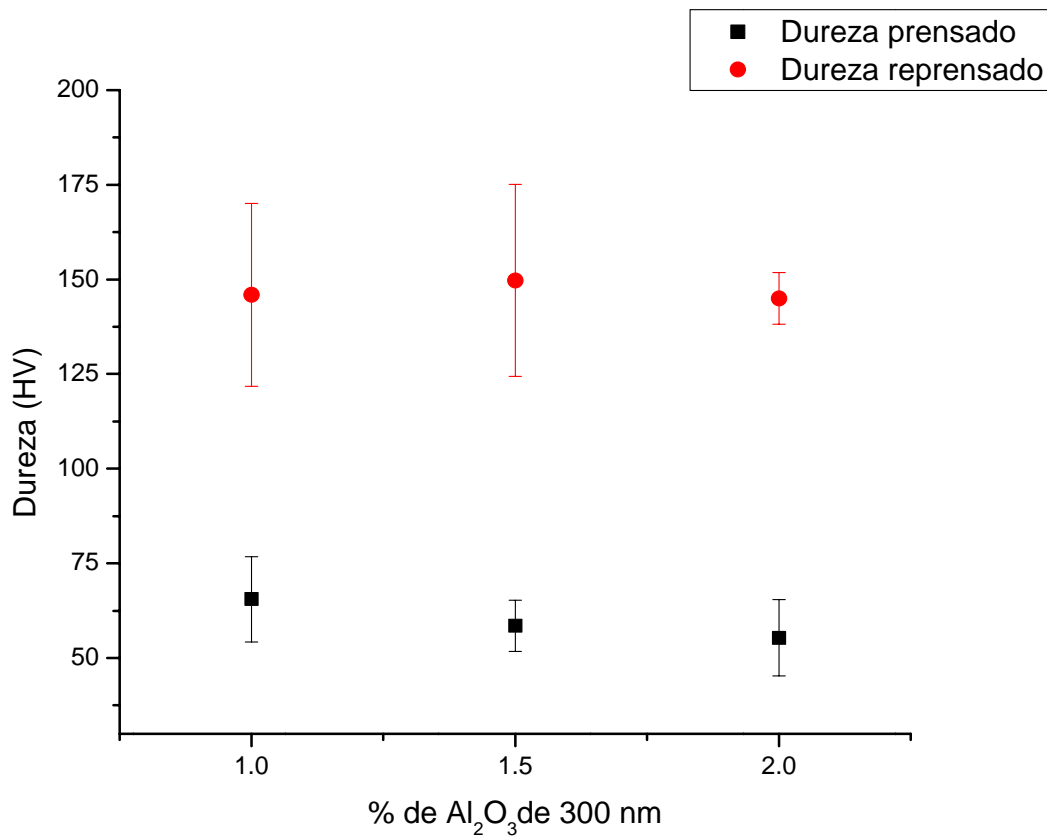


Figura 5.19 comparación de las muestras sometidas a sinterizado de 840 °C prensadas vs las muestras reprensadas.

La tabla 5.1 y las figuras 5.19 y 5.20 fueron obtenidas de los datos de durezas para muestras con diferentes concentraciones de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de 40 y 300nm, se observa el mismo comportamiento en ambas gráficas independientemente del tipo de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Es decir que las muestras reprensadas tienen mayor dureza.

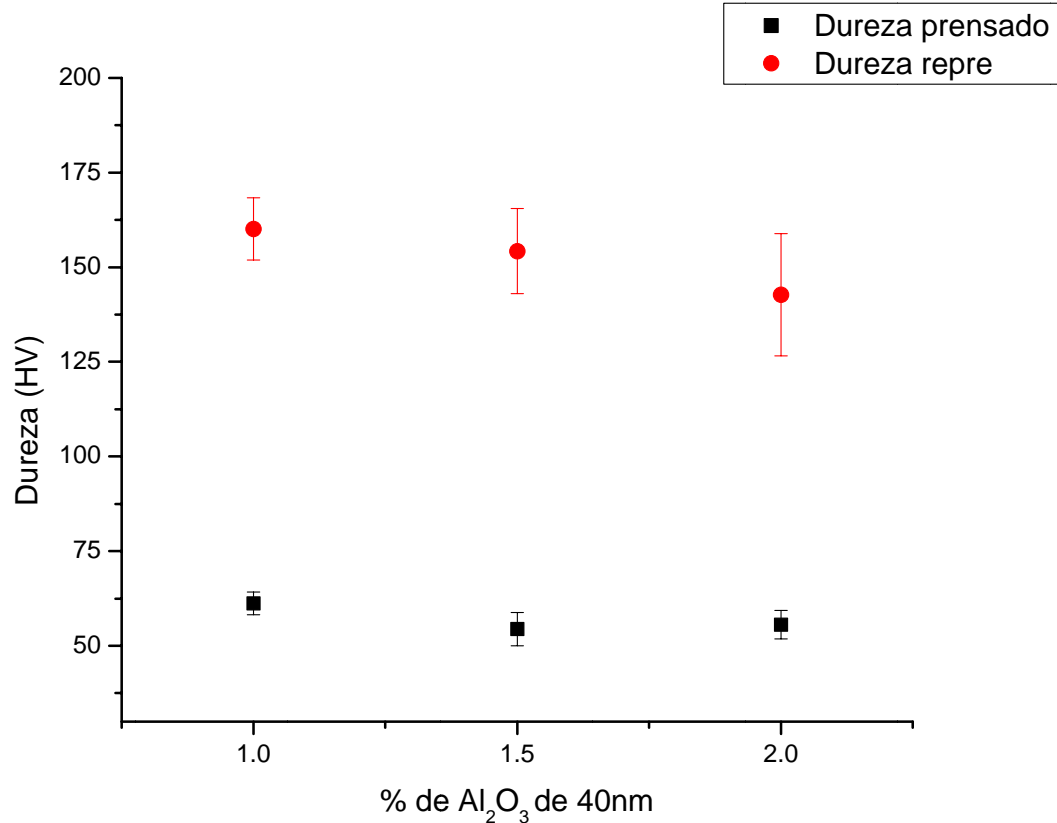


Figura 5.20 comparación de las muestras sinterizadas a 840 °C prensadas vs las muestras reprensadas, esto para tamaños de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> de 40 nm en matriz de Cobre.

### 5.5 RESULTADOS OBTENIDOS POR ANALISIS DE IMÁGENES

En las figuras 5.21 y 5.22 se presentan graficados los tamaños promedio de poros que se realizaron mediante el análisis de imágenes, de las muestras con 1, 1.5 y 2% de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> de 300nm en relación a la temperatura, donde se puede ver que la muestra que presenta un tamaño mayor de poro es la que contiene 1% de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y sometida a un tratamiento térmico de sinterizado a 900 °C. En general se observa que en cuanto al porcentaje de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, las que están preparadas sin tratamiento térmico no muestran mucha variación en cuanto al tamaño de poro, sino que lo más interesante o donde hay una gran dispersión en dicho tamaño es en las muestras que si están tratadas.

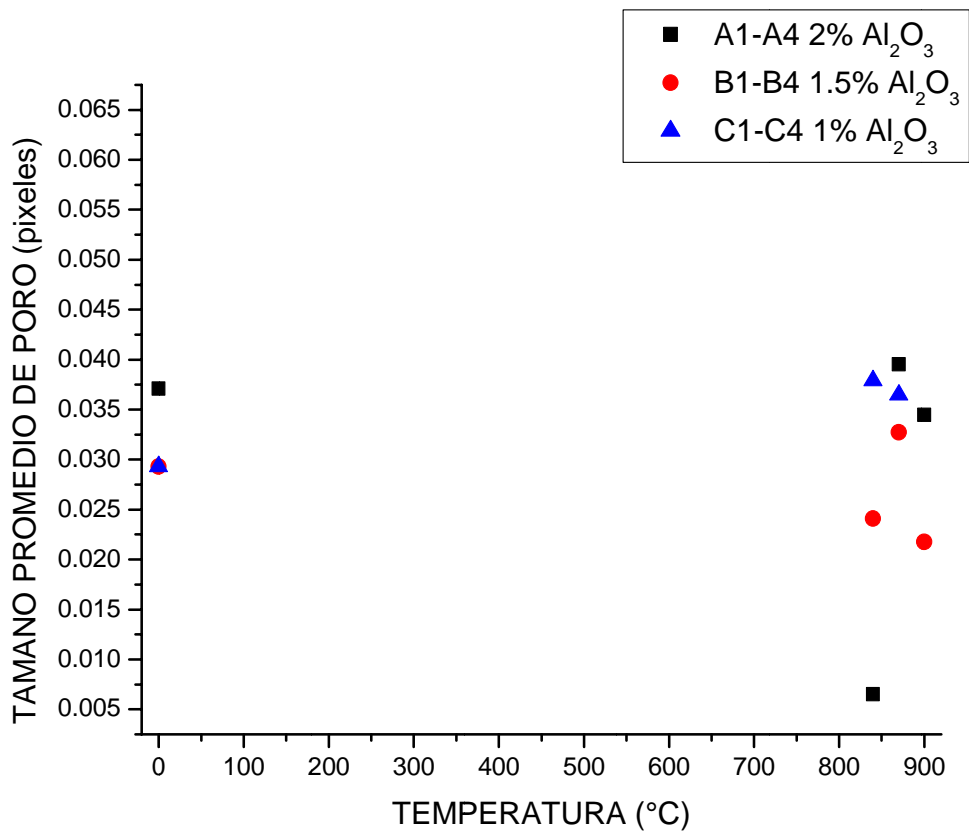


Figura 5.21 tamaños promedio de poros de las muestras con 1, 1.5 y 2% de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> de 300nm en relación a la temperatura.

Haciendo una ampliación de la figura 5.21 se obtiene la 5.22, donde se encuentra la variación del tamaño de poro solamente en las muestras que si estuvieron sometidas a tratamiento térmico, donde se puede observar que el mayor tamaño promedio de poro en las muestras de 2 y 1.5% de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> es de 0.03953 y 0.03274 pixeles respectivamente y las dos presentan este tamaño mayor de poro a la misma temperatura de 870°C.

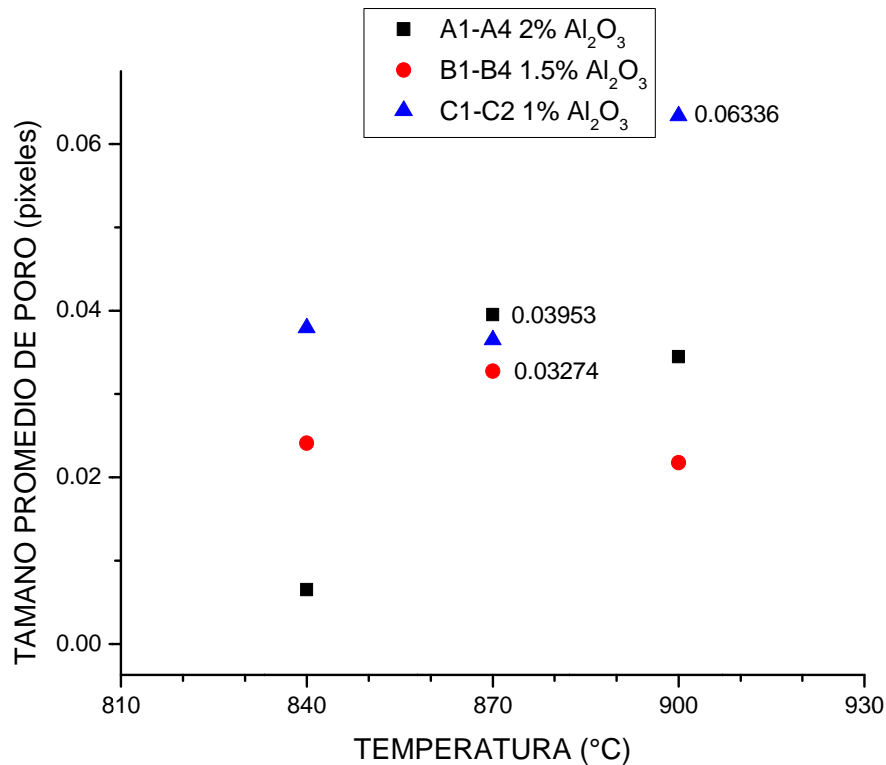


Figura 5.22 ampliación de la figura (grafica) 5.18 se obtiene la 5.22 donde se encuentra la variación del tamaño de poro solamente en las muestras que si estuvieron sometidas a tratamiento térmico.

En las figuras 5.23 y 5.24 se presentan graficados los tamaños promedio de poros de las muestras con 1, 1.5 y 2% de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> de 40 nm en relación a la temperatura, donde se puede ver que la muestra que presenta un tamaño mayor de poro es la que contiene 1.5% de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y sometida a un tratamiento térmico de sinterizado a 840°C.

Al igual que en las graficas anteriores se observa que en cuanto al porcentaje de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, las que están preparadas sin tratamiento térmico no muestran mucha variación en cuanto al tamaño de poro de hecho los valores de las tres muestras con diferente contenido de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> son muy cercanos es decir que el tamaño promedio de poro es mayormente dependiente de la temperatura y las condiciones del tratamiento térmico.

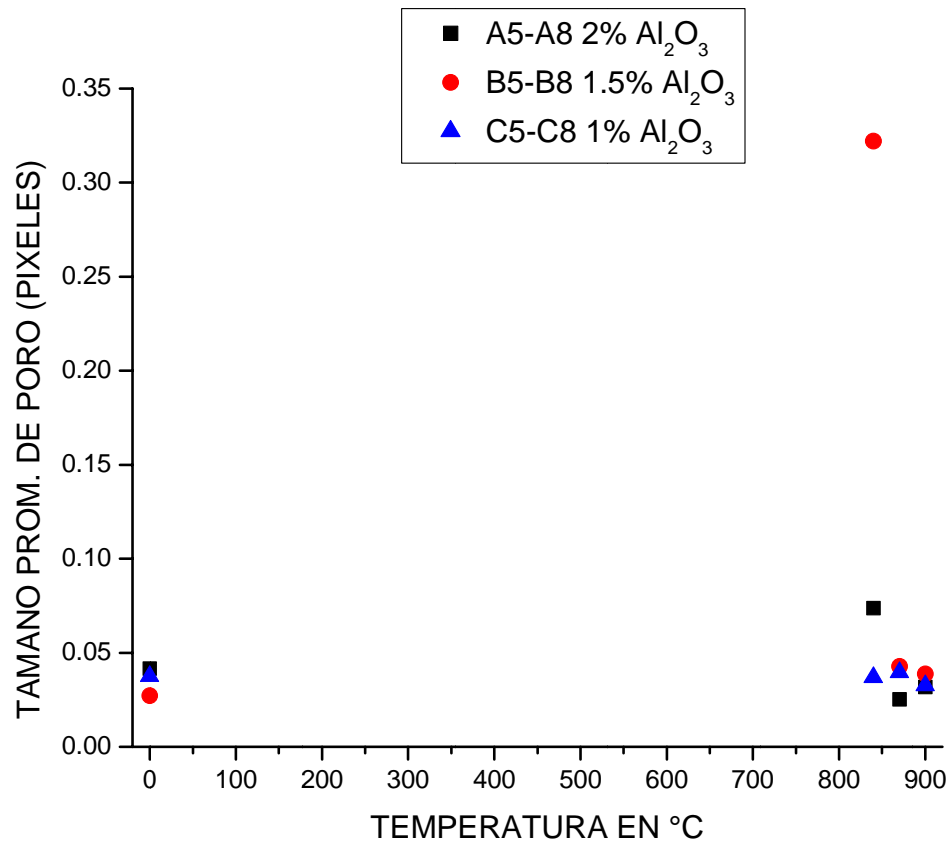


Figura 5.23 tamaños promedio de poros de las muestras con 1, 1.5 y 2% de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> de 40nm en relación a la temperatura 0 (en verde).

La figura 5.24 es una ampliación de la figura 5.23, donde se puede observar que en general las muestras que contienen 1% de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> son las que presentan un tamaño promedio de poro más pequeño.

También se puede observar que las que tienen mayor tamaño promedio de poro son las muestra de 2 y 1.5% de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> que están tratadas a 840°C

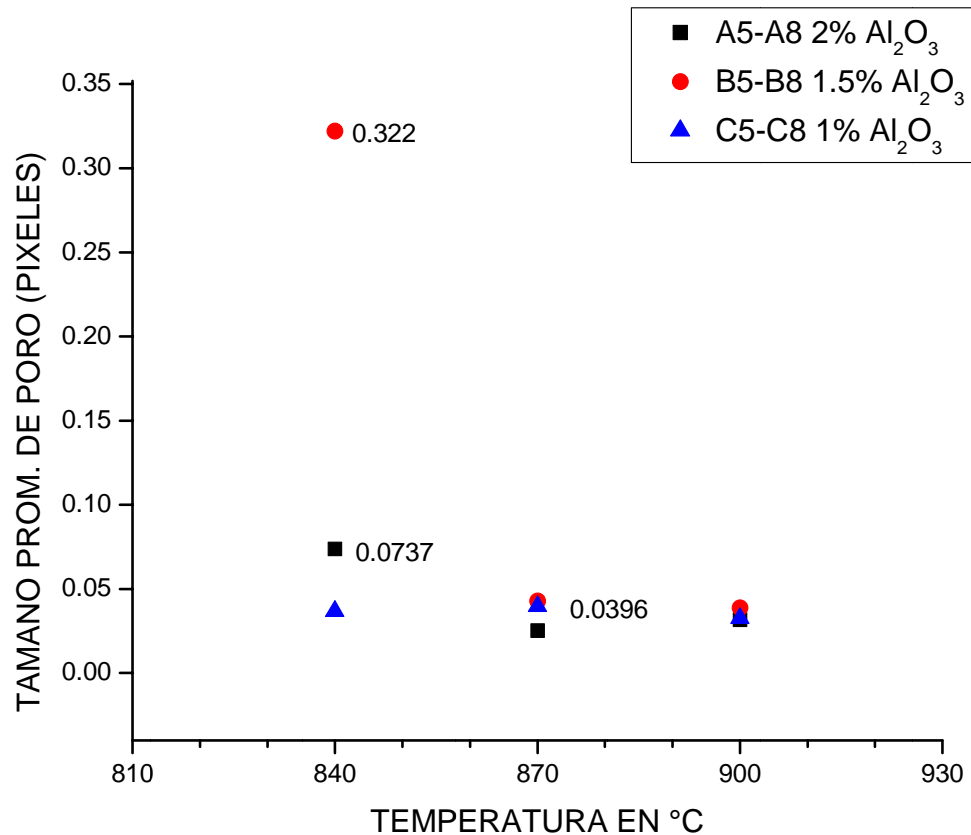
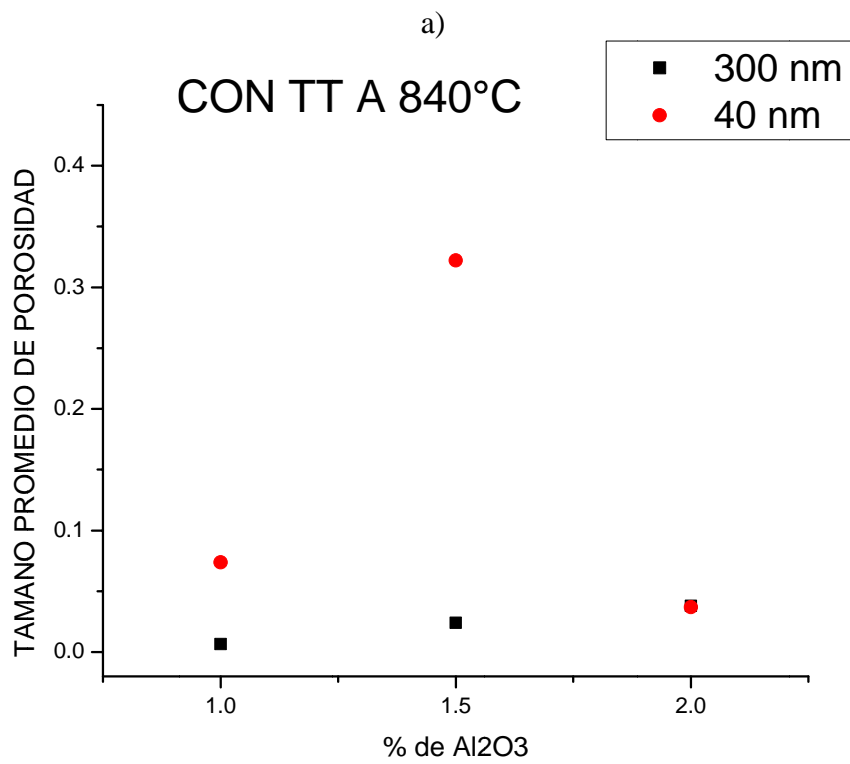
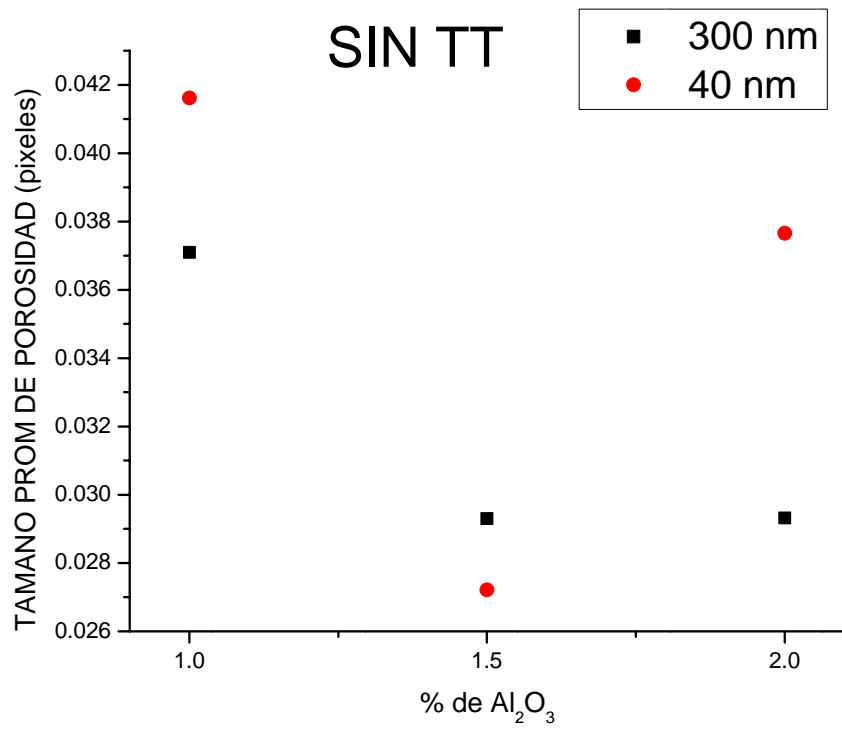


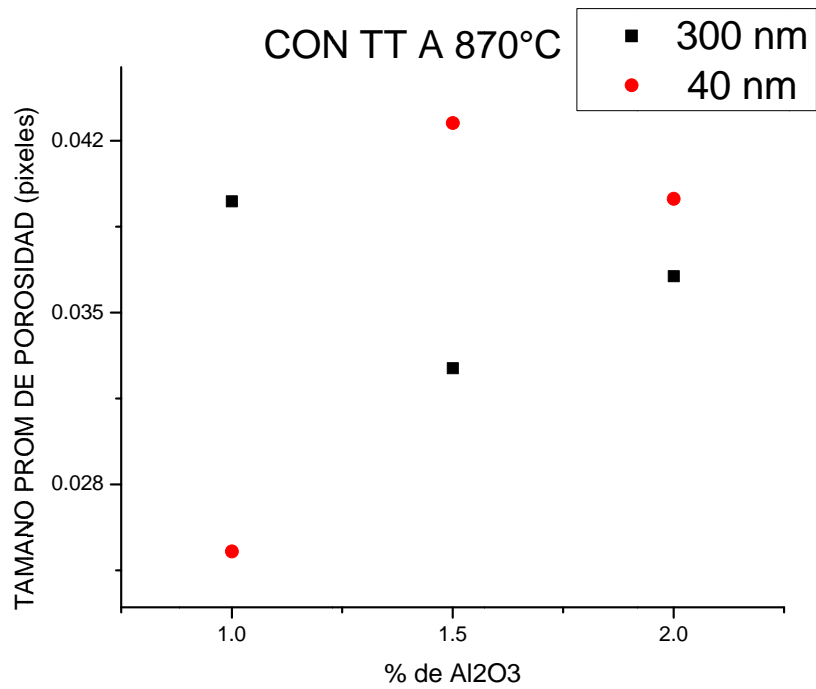
Figura 5.24 ampliación de la figura 5.23, donde se observa que las muestras que contienen 1% de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  son las que presentan un tamaño promedio de poro más pequeño. Y las que tienen mayor tamaño promedio de poro son las muestra de 2 y 1.5% de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  que están tratadas a  $840^\circ\text{C}$

En todas las muestras que contienen  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de 40 nm tratadas térmicamente, la que contiene 1.5% de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  independientemente de la temperatura de sinterizado, es la que tiene un tamaño de poro promedio mayor, hecho contrario en la que no tiene tratamiento térmico, en la cual la de 1.5% de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  es la que tiene un tamaño promedio de poro menor, esto se puede comprobar en las graficas a), b), c) y d) de la figura 5.25.

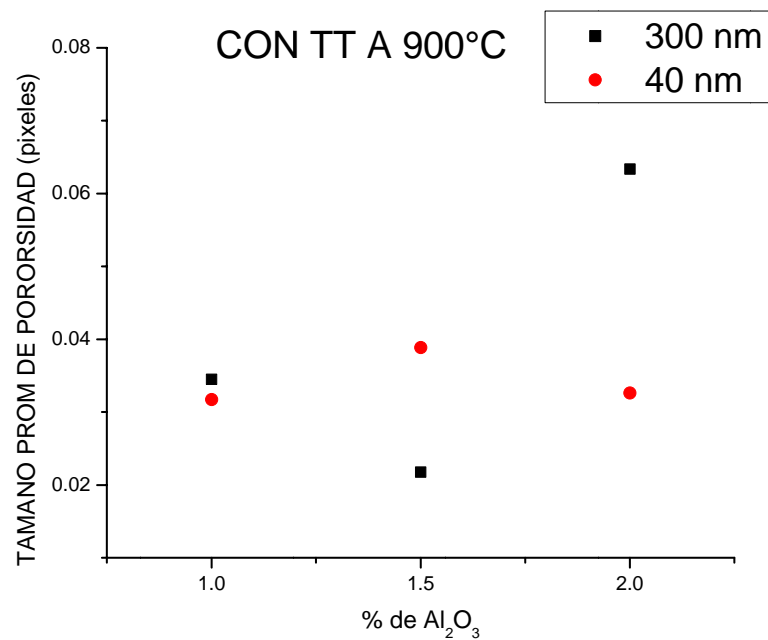


b)





c)



d)

Figura 5.25 muestra que con respecto a la cantidad de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y a la temp de sinterizado tiene un tamaño de poro promedio mayor y un tamaño promedio de poro menor (1.5% de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y la que no tiene tratamiento térmico respectivamente) graficas a), b), c) y d) para tamaños de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> de 40 nm y de 300 nm.



En las muestras que contienen  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de 300 nm que no fueron tratadas térmicamente, el tamaño promedio de poro disminuye conforme aumenta el porcentaje de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  tal como se muestra en la grafica a) de la figura 5.25, al contrario de lo que sucede con las muestras que están tratadas a  $840^\circ\text{C}$ , en las cuales el tamaño promedio de los poros aumenta conforme se incrementa el porcentaje de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

Con base en los resultados obtenidos anteriormente mostrados y bajo las condiciones experimentales de este trabajo se puede, como una primera aproximación, suponer que: las muestras que están tratadas a  $870$  y  $900^\circ\text{C}$  al principio de la grafica muestran un aumento en el tamaño promedio de poro conforme aumenta la cantidad en porciento de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , con respecto a las no tratadas térmicamente sin embargo, al continuar aumentando el porcentaje de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  sucede el efecto contrario, es decir que disminuye el tamaño promedio de poro en 1.5% de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  y después vuelve a aumentar en 2% de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  para 300 nm y lo inverso ocurre para 40 nm disminuye en 1% aumenta en 1.5 y vuelve a disminuir en 2% de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  y no como se esperaría que sucediera tal como en la primera que está tratada a  $840^\circ\text{C}$  de lo anterior se puede deducir que el tamaño promedio de poro no sigue un comportamiento uniforme ni con la temperatura ni en función del porcentaje de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .



## CONCLUSIONES

Por Microscopía Óptica se observa que en las muestras de 100% Cu con tratamiento térmico de sinterizado y conforme se incrementa la temperatura el tamaño de grano aumenta dando lugar a menos límites de granos ya que, tiene lugar la difusión atómica entre las superficies de contacto de las partículas este fenómeno ayuda a que estas resulten químicamente unidas mediante enlaces fuertes.

Todo lo anterior se debe a un crecimiento de grano debido a fenómenos previos de deformación en estado sólido de las partículas de Cobre

. También se aprecia que existen menos espacios vacíos entre los granos, lo cual puede deberse a que la  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de 40 nm penetra más fácilmente entre esos espacios que la de 300 nm, dejando menos espacios vacíos o rellenando los espacios entre los límites de grano y poros del material.

La distribución y orientación de los granos en las muestras con y sin  $\text{Al}_2\text{O}_3$  y con y sin tratamiento térmico es al azar o de manera isotrópica dando lugar a una estructura de granos equiaxial lo cual hace suponer que el material tendrá las mismas propiedades en cualquier punto.

En algunas muestras sinterizadas, el grano aumenta de forma heterogénea, es decir, que existen diferencias entre los tamaños de grano, y en otras se observa un crecimiento de grano más homogéneo, es decir, que los tamaños de grano son más uniformes. Entonces se puede decir que conforme aumenta la temperatura tiende a más homogeneidad en el tamaño de grano

Se observó que la presencia de la  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , se encuentra alojada principalmente en los poros o entre los límites de grano.



Mediante el análisis de “Mapeo elemental por espectroscopia por dispersión de energía de rayos X” en MEB se observó una distribución homogénea de los componentes ya que los puntos que aparecen de cada muestra así lo demuestran.

En las muestras que se aplicó un reprensado se puede apreciar la manera en que la porosidad disminuyó en gran proporción en todos los casos debido a la unión de las partículas por la fuerza externa aplicada durante este proceso, lo cual causa una deformación de la matriz dúctil de Cobre, contribuyendo a la homogenización y continuidad de ésta.

En la variación de la dureza con respecto al porcentaje de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de 300 nm y la temperatura de sinterizado, se puede observar que la que tiene mayor dureza es la muestra que contiene 1% de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  y sin sinterizar y la que presenta menor dureza es la que contiene 2% de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  y sinterizada a 870 °C lo mismo pasa para las que contienen  $\text{Al}_2\text{O}_3$  40 nm, esto debido probablemente a un fenómeno de recristalización y crecimiento de grano con disminución en la densidad de dislocaciones por el mismo proceso térmico.

Se esperaría que conforme aumenta el porcentaje de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , la dureza también aumente pero esto no es así ya que aunque la  $\text{Al}_2\text{O}_3$  le proporcione dureza al Cobre, también influye el hecho de que la temperatura le disminuye la dureza, obteniendo como resultado durezas de magnitudes que no muestran una correlación entre estos parámetros.

Lo que se observa claramente es que las muestras sin sinterizar son las que presentan mayor dureza independientemente del porcentaje de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , esto debido a que las partículas de Cobre no han sido sometidas a un tratamiento térmico de alta temperatura, que origina una disminución en la dureza de la matriz de Cobre como se establece en los párrafos anteriores.



La variación de la dureza con respecto a la temperatura, tiene un comportamiento arbitrario influenciado tanto por la temperatura como por el tipo de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . De las muestras sinterizadas, las que contienen 1% de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  son las que presentan una variación uniforme en cuanto a la disminución de la dureza debido al incremento de la temperatura, por el crecimiento de grano y la relajación de esfuerzos internos.

Las muestras reprensadas son las que presentan una mayor dureza, con valores mayores al 100% comparadas con las muestras únicamente sometidas a proceso de prensado, debido al fenómeno de endurecimiento por deformación que se presenta en este tipo de materiales.

La muestra que presenta un tamaño mayor de poro es la que contiene 1% de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  y sometida a un tratamiento térmico de sinterizado a  $900^\circ\text{C}$ . en general se observa que en cuanto al porcentaje de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , las que están preparadas sin tratamiento térmico no muestran mucha variación en cuanto al tamaño de poro, sino que lo más interesante o donde hay una gran dispersión en dicho tamaño es en las muestras que si están tratadas.

Para las muestras sometidas a tratamiento térmico de  $870^\circ\text{C}$  se puede observar que el mayor tamaño promedio de poro es en las muestras con un 2 y 1.5% de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  y es de 0.03953 y 0.03274 pixeles respectivamente.

Nota: la dispersión de partículas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  no se logro como se esperaba debido a que estas eran muy pequeñas y no se separaron con ningún tipo de dispersante e inclusive se realizaron ultrasonidos prolongados y aun así no se obtuvieron resultados satisfactorios.



---

## PERSPECTIVAS

Se recomienda continuar con este trabajo ahora obteniendo probetas bajo las normas indicadas por la ASTM.

También lograr una mejor homogenización y dispersión de partículas mediante otro método como por ejemplo molienda reactiva o ultrasonido.

Además de someterlas a otros ensayos mecánicos tales como: tensión, compresión, fatiga y/o termofluencia y pruebas de conductividad térmica. Para obtener un material con aplicaciones industriales.



## REFERENCIAS

- [1] 1. J. R. Groza and J.C. Gibeling: "Principles of Particle Selection for Dispersion-Strengthened Copper". Materials Science and Engineering, A Vol 171, 1993. 115-127
- [2] Liang Shuhua, Fang Liang, Xu Lei and Fan Zhikang, Prepared by Internal Oxidation Effect of Al Content on the Properties and Microstructure of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Cu Composite, Journal of Composite Materials; 2004, 31-38.
- [3] Shuhua Liang, Zhikang Fan and Liang Fang, Composite Effect of Powder Characteristic on Al Internal Oxidation to Prepare Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>- Cu, Journal of Composite Materials ; 2004, 31-38.
- [4], Randall M. German. "Powder Metallurgy Science". Segunda edición, editorial. Ed MPIF 1997.
- [5] Bestersi M., Lachvac J., Velgozova O. "Deformación de Materiales compuestos Cu-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>" Institute of Materials Research, Watsonova, Slovakia and Technical University of Kosice.
- [6]. Sepúlveda, A., Arellano A., Palma Lobel., T y Nuñez T. Propiedades del Cobre endurecido por dispersión de alúmina, preparado por aleado mecánico y extrusión. Ingeniería Mecánica, Rosario Argentina 1998.
- [7] K. Borodianskiy, A. Basov, A. Gedanken, M. Zinigrand. "Mechanical alloying of Cu-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Nanoparticles", Natural Science Faculty, Ariel University Center of Samaria, Israel.
- [8] J.R. Groza and J.C. Gibeling, Principles of particle selection for dispersion-strengthened copper, Mater Sci. Engr. A171, 1993, 115-125.
- [9]. García R., A. y Goñi A., J. Composites de matriz de cobre con refuerzo cerámico. Memorias Congreso de Materiales Compuestos 95. Madrid, 1995, 145 – 151.
- [10] Xu Zhiwu. Thermal expansión behavior and performance of VLP diffusion-bonded joints of SiCp/A356 composites. Composites Science and Technology, A vol 65, 2005, 1461-1467.



- [11] Davis, G.H. y Reynolds, S.J. Structural geology of rocks and regions, 2<sup>a</sup> edición, John Wiley & Sons, Nueva York, USA,. Capítulo 4, Deformation Mechanisms and Microstructures, pp. 150-202 and Passchier, C.W. y Trouw, R.A.J. Microtectonics, Springer. Capítulo 3. (1996).
- [12] Mel M. Schwartz, Materials Composite, Properties, Nondestructive Testing, and Repair. Vol 1 Ed PH1996
- [13] Patricia Fernández M. Aplicación de los Materiales Compuestos de Matriz Metálica en el Sector Eléctrico y Electrónico, Universidad Pontificia Bolivariana, abril 2005
- [14]. Shain, Y. and Acilar, M. production and properties of SiCp-reinforced aluminium alloy composites: Part A 34, 2003, 709-718.
- [15]. Da Costa, Cesar, Velasco. Francisco y Torralba c. Jose M. Materiales compuestos de matriz metálica. Parte I: tipos, propiedades, aplicaciones. Revista de Metalurgia, A 36, No 03, 2000.
- [16]. Alejandro Verri K. Introducción a la Mecánica de Laminados Compuestos. (MLC-I) – Curso 2006
- [17]. Jones, R., Mechanics of Composite materials. 2000
- [18]. Mortensen, Andreas. Metal Matrix Composites in industry: an Overview. Proceedings: MMC VIII conference, London. 2001
- [19]. Naher, S. Brabazon, D, and Looney L. Development and assessment of a new quick quench stir caster desingn for the production of metal matrix composites. Journal of Materials Processing Technology, Vol 166, 2004, 430-439.
- [20]. Shain, Y. Preparation and some properties of SiCparticle reinforced aluminium alloy composites. Materials and Design, Vol 24, 2003, 671-679.
- [21]. Brian, Ralph, YUEN, H. C., and LEE, W. B. The processing of metal matrix composites: An overview. Journal of Materials Processing Technology, Vol 63, 1997, 339-353.
- [22]. Baez, J.C., et al Fourier thermal analysis of the solidification kinetics in A356/SiCp cast composites Journal of materials Processing Technology. 153-154, 2004, 531-536.
- [23]. Dueñas Castillo, et al. Estudio de la Mojabilidad en Materiales Compuestos de Matriz Metálica. Memorias Jornadas de Investigacion 1999-2000. Tomo 2, Medellin 2001.





- [24]. Mallick, P. K. Composites Engineering Handbook, Marcel Dekker, EEUU, 1997
- [25]. H. Widersich. J. Met. 10 425 (1964)
- [26]. M. E. Fine. Phase Transformations in condensed Systems, Macmillan, New York. (1964)
- [27]. G. S. Ansell. Oxide Dispersion Strengthening. Gordon and Breach, New York (1968)
- [28]. N. J. Grant. In Frontiers in Materials Technologies Elsevier, New York p. 125 (1985).
- [29]. Merle, P. Thermal treatments of age-hardenable metal-matrix composites. MMC Asses - Thematic Network. Vol. 2. P. 24. E
- [30] Donald R. Askeland and Pradeep P. Phule, Ciencia e Ingeniería de los Materiales, cuarta edición. Ed. Thomson, p. 257-260. 2004.
- [31] Jorge D. Mendiola S., Martín Gallegos D., Juan J. Ortiz R., Carlos E. López Campos "Segmentación y análisis granulométrico de sustancia blanca y gris en IRM para el estudio del estrabismo usando transformaciones morfológicas", Posgrado de la Facultad de Ingeniería UAQ, Centro Universitario.
- [32] <http://www.uned.es/critamine/mineral/metodos/microelectr.htm>
- [33] M.J. Diáneza, J.M. Criadoa, J.M. Blanes, E. Donoso y A. Varschavsky, "Síntesis de aleaciones Cu-Zn por aleado mecánico", Congreso conamet/sam 2004. Instituto de Ciencia de Materiales de Sevilla, Facultad de Ciencias Físicas y Matemáticas, Universidad de Chile
- [34] R. Esquivel-G, V. M. López-H. H. J. Dorantes-Rosales , E. Contreras-P, M. L. Saucedo-M y F. Hernández-S, "Transformaciones de fase inducidas por aleado mecánico de alta energía en una aleación ag-35%at. Al", Congreso Iberoamericano de Metalurgia y Materiales, Habana, Cuba, Instituto Politécnico Nacional. Octubre 8 de 2006
- [35] J.M. Criado, M.J. Dianez, E. Donoso, "Síntesis de una Aleación de Cu-15 % Cr Mediante Aleado Mecánico" Instituto de Ciencias de Materiales de Sevilla. Universidad de Chile, Facultad de Ciencias Físicas y Matemáticas.



# MICROESTRUCTURA DE UN MATERIAL COMPUESTO Cu-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ELABORADO MEDIANTE EL PROCESO DE METALURGIA DE POLVOS



HECTOR PALACIOS(1), ALBERTO LARA(2), ANDRES HERRERA(3)

(1) Estudiante de Maestría-PCIM-CFATA-UNAM, (2) Estudiante de Doctorado UAQ, (3) CFATA-UNAM

## RESUMEN

En el presente trabajo se presentan las microestructuras que se obtuvieron en el material compuesto de Cu-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sintetizado mediante el procedimiento de Metalurgia de polvos, compactación y sinterizado. Las microestructuras fueron observadas después de la preparación metalográfica de las muestras, se pudo ver tamaño de partícula, tamaño de grano y su morfología, presencia de discontinuidades por porosidad y grietas. El presente trabajo es solo una parte de una investigación más extensa sobre materiales compuestos matriz metálica-partículas cerámicas, su estructura, propiedades físicas y mecánicas.

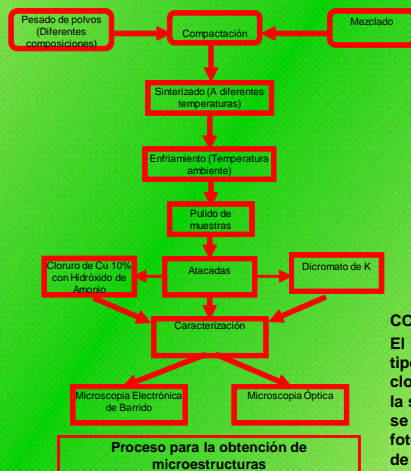
## INTRODUCCIÓN.

**Materiales compuestos**, significa que dos o más materiales son combinados para formar un tercer material con mejores propiedades, estos son combinaciones macroscópicas de materiales diferentes, teniendo una interfase discreta y claramente identificable que los separa. De este modo, los **compuestos** son materiales heterogéneos y muchos de ellos existen en la naturaleza. Uno de los materiales compuestos más antiguos, ampliamente utilizados son los ladrillos de adobe, compuesto de arcilla y paja. En **ciencia de materiales** reciben el nombre de materiales compuestos aquellos que cumplen las siguientes propiedades:  
 Están formados de 2 o más componentes distinguibles físicamente y separables mecánicamente.  
 Presentan varias fases químicamente distintas, completamente insolubles entre sí y separadas por una **interfase**.  
 Sus propiedades mecánicas son superiores a la simple suma de las propiedades de sus componentes (**Energía**).  
 La gran mayoría de los materiales compuestos son creados artificialmente pero algunos, como la madera y el hueso, aparecen en la naturaleza. Estos materiales nacen de la necesidad de obtener materiales que combinen las propiedades de los cerámicos, los plásticos y los metales.  
 A pesar de obtenerse materiales con propiedades excepcionales, las aplicaciones prácticas se ven reducidas por algunos factores que aumentan mucho su coste, como la dificultad de fabricación o la incompatibilidad entre materiales.  
 Aunque existe una gran variedad de materiales compuestos, en todos se pueden distinguir las siguientes partes:  
 -Agente reforzante: es una fase de carácter discreto y su geometría es fundamental a la hora de definir las propiedades mecánicas del material.  
 -Matriz: tiene carácter continuo y es la responsable de las propiedades físicas y químicas. Transmite los esfuerzos al agente reforzante. También lo protege y da cohesión al material.



## EXPERIMENTACIÓN

El proceso de elaboración de muestras se llevó a cabo mediante el proceso de Metalurgia de polvos, y posteriormente, se realizó el análisis en Microscopía Electrónica de Barrido y en Microscopía Óptica, de las muestras obtenidas.

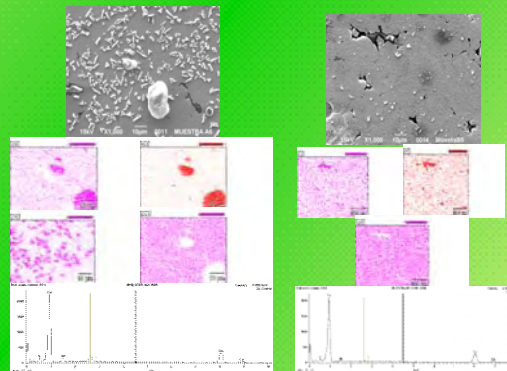


## AGRADECIMIENTOS

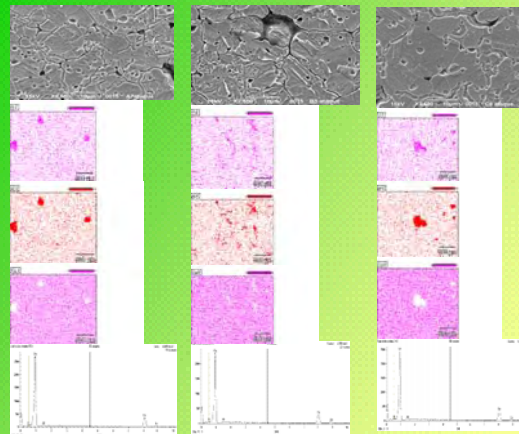
Los autores del presente trabajo, expresan su agradecimiento al CENAM, por las facilidades prestadas en la realización del presente trabajo

## RESULTADOS

### Muestras atacadas con Cloruro de Cu 10% con Hidróxido de Amonio (a)



### Muestras atacadas con Bromuro de K(b)



## CONCLUSIONES

El tipo de reactivo que se utilizó fue de vital importancia para determinar el tipo de estructura, ya que como se observa en las figuras. (a) el ataque con cloruro de cobre amoniacal dejó partículas contaminantes de cloruros sobre la superficie atacada, al no ser eliminado el exceso de reactivo a pesar de eso se pueden observar ver partículas de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> superficiales. Sin embargo en las fotografías (b) se observa claramente el tipo de estructura formada, partículas de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> como parte del material compuesto preparado, tamaño y morfología de grano y límites de grano muy bien delimitados