



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA
DE MÉXICO**

FACULTAD DE QUÍMICA

**SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN
MICROESTRUCTURAL DE MATERIALES
COMPUESTOS DE MATRIZ METÁLICA AI
6061/TiB₂ OBTENIDOS MEDIANTE LA
TÉCNICA IN-SITU.**

T E S I S

**QUE PARA OBTENER EL GRADO DE
INGENIERO QUÍMICO METALURGICO**

P R E S E N T A

Degalez Durán Jorge Eduardo

T U T O R

M. en I. María Gabriela González Flores



Ciudad Universitaria, CDMX.

2020



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



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.

JURADO ASIGNADO:

PRESIDENTE: Profesor: BALBINA OJEDA RAMIREZ

VOCAL: Profesor: MARIA GABRIELA GONZALEZ FLORES

SECRETARIO: Profesor: VICTOR ANTONIO ARANDA VILLADA

1er. SUPLENTE: Profesor: DIEGO ENRIQUE GONZALEZ GONZALEZ

2° SUPLENTE: Profesor: HECTOR ISRAEL QUIROGA HERRERA

SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA:

LABORATORIO DE FUNDICIÓN (ÁREA DE MATERIALES COMPUESTOS DE MATRIZ METÁLICA) UBICADO EN EL EDIFICIO “D” DE FACULTAD DE QUÍMICA, DEPARTAMENTO DE INGENIERIA METALURGICA.

ASESOR DEL TEMA:

M. en I. MARÍA GABRIELA GONZÁLEZ FLORES

SUPERVISOR TÉCNICO:

Dr. JOSE ALEJANDRO GARCIA HINOJOSA

SUSTENTANTE:

JORGE EDUARDO DEGALEZ DURÁN

Agradecimientos

A mis padres

Gracias porque son los cimientos de lo que soy. Su esfuerzo es ahora reflejo de mis logros. Los amo con el alma.

Brenda, Fabian, Daniela e Itzel.

Gracias por siempre estar para mí, aunque a veces no nos soportemos. Los amos, hermanos.

A mis amigos: Eli, Diana, Anita, Luci, David, Erika, etc.

Porque sin ustedes esta no hubiera sido la mejor experiencia en mí vida. Por ustedes y con ustedes volvería a vivir la universidad mil veces más. Los quiero.

A la Maestra Gabriela González Flores.

Por el conocimiento y la amistad brindadas. Gracias por los regaños y las palabras de apoyo, gracias por motivarme a dar lo mejor de mí.

A los chicos del Cubil.

Porque no pude tener un mejor equipo de trabajo.

A Josué Esau Romero Ibarra

Sin él no hubiera sido posible recabar los resultados de microscopía electrónica de barrido. Gracias por brindarnos el espacio, el equipo y tú tiempo.

A la UNAM.

Por la oportunidad de vivir esta aventura. Es, fue y será siempre un orgullo ser parte de ti.

A todos.

Los quiero y los llevaré siempre conmigo.

Resumen

Un material compuesto de matriz metálica (MCMM) es la mezcla de dos materiales con diferentes propiedades y formas para obtener nuevas propiedades que cada componente no tiene por separado, donde la matriz es un metal y el refuerzo es generalmente un cerámico [1]. Estos forman un grupo de materiales muy estudiados en las últimas décadas debido a que el diseño óptimo de un componente demanda un conjunto de propiedades que son complicadas de obtener en un material monolítico, como por ejemplo, una alta rigidez o resistencia mecánica con mínimo peso y costo; o bien, en el diseño de propiedades termomecánicas, una máxima transferencia de calor junto con una mínima distorsión térmica, o todas estas propiedades juntas [2].

Los MCMM se pueden obtener mediante gran variedad de técnicas como stir casting, metalurgia de polvos, squeeze casting y la vía in-situ, siendo esta última la de interés en el trabajo a desarrollar debido a que con ella se logra una buena distribución del refuerzo en la matriz.

En el presente trabajo se sintetizaron materiales compuestos de matriz Al 6061 reforzados con partículas de TiB_2 mediante la técnica in-situ. Para lograr lo anterior, se fabricaron MCMM variando el nivel de reforzamiento y se analizó el efecto del tiempo de permanencia después de agregarse las sales precursoras (K_2TiF_6 y KBF_4). Estos materiales se caracterizaron de forma microestructural y química mediante técnicas de Microscopía Óptica (MO), Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) y Difracción de Rayos X (DRX). A través de DRX se pudo determinar y validar la presencia de TiB_2 y de otras fases ($TiAl_3$ y AlB_2) así como el tiempo de permanencia óptimo de las sales precursoras en el sistema

empleado y así alcanzar el nivel de reforzamiento deseado. Mapeos químicos elementales y análisis químicos puntuales se obtuvieron por medio de MEB.

El incremento en la cantidad de TiB_2 y de otras fases formadas en función del tiempo de permanencia se pudo observar y analizar mediante las imágenes obtenidas por Microscopia Óptica. La variación microestructural de los compositos sintetizados fue evaluado de forma cualitativa y cuantitativa en términos de la distribución de las partículas reforzantes.

En el Capítulo I se presenta un panorama completo de los materiales compuestos de matriz metálica, su clasificación, métodos de fabricación y su situación actual en el mercado. El Capítulo II se establecen las variables a controlar durante la fabricación de los materiales Al6061/ TiB_2 in-situ, además de mostrar las bases que soportan las técnicas empleadas para su caracterización. La defensión de la elección del sistema Matriz/Refuerzo empleado y los objetivos que sostienen este trabajo de investigación se muestran en el Capítulo III. En el Capítulo IV, se señalan las condiciones y la metodología seguida para la fabricación y caracterización de los compósitos. Los resultados obtenidos mediante DRX, MO y MO son presentados y analizados en el Capítulo V. El Capítulo VI enlista las conclusiones que evalúan el cumplimiento de los objetivos planteados, tomando en cuenta lo cimentado en el capítulo anterior. Las fuentes consultadas en los Capítulos I, II y V se enumeran en el Capítulo VII. Ejemplos de cálculo del nivel de reforzamiento, así como del factor de asimetría β , se presentan en los Anexos.

Contenido

Capítulo I. Introducción

1.1	Materiales Compuestos y su clasificación.....	11
1.2	Métodos de fabricación.....	14
1.2.1	Estado Líquido	14
1.2.1.1	Colada por agitación (Stir Casting)	15
1.2.1.2	Infiltración	18
1.2.2	Estado sólido	23
1.2.2.1	Pulvimetalurgia	23
1.2.2.2	Unión por difusión (Diffusion bonding).....	28
1.2.3	Estado vapor.....	29
1.2.3.1	Deposición Química de Vapor.....	29
1.2.3.2	Deposición Física de Vapor	31
1.2.4	In- situ, una buena alternativa	31
1.3	Panorama de los materiales compuestos de matriz metálica base aluminio (AMC's).....	37

Capítulo II. Marco Teórico

2.1	Síntesis in-situ del sistema: Al 6061/TiB₂.	43
2.2	Técnicas de Caracterización de Materiales	44

Capítulo III. Justificación del Trabajo

3.1	Elección del sistema propuesto: Al 6061/TiB₂.....	54
3.1.1	¿Por qué se eligió usar una matriz Al 6061?	54
3.1.2	¿Por qué se eligió usar TiB₂ como refuerzo?	55
3.2	Objetivos	56

3.2.1	Objetivo General	56
3.2.2	Objetivos Particulares	56

Capítulo IV. Desarrollo Experimental

4.1	Síntesis <i>in-situ</i> de las probetas del material compuesto de matriz Al 6061 reforzado con partículas de TiB₂ en niveles de 2.5 y 5% wt. coladas a diferentes tiempos de permanencia.	58
4.2	Difracción de Rayos X (DRX)	61
4.3	Caracterización microestructural	62
4.3.1	Microscopía Electrónica de Barrido (MEB).....	63
4.3.2	Microscopía Óptica (MO)	64

Capítulo V. Resultados y análisis

5.1.	Difracción de Rayos X (DRX)	66
5.2.	Caracterización microestructural	68
5.2.1	Microscopia Electrónica de Barrido (MEB)	68
5.2.2	Microscopia Óptica (MO)	86

Capítulo VI. Conclusiones

6.1	Conclusiones.....	98
------------	--------------------------	-----------

Capítulo VII. Fuentes Consultadas

7.1	Fuentes consultadas.....	102
------------	---------------------------------	------------

Anexos

Anexo A.	Ejemplo de cálculo de la cantidad de sales a adicionar para los niveles de refuerzo propuestos.	115
-----------------	---	------------

Anexo B. Análisis químicos puntuales complementarios.....	117
Anexo C. Micrografías correspondientes a los compósitos Al 6061/TiB₂ de la corrida 2.....	124
Anexo D. Cálculos para determinar la homogeneidad en la distribución de las partículas y clústeres de refuerzo formados. Obtención del factor β...	126



CAPÍTULO

I

Introducción

“La alegría de ver y entender es el más perfecto don de la naturaleza”

Albert Einstein

1.1 Materiales Compuestos y su clasificación.

Dentro de las áreas de la ciencia y la ingeniería se desprende la rama de los materiales la cual alberga los materiales compuestos. Estos materiales han causado revuelo en las últimas décadas debido a las excelentes propiedades que ofrecen (mecánicas, eléctricas, térmicas, tribológicas, etc.) además del amplio campo en el que pueden ser usados dentro de esta sociedad demandante [3].

Antes de seguir abordando estos materiales, es necesario definirlos para un mejor entendimiento de los mismos y de sus variantes. De manera coloquial, un material compuesto es análogo a un sándwich. Este está conformado de varios ingredientes que en conjunto resultan en un sabor que no se puede obtener en los componentes por separado (donde el sabor es equivalente a las propiedades mecánicas, térmicas, eléctricas, etc. de los materiales compuestos) [4].

Dicho lo anterior, es importante destacar que las aleaciones no se consideran materiales compuestos debido a que hay una solubilidad parcial del elemento aleante en la red cristalina del elemento mayoritario, aparte de que las propiedades resultantes son bastante cercanas a las del elemento base [5].

Los materiales compuestos pueden clasificarse de diferentes maneras, siendo las más comunes:

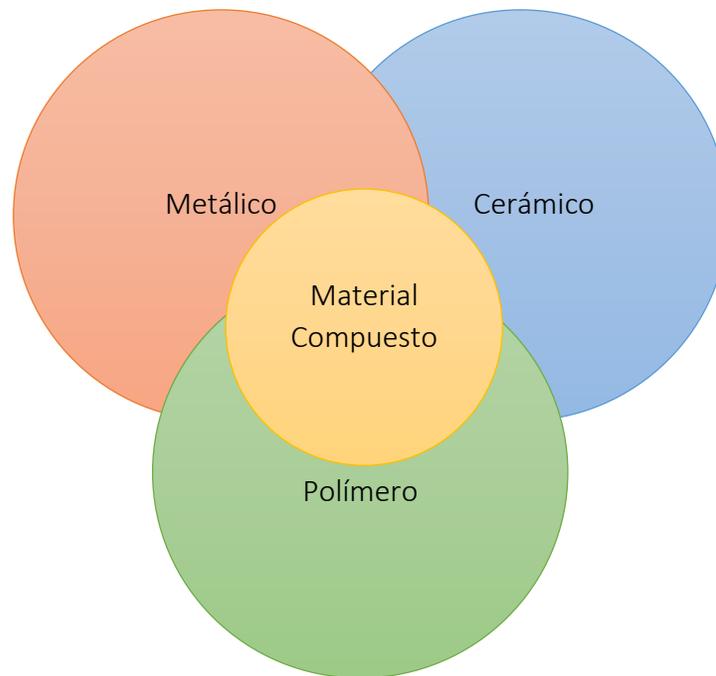


Figura 1.1. Familia de los materiales compuestos entre materiales metálicos, cerámicos y poliméricos [5].

1) Por el tipo de matriz:

- a. Materiales compuestos de matriz metálica (MMC's por sus siglas en inglés) reforzados con materiales cerámicos y/o poliméricos.
- b. Materiales compuestos de matriz cerámica (CMC's por sus siglas en inglés) reforzados con materiales metálicos y/o poliméricos.
- c. Materiales compuestos de matriz polimérica (PMC's por sus siglas en inglés) reforzados con materiales metálicos y/o cerámicos.

2) Por el tipo de refuerzo:

- a. Fibras continuas o discontinuas
- b. Whiskers
- c. Particulado
- d. Placas

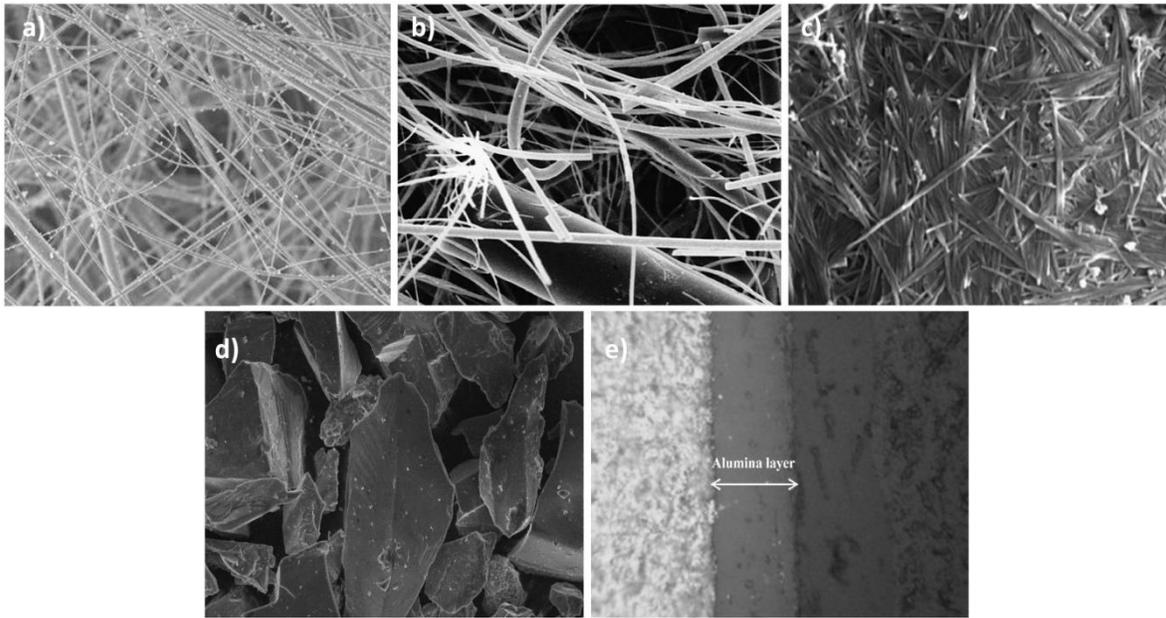


Figura 1.2. Tipos de refuerzos usados en los materiales compuestos: A) Fibras continuas, B) Fibras discontinuas, C) Whiskers, D) Partículas y E) Placas [5].

3) Por el método de fabricación:

- a. Procesamiento en estado sólido: Pulvimetalurgia, extrusión en caliente, agitación por fricción, etc.
- b. Procesamiento en estado líquido: Infiltración, infiltración a presión, colada por agitación, colada por inyección, etc.
- c. Procesamiento en estado vapor: Deposición de espray, Deposición física de vapor.
- d. Otros: In-Situ

La clasificación de un material compuesto no es nada sencilla pues uno de estos involucra a la vez las tres categorías anteriores, es decir, un material compuesto presenta un tipo de matriz específico, uno o varios tipos de refuerzo y fue obtenido mediante alguno de los métodos de fabricación mencionados.

1.2 Métodos de fabricación

Debido a que los MMC's exhiben propiedades bastante atractivas en tanto a dureza, mejor límite elástico, alta relación resistencia/peso, buena conductividad térmica y excelentes resistencias al desgaste y corrosión; su uso ha estado en constante crecimiento a través de los años ([ver sección 1.3](#)), por lo que investigar y conocer sus diferentes métodos de producción y sus condiciones es indispensable para determinar aquel que brinda mejores propiedades a un menor costo a la hora de fabricar un componente en específico. Cabe mencionar que la selección del método de fabricación depende de muchos factores, en los que están incluidos el tipo y el porcentaje de refuerzo [6].

A continuación, se presenta una reseña de los métodos de fabricación más importantes. Se hace hincapié en el método in-situ debido a las ventajas que ofrece frente a los métodos convencionales. Dichas ventajas convierten esta ruta en la más conveniente para la fabricación de compuestos del tipo Al 6061/TiB₂.

1.2.1 Estado Líquido

La fabricación en estado líquido consiste básicamente en incorporar y distribuir de manera homogénea el refuerzo sólido deseado en el material metálico fundido, los cuales luego se dejan solidificar y enfriar en conjunto para formar el material compuesto diseñado [7]. Los métodos de fabricación en estado

líquido suelen ser bastante simples y muy rentables, por lo que en la actualidad son de los más empleados a nivel industrial [8-9].

1.2.1.1 Colada por agitación (Stir Casting)

En el panorama actual, la técnica de stir casting (colada por agitación en español) es la más popular a nivel comercial para la producción de MMC's, principalmente en los que el aluminio y sus aleaciones actúan como matriz. Esta técnica fue iniciada en 1968 por S. Ray cuando introdujo partículas de alúmina en aluminio fundido y agitado mecánicamente [6].

La fabricación de materiales compuestos base aluminio (AMC's por sus siglas en inglés) mediante esta técnica es bastante destacada y económica, sobre todo en aplicaciones en donde se requieren altos volúmenes de producción.

Esta técnica estriba en la adición del refuerzo seleccionado en la matriz metálica fundida y agitada mediante una perturbación mecánica (convencionalmente). Después de que las partículas son incorporadas y distribuidas homogéneamente en el baño, el compuesto en estado líquido es colado y posteriormente conformado mediante métodos convencionales [8]. Otros de los métodos de agitación existentes son agitación ultrasónica, electromagnética y por fuerza centrífuga

Estas técnicas presentan una limitación en cuanto al porcentaje de reforzamiento del AMC's (máximo un 30% en volumen) [6]. La figura 1.3 muestra un esquema del equipo básico empleado en la fabricación de

compósitos mediante esta técnica. Los principales componentes son el horno o crisol, un alimentador del refuerzo y un agitador mecánico [10].

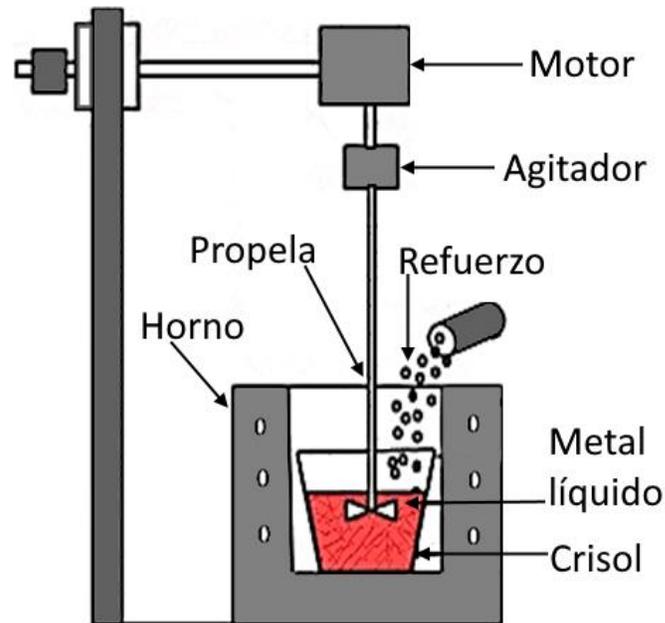


Figura 1.3. Esquema de un equipo convencional empleado en colada por agitación [10].

En la figura 1.4 se exhiben los principales pasos para la fabricación de un MCMC mediante la técnica de colada por agitación [11]. En el proceso de colada por agitación es práctica común someter al refuerzo a un tratamiento antes de ser adicionado al baño a fin de mejorar la humectabilidad del refuerzo (disminuir el ángulo de contacto entre la partícula de refuerzo y el metal en estado líquido) además de eliminar humedad o impurezas. Algunos de los pretratamientos más comunes son: precalentamiento de las partículas en un horno o aplicación de recubrimientos superficiales al refuerzo.

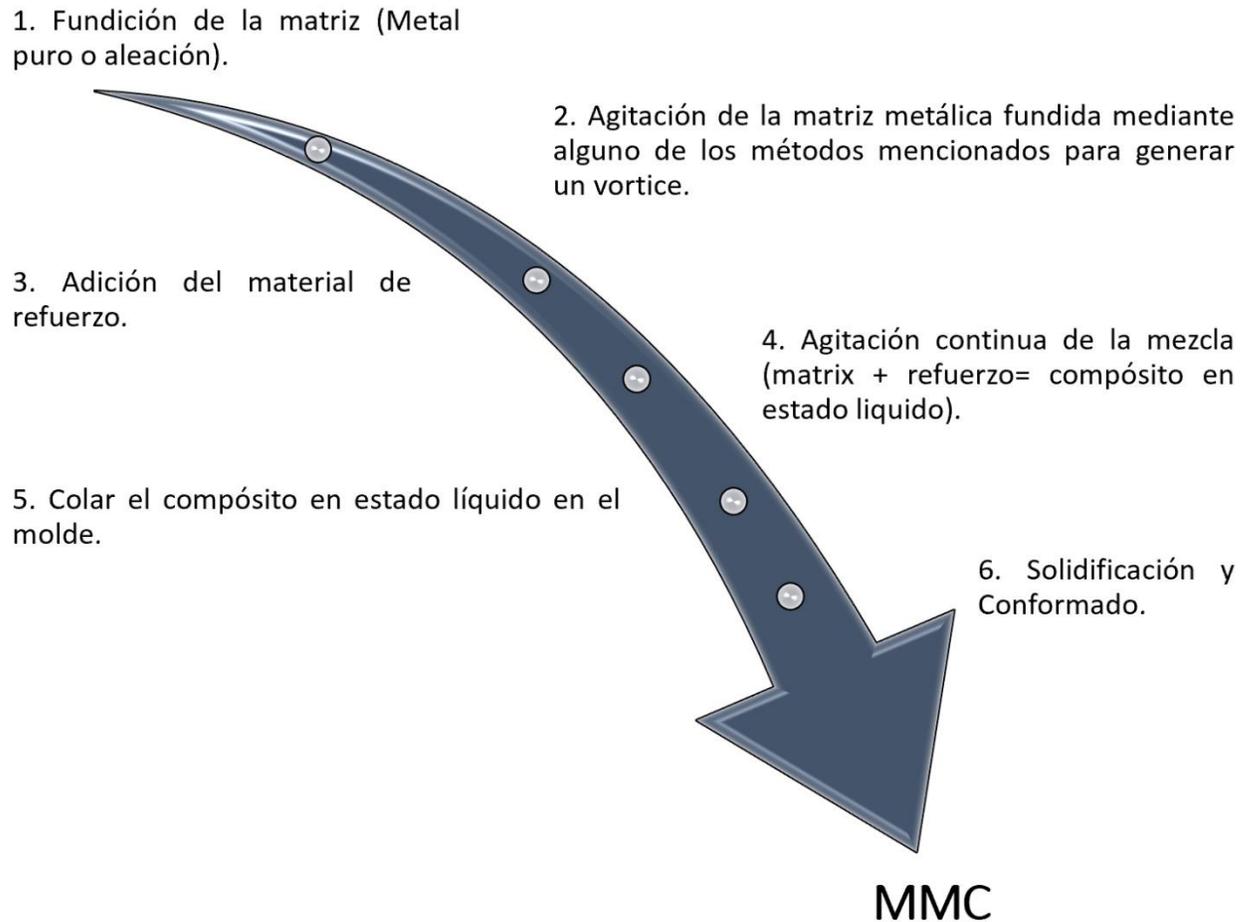


Figura 1.4. Proceso de Stir Casting o colada por agitación.

Debido a que la microestructura y las propiedades mecánicas de los materiales compuestos dependen de la distribución del refuerzo en la matriz, es importante controlar ciertas variables en cada una de las técnicas de fabricación; una mala distribución de las partículas reforzantes es muy común en los MMC's sin importar la ruta de fabricación seleccionada. Las variables a controlar en el proceso de colada por agitación son principalmente la velocidad de agitación; el tiempo de agitación después de que las partículas son incorporadas; la temperatura del baño; tiempo de alimentación del refuerzo; forma, tamaño y posición de la propela, etc.

En la tabla 1 se enlistan los parámetros a seleccionar más comunes en varios estudios para la fabricación de los AMC's [11].

Con el paso de los años fueron surgiendo variantes y adaptaciones al método de colada por agitación derivados de la importancia de obtener materiales compuestos de calidad con la infraestructura que se posee. En la figura 1.5 se muestran algunas de las variantes de este método encontradas en la literatura [9, 19-21].

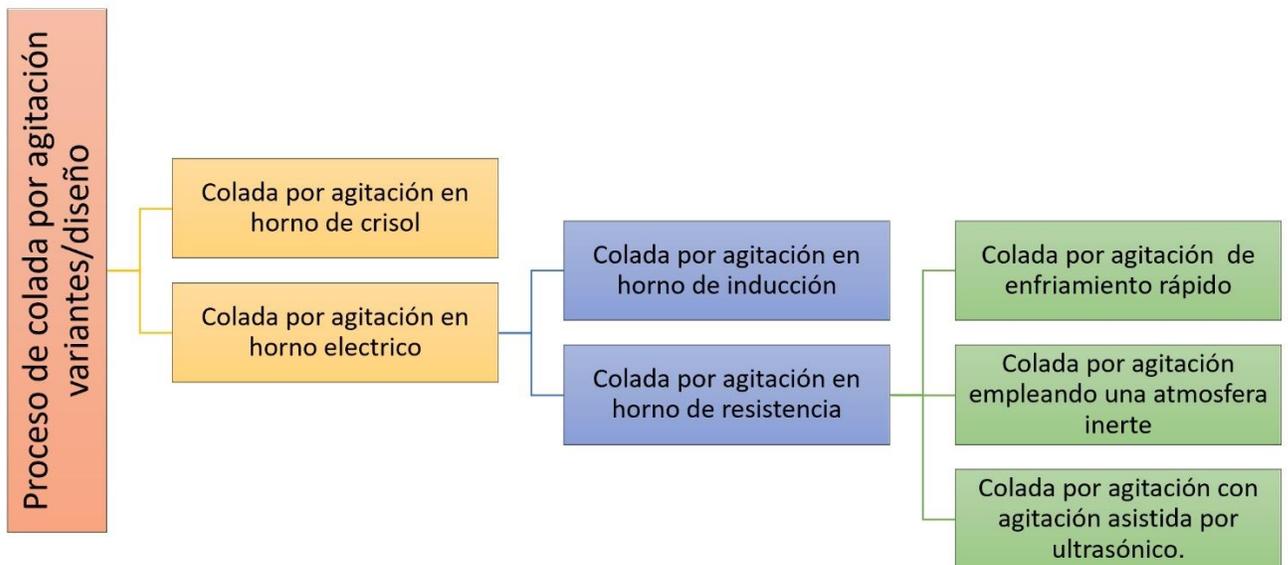


Figura 1.5. Variantes del método de colada por agitación.

1.2.1.2 Infiltración

El método de infiltración requiere de inicio, de una preforma porosa del refuerzo cerámico deseado sin importar la forma de este (fibras discontinuas, partículas o whiskers). La preforma cerámica puede obtenerse a partir mediante la aplicación de una carga o una presión con gas inerte sobre el

refuerzo contenido en un dado con la forma de la pieza deseada, seguido de un proceso de sinterizado; o, a través de la incorporación del refuerzo en un material polimérico volátil con la forma del componente final [6].

El paso siguiente es verter el material metálico en estado líquido sobre la preforma de tal forma que pueda entrar por todos los intersticios generados entre las partículas de refuerzo y las moje (figura 1.6) [9].

La mojabilidad del refuerzo con la matriz depende de varios factores como: la composición de la matriz, la naturaleza del refuerzo, reacciones interfaciales matriz-refuerzo, la temperatura y el tiempo del proceso de infiltración [6].

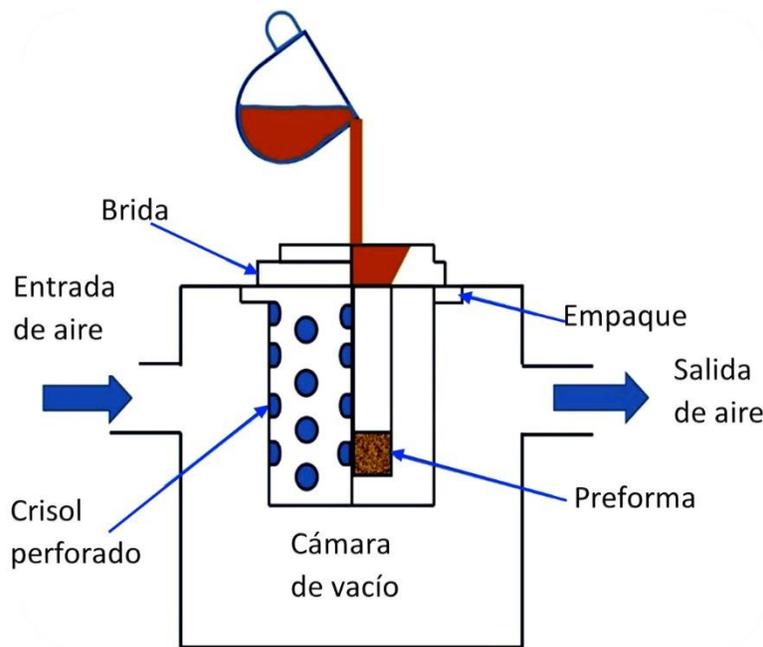


Figura 1.6. Esquema de un proceso típico de infiltración [9].

Tabla 1.1. Parámetros seleccionados por varios autores para la fabricación de MMC's base aluminio mediante colada por agitación.

Matriz	Refuerzo	% de Refuerzo en peso (%P) o volumen (%V)	Velocidad de agitación (rpm)	Tiempo de agitación (min)	Rapidez de alimentación del refuerzo (g/s)	Fuente
A6061/1545K	B ₄ C	5 %P	450	-	-	[12]
A358	SiC	10 %P	600	10	-	[13]
LM25	B ₄ C/Al ₂ O ₃	%P (0, 2, 3)/(0,2,3)	550	10	-	[14]
Al 6061/ Al 7075	B ₄ C/ Grafito	%P 10/5	500, 700	5	0.9-1.5	[15]
Al 7075	B ₄ C	10 %V	500	-	-	[16]
Al 7075	Grafito	5, 10, 15, 20 %P	500	5	-	[17]
Al 6061	Nano Al ₂ O ₃	0.5, 1, 1.5 %P	450	15	-	[18]

Esta técnica también presenta dificultades, la mayoría de las veces se requiere usar presión para lograr que el material en estado líquido penetre en la preforma. La magnitud de la presión a emplear es proporcional a la fricción generada en la interface matriz-refuerzo, la cual a la vez depende del cambio de viscosidad del metal fundido a medida que llena la preforma.

A través del empleo del método de infiltración y sus variantes es posible obtener MMC's reforzados en fracciones desde 10% hasta 70% [8]. Algunas de las diferentes técnicas de infiltración se muestran en la figura 1.7, donde la principal variable modificada es la presión [9].

La técnica de infiltración a presión requiere de la aplicación de una carga mecánica externa que force la penetración del metal fundido dentro de la preforma cerámica. En la técnica de infiltración a presión con gas, el gas presurizado fuerza la penetración del material líquido hacia la fase dispersa (refuerzo).

La otra variante del método de infiltración es denominada Squeeze casting o fundición a presión y puede considerarse como la combinación de los procesos de fundición y forja. En esta técnica el metal en estado líquido se vierte dentro del molde fijo inferior (sobre la preforma) y luego el dado superior baja para aplicar la carga durante la solidificación. En esta variante, la matriz fundida se solidifica bajo la aplicación de una presión externa y se evita la formación de porosidad por contracción [6-8].

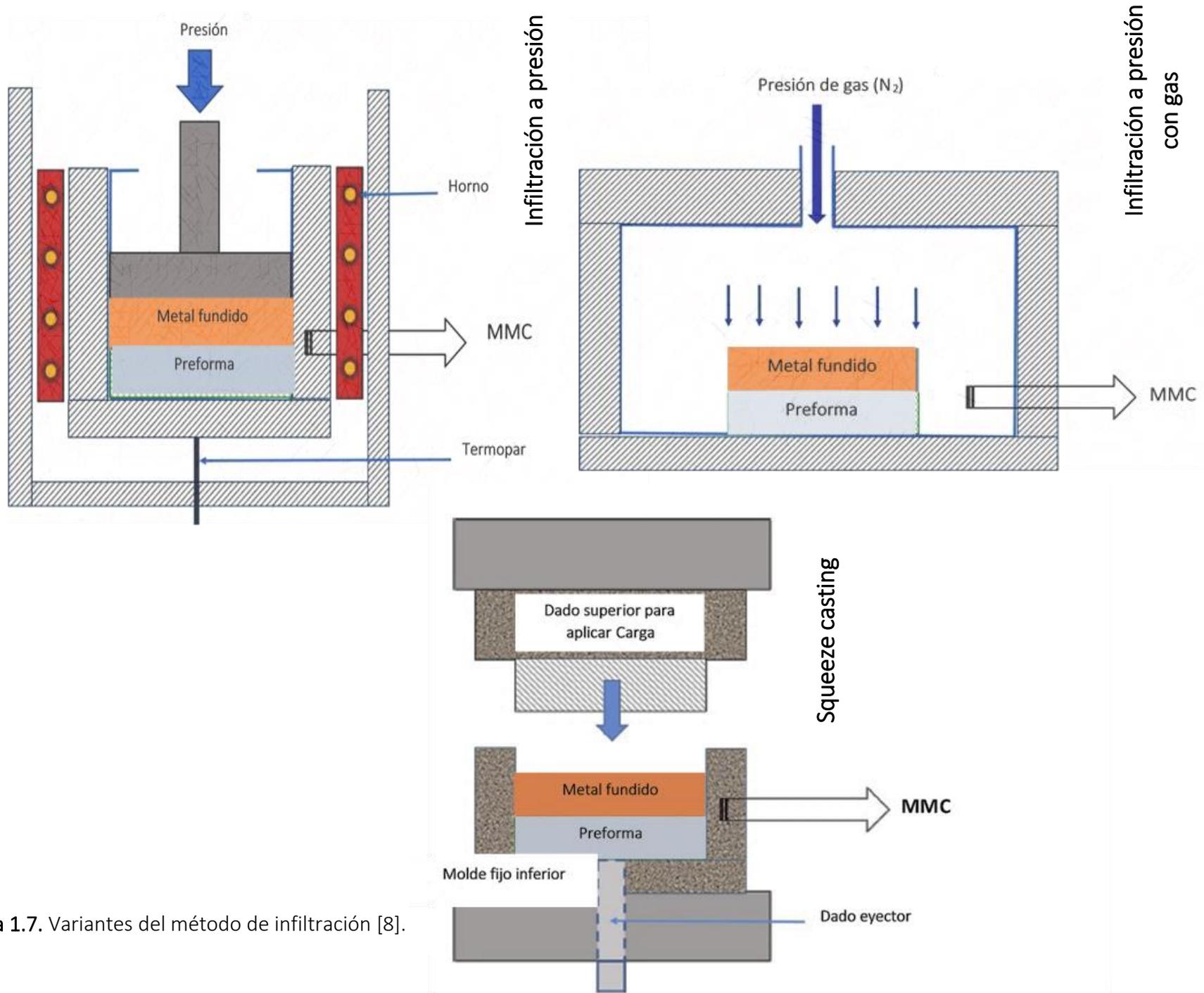


Figura 1.7. Variantes del método de infiltración [8].

1.2.2 Estado sólido

Los métodos de fabricación de materiales compuestos de matriz metálica en estado sólido se basan en el proceso de unión de la matriz y el refuerzo por medio de la difusión mutua que surge entre ellos en estado sólido al someterlos a un incremento de temperatura y posible variación de presión. Algunos de los procesos convencionales empleados en la producción de compósitos vía sólida, se detallan a continuación.

1.2.2.1 Pulvimetalurgia

La Pulvimetalurgia o metalurgia de polvos, es uno de los métodos de producción de MMC's en estado sólido empleado principalmente en la fabricación de productos terminados de formas complejas muy precisas; la materia prima tanto matriz como refuerzo, se trabaja en forma de partículas (polvos).

Este método se conforma de los siguientes pasos enlistados a continuación [8]:

- Fabricación y obtención de los polvos. Los polvos metálicos se obtienen mediante electrólisis, molienda mecánica o atomización [23]. Los polvos cerámicos por otro lado, se obtienen principalmente por síntesis por combustión (SC) o por Deposición Química de Vapor (CVD) [24].
- Caracterización de los polvos de la matriz y el refuerzo. Se busca determinar composición química, tamaño y morfología debido a que las propiedades del producto final están ligadas a la naturaleza de los polvos [25].

- Mezclado. Para un mejor mezclado de los polvos de la matriz y del refuerzo se emplea frecuentemente un lubricante sólido orgánico necesario para facilitar la compactación además de aditivos especiales.
- Compactación de los polvos en un dado/matriz. La mezcla de polvos se introduce por gravedad en el interior de un dado/matriz con la forma del negativo de la pieza deseada; y seguido, se le aplica una carga uniaxial de compresión. El componente compacto se denomina “componente en verde” [22].
- Sinterización de los polvos compactados. La sinterización es un ciclo térmico que consiste en someter la pieza “en verde” a condiciones de temperatura y tiempo específicas. La elevada temperatura (no mayor al punto de fusión de la matriz metálica) provoca la coalescencia entre sí de las partículas de los diferentes polvos (figura 1.9 A) mediante mecanismos de difusión en estado sólido [6].

La figura 1.8 [22] ilustra el método de metalurgia de polvos.

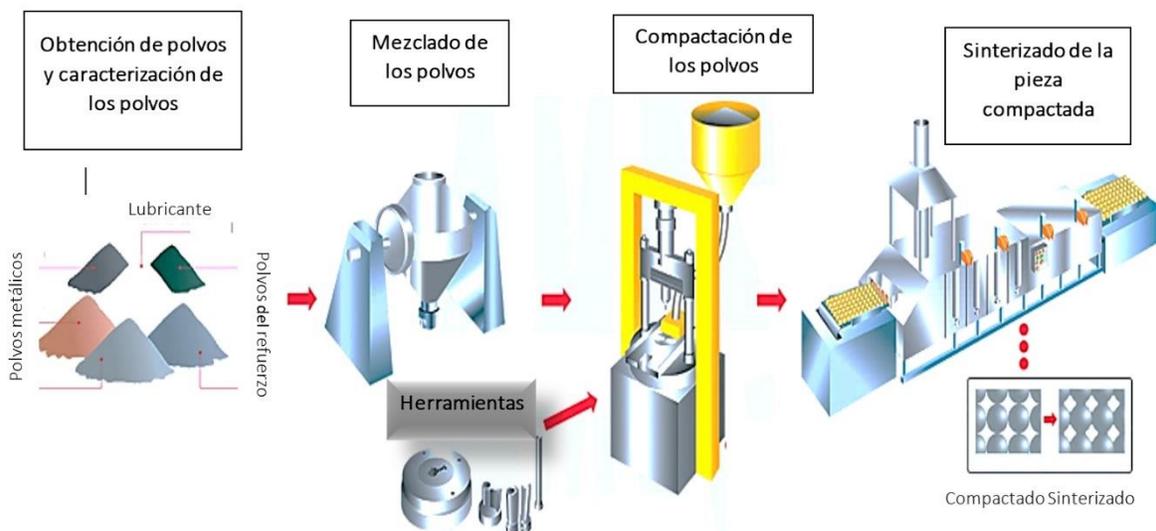


Figura 1.8. Esquema del proceso de fabricación de MMC's mediante la metalurgia de polvos [22].

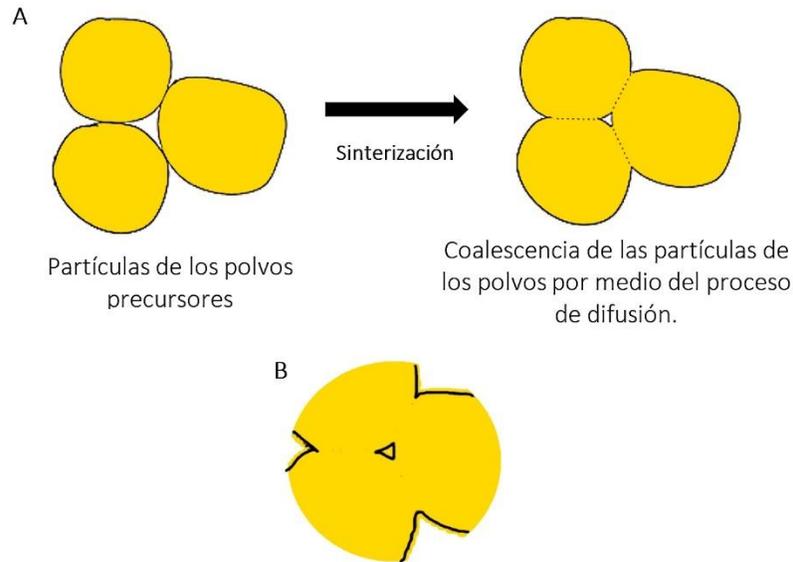


Figura 1.9. (A) Proceso de sinterización y (B) Microporosidad resultante en las piezas finales obtenidas mediante metalurgia de polvos [6].

El resultado ideal es una pieza del material compuesto con baja microporosidad (figura 1.10 B), alta precisión dimensional y elevadas propiedades específicas.

Las ventajas que presenta este método de fabricación sobre los otros métodos son: bajo agrupamiento de partículas (clústeres), excelente mojabilidad del refuerzo por la matriz y la inexistente o casi nula formación de fases indeseadas [26] además de reforzar en mayor porcentaje (fracciones de hasta 50%)[8].

La naturaleza de los polvos (tamaño, morfología, composición química, etc.), el tipo y tiempo de mezclado, la carga de compactación, así como la temperatura y el tiempo de sinterizado son algunas de las variables a supervisar en este método. Su control permitirá alcanzar las propiedades requeridas en los materiales compuestos. La tabla 1.2 muestra los valores de las variables de proceso registradas en la literatura para la fabricación de algunos MMC's mediante Pulvimetalurgia.

Tabla 1.2. Parámetros seleccionados por varios autores para la fabricación de MMC's base aluminio mediante Pulvimetalurgia.

Matriz	Refuerzo	Tamaño del refuerzo	Tipo de mezclado	Tiempo de mezclado (horas)	Velocidad de mezclado (rpm)	Carga de compactación	Temperatura de sinterización (°C)	Tiempo de sinterización (min)	Fuente
Al	Nano-tubos de carbón	D _{interno} 5nm y D _{externo} 19nm	Mezclado ultrasónico	0.25	---	300 MPa	640	90	[27]
AA 7015	Si ₃ N ₄ , TiB ₂ y B ₄ C	8-10 μm	Molienda mecánica	0.20	150	200 MPa	500 (Por extrusión)	---	[28]
Al	CuO nano y SiC	40 nm y 50 μm	Molienda mecánica	---	---	55-66 Pa	580	180	[29]
A 356	SiC	50 nm	Molienda mecánica	---	---	1.04 MPa por 6 minutos	585	60	[30]
Al	ZnO	<10 μm	Molienda mecánica	60	300	650	610	180	[31]

Las variantes en estado sólido que existen al método Pulvimetalurgia son:

- Extrusión en caliente. Método de producción de composites ferrosos y no ferrosos muy empleado en la fabricación de varillas, tiras y tubos con longitudes deseables [8-9]. Consiste en someter la mezcla de polvos previamente compactados a un proceso de extrusión en caliente el cual es una alternativa a la etapa de sinterización
- Sinterizado por chispa de plasma al vacío. Está técnica de sinterización no convencional es empleada para la consolidación y sinterización rápida de los polvos mezclados. En la sinterización por chispa de plasma al vacío, la mezcla de polvos es introducida en un molde conductor y es prensada por unos pistones (igualmente conductores) hechos habitualmente de grafito. Luego se aplica una corriente pulsada que atraviesa el molde y los pistones, permitiendo por efecto joule, sinterizar los polvos. [8], [32]. Este método se ilustra en la figura 1.10 [33].

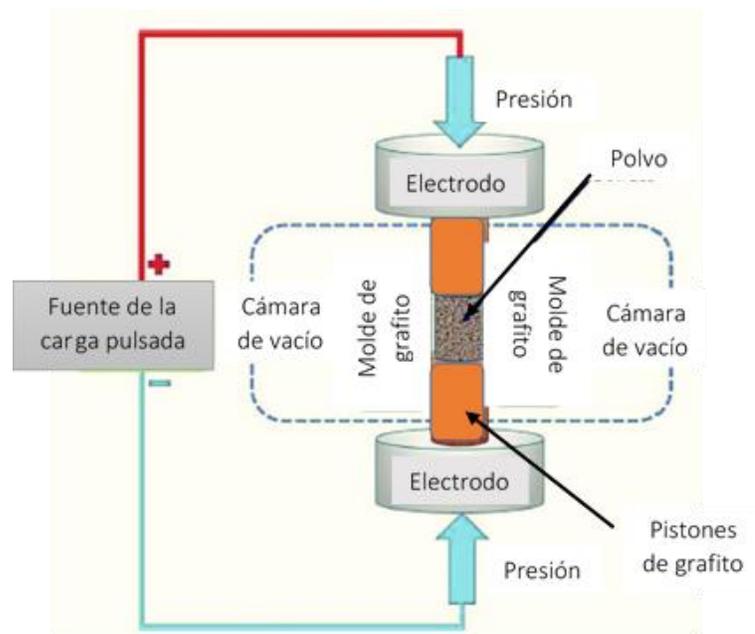


Figura 1.10. Esquema del método de sinterizado por chispa de plasma al vacío [33]

1.2.2.2 Unión por difusión (Diffusion bonding)

La unión por difusión o Diffusion bonding (por su término en inglés) es un método de producción de MMC's en donde el principal tipo de refuerzo empleado son los mono filamentos. Este método consiste en la unión de dos o más materiales sólidos de misma o diferente naturaleza a través de su sometimiento a presión y temperatura elevadas (figura 1.11), causando la interdifusión de átomos a través de las diferentes superficies matriz-refuerzo, matriz-matriz y refuerzo-refuerzo en contacto [6], [34].

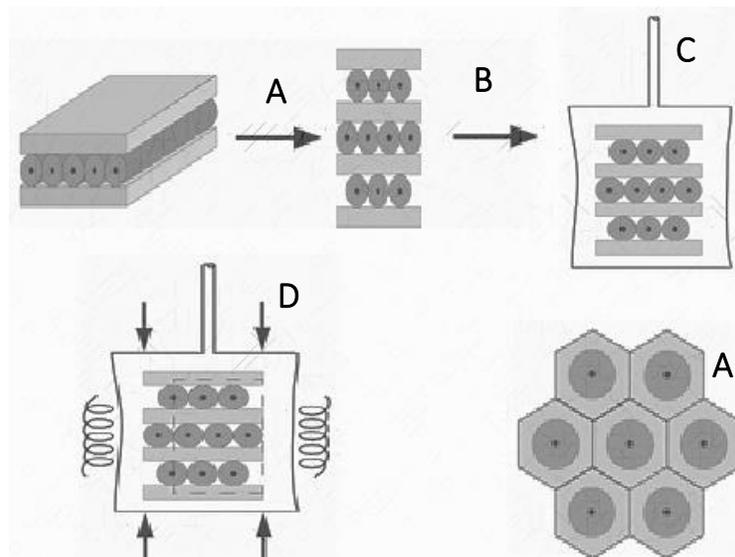


Figura 1.11. Esquema del proceso de unión por difusión: (A) y (B) Apilamiento de la matriz y los mono filamentos de refuerzo; (C) Compactación y (D) Calentamiento de la combinación apilada matriz-refuerzo; (E) compósito resultante [34].

Las principales ventajas que presenta esta técnica son el poder procesar una amplia gama de matrices metálicas, así como el controlar perfectamente la orientación y la fracción de los mono filamentos de refuerzo.

Sin embargo, la unión por difusión presenta desventajas como largos tiempos de fabricación, empleo de temperatura y presión elevadas, limitación geométrica así como un elevado costo [34].

1.2.3 Estado vapor

En la actualidad es posible producir materiales compuestos en estado vapor a partir de depositar el material matriz en estado gaseoso sobre la superficie del refuerzo. El depósito de la matriz se hace en forma de una película sobre la superficie del sustrato, por lo que son requeridos tiempos prolongados para producir una capa gruesa de material de recubrimiento. Es así como la producción de compósitos en estado vapor es limitada por los altos costos que conlleva la formación de una película gruesa del material matriz sobre la superficie del refuerzo [1].

1.2.3.1 Deposición Química de Vapor

Durante el proceso de Deposición Química de Vapor (CVD) se hacen fluir materiales en estado gaseoso dentro de un compartimento a condiciones de temperatura y presión específicas para que reaccionen sobre la superficie de un material sólido caliente (sustrato). Por medio de esta reacción se genera una película del material matriz que recubrirá el material de refuerzo [1, 35].

Existen variantes en el método CVD aunque tres son los procesos principales:

- 1) La reducción de haluros metálicos por hidrogeno con el empleo de un catalizador.

- 2) Descomposición térmica de los componentes gaseosos.
- 3) La reacción del sustrato con los gases inyectados

La velocidad con que se deposita o recristaliza la película de la matriz metálica depende de la temperatura del sustrato por lo que la microestructura de la matriz está ligada con esta. Es sabido que a temperaturas elevadas crecen varios tipos de cristales individuales, mientras que a bajas temperaturas se forman fases policristalinas o amorfas [36].

Uno de los equipos empleados en el proceso CVD se muestra en la figura 1.12 [1]. Este es un dispositivo que es muy útil para recubrir una gran cantidad de sustratos pequeños y es llamado como “sistema CVD de pared caliente”.

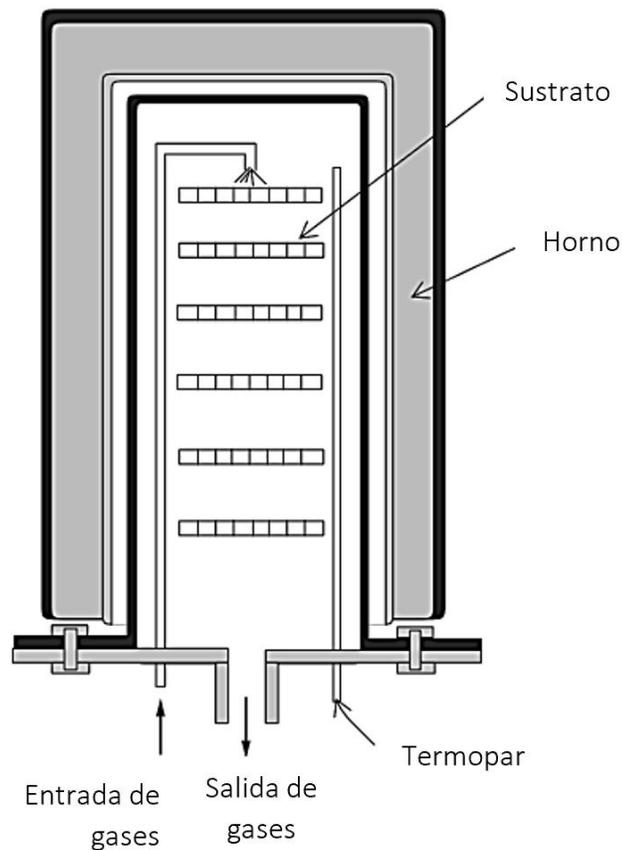


Figura 1.12. Ejemplo esquemático de un sistema CVD de pared caliente [1].

1.2.3.2 Deposición Física de Vapor

Una explicación simple del proceso de deposición física de vapor o PVD (por sus siglas en inglés) es que un material se evapora a partir de su calentamiento mediante resistividad eléctrica o al emplear un haz de electrones al vacío; para posteriormente ser depositado en la superficie de un sustrato en forma de una película delgada [1].

El proceso PVD es empleado principalmente para la producción de nanocompuestos de matriz metálica y el procedimiento básico a seguir es el siguiente [37]:

- 1) Evaporación de diferentes materiales para producir una fase vapor.
- 2) Sobresaturación de la fase vapor en una atmósfera inerte para promover la condensación de nanopartículas.
- 3) Consolidación del nanocompuesto por medio de un tratamiento térmico en una atmósfera inerte.

Una de las variantes de este proceso es la pulverización catódica, en el cual los átomos de la matriz son expulsados mediante bombardeo iónico sobre la superficie del refuerzo para crear el recubrimiento [1].

1.2.4 In- situ, una buena alternativa

La fabricación de materiales compuestos de matriz metálica *vía in-situ* es un proceso en el cual la fase dispersa (material de refuerzo) es formada dentro de la matriz como resultado de su precipitación durante la solidificación y/o enfriamiento [9].

Las rutas de fabricación que se adentran en el método *in-situ* se pueden clasificar en dos categorías principales: procesos reactivos y no reactivos. En la primera categoría se requiere que dos o más materiales precursores reaccionen de manera exotérmica para formar la fase reforzante. Beneficiosamente, los procesos reactivos permiten la obtención de altas fracciones de refuerzos refractarios dentro de la matriz, siendo ejemplos típicos la obtención de Al_2O_3 , ZrB_2 , Mg_2Si , AlN , TiC y/o TiB_2 dentro de aleaciones de aluminio [34].

Reacciones del tipo líquido-gas, líquido-líquido, líquido-sólido y sólido-sólido son aquellas que se pueden llevar a cabo dentro de los procesos reactivos para la formación de la fase dispersa [8, 38].

El tamaño de los refuerzos obtenidos, principalmente en forma de partículas, varían en un promedio entre 0.25 y 1.5 μm , pudiendo ser controlados por medio de la regulación de la temperatura y el tiempo de la reacción. Cabe mencionar que las matrices más empleadas en esta vía de procesamiento son de aluminio, níquel, magnesio o intermetálicas [34].

Las reacciones químicas llevadas a cabo dentro del método de fabricación *in-situ* eliminan problemas típicos siempre presentes en los otros métodos de fabricación. Las ventajas que proporciona este método son: buena humectación de las partículas de refuerzo resultante, la aparición de una interfase matriz-refuerzo limpia y fuerte, la distribución y dispersión mayormente homogénea de las partículas reforzantes y las excelentes propiedades mecánicas del componente final a elevadas temperaturas [1, 34, 38].

En las dos últimas décadas, el empleo de la relativamente nueva técnica de fabricación *in-situ* mediante procesos reactivos, ha ido en incremento ya que no sólo permite su procesamiento en estado líquido, sino que también es posible la fabricación de MMC's en estado sólido por esta vía. Mientras que en estado líquido la(s) reacción(es) llevadas(s) a cabo para formar el refuerzo suceden dentro del baño, en estado sólido tienen cabida durante la aleación mecánica, o bien, durante el sinterizado. Cabe mencionar que, tanto en estado líquido como en estado sólido, la síntesis del refuerzo por medio de reacciones químicas es favorecida por las elevadas temperaturas empleadas en los procesos [38, 39].

Durante la fabricación, uno de los reactivos es usualmente constituyente de la matriz metálica fundida; tal y como el caso en la síntesis del refuerzo AlN. Otras presentaciones de los reactantes son en forma de polvos, sales o sustancias gaseosas [38]. La tabla 1.3 muestra las sustancias precursoras y las reacciones químicas llevadas a cabo para la formación de los refuerzos cerámicos más comunes en matrices de aluminio.

La otra ruta de fabricación vía *in-situ* corresponde a los procesos no reactivos. Estos procesos aprovechan los sistemas de dos fases, como las aleaciones eutécticas o monotéticas, para formar el refuerzo *in-situ* (principalmente en forma de fibras) dentro de la matriz. La solidificación direccional controlada se realiza para separar las dos fases, como se muestra en la figura 1.13 [1].

Tabla 1.3. Propiedades, sustancias precursoras y reacciones químicas llevadas a cabo para la obtención de diferentes refuerzos de forma in-situ en matrices de aluminio [40]–[48].

Refuerzo	Densidad (g/cm ³)	Punto de fusión (°C)	Dureza Vickers (GPa)	Módulo elástico (GPa)	Estructura cristalina	Reactivos precursoros	Reacciones llevadas a cabo para la formación del refuerzo
TiB ₂	4.52	3225	25-35	560	Hexagonal	Al, K ₂ TiF ₆ y KBF ₄	$K_2TiF_6 + 13/3Al \rightarrow Al_3Ti + 4/3AlF_3 + 2KF$ $2KBF_4 + 3Al \rightarrow AlB_2 + 2AlF_3 + 2KF$ $Al_3Ti + AlB_2 \rightarrow TiB_2 + 4Al$
TiC	4.93	3067	24-32	400	Cúbica	Al, K ₂ TiF ₆ y Grafito	$K_2TiF_6 + 4/3Al \rightarrow Ti + KAlF_4 + 1/3K_3AlF_6$ $Ti + 3Al \rightarrow Al_3Ti$ $Al_3Ti + C \rightarrow TiC + 3Al$
Al ₂ O ₃	3.99	2043	18-21	400	Hexagonal	Al con O ₂ o Al con un óxido metálico	$4Al + 3O_2 \rightarrow 2Al_2O_3$ $3MeO + 2Al \rightarrow Al_2O_3 + 3Me$
ZrB ₂	6.09	3000	22-26	350	Hexagonal	Al, K ₂ ZrF ₆ y KBF ₄	$2KBF_4 + 3Al \rightarrow AlB_2 + 2KAlF_4$ $K_2ZrF_6 + 13/3Al \rightarrow Al_3Zr + 1/3K_3AlF_6 + KAlF_4$ $AlB_2 + Al_3Zr \rightarrow ZrB_2 + 4Al$
AlN	3.26	3.26	11.8	331	Wurtzita	Al, gas NH ₃ o gas N ₂	$2Al + 2NH_3 \rightarrow 2AlN + 3H_2$ $2Al + N_2 \rightarrow 2AlN$

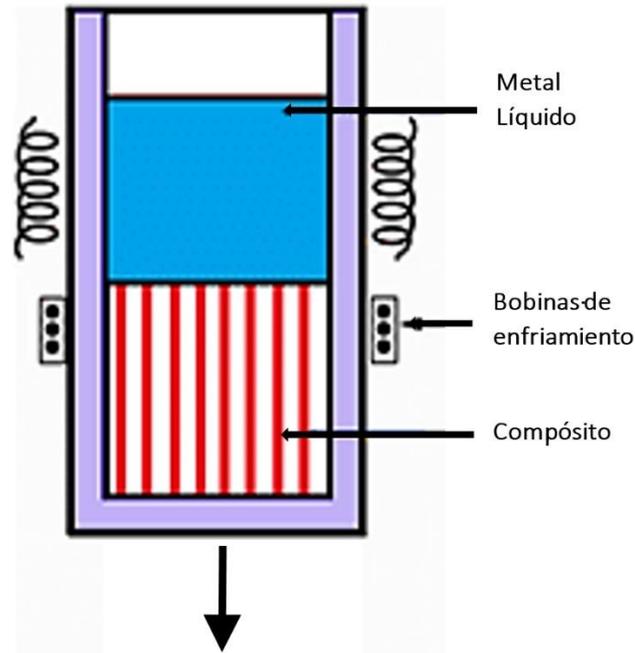


Figura 1.13. Proceso de solidificación direccional para obtener compósitos in-situ [1].

Un material prefabricado y homogeneizado se funde en un crisol de material refractario; posteriormente se contiene en un tubo de cuarzo al vacío o en una atmósfera de gas inerte. El calentamiento se realiza típicamente por inducción y el gradiente térmico se obtiene enfriando el crisol. También se puede usar el calentamiento por haz de electrones, en particular cuando se emplean metales reactivos como el titanio. Se puede controlar la finura de la microestructura, es decir, el tamaño y la separación entre las fibras del refuerzo (a una fracción de volumen constante) manipulando la velocidad de solidificación [34].

Un ejemplo común del tipo de materiales compuestos de matriz aluminio fabricados por procesos no reactivos, son los sistemas Al/ Mg_2Si . En estos casos, el refuerzo de Mg_2Si en Al se sintetiza durante la solidificación de aleaciones de Al que contienen Si y Mg. Es conocido que en los sistemas Al-Si-Mg aparece o se forma Mg_2Si con dos morfologías diferentes: En forma de bloques (Mg_2Si

primario) y en forma de “script chino” (dentro del microconstituyente eutéctico) [49-52]. La figura 1.15 muestra un esquema en el que se visualiza de forma resumida el método de fabricación in-situ y sus variantes.



Figura 1.14. Resumen de la vía de fabricación in-situ.

1.3 Panorama de los materiales compuestos de matriz metálica base aluminio (AMC's).

El mercado global de los materiales compuestos de matriz metálica fue de 5824.5 toneladas en el año 2013 de acuerdo con Grand View Research [53] con un crecimiento impulsado por la industria del transporte hasta el 2019. Las previsiones de Grand View Research se puede apreciar en la figura 1.15, donde se observa un aumento progresivo en la producción mundial de materiales compuestos de matriz metálica que abarca el período 2012-2019 [54].

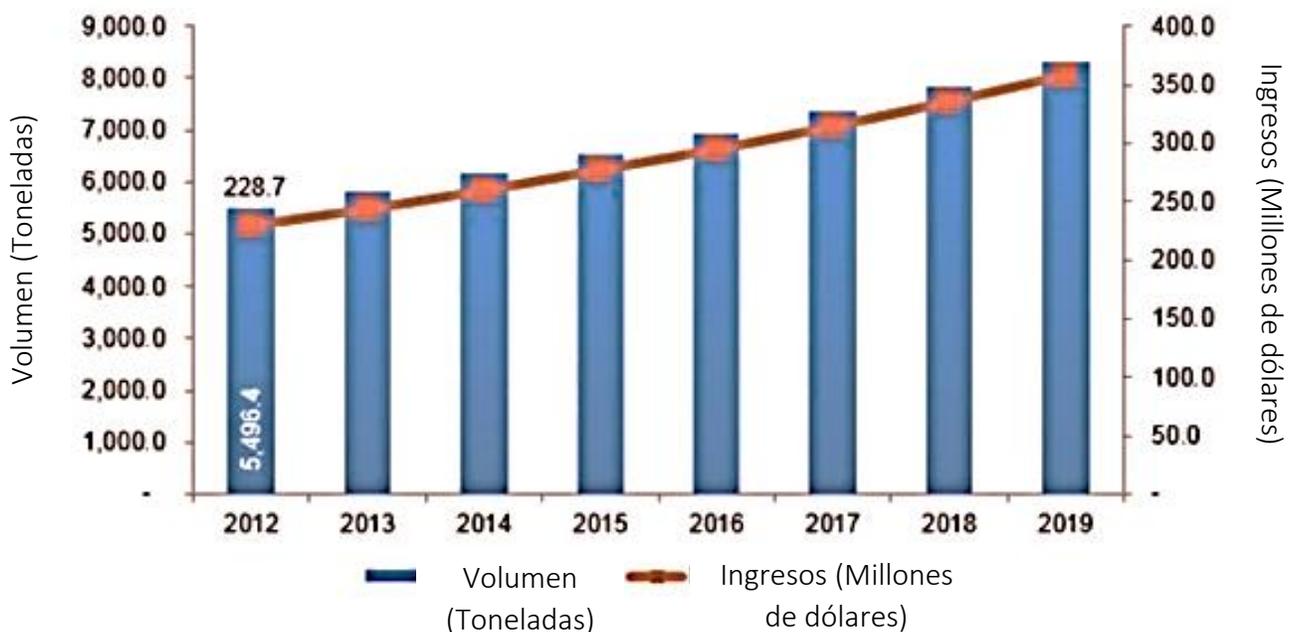


Figura 1.15. Mercado global de los MMC's. El análisis se fue hecho con base a las tendencias presentes y predicciones futuras. El estudio fue estimado entre 2012 y 2019. La segmentación regional incluye la demanda actual y prevista para América del Norte, Europa, Asia Pacífico y el resto del mundo [54].

La figura 1.16 permite apreciar que, hasta el año 2010, los MMC's tuvieron sus principales usos dentro de los sectores automotriz, electrónico y aeroespacial [5].

El empleo de MMC's en estos sectores demandó y demanda el uso de matrices metálicas ligeras, entre las que destacan principalmente las de aluminio, magnesio, titanio y níquel (puros o aleaciones)[54].

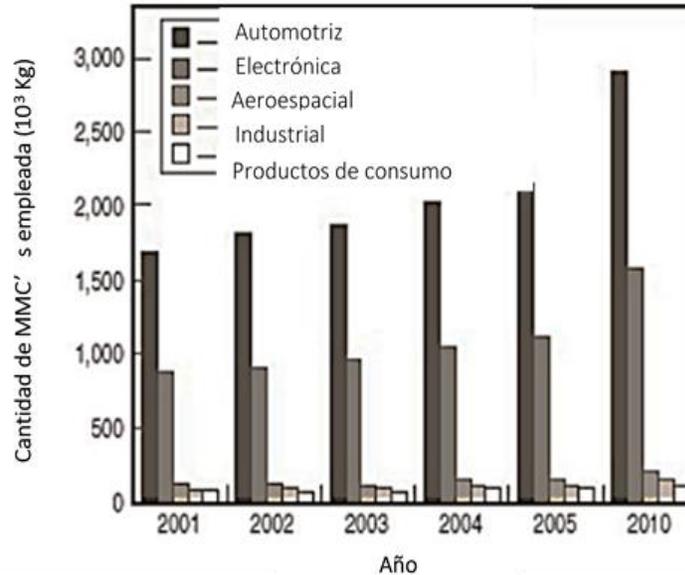


Figura 1.16. Uso de los MMC's en diferentes sectores del mercado [5].

En general, las matrices de aluminio y sus aleaciones han destacado dentro la industria de los compósitos (figura 1.17) debido a su baja densidad y a las altas propiedades mecánicas específicas que obtienen sus materiales compuestos. Otros beneficios adicionales incluyen [3, 54] :

- Costos de mantenimiento reducidos.
- Mayor atractivo estético.
- Son resistentes a la intemperie, gases atmosféricos comunes y a una amplia gama de líquidos corrosivos (con excepción de matrices de magnesio).
- Son seguros y pueden usarse en productos alimenticios.

- Son altamente elásticas, lo que permite su empleo en estructuras o componentes sometidos a cargas de impacto.
- Tienen un comportamiento único pues mantienen su tenacidad a bajas temperaturas, caso contrario al de los aceros al carbono.
- Presentan excelente trabajabilidad y conformabilidad.
- Conducen la electricidad y el calor casi tan bien como el cobre.
- Son más baratos en comparación con el titanio y el níquel.

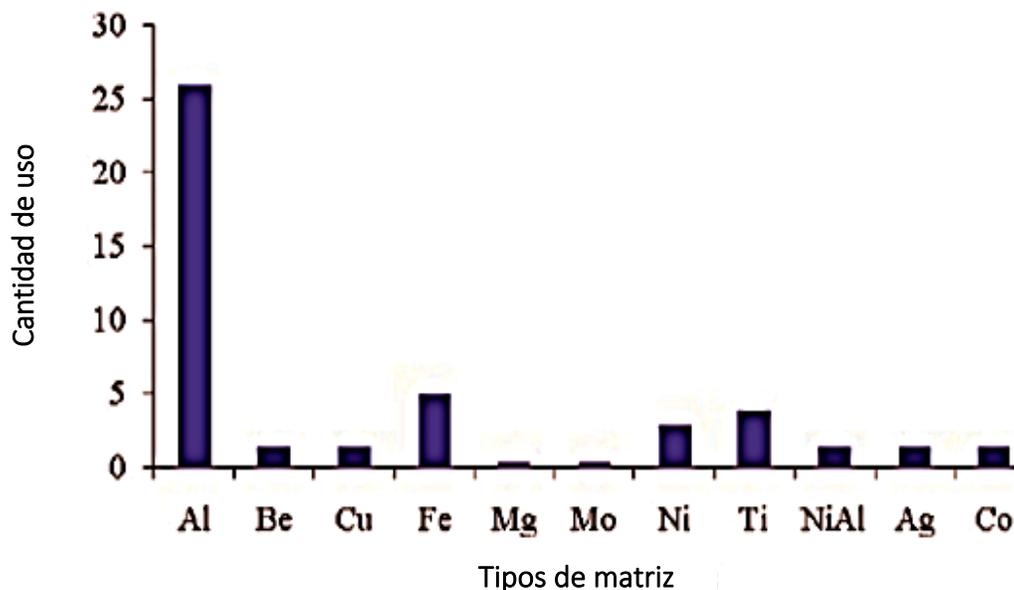


Figura 1.17. Uso de diferentes materiales metálicos en matrices de MMC's [5].

En tanto al refuerzo, los componentes inorgánicos no metálicos (es decir, partículas cerámicas o fibras de carbono) son capaces de proporcionar excelentes propiedades mecánicas en los materiales compuestos de matriz metálica, pues generalmente presentan baja densidad, buena estabilidad, alto módulo de Young, elevada resistencia a la tensión/compresión y excelente compatibilidad química con la matriz [5]. La figura 1.18 muestra los materiales cerámicos reforzantes más empleados en la industria de los MMC's.

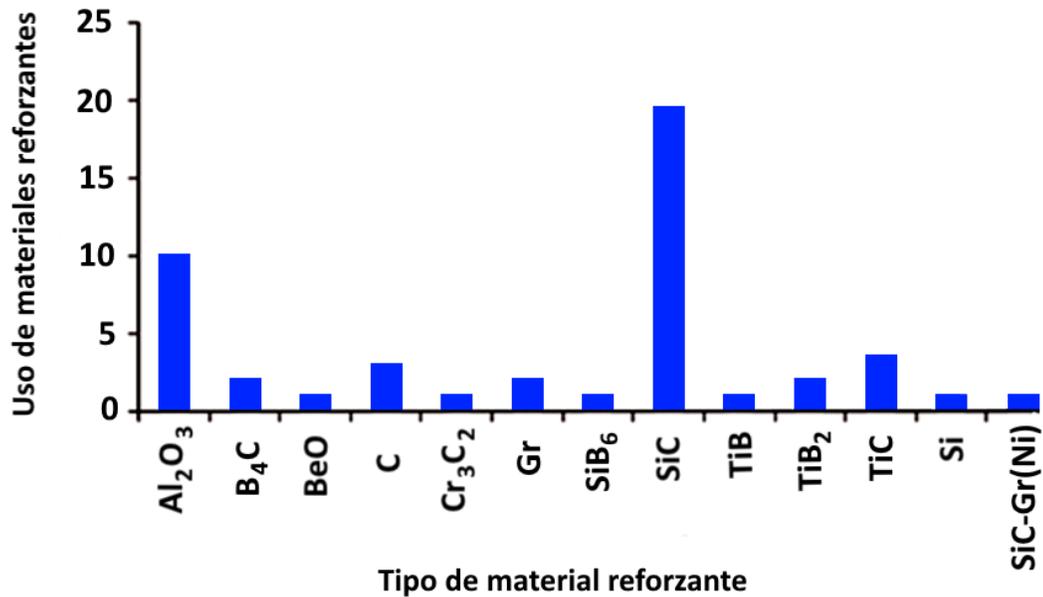


Figura 1.18. Materiales de refuerzo comúnmente usados en la industria de los materiales compuestos de matriz metálica [5].

Por otro lado, aun cuando los métodos de fabricación ex situ de colada por agitación y pulvimetalurgia dominan la producción mundial de MMC's en el mundo, es importante mencionar que la técnica in situ, principalmente en estado líquido, está teniendo grandes avances en la investigación; pues a pesar de no aplicarse a gran escala en la industria, mantiene la atención de los investigadores en materiales debido a que brinda compósitos con excelente aceptación y distribución de refuerzo. La figura 1.19 muestra el incremento en la cantidad de investigaciones publicadas sobre materiales compuestos de matriz metálica obtenidos mediante la técnica in situ entre los años 2010 y 2019.

La figura 1.20 muestra un gráfico de pastel de los refuerzos cerámicos más comunes sintetizados mediante la técnica in situ. Se aprecia que el TiB₂ es el

refuerzo que más se produce en los MMC's obtenidos mediante esta técnica de fabricación [38].

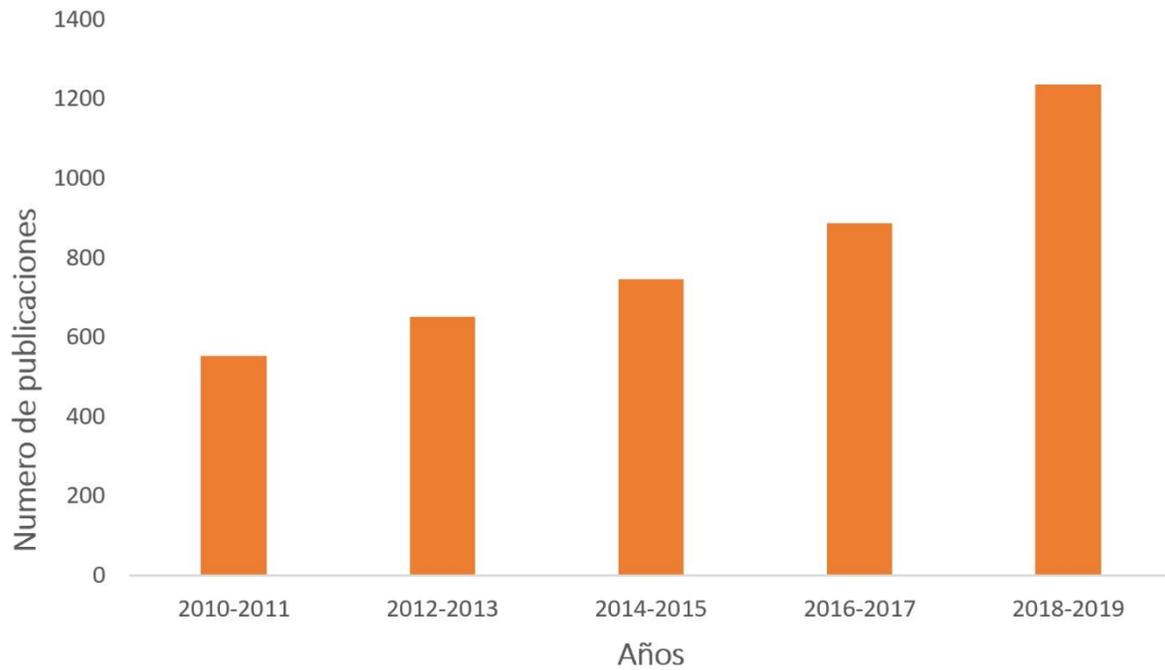


Figura 1.19. Gráfico de la cantidad de investigaciones publicadas sobre MMC's in situ del año 2010 al año 2019 en el sitio web Science Direct.

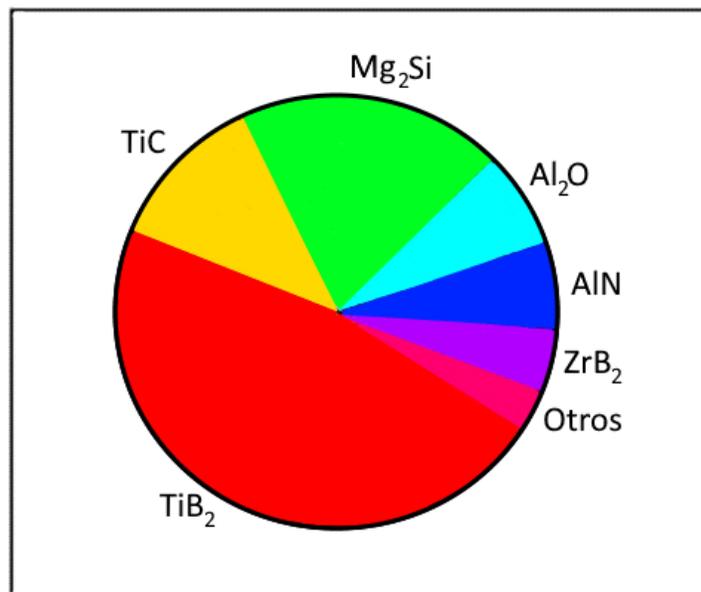


Figura 1.20. Refuerzos más sintetizados mediante la técnica de fabricación in situ [38].



“Lo que sabemos es una gota de agua; lo que ignoramos es el océano”

Isaac Newton

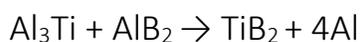
CAPÍTULO

II

Marco Teórico

2.1 Síntesis in-situ del sistema: Al 6061/TiB₂.

La obtención de TiB₂ como refuerzo en matrices de aluminio puede lograrse a partir del empleo de sales (K₂TiF₆ y KBF₄) o de aleaciones maestras (Al-Ti-B) como reactivos. El método más empleado es el primero en combinación con la técnica de colada por agitación, donde las sales se adicionan al metal fundido en agitación para fomentar la formación del material de refuerzo a través de la siguiente secuencia de reacciones:



Como puede observarse, uno de los productos intermedios en la formación de TiB₂ es el intermetálico TiAl₃. Se tiene registrado en diversas investigaciones que la aparición de este compuesto degrada las propiedades mecánicas de los compósitos fabricados [55, 56], por lo que es importante erradicar su formación por medio de la adición de un exceso de la sal KBF₄, incrementando el tiempo de reacción o elevando la temperatura del baño [38, 57, 58].

A groso modo, el procedimiento a seguir para obtener partículas de TiB₂ en una matriz de aluminio, consiste primeramente en la determinación estequiométrica de la cantidad de las sales de K₂TiF₆ y KBF₄ a adicionar para un porcentaje de refuerzo fijo. Posteriormente, las sales se adicionan dentro del vórtice generado mediante agitación en el metal fundido para iniciar con la formación del refuerzo mencionado.

La temperatura óptima del baño metálico, de acuerdo a lo reportado en estudios previos [38, 59, 61], debe oscilar entre 800 y 850 °C empleándose comúnmente un horno de inducción. El compuesto en estado líquido es mantenido en el horno y agitado de manera intermitente cada 10 minutos por un tiempo total de una hora para lograr la máxima fracción de TiB_2 . La velocidad de agitación ronda en alrededor de las 400 rpm empleando un agitador de titanio o grafito recubierto con pintura de zirconia. La colada es realizada usualmente en un molde permanente precalentado.

La figura 2.1 muestra una representación de la fabricación del sistema A356/ TiB_2 reportado por A. Mandal, M. Chakraborty y M.S. Murty [62]. El equipo es el mismo para la fabricación del sistema Al 6061/ TiB_2 .

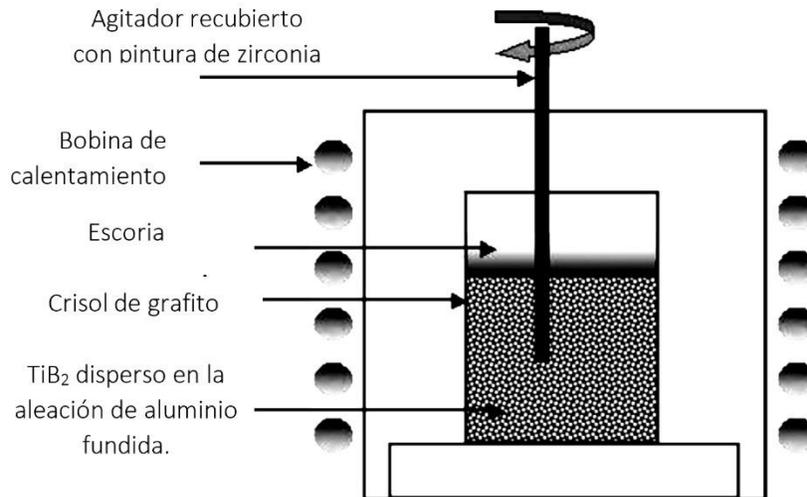


Figura 2.1. Esquema de la síntesis del sistema A356/ TiB_2 [62].

2.2 Técnicas de Caracterización de Materiales

El entendimiento del comportamiento de los materiales no habría alcanzado el desarrollo actual en la ciencia e ingeniería de materiales sin el apoyo de la

caracterización de materiales a través de las diferentes técnicas existentes. La forma en que un material se comporta frente a ciertas condiciones de esfuerzo o ambiente está ligada directamente con su composición química y microestructura, por lo que es muy importante su determinación.

La tabla 2.1 muestra algunas de las técnicas de caracterización de materiales disponibles y la información que es posible obtener de ellas. Las técnicas DRX, MO y MEB son algunas de las más socorridas dentro de la caracterización de materiales compuestos de matriz metálica, debido a que permiten comprender la relación entre las propiedades mecánicas específicas, la naturaleza y distribución del refuerzo, el tipo de matriz y su microestructura.

La DRX es una excelente técnica no destructiva común en el estudio y caracterización de materiales cristalinos. Dentro de la información que provee esta técnica se encuentra el tipo de estructura cristalina, fases presentes, orientaciones cristalinas preferentes (textura), y otros parámetros estructurales, como el tamaño de grano promedio, la cristalinidad y defectos cristalinos [63, 64, 66].

La DRX se basa en la interferencia constructiva de rayos X monocromáticos en una muestra cristalina. Estos rayos X son generados por un tubo de rayos catódicos, filtrados para producir radiación monocromática, colimados para concentrarse y dirigidos hacia la muestra. La interacción de los rayos incidentes con la muestra produce interferencia constructiva (y un rayo difractado) cuando las condiciones satisfacen la Ley de Bragg (figura 2.2 [67]).

Tabla 2.1. Técnicas de caracterización e información brindada [65].

Técnica	Acrónimo en inglés	Información obtenida
Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)	SEM	Morfología de la superficie, simulación 3D, cristalografía superficial y composición química de elementos.
Microscopía Electrónica de Transmisión (MET)	TEM	Morfología, tamaño y distribución de nanopartículas. Cristalinidad por difracción de electrones. Nano análisis de composición química. Resolución atómica. Tomografía.
Microscopía de Fuerza Atómica (MFA)	AFM	Imágenes de superficies a escala molecular y atómica.
Microscopía Óptica (MO)	OM	Imágenes de la microestructura: Fases y microconstituyentes.
Difracción de Rayos X, en polvo (DRX)	XRD	Identificación de fases presentes, estructura cristalina y tamaño de partícula.
Termogravimetría (TG o ATG) y Termogravimetría Derivada (TGD)	TGA, DTG	Temperatura de transición de fases.

La ley de Bragg relaciona la longitud de onda de la radiación electromagnética con el ángulo de difracción y el espaciado reticular en una muestra cristalina. Estos rayos X difractados se detectan, procesan y cuentan. Al escanear la muestra a través de un rango de “ 2θ ” ángulos, todas las direcciones de difracción posibles de la red deben alcanzarse debido a la orientación aleatoria del material en polvo. La conversión de los picos de difracción a un espaciamiento “ d ” permite la identificación del mineral puesto que cada uno tiene un conjunto de espacios “ d ” únicos. Por lo general, esto se logra mediante la comparación de espacios “ d ” con patrones de referencia estándar [64].

Los difractómetros de rayos X consisten en tres elementos básicos: un tubo productor de rayos X, un soporte para muestras y un detector de rayos X. Los rayos X son generados en el tubo de rayos catódicos a partir del calentamiento de un filamento para producir electrones, luego son acelerados por medio de una diferencia de potencial y bombardean el objetivo. Cuando los electrones bombardeados tienen suficiente energía para desalojar los electrones de la capa interna del material objetivo, se producen los espectros de rayos X característicos [68]. La Figura 2.3 muestra el diagrama esquemático de un difractómetro común [69].

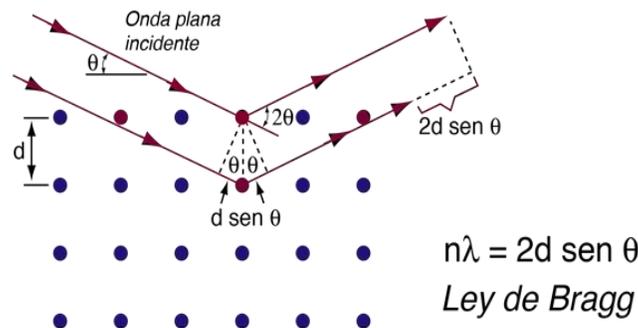


Figura 2.2. Ilustración representativa de la Ley de Bragg, principio de la técnica DRX [67].

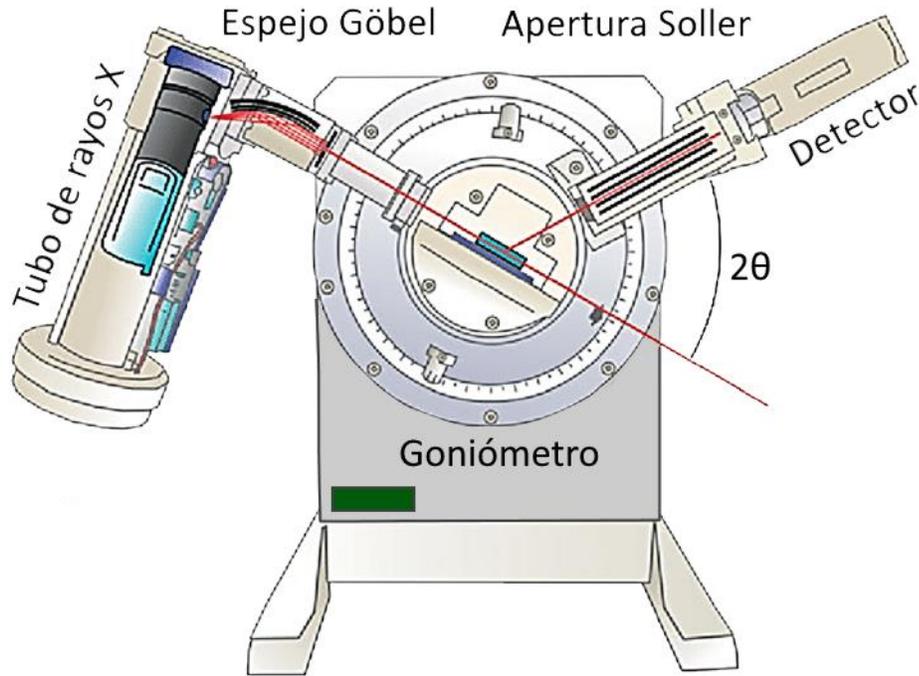


Figura 2.3. Esquema básico de un difractómetro [69].

Otra de las técnicas que ha jugado un papel preponderante para el desarrollo de diversas áreas del conocimiento, es la microscopía óptica. A través de esta técnica es posible conocer la microestructura de muestras biológicas y materiales mediante su interacción con un haz de luz (fotones). En un microscopio óptico (figura 2.4), esta luz visible pasa a través del espécimen (muestra que se está estudiando) y se curva por medio de un sistema de lentes, permitiendo al usuario ver una imagen ampliada [70].

Para los profesionales de la metalurgia esta técnica se convirtió en un campo especial llamado metalografía, permitiendo no sólo examinar microestructuralmente metales, sino también cerámicas y polímeros. En este caso se emplea el método de visualización en campo oscuro, donde un haz enfocado de luz muy intensa en forma de cono hueco es concentrado sobre el

espécimen. Luego, la muestra iluminada dispersa la luz y se hace así visible contra el fondo oscuro que tiene detrás [71-72].

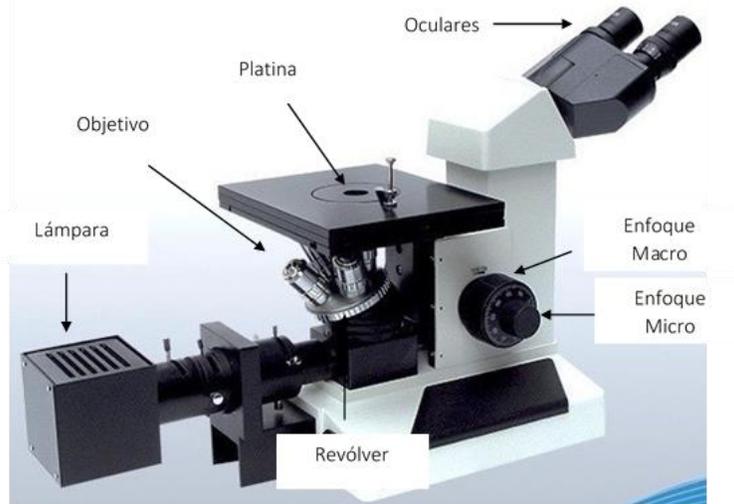


Figura 2.4. Microscopio Óptico Metalográfico.

La MEB es una de las técnicas pertenecientes a la microscopia electrónica que permite obtener imágenes de alta resolución de la superficie de muestras por medio de la interacción de un haz de electrones con la materia. El primer microscopio electrónico de barrido fue construido por Manfred Von Ardenne en el año 1938 y posteriormente comercializado por la compañía británica “Cambrige Instruments” en 1965 [73].

El principio de operación de un Microscopio electrónico de barrido se muestra en la figura 2.5 [69]. Su diseño se basa en dos principios físicos importantes: a dualidad onda partícula propuesta por Louis de Broglie (1924) y la ley de Lorentz [73].

En un microscopio electrónico de barrido, un haz de electrones es enfocado sobre una muestra mediante un sistema óptico con lentes electromagnéticas.

Este haz de electrones concentrados en un punto puede desplazarse en las direcciones “X” e “Y” mediante un conjunto de bobinas de desviación, escaneando así la superficie de la muestra [69]. En cada ubicación, las señales son emitidas por la muestra y recolectadas por un conjunto de detectores. La señal del detector se sincroniza con la ubicación conocida del haz en la muestra, y la intensidad de la señal se utiliza para modular el píxel de la imagen correspondiente. Las señales recopiladas en serie se combinan para formar una imagen cuyas dimensiones/distribución de píxeles depende del patrón de escaneo elegido [74].

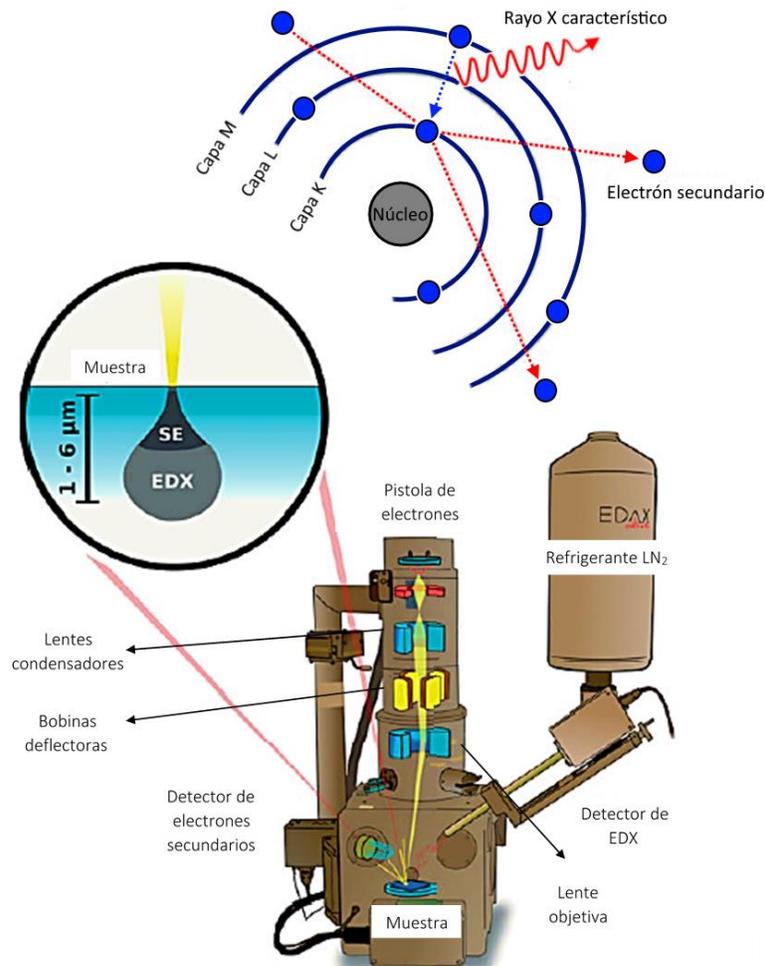


Figura 2.5. Principio de funcionamiento de un microscopio electrónico de barrido equipado con un detector EDX. El esquema muestra la interacción entre el haz de electrones enfocado y la muestra en MEB. Entre los productos en el volumen de interacción, los electrones secundarios (SE) y los rayos X característicos se utilizan para formar la imagen y obtener información sobre la composición elemental de la muestra mediante EDX [69].

En función del tipo de equipo que se utilice, es posible acoplarle diferentes tipos de detectores que brindan información importante de la muestra estudiada. Las señales más importantes y la información proporcionada son [75]:

- **Electrones secundarios:** se producen cuando un electrón del haz pasa muy cerca del núcleo de un átomo de la muestra, proporcionando suficiente energía a uno o varios de los electrones interiores para saltar fuera de la muestra. Estos electrones son de muy baja energía (< 5 eV), por lo que deben encontrarse muy cerca de la superficie para poder escapar y proporcionan información topográfica de la muestra.
- **Electrones retrodispersados:** se producen cuando un electrón del haz choca frontalmente con el núcleo de un átomo de la muestra, siendo repelido en sentido contrario fuera de la muestra. La intensidad de dicho efecto varía proporcionalmente con el número atómico de la muestra. Por esta razón se utilizan para obtener un mapa con información sobre la composición superficial de la muestra.
- **Electrones Auger:** cuando un electrón secundario es expulsado del átomo, otro electrón más externo puede saltar hacia el interior para llenar este hueco. El exceso de energía provocado por este desplazamiento puede ser corregido emitiendo un nuevo electrón de la capa más externa. Estos son los llamados electrones Auger, y son utilizados para obtener información sobre la composición de pequeñísimas partes de la superficie de la muestra.
- **Rayos X:** en el proceso descrito anteriormente, el exceso de energía también puede ser balanceada mediante la emisión de rayos X; éstos son característicos de cada elemento de la muestra, por lo que se utilizan

para obtener información sobre la composición de la muestra. A diferencia de los electrones Auger de baja energía, los rayos X proporcionan información analítica de un volumen considerable de la muestra.

Es importante resaltar que las técnicas descritas anteriormente son complementarias entre sí, por lo que su elección depende del tipo de información y resolución que se desea obtener. La figura 2.6 muestra la resolución espacial de algunas de las técnicas de caracterización de materiales típicas [74].

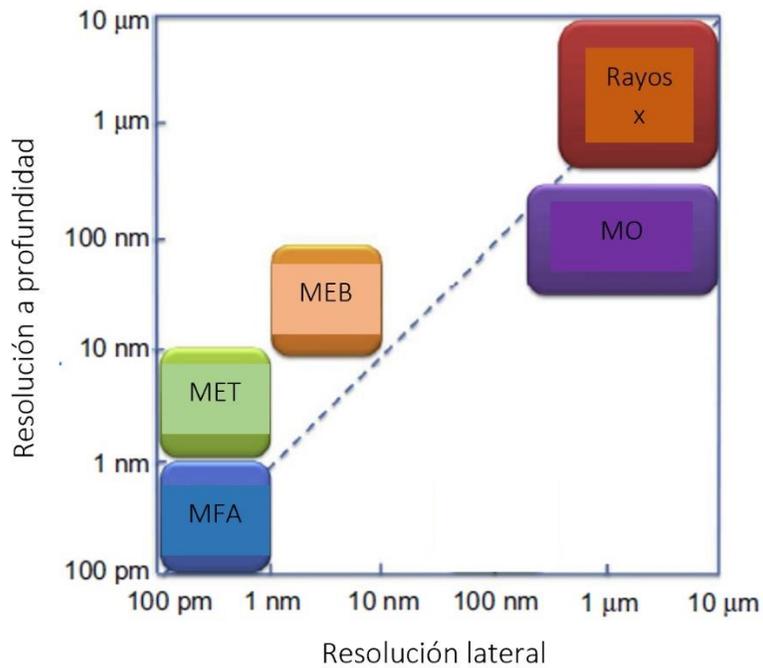
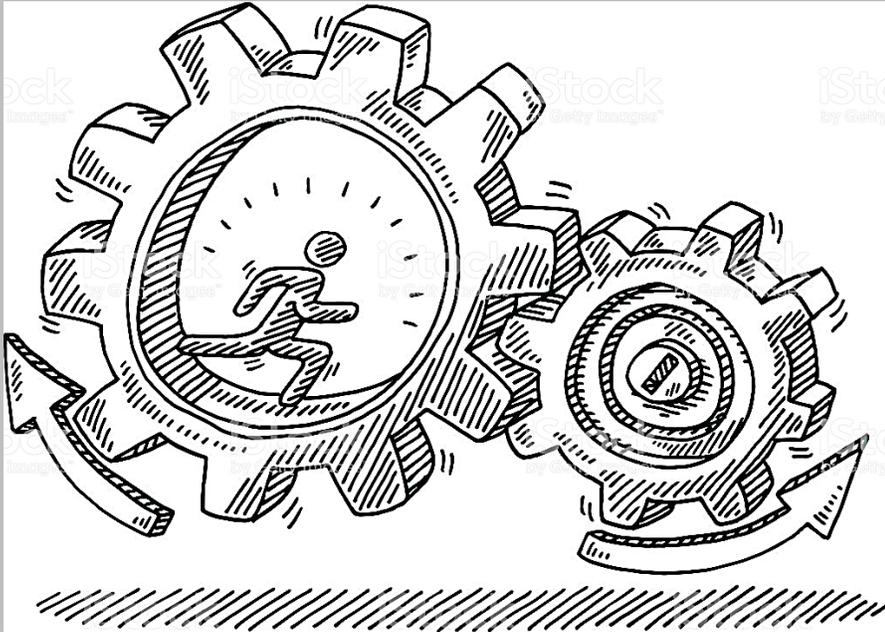


Figura 2.6. Comparación de la resolución espacial típica de los métodos de caracterización de materiales comunes [74].



CAPÍTULO

III

Justificación del Trabajo

“El verdadero signo de la inteligencia no es el conocimiento sino la imaginación”

Albert Einstein

3.1 Elección del sistema propuesto: Al 6061/TiB₂

3.1.1 ¿Por qué se eligió usar una matriz Al 6061?

En las tablas 3.1 y 3.2 se muestra la composición química y las propiedades mecánicas nominales de una aleación de aluminio 6061, respectivamente.

Tabla 3.1. Composición química nominal de una aleación de aluminio 6061 [76].

Elemento	Al	Cr	Cu	Fe	Mg	Mn	Si	Ti	Zn
%Peso	95.8-	0.04-	0.15-	≤0.70	0.80-	≤0.15	0.40-	≤0.15	≤0.25
	98.0	0.35	0.40		1.20		0.80		

Tabla 3.2. Propiedades mecánicas nominales de una aleación de aluminio 6061 [76].

Propiedad	Valor
Dureza Brinell (Carga:500 Kg _f Indentador: 10 mm)	30
Máximo esfuerzo a la tensión	124 MPa
Esfuerzo de fluencia	55.2 MPa
Módulo de elasticidad	68.9 GPa

De las aleaciones base aluminio pertenecientes a la serie 6000, la aleación 6061 (Al 6061) es una de las más empleadas debido a que presenta una moderada resistencia a la tensión, buena maquinabilidad y excelente módulo de elasticidad aunado a una buena resistencia a la corrosión.

Su disponibilidad, bajo costo, buenas propiedades mecánicas, baja densidad (2.70 g/cm^3), así como su capacidad de ser envejecida hacen que la aleación Al 6061 sea muy popular en aplicaciones como estructuras de aviación, fuselaje, embarcación, construcciones marinas y componentes de automóviles.

La mezcla de sus buenas propiedades y su extensiva cantidad de aplicaciones industriales fue el factor principal que se tomó en cuenta para la elección de la aleación de aluminio 6061 como matriz.

3.1.2 ¿Por qué se eligió usar TiB_2 como refuerzo?

Las partículas de diboruro de titanio (TiB_2) son bastante atractivas; entre las propiedades registradas ([tabla 1.3](#)) para este compuesto se encuentran una alta dureza, excelente resistencia al desgaste, alto punto de fusión, resistencia favorable (principalmente a la tensión), buena estabilidad térmica y resistencia a elevadas temperaturas. A diferencia del carburo de silicio (SiC), el TiB_2 no reacciona con el aluminio, evitando así la formación de productos de reacción frágiles e indeseados en la interfaz matriz/refuerzo [39].

3.2 Objetivos

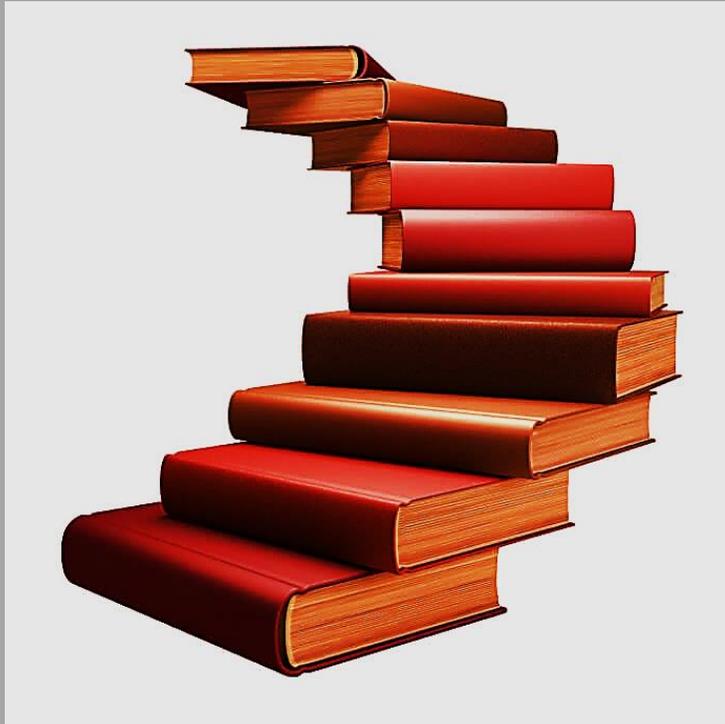
3.2.1 Objetivo General

Sintetizar materiales compuestos de matriz Al 6061 reforzados con partículas de TiB_2 mediante la técnica in-situ y caracterizarlos microestructuralmente a fin de evaluar la cinética de formación del refuerzo y su distribución.

3.2.2 Objetivos Particulares

El presente trabajo tiene como objetivos particulares:

- Fabricar compósitos de matriz metálica base aluminio (6061) reforzados al 2.5% y 5% en peso con partículas de TiB_2 mediante la técnica in-situ, obteniendo muestras a diferentes tiempos de permanencia.
- Validar la presencia de TiB_2 , así como la de productos de reacción intermedios ($TiAl_3$ y AlB_2), por medio de DRX.
- Caracterizar y analizar mediante MO y MEB las fases presentes en las muestras obtenidas a los diferentes tiempos de permanencia.
- Explicar la cinética de formación de partículas precursoras a partir de las sales K_2TiF_6 y KBF_4 a los distintos tiempos de permanencia.
- Encontrar el tiempo de permanencia favorable para la formación del refuerzo TiB_2 en el baño metálico a partir de las sales precursoras K_2TiF_6 y KBF_4 .
- Evaluar la distribución de los diferentes tipos de partículas en el material compuesto de manera cualitativa y cuantitativa.



CAPÍTULO

IV

Desarrollo Experimental

“Un logro espectacular
está siempre precedido
por una preparación
espectacular”

Asesor: Ma. Gabriela González
Flores

La metodología experimental llevada a cabo en la presente investigación, se muestra de forma resumida en la figura 4.1. A grandes rasgos, los pasos seguidos fueron la síntesis del compósito propuesto y su caracterización mediante DRX, MEB y MO detallados a profundidad en los siguientes apartados.

4.1 Síntesis *in-situ* de las probetas del material compuesto de matriz Al 6061 reforzado con partículas de TiB₂ en niveles de 2.5 y 5% wt. coladas a diferentes tiempos de permanencia.

Se realizaron los balances correspondientes para determinar la cantidad de K₂TiF₆ y KBF₄ (sales precursoras del TiB₂) a adicionar en el baño metálico de Al 6061 y así obtener los niveles deseados del 2.5 y 5% wt. de refuerzo. Un ejemplo de balance se muestra en el [anexo A](#) y las cantidades pesadas se reportan en la tabla 4.1.

Tabla 4.1. Cantidad de K₂TiF₆ y KBF₄ pesadas para cada uno de los niveles de TiB₂ deseados.

Nivel de TiB ₂ deseado (%Peso)	Masa de Al 6061 (g)	Masa de K ₂ TiF ₆ a adicionar (g)	Masa de KBF ₄ a adicionar (g)
2.5	238.50	21.12	27.68
2.5 (réplica)	258.32	22.87	29.99
5.0	237.50	43.16	56.59
5.0 (réplica)	238.80	43.39	56.90

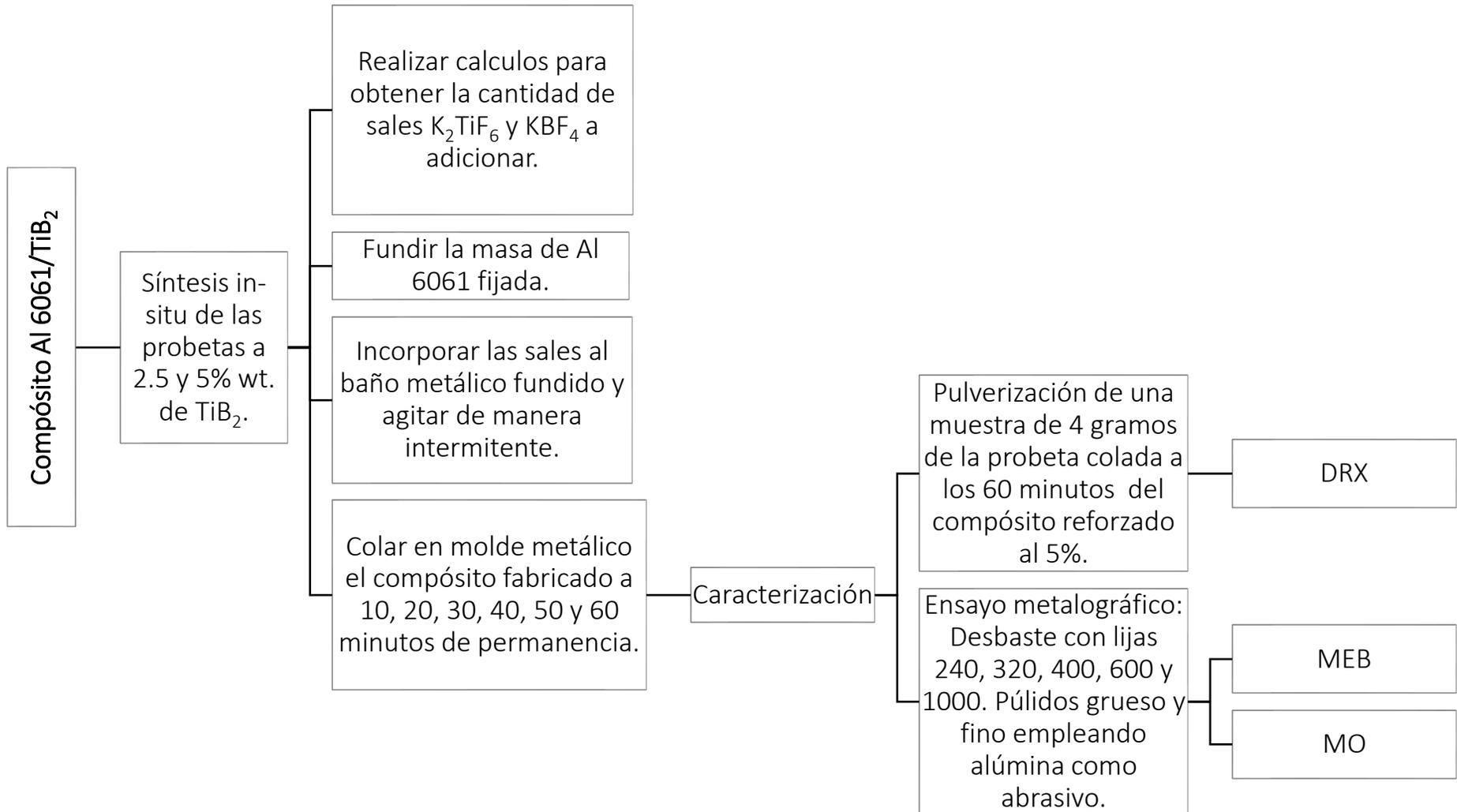


Figura 4.1. Esquema del desarrollo experimental seguido.

Previo al pesaje de las sales empleadas (K_2TiF_6 y KBF_4), se encendió un horno de resistencia eléctrica marca LINDBERG y se fijó una temperatura de trabajo de $850^{\circ}C$. Simultáneamente se precalentó en una mufla a $350^{\circ}C$ un molde metálico de piezas cilíndricas. La figura 4.2 muestra el horno y el molde metálico empleados durante las pruebas experimentales de fabricación.

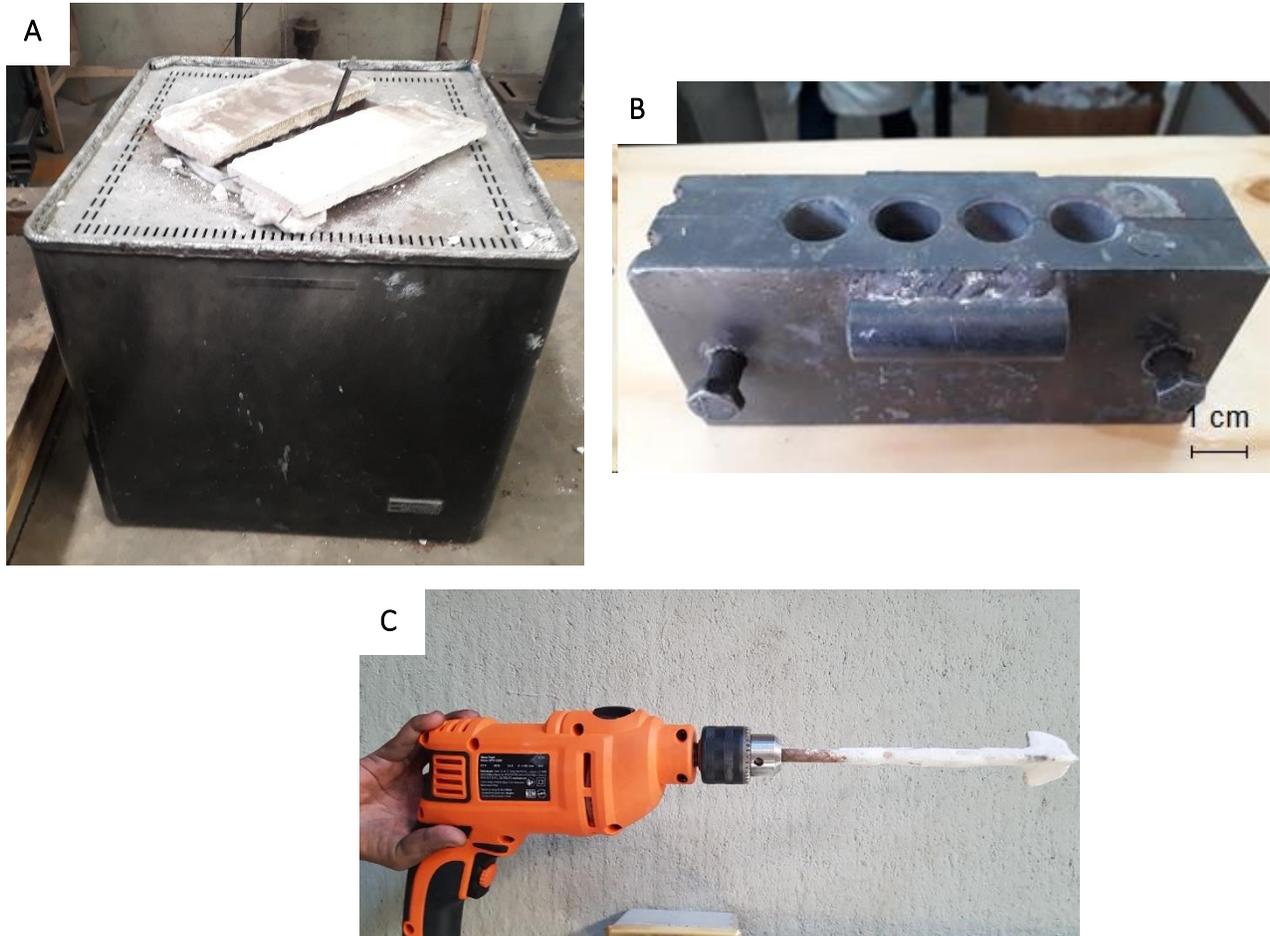


Figura 4.2. A) Horno eléctrico LINDBERG, B) Molde metálico usados en las fabricaciones y C) Taladro de mano acondicionado con la propela de acero empleado para la agitación mecánica.

Después de que el horno alcanzó la temperatura indicada, se introdujo en un crisol de 13 cm de largo por 10 cm de diámetro la carga de Al 6061 y se colocó dentro del horno para su fusión. Ya fundida la matriz, se adicionó la cantidad de

sales correspondiente y se procedió a la agitación mecánica con un taladro de mano (figura 4.2 C) acondicionado con una propela de acero inoxidable recubierta con pintura refractaria de óxido de circonio. La agitación se llevó a cabo de manera intermitente para mejorar la incorporación de las sales y favorecer la formación de las partículas de TiB_2 . Imágenes ilustrativas del procedimiento de fabricación se muestran en la figura 4.3.

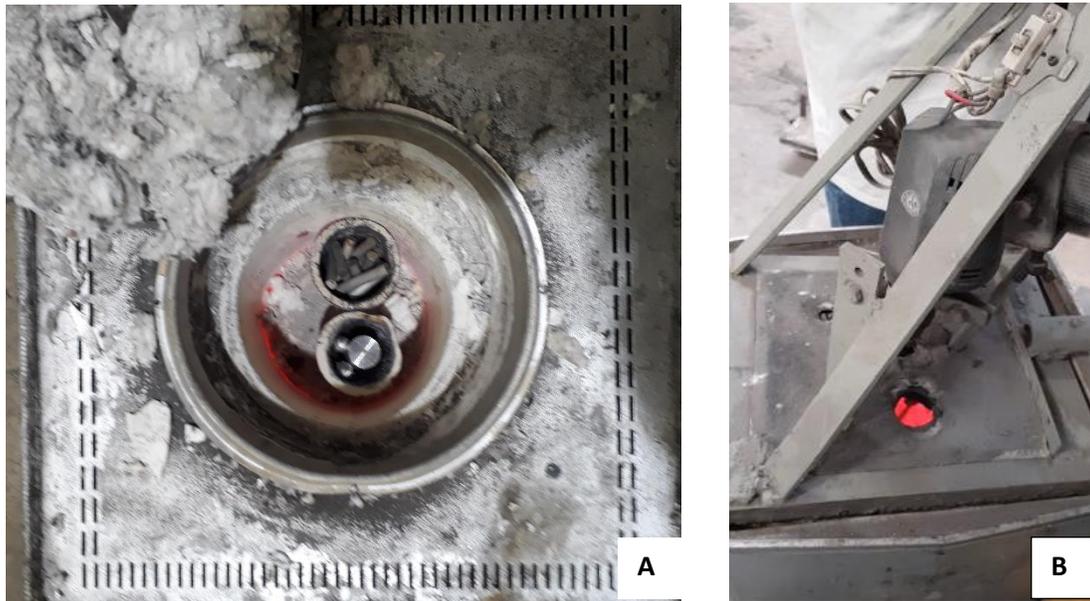


Figura 4.3. Proceso de fabricación de los materiales compuestos del sistema Al 6061/ TiB_2 reforzados al 2.5 y 5% en peso: A) Fusión de la matriz Al 6061 y B) Agitación mecánica del compuesto en estado líquido.

Por último, se recolectaron las 6 probetas cilíndricas coladas por fabricación y se procedió a su caracterización microestructural.

4.2 Difracción de Rayos X (DRX)

Una muestra de 4 gramos correspondiente a la probeta colada a los 60 minutos del compuesto con un nivel de refuerzo del 5% en peso, fue pulverizada y sometida a DRX. La elección de esta probeta se debió a que el límite de

detección del difractómetro SIEMENS d5000 empleado es del 3 %wt., impidiendo obtener resultados confiables de las fases presentes en las probetas con menor nivel de refuerzo y menor tiempo de mantenimiento.

El barrido de la muestra se realizó de 10° a 90° durante dos horas empleando una lámpara de cobalto K-alfa con longitud de onda de 1.7903 Å permitiendo así, conocer la posible presencia de las fases TiB₂, TiAl₃ y TiB₂.

4.3 Caracterización microestructural

Las seis probetas coladas por fabricación (24 probetas en total) fueron sometidas a un ensayo metalográfico de manera transversal, siguiéndose lo establecido en la norma ASTM E3:

- Inicialmente, las piezas fueron emparejadas con una lija de SiC 120 y posteriormente desbastadas con lijas de SiC 240, 320, 400, 600 y 1000.
- Las probetas ya desbastadas se sometieron a pulido grueso y después a pulido fino empleando alúmina como abrasivo de 1 y 0.4 micras, respectivamente.
- Por último, cuando las probetas estuvieron libres de rayas, fueron limpiadas con alcohol isopropílico en un dispositivo de limpieza ultrasónico durante 15 minutos y atacadas por inmersión en ácido fluorhídrico al 1% por 30 segundos.

4.3.1 Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)

Las 12 probetas fabricadas (sin contemplar las réplicas) y preparadas metalográficamente, correspondientes a los niveles esperados del 2.5% y 5% en peso de TiB_2 , se analizaron mediante MEB operando en alto vacío y empleando una potencial de aceleración de 20.0 kV. El equipo usado (JEOL JSM-7600F) se muestra en la figura 4.4.

En cada una de las probetas se hizo un barrido para tomar imágenes de sus microestructuras a 100, 500 y 1000 aumentos, principalmente; además de realizaron análisis químicos puntuales para la detección de Al, Ti, B y K en partículas de interés y mapeos químicos elementales durante un tiempo de 15 minutos empleando $K\alpha$ en zonas características observadas, pudiéndose así, identificar las fases presentes.



Figura 4.4. MEB JEOL JSM-7600F empleado en la caracterización microestructural.

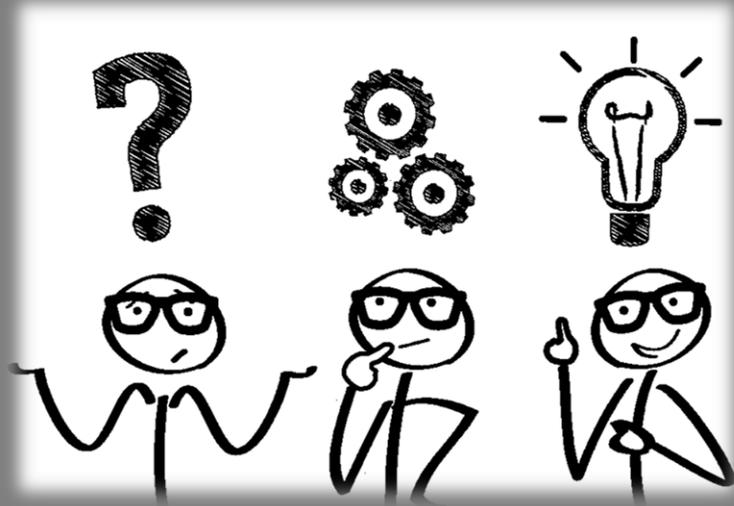
4.3.2 Microscopía Óptica (MO)

La microestructura de todas las probetas sometidas a ensayo metalográfico bajo la norma ASTM E3 fueron analizadas mediante microscopia óptica, empleando un microscopio metalográfico OLYMPUS PMG 3 (figura 4.5).

Micrografías de las probetas enfocadas a 100X, 200X y 500X fueron tomadas con una cámara para microscopio Lumenera Infinity Visual conectada a un equipo de cómputo portátil.



Figura 4.5. Microscopio Óptico Metalográfico OLYMPUS PMG 3 empleado en la caracterización microestructural.



CAPÍTULO

V

Resultados y análisis

“Saber que sabemos lo que sabemos y saber que no sabemos lo que no sabemos, ese es el verdadero conocimiento”

Nicolás Copérnico

A fin de que el análisis llevado a cabo en este estudio sea lo más claro posible, se detalla a continuación la nomenclatura empleada para cada una de las probetas fabricadas. El nivel, que corresponde a los porcentajes de refuerzo deseados, se simboliza con la letra “N” seguido de los números 1 o 2 para referirse a los valores de 2.5 % o 5% wt. de TiB_2 , respectivamente. La corrida, representada con la letra “C”, se refiere a la cantidad de fabricaciones realizadas para un mismo nivel de refuerzo deseado, siendo estas la fabricación principal (1) y la réplica (2); buscándose con esta última validar los resultados obtenidos en la fabricación principal. Por otro lado, el tiempo de permanencia en minutos que se le dio a cada compuesto se simboliza con los números 10, 20, 30, 40, 50 o 60 -antecedido de la letra “T”-.

A modo de ejemplo, se tiene que la nomenclatura para la réplica del compuesto fabricado a un nivel deseado del 2.5 % wt. de TiB_2 y sometido a un tiempo de permanencia de 50 minutos, es: N1C2T50.

5.1. Difracción de Rayos X (DRX)

Detallado lo anterior, en la figura 5.1 se muestra el Patrón de DRX realizado a la muestra N2C1T60 con la finalidad de validar la presencia del refuerzo de interés a formar (TiB_2). Dicho patrón deja ver que además de trazas de TiB_2 , en la muestra analizada también existe la presencia de productos de reacción intermedios ([ver sección 2.1](#)) como AlB_2 y $TiAl_3$. Esto indica que la eficiencia de la reacción entre las sales precursoras (K_2TiF_6 y KBF_4) en el sistema empleado es menor al 100%, pues no se logró completar el mecanismo de reacción en su totalidad para lograr formar únicamente TiB_2 como partículas de refuerzo. Posibles soluciones a esta problemática son el promover una agitación más

vigorosa del material en estado líquido para favorecer el contacto entre los reactantes y/o aumentar el exceso de KBF_4 agregado a fin de evitar la formación y permanencia de TiAl_3 .

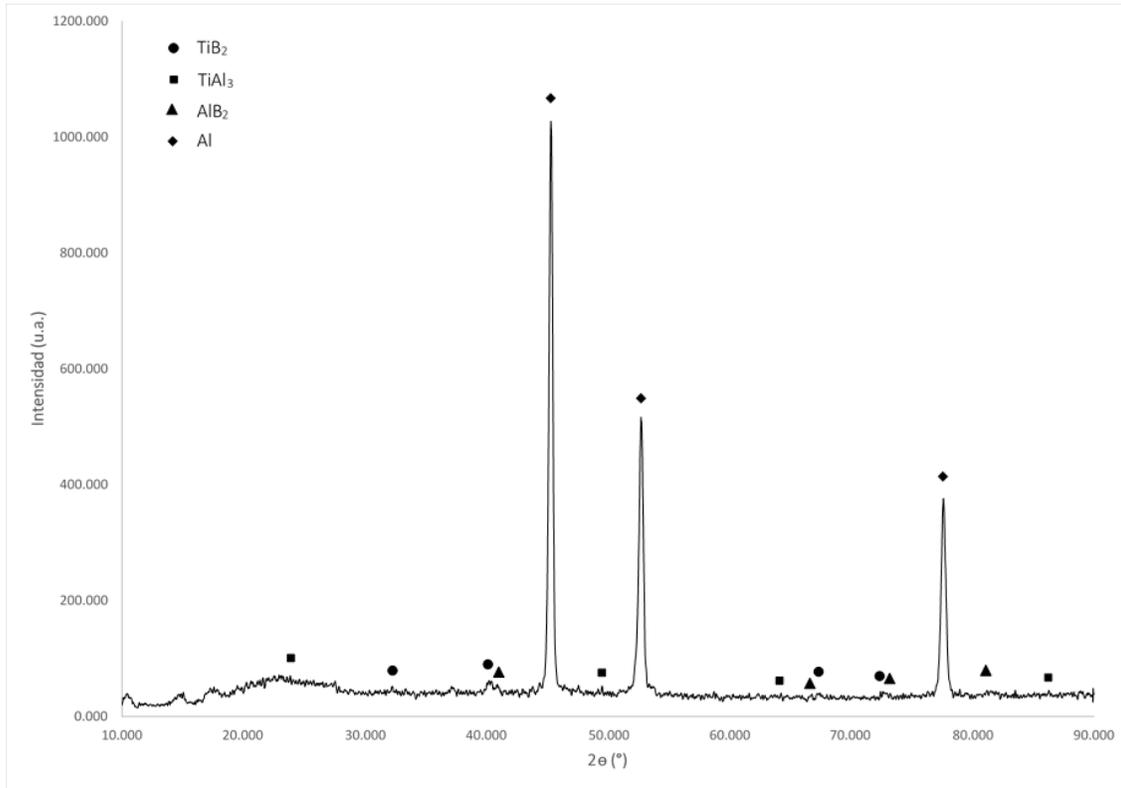


Figura 5.1. Patrón de difracción de rayos X para la muestra N2 C1 T60, que permite corroborar la presencia de TiB_2 , AlB_2 y TiAl_3 .

Los resultados de DRX para la probeta estudiada permiten deducir y concluir que, todos aquellos compósitos fabricados con tiempos de permanencia menores a 60 minutos, contarán tanto con la presencia de partículas de TiB_2 como de TiAl_3 y AlB_2 en sus microestructuras. Partiendo de este valor, se propone como tiempo mínimo de reacción, 60 minutos. A partir de este tiempo será posible la obtención de TiB_2 en una fracción por arriba del 0.6. Desafortunadamente, no se puede señalar una tendencia semejante para un nivel de 2.5 % wt. de TiB_2 debido a que no es posible determinar con precisión

el porcentaje de TiB_2 ni de las fases intermedias $TiAl_3$ y AlB_2 por lo que la presencia y cuantificación de estas tres fases se realizará de una forma más cualitativa.

5.2. Caracterización microestructural

5.2.1 Microscopia Electrónica de Barrido (MEB)

Previo al estudio de las probetas fabricadas, se llevó a cabo una revisión bibliográfica con enfoque en las micrografías de materiales compuestos de matriz de aluminio o sus aleaciones reforzadas con partículas de TiB_2 [58, 77–79]. Las micrografías encontradas se muestran en la figura 5.2 y en ellas se señalan las partículas detectadas por los mismos autores.

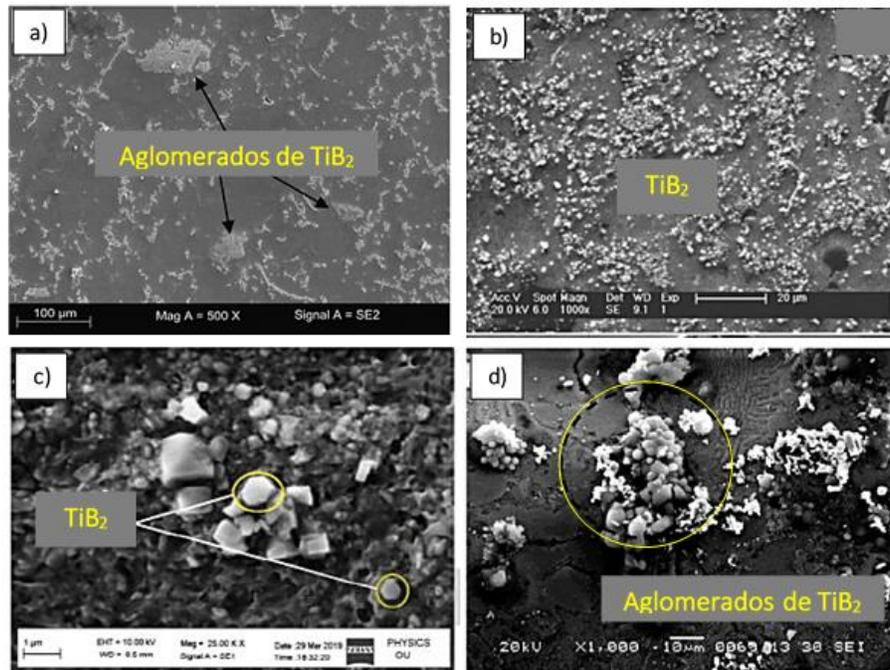


Figura 5.2. Micrografías obtenidas en MEB reportadas en la literatura de: a) Compósito Al/ TiB_2 con presencia de aglomerados del refuerzo [77]. b) Partículas de TiB_2 en una aleación maestra Al–3.45Ti–1.55B [78]. c) Partículas de TiB_2 reforzando una aleación de aluminio AA5754 [58] d) Segregación en aglomerados de partículas de TiB_2 en un compósito Al/5% TiB_2 in-situ [79].

Como puede observarse en la figura 5.2, solo es apreciable la fase continua (matriz) y aglomerados de partículas reforzantes de TiB_2 . De acuerdo con lo reportado en los artículos señalados [58, 77–79], no hay presencia de algún otro tipo de cristales que se hayan podido formar durante la fabricación. También se puede observar que las partículas de TiB_2 , además de ser brillantes, se encuentran principalmente en geometrías poliédricas no regulares y en tamaños de entre 1 y 10 μm , asemejándose más a los refuerzos tipo plaquetas. Tratando de identificar a simple vista los microconstituyentes presentes en los compósitos fabricados, se realizó la comparación de sus microestructuras con las micrografías buscadas en la literatura. Los microconstituyentes reconocidos se señalan en la micrografía de la figura 5.3, correspondiente a la muestra N2C1T50.

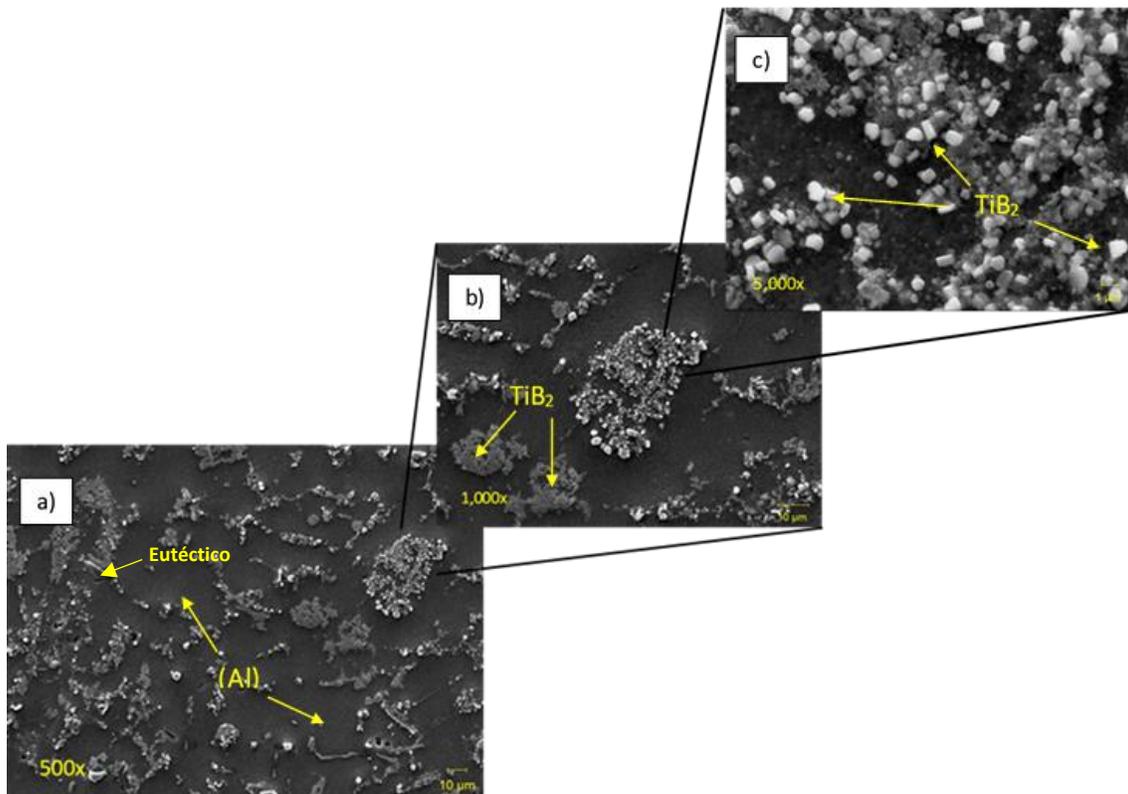


Figura 5.3. Identificación de los microconstituyentes presentes en uno de los compósitos fabricados por medio de la comparación de su microestructura con micrografías de compósitos Al/ TiB_2 reportadas en la literatura. Micrografías de la muestra N2C1T50 obtenidas mediante MEB con SEI: a) 500x, b) 1,000x y c) 5,000x.

Al analizar la figura 5.3 se puede determinar que:

- La matriz es una solución sólida, constituida por los elementos aleantes presentes en la aleación 6061 disueltos en aluminio (Al). Muestra también, la presencia de los microconstituyentes eutécticos (Al)+Mg₂Si y (Al)+(Si).
- La interacción entre el refuerzo formado y la solución sólida no es la ideal debido a la formación de aglomeraciones. Las partículas de refuerzo se encuentran aglomeradas preferentemente sobre los microconstituyentes eutécticos (Al)+Mg₂Si y (Al)+(Si) lo que se puede asociar a un rechazo de la fase alfa. Al ser estos microconstituyentes los últimos en solidificar serán los que retengan los refuerzos formados.
- La naturaleza de estos cristales no puede asegurarse corresponda en su totalidad a TiB₂, pues a pesar de su enorme parecido con las partículas señaladas en la figura 5.2, los resultados de DRX también exhiben la presencia de TiAl₃ y AlB₂.

Las tablas 5.1 y 5.2 muestran las micrografías a 500x de los compósitos reforzados con 2.5 y 5 %wt. de TiB₂, respectivamente. Se puede apreciar la evolución microestructural en función del tiempo de permanencia de las sales precursoras en el baño para todos los compósitos de la corrida No. 1. Mediante una observación detallada de estas, se puede notar que hay un aumento progresivo de la cantidad de partículas conforme aumenta el tiempo de permanencia y la cantidad de las sales K₂TiF₆ y KBF₄ con base en el mecanismo de reacción propuesto en la [sección 2.1](#). Un aumento en la cantidad de sales adicionadas al baño líquido, promueve la formación de un mayor número de partículas de TiAl₃, AlB₂ y TiB₂ mientras que, un incremento en el tiempo de

permanencia de las sales, permite alcanzar fracciones de transformación mayores, es decir, una mayor cantidad del refuerzo deseado TiB_2 .

La formación de las partículas de TiB_2 a partir de las sales precursoras K_2TiF_6 y KBF_4 se detalla en la literatura [80, 81] y se puede resumir en cinco pasos de acuerdo con la figura 5.4.

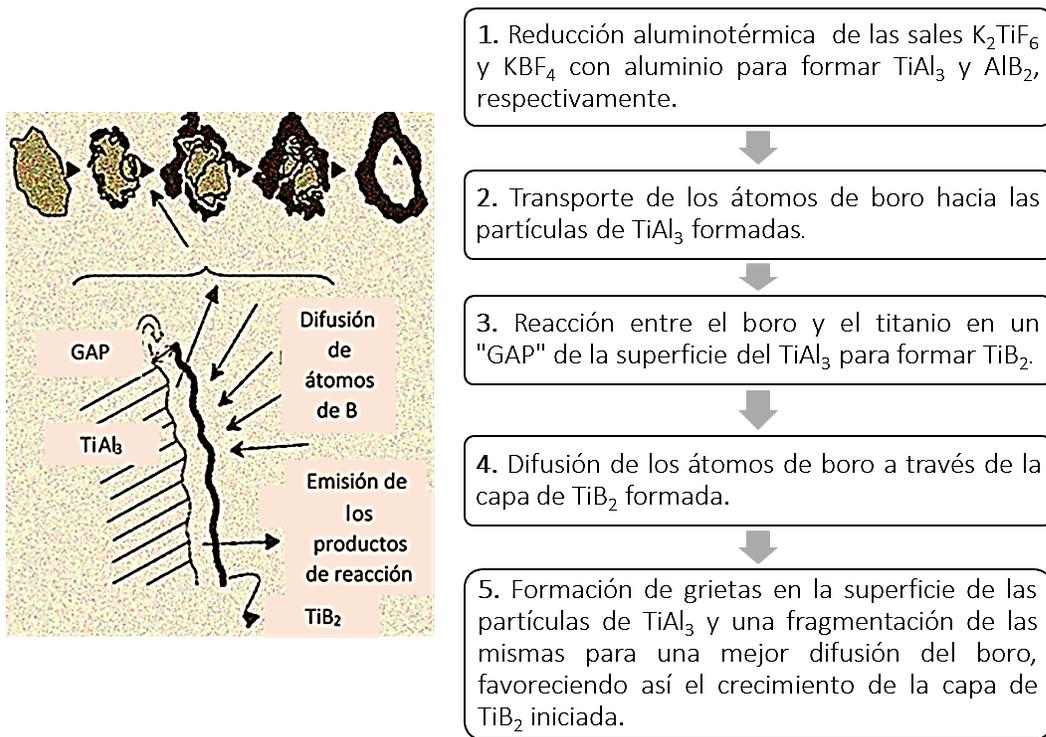


Figura 5.4. Representación esquemática del mecanismo de formación de las partículas de TiB_2 [80, 81].

El mecanismo explicado en la figura 5.4 es muy similar al modelo del núcleo sin reaccionar, que se aplica en procesos pirometalúrgicos durante la etapa de paletización de minerales y ayudará a explicar los resultados obtenidos en MEB.

Tabla 5.1. Micrografías obtenidas mediante microscopia Electrónica de Barrido (MEB) del compuesto in-situ Al 6061/TiB₂ fabricado: Nivel 1, Corrida1.

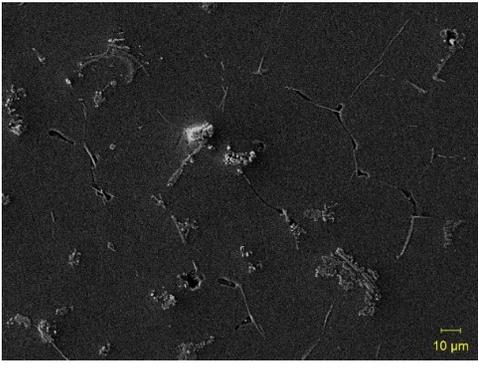
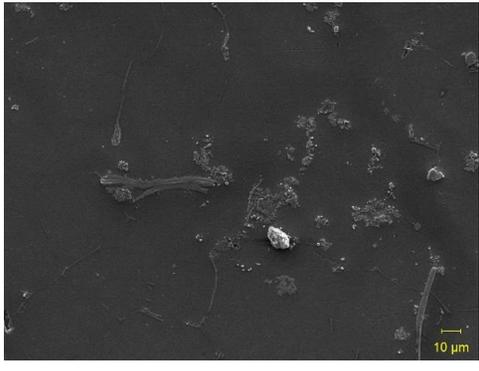
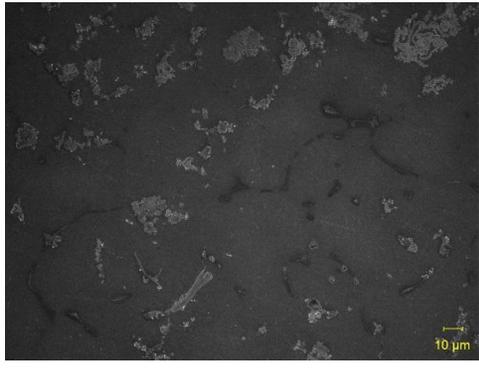
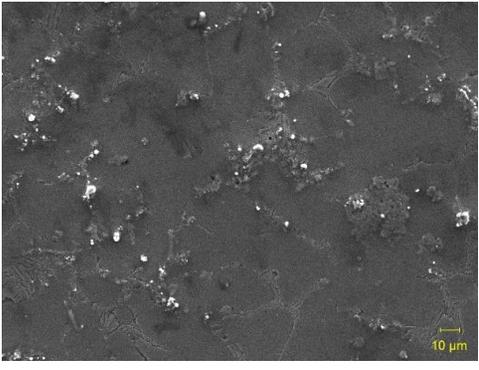
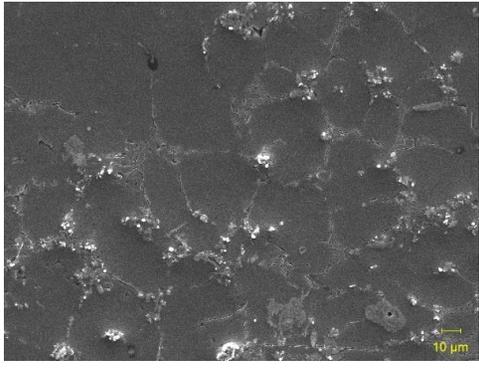
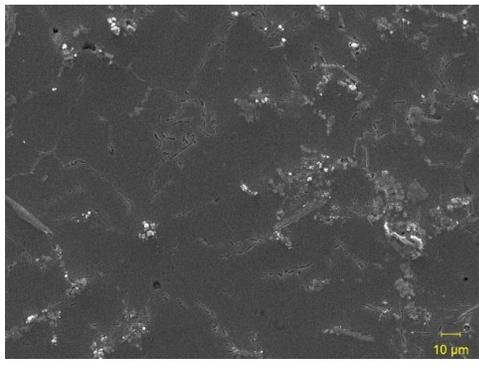
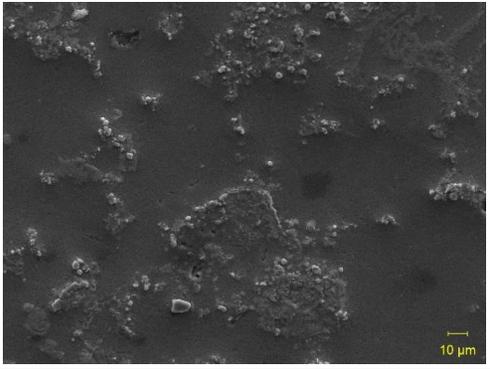
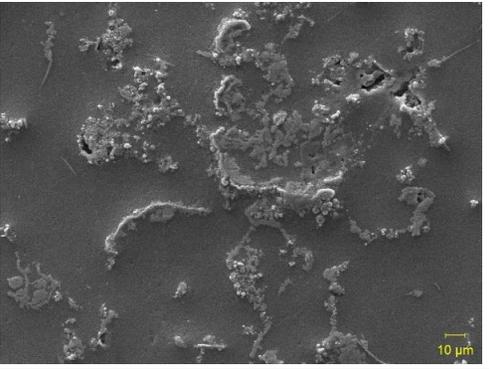
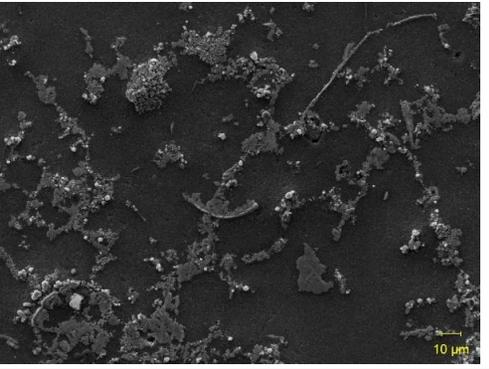
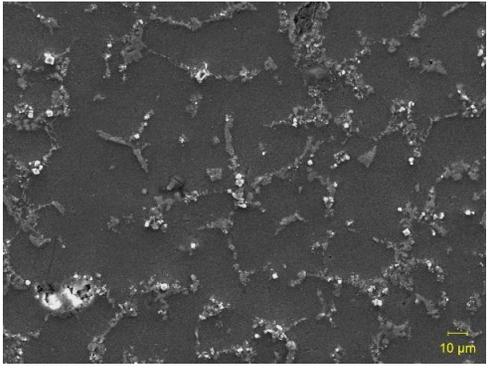
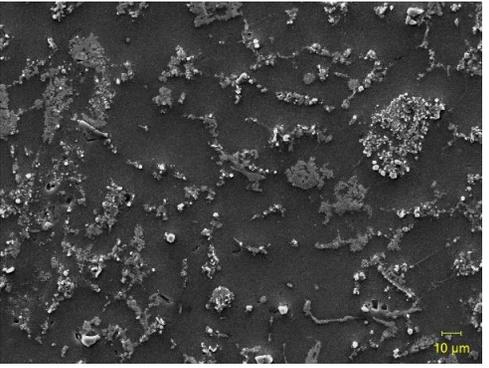
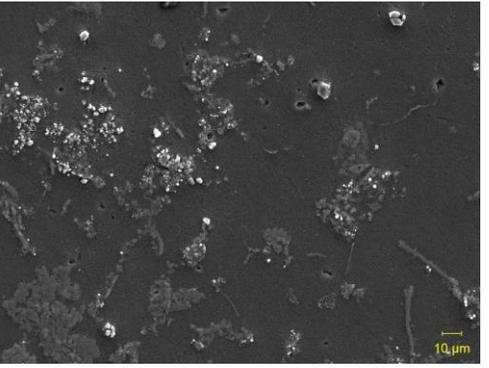
Aumentos	Tiempo de Permanencia (min)		
	10	20	30
500x			
			

Tabla 5.2. Micrografías obtenidas mediante microscopia Electrónica de Barrido (MEB) del compuesto in-situ Al 6061/TiB₂ fabricado: Nivel 2, Corrida 1.

Aumentos	Tiempo de Permanencia (min)		
	10	20	30
500x			
	40	50	60
			

Con la finalidad de conocer la naturaleza de las partículas formadas y determinar la apariencia de cada una de ellas, se realizaron análisis químicos puntuales los cuales se presentan en las figuras 5.5, 5.6, 5.7, 5.8 y 5.9 así como en el [Anexo B](#). Cada una de ellas se compone de la micrografía correspondiente al compósito acompañada de una tabla con los porcentajes atómicos de los elementos rastreados de principal interés: Al, Ti y B. La presencia de carbono en la mayoría de los análisis EDS se atribuye tanto a la pintura refractaria empleada para cubrir la propela de agitación, así como al crisol utilizado (SiC). Por otro lado, la aparición de flúor (1.50% atómico, en promedio) en pocos de los análisis químicos puntuales se puede atribuir a los productos de reacción que involucran a este elemento en el mecanismo propuesto y que permanecieron en algunos de los materiales fabricados en forma de inclusiones.

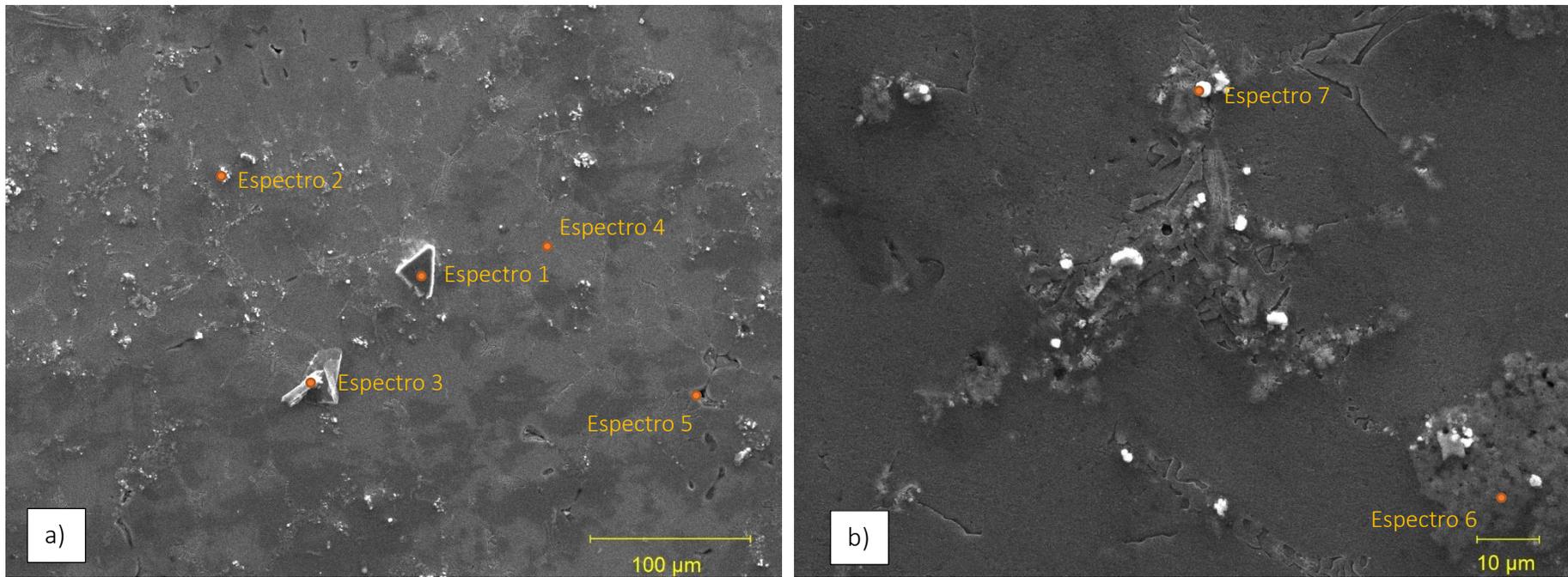
Tomando como base la figura 5.4 sobre el mecanismo de formación de las partículas de TiB_2 , se puede confirmar que en las probetas fabricadas tuvo lugar la reducción aluminotérmica de las sales precursoras con la matriz en estado líquido para la formación de partículas de $TiAl_3$ y AlB_2 , pues además de ser percibidas mediante DRX, estas fueron detectadas mediante análisis EDS en varios de los espectros obtenidos. Ejemplos claros de la presencia de partículas de AlB_2 se muestran en los espectros 1 y 3 de la probeta N1C1T40 y en el espectro 3 de la probeta N1C1T50 (figuras 5.5 y 5.6, respectivamente); mientras que partículas de $TiAl_3$ se pueden apreciar en los espectros 1 y 4 de la probeta N2C1T10 y en los espectros 1 y 2 de la probeta N2C1T20 (figuras 5.7 y 8, respectivamente). La deliberación anterior dependió de los elementos detectados en cada uno de los espectros, pues en caso de solo detectarse

Titanio y Aluminio en las partículas analizadas, es muy probable que se tratase $TiAl_3$; en tanto que, si solo se detectaron Boro y Aluminio, las partículas en cuestión son muy posiblemente AlB_2 . Es evidente la baja densidad de partículas de AlB_2 en los compósitos fabricados, pues como se explica en la figura 5.4, estas se desintegran para que los átomos de boro difundan a través del $TiAl_3$ y se lleve a cabo la formación de cristales de TiB_2 .

Haciendo énfasis en la apariencia de los cristales de $TiAl_3$ y AlB_2 encontrados, se puede apreciar que los primeros se encuentran principalmente en forma de “marañas” y aglomerados que a simple vista parecen ser continuos; en tanto que los segundos, presentan morfologías más facetadas y tamaños mayores que pueden alcanzar los 10 μm , pues de acuerdo con [11, 78], su crecimiento es más rápido.

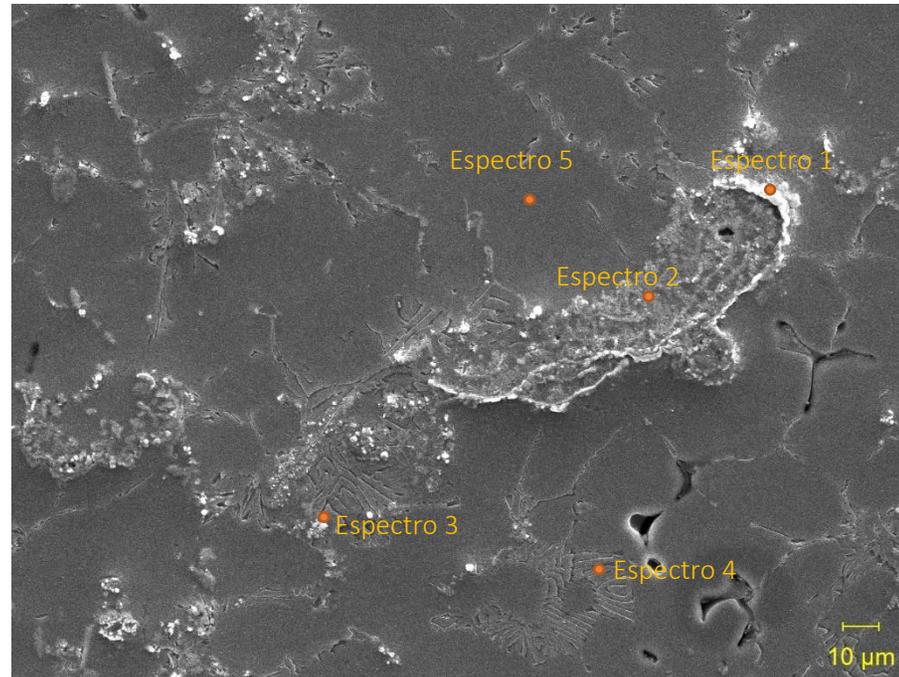
Los demás espectros donde hay presencia de Aluminio, Titanio y Boro pertenecen a aquellas partículas de $TiAl_3$ en las que se ha iniciado la formación y el crecimiento de la capa de TiB_2 . A partir de los porcentajes obtenidos se puede deducir que, a mayor cantidad de Aluminio detectada, menor ha sido el avance del mecanismo de formación de TiB_2 en las partículas en cuestión. Dicho de otra manera, valores altos de % atómicos de Boro registrados, apuntan a lo que seguramente es tanto cristales de TiB_2 como trazas de $TiAl_3$.

Es evidente que, para ambos niveles de reforzamiento y desde el mínimo tiempo de permanencia establecido (10 minutos), la formación de partículas de TiB_2 es alta como puede apreciarse en las figuras B.1 y 5.7, donde el contenido de Boro en casi la totalidad de los cristales analizados, es bastante elevado.



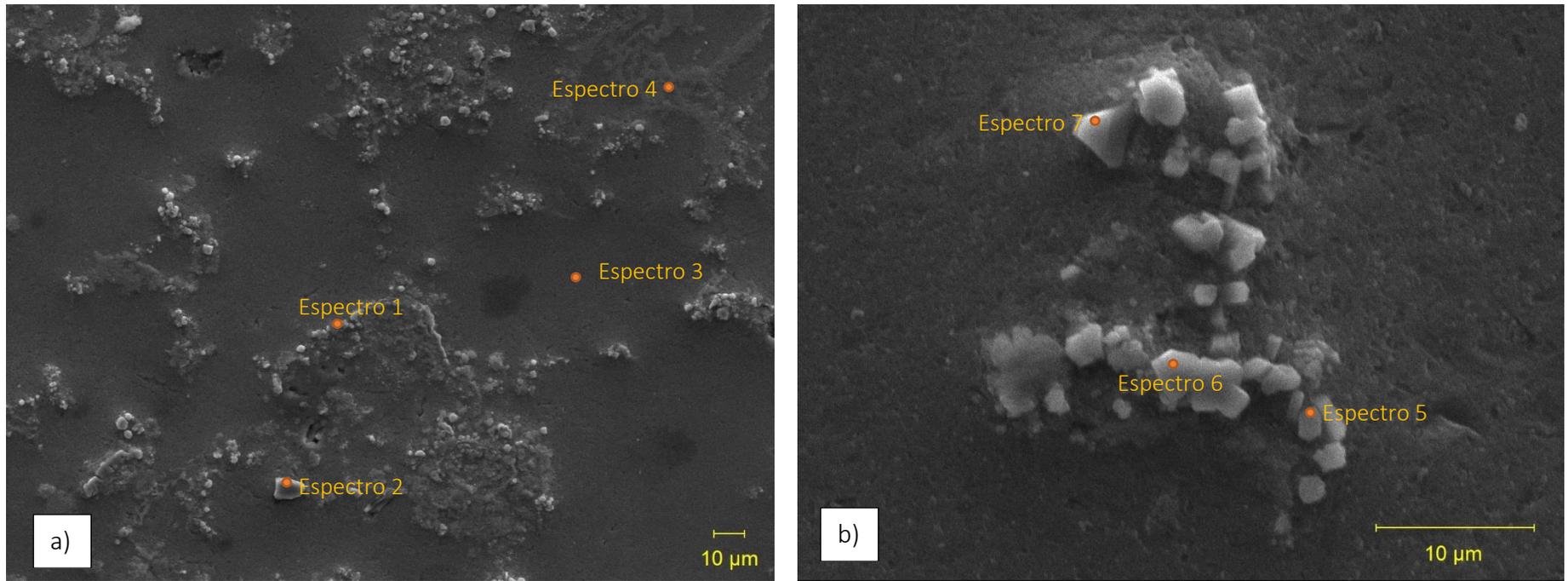
Espectro	Elementos encontrados (% atómico)		
	B	Al	Ti
1	93.43	0.15	---
2	94.83	4.03	0.12
3	87.21	12.64	---
4	---	93.47	---
5	---	85.36	---
6	72.09	3.64	0.62
7	70.65	2.33	1.84

Figura 5.5. Análisis Químicos Puntuales realizados en algunas de las partículas formadas en la probeta N1C1T40. Micrografías a) 250x y b) 1,000x.



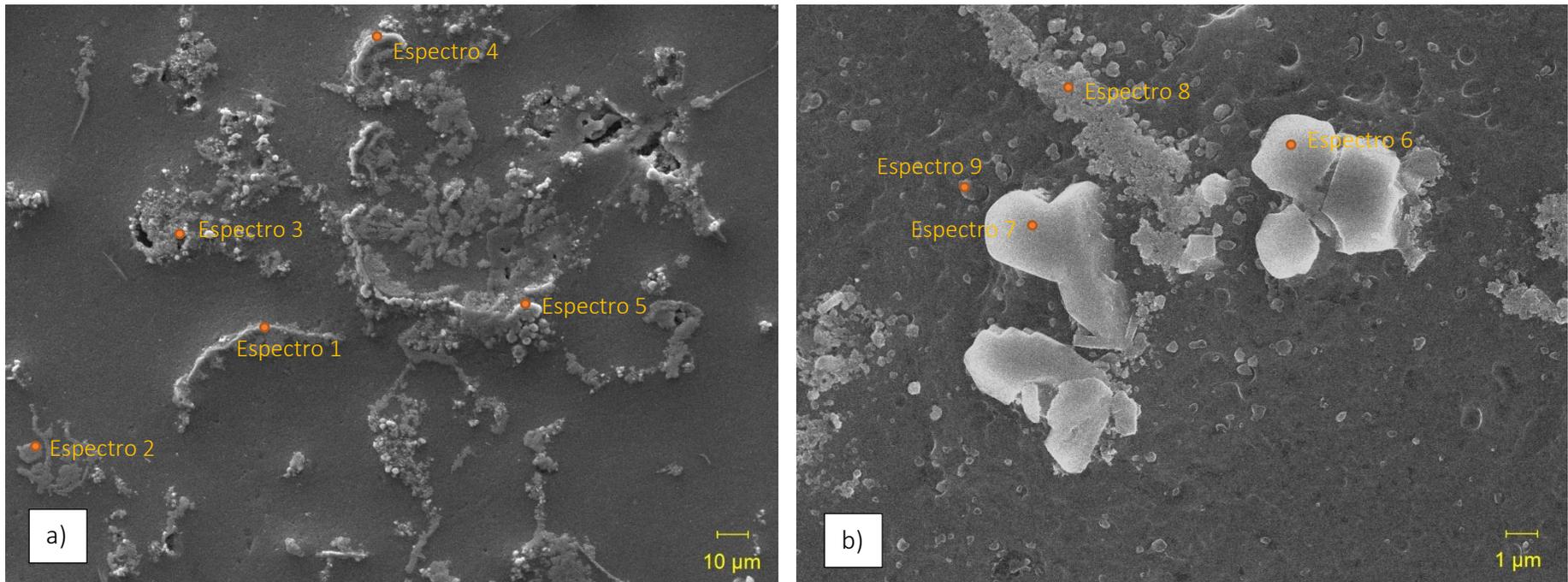
Espectro	Elementos encontrados (% atómico)		
	B	Al	Ti
1	71.50	2.87	2.45
2	73.38	4.37	0.80
3	76.20	6.34	---
4	---	70.24	---
5	---	99.56	---

Figura 5.6. Análisis Químicos Puntuales realizados en algunas de las partículas formadas en la probeta N1C1T50. Micrografía a 500x.



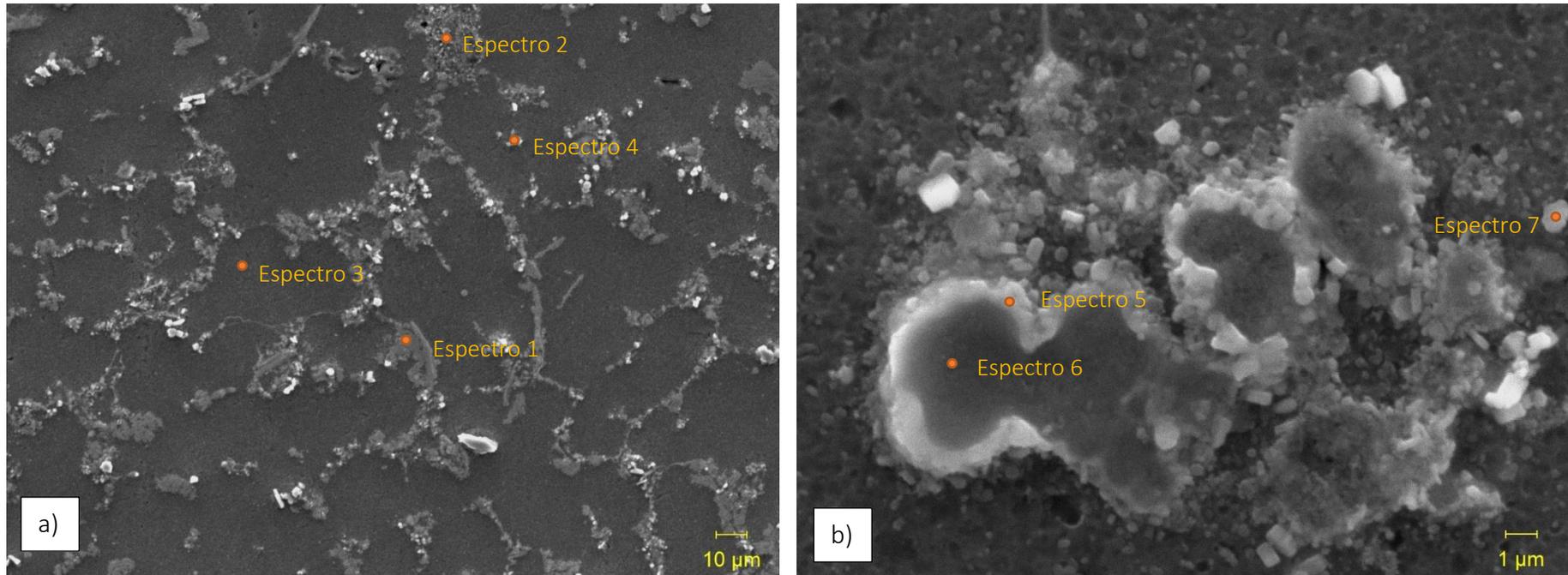
Espectro	Elementos encontrados (% atómico)		
	B	Al	Ti
1	---	82.81	14.35
2	72.38	1.95	---
3	---	100.00	---
4	---	78.24	8.72
5	73.42	2.74	3.25
6	---	95.42	3.11
7	---	92.16	0.78

Figura 5.7. Análisis Químicos Puntuales realizados en algunas de las partículas formadas en la probeta N2C1T10. Micrográficas a) 500x y b) 2,500x.



Espectro	Elementos encontrados (% atómico)		
	B	Al	Ti
1	---	84.92	10.82
2	---	44.35	8.19
3	61.88	1.93	1.55
4	65.60	2.86	2.27
5	---	70.03	26.30
6	67.87	3.87	2.30
7	---	72.49	25.17
8	---	95.77	2.50
9	---	71.84	---

Figura 5.8. Análisis Químicos Puntuales realizados en algunas de las partículas formadas en la probeta N2C1T20. Micrografías a a) 500x y b) 5,000x.



Espectro	Elementos encontrados (% atómico)		
	B	Al	Ti
1	---	89.17	5.07
2	90.73	5.67	0.75
3	---	100	---
4	93.49	6.09	0.41
5	93.59	3.14	2.78
6	90.98	3.64	1.54
7	---	88.40	11.22

Figura 5.9. Análisis Químicos Puntuales hechos en algunas de las partículas formadas en la probeta N2C1T40. Micrografías a) 500x y b) 5,000x.

Sin embargo, no es sino a partir de los 40 minutos que se alcanza la mayor formación de este refuerzo de acuerdo con lo mostrado en las figuras 5.5 y 5.9. Lo anterior se asocia al notable aumento en el contenido de dicho elemento.

Una observación detallada de las partículas ya distinguidas y denominadas como TiB_2 , permite confirmar lo reportado por [58, 77–79]; dichas partículas presentan una forma geométrica poliédrica regular e irregular característica, con un tamaño promedio de 1 μm . No se observa una buena dispersión del refuerzo ya que su disposición en el material es preferencial; las partículas, se localizan alrededor y sobre marañas (o clústeres) de lo que en su mayoría es $TiAl_3$ con trazas de TiB_2 .

Aunque la distribución (ordenación) tiende a ser uniforme en la matriz, se puede notar que las partículas formadas se encuentran en su mayoría segregadas en las zonas interdendríticas, sobre los microconstituyentes eutécticos.

Considerando la figura 5.4 y la información obtenida de los análisis químicos puntuales, se propone una identificación más detallada de la microestructura que presentan los materiales compuestos obtenidos (figura 5.10). Se puede distinguir tanto el refuerzo TiB_2 como las partículas de transición $TiAl_3$ y AlB_2 en una matriz formada principalmente por solución sólida α con una pequeña cantidad de microconstituyente eutéctico. La presencia de $TiAl_3$, AlB_2 y TiB_2 en la muestra, indica que el proceso de formación cristales de $TiAl_3$ y AlB_2 y su posterior reacción para producir TiB_2 , se lleva a cabo de manera simultánea. La presencia de $TiAl_3$ y AlB_2 apuntan a que bajo las condiciones N1C1T60, el tiempo de permanencia todavía, no es del todo óptimo.

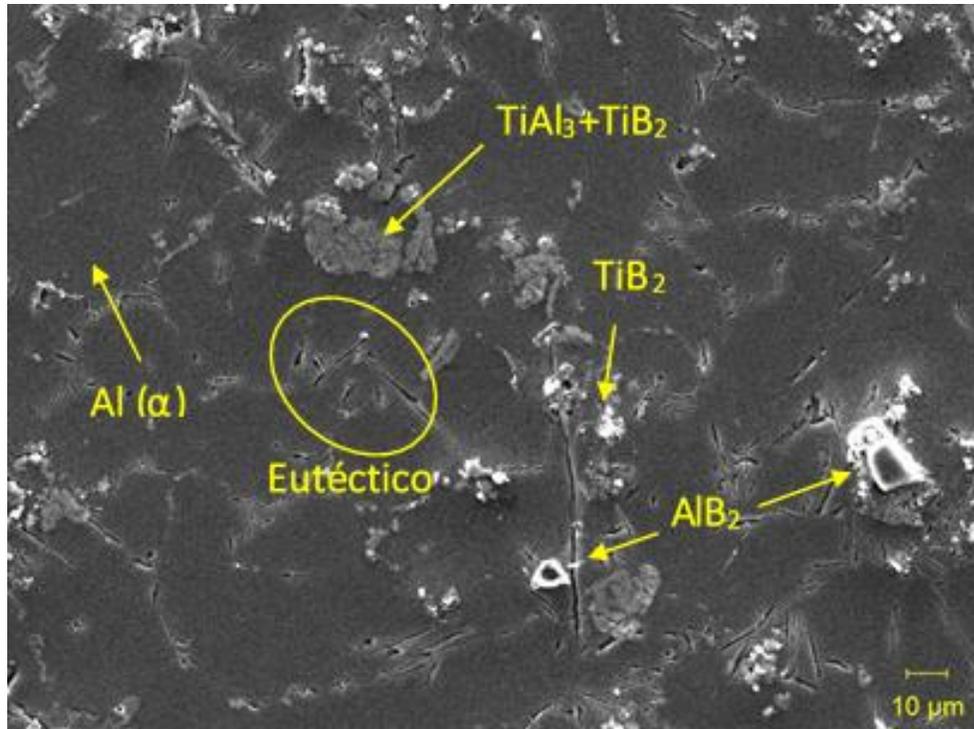


Figura 5.10. Identificación de los microconstituyentes presentes en los compósitos fabricados empleando información reportada en la literatura y los análisis químicos puntuales realizados. Micrografía en MEB a 500x correspondiente al compuesto N1C1T60.

Las tablas 5.3 y 5.4 muestran los mapeos químicos elementales efectuados en los compósitos con los mayores tiempos de permanencia. La selección de estos tiempos (como ya fue mencionado) se efectuó con base en que, a mayor tiempo de permanencia del material precursor en el metal líquido, hay mayor evidencia de la presencia de TiB_2 (40 a 60 minutos). La finalidad de estos mapeos es para conocer la manera en la que los elementos de interés (Al, Ti, B y F principalmente) se encuentran distribuidos en las partículas formadas en los materiales compuestos.

El aluminio al ser el elemento base de la matriz, se encuentra de manera abundante y distribuido homogéneamente en la microestructura de todas las

probetas analizadas. Es relevante mencionar que la concentración de un elemento en los mapeos químicos elementales es proporcional a la tonalidad del color que lo representa y esto se puede apreciar comparando las tablas 5.3 y 5.4. Es evidente que conforme incrementa la concentración de las sales agregadas, se intensifica la tonalidad de los colores que representan los elementos Ti, B y F. Los elementos Titanio y Boro se concentran en las regiones con presencia y aglomeración de partículas, acompañados de trazas de Aluminio. La detección de estos tres elementos en dichas zonas se debe a su combinación para la formación de los cristales de TiB_2 , $TiAl_3$ y AlB_2 formados.

Finalmente, se puede apreciar que el Flúor, otro elemento que conforma las sales precursoras, se encuentra disperso a lo largo de todas las micrografías de manera homogénea. Su presencia se debe a las inclusiones que lo contienen y que son productos del mecanismo de reacción llevado a cabo.

Tabla 5.3. Mapeos químicos elementales realizados mediante MEB en los compósitos fabricados a diferentes tiempos de permanencia y reforzados a un nivel deseado de 2.5% wt. de TiB_2 .

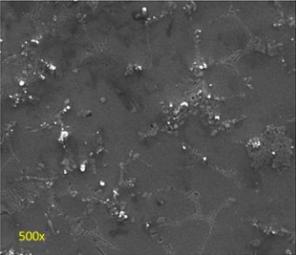
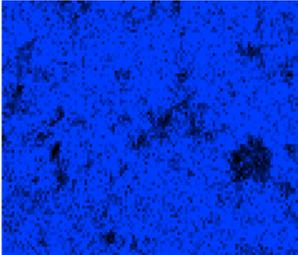
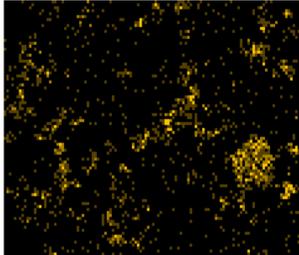
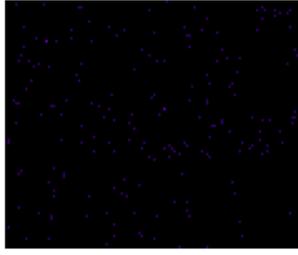
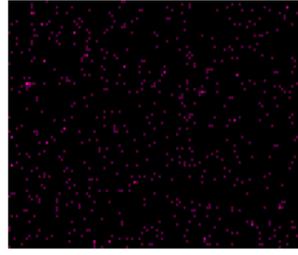
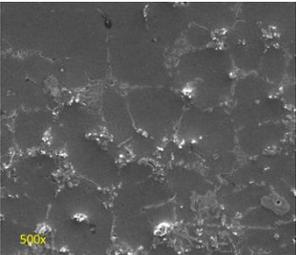
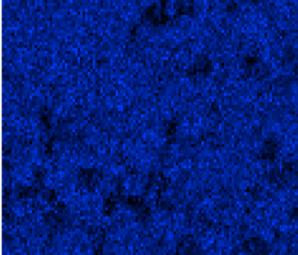
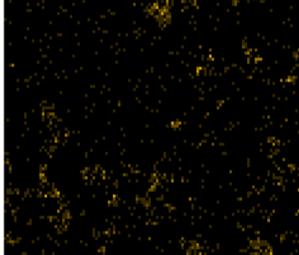
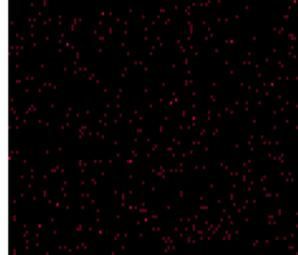
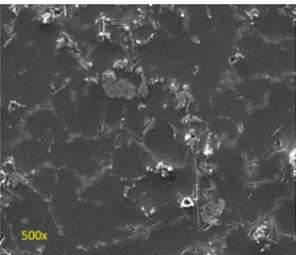
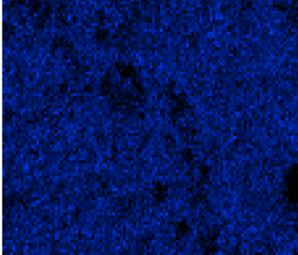
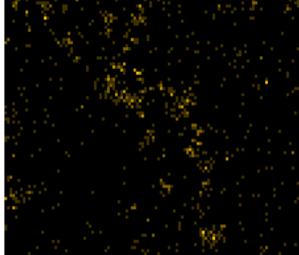
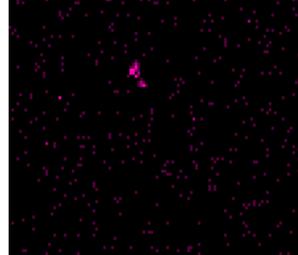
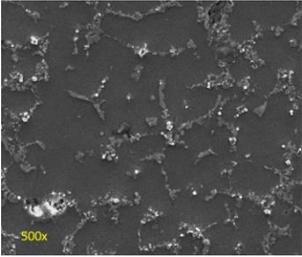
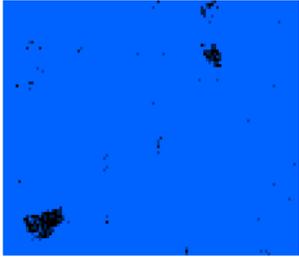
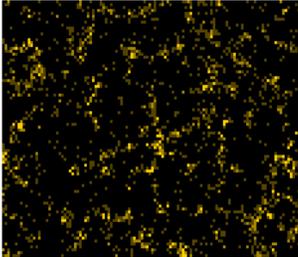
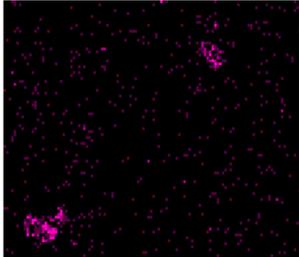
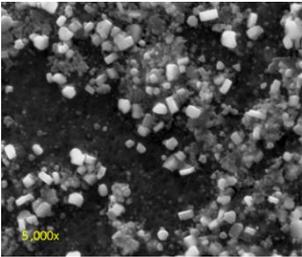
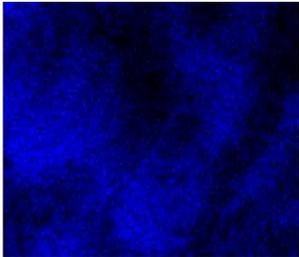
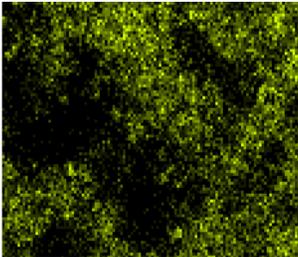
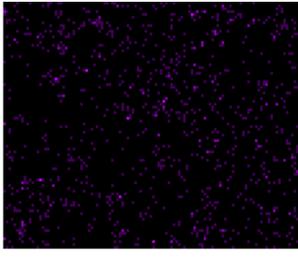
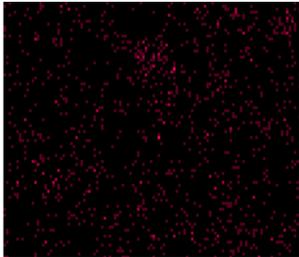
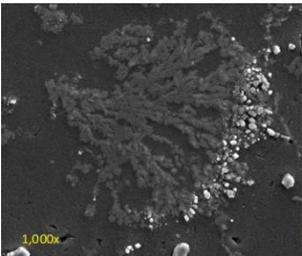
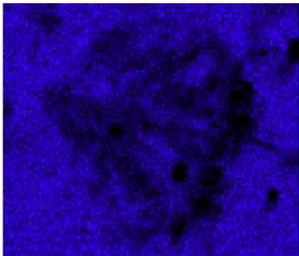
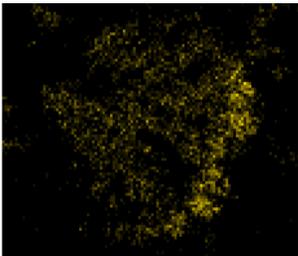
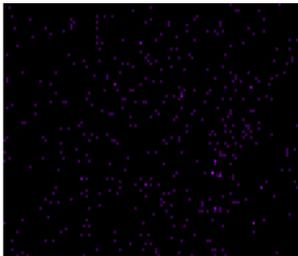
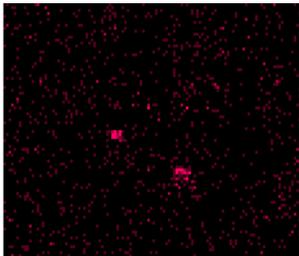
Tiempo (min)	Micrografía	Elemento			
		Al	Ti	B	F
40					
50					
60					

Tabla 5.4. Mapeos químicos elementales realizados mediante MEB en los compósitos fabricados a diferentes tiempos de permanencia y reforzados a un nivel deseado de 5.0% wt. de TiB₂.

Tiempo (min)	Micrografía	Elemento			
		Al	Ti	B	F
40					
50					
60					

5.2.2 Microscopia Óptica (MO)

Las micrografías obtenidas por MO fueron empleadas para evaluar la distribución de las partículas de TiB_2 , $TiAl_3$ y AlB_2 formadas en la matriz de aluminio 6061. Un ejemplo de identificación de los microconstituyentes presentes en las probetas fabricadas vistas en MO se muestra en la figura 5.11, pues previo al conteo de partículas, es importante conocer de manera visual cada uno de ellos.

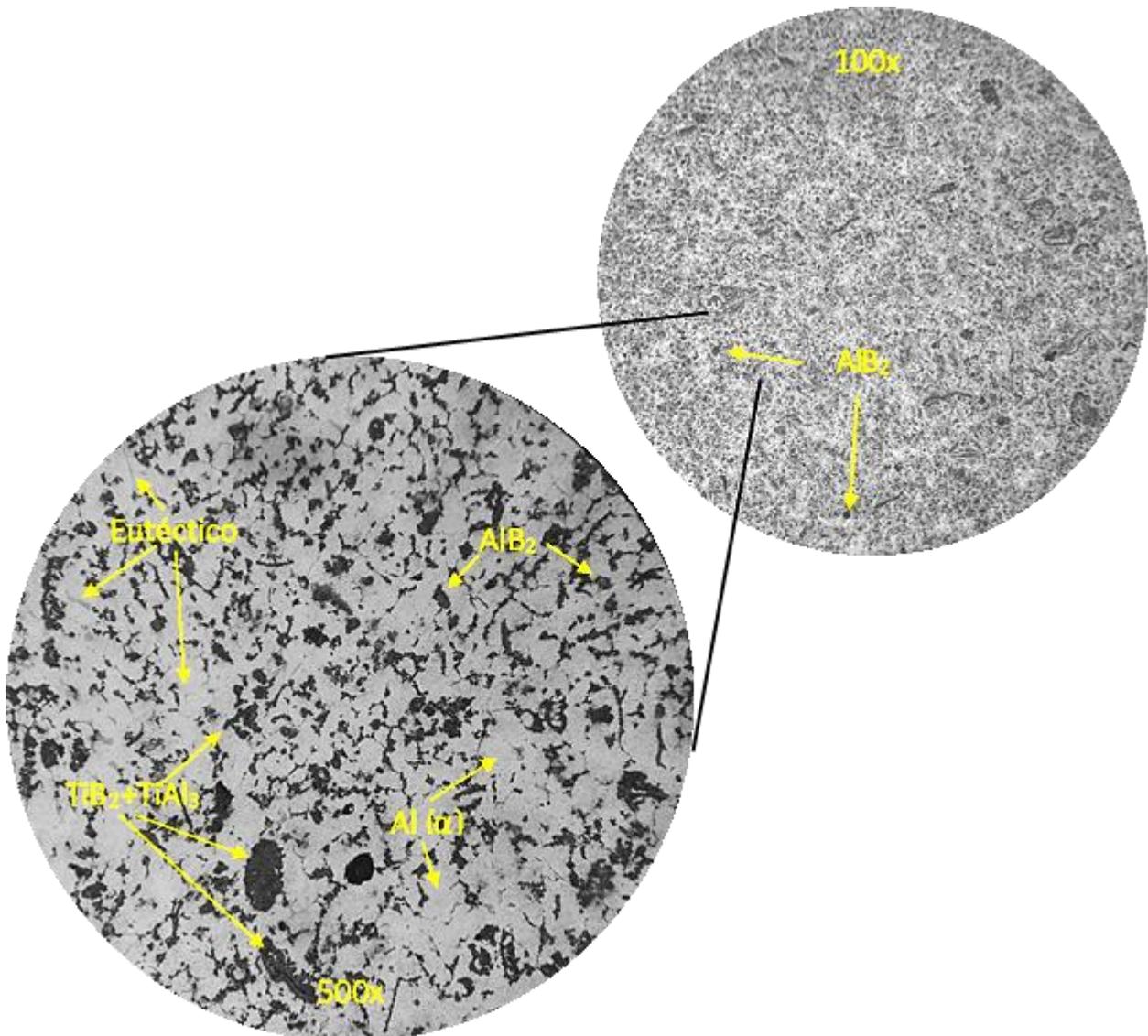


Figura 5.11. Identificación de los microconstituyentes presentes en los compósitos fabricados empleando información reportada en la literatura y los análisis químicos puntuales realizados: Muestra N2C1T60. Micrografías obtenidas mediante MO.

Es importante aclarar que tanto esta identificación, como la realizada en la figura 5.10, es semicuantitativa por lo que no se descarta la posible presencia de otras fases y/o microconstituyentes y ni mucho menos la similitud que pueda haber entre unos cristales u otros, pudiéndose así confundir entre sí. En otras palabras, las partículas de TiB_2 , $TiAl_3$ y AlB_2 también pueden presentar tamaños y morfologías similares, por lo que no se puede asegurar al 100% la naturaleza de un cristal no analizado mediante EDS por medio de identificación visual.

Lo que se puede apreciar en las micrografías de las tablas 5.5, 5.6, C.1 y C.2 (estas dos últimas mostradas en el [Anexo C](#)), complementa lo observado en las micrografías obtenidas mediante MEB, confirmándose:

- El aumento progresivo en la cantidad de partículas formadas conforme se incrementa el nivel (2.5% y 5%) y el tiempo de permanencia del compuesto en el metal líquido. Esto se puede corroborar con el análisis cuantitativo realizado de la cantidad de partículas promedio presentes en cada una de las probetas fabricadas, cuya información se resume en el gráfico de la figura 5.12.
- La presencia de cristales de TiB_2 , $TiAl_3$ y AlB_2 individuales y su aglomeración en forma de clústeres, encontrándose gran parte de ellos embebidos en la matriz y otros tantos segregados en las zonas interdendríticas.
- Los cristales formados presentan un rango de tamaños que va desde $1\ \mu m$ a menores, mientras que sus clústeres o racimos alcanzan dimensiones mayores a $10\ \mu m$.
- Una distribución casi homogénea de las partículas formadas y sus aglomerados en las micrografías.

Tabla 5.5. Micrografías obtenidas mediante microscopía óptica (MO) del compuesto in-situ Al 6061/TiB₂ fabricado: Nivel 1, Corrida 1.

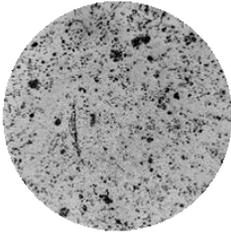
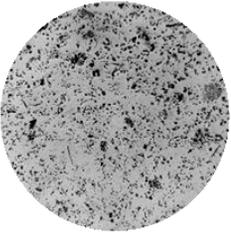
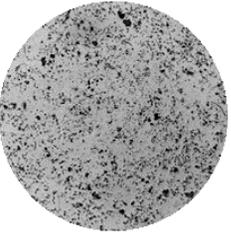
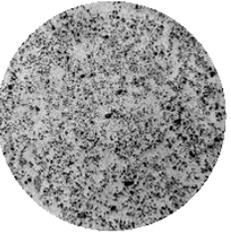
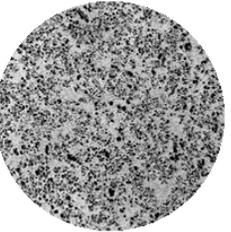
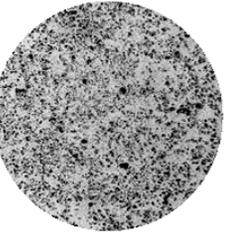
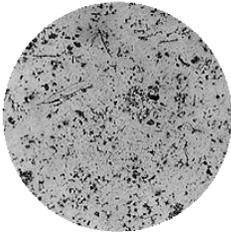
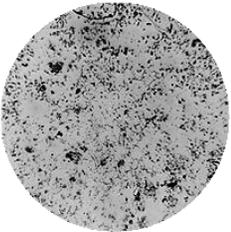
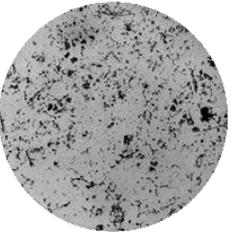
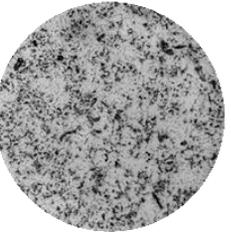
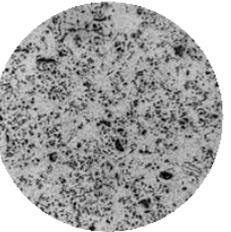
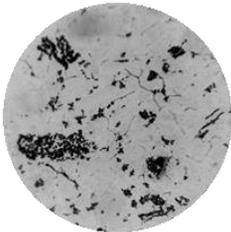
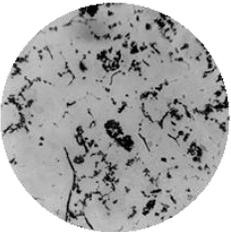
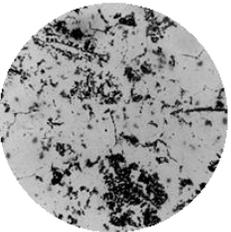
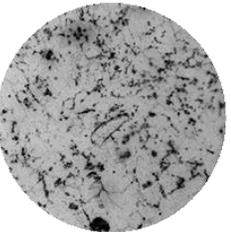
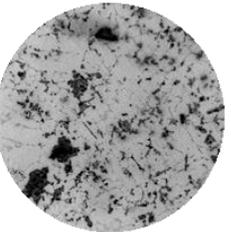
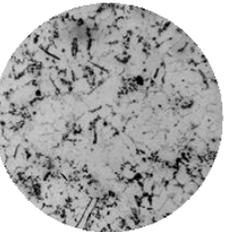
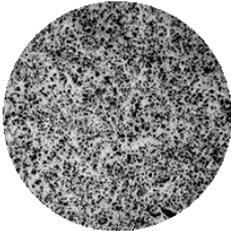
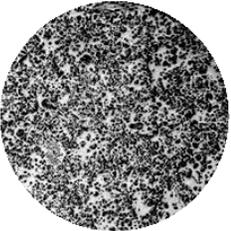
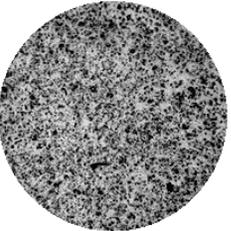
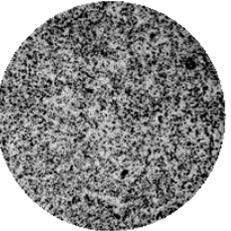
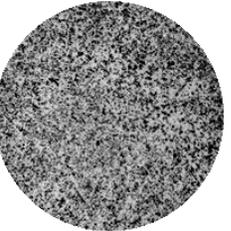
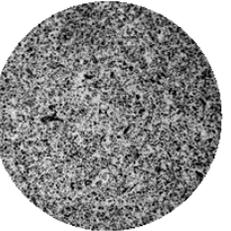
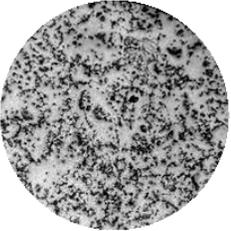
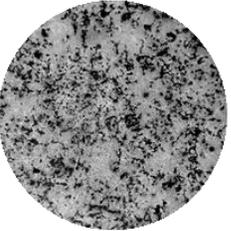
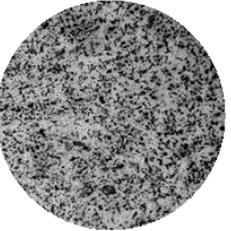
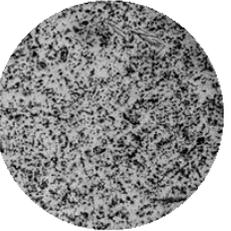
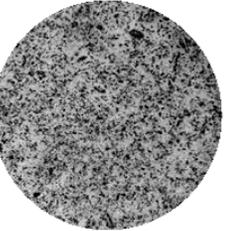
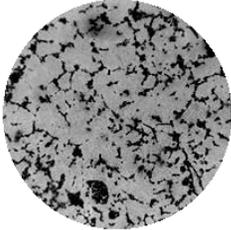
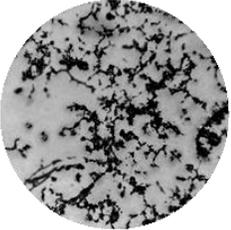
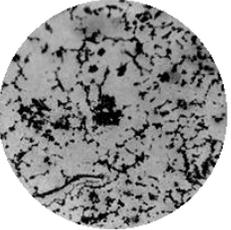
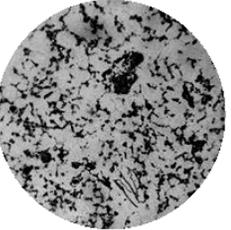
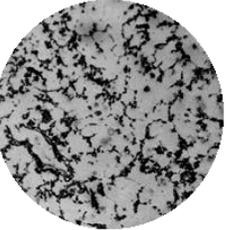
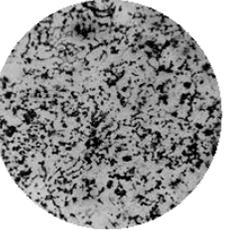
Aumentos	Tiempo de permanencia (min)					
	10	20	30	40	50	60
100x						
200x						
500x						

Tabla 5.6. Micrografías obtenidas mediante microscopía óptica (MO) del compuesto in-situ Al 6061/TiB₂ fabricado:
Nivel 2, Corrida 1.

Aumentos	Tiempo de permanencia (min)					
	10	20	30	40	50	60
100x						
200x						
500x						

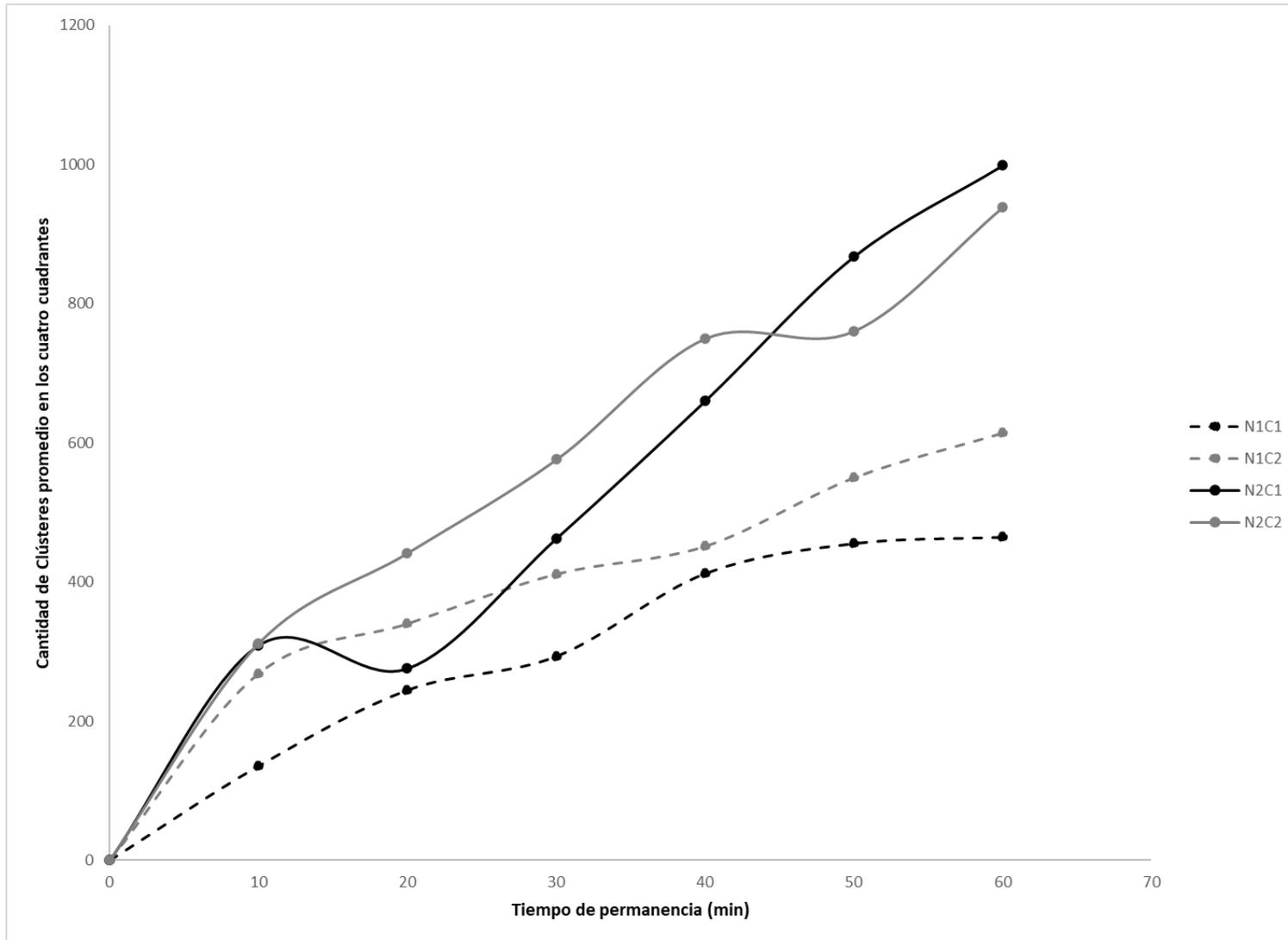


Figura 5.12. Gráfico de la cantidad de clústeres promedio vs tiempo de permanencia para evaluar la variación de la cantidad de partículas formadas conforme se incrementa la cantidad y el tiempo de reacción de las sales precursoras.

A fin de evaluar la dispersión de las partículas de TiB_2 en la matriz, es decir, la reducción de aglomerados a agregados y/o partículas, se realizó la cuantificación del refuerzo presente en los materiales compuestos en función del porcentaje de refuerzo y del tiempo de permanencia. Para ello, apoyándonos del análisis de las imágenes provenientes de microscopía óptica, se efectuó el recuento de partículas en una determinada región (método del cuadrante). Posteriormente, apoyándonos del modelo estadístico de distribución "Skewness" o asimetría se determinó el índice beta (β) el cual es un indicativo del grado de dispersión del refuerzo en la matriz.

Cabe mencionar que este método es el más empleado para cuantificar la dispersión de partículas en MMC's debido a su simplicidad entre todos los métodos desarrollados. Se usa principalmente en materiales compuestos con refuerzos finos o en nanocompuestos con partículas altamente agrupadas y alto nivel de aglomeración [82], por lo que se acopla perfectamente a los materiales obtenidos.

Teniendo en cuenta que la formación de aglomerados es algo habitual en materiales compuestos, la determinación del número de partículas, así como su arreglo u ordenación uniforme en la matriz (distribución) resulta difícil y tediosa. Es por ello que, el uso de software de procesamiento de imágenes facilita la cuantificación de los refuerzos en los materiales compuestos. Aunado a lo anterior, a partir del índice beta (β) indicativo del grado de dispersión, se puede estimar la variable significativa del proceso (tiempo de permanencia o nivel de reforzamiento) además de obtener correlación con propiedades mecánicas y/o tribológicas de los composites fabricados.

En el método del cuadrante, una micrografía o probeta a estudiar se divide en cuadrantes y posteriormente se mide el número de partículas en cada uno de ellos, tal como lo muestra en la figura 5.13. Realizando el procedimiento del [Anexo D](#), se calcula el índice β como el grado de asimetría de una distribución estadística alrededor de su media en función del número de partículas, la desviación estándar de la población de partículas y el número de cuadrantes estudiados [82].

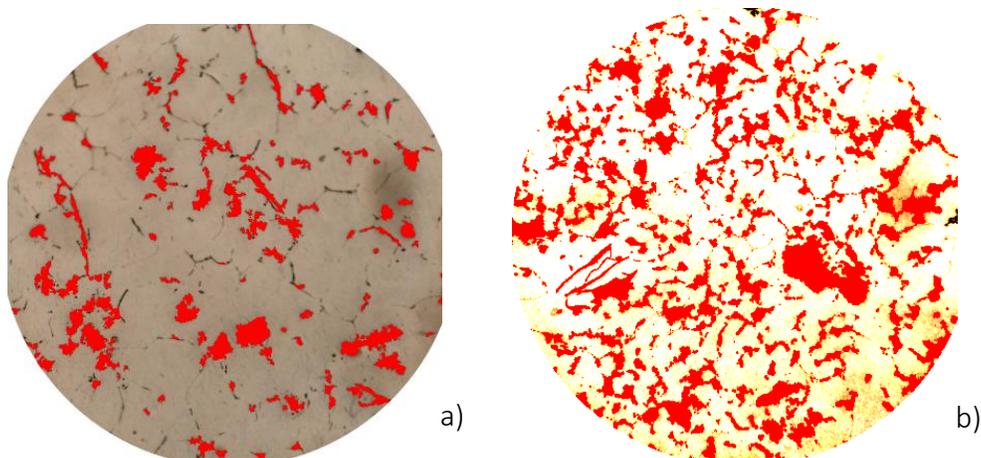


Figura 5.13. Ejemplo del conteo de clústeres de las partículas formadas en las micrografías a 500x de las probetas: a) N1C1T10 y b) N2C1T10.

El índice β permite establecer el grado de simetría o asimetría que presenta la distribución de probabilidad de la dispersión del refuerzo sin tener que hacer su representación gráfica. Si hay el mismo número de desviaciones con signo positivo que con signo negativo, la distribución de probabilidad es simétrica con respecto a la media, lo que se traduce en un material micro y macroscópicamente homogéneo. Por otro lado, si la asimetría es positiva, es decir, la "cola" a la derecha de la media es más larga que la de la izquierda (hay más valores separados de la media a la derecha) estamos hablando de que, en ese cuadrante el material presenta una

cantidad de partículas por arriba de la media. Lo anterior implica que, al existir más partículas en esa región, es muy factible que se encuentren en forma de grandes aglomerados y no como partículas individuales bien dispersas.

Si la asimetría es negativa, la "cola" a la izquierda de la media es más larga que la de la derecha (hay más valores separados de la media a la izquierda) lo que implica que el material en ese cuadrante, muestra una cantidad de partículas por abajo de la media. El problema asociado a ese índice es que hay un menor número de partículas en esa región.

En ambos casos, aunque el material no es homogéneo microscópicamente hablando, si lo será macroscópicamente (siempre y cuando el índice β no se aleje considerablemente de cero). Si bien, mediante este único método no se puede descartar la presencia de aglomerados ni probar que las partículas están completamente dispersas, si podemos decir que los aglomerados formados tienen menores dimensiones y son análogos entre cuadrantes; una implicación directa a este comportamiento, es la poca variación en términos de propiedades en el composito.

Así pues, altos valores de β (positivos o negativos) indican una mala dispersión de las partículas y/o aglomerados. En estos casos, las partículas y/o aglomerados solo se sitúan en un pequeño número de cuadrantes, mientras que muchos cuadrantes quedan vacíos; resultando en un sesgo distinto de cero. Entonces, entre más alta sea la asimetría, la dispersión es más pobre, por lo que el material presentará variación en sus propiedades mecánicas y/o tribológicas asociada a la ausencia de refuerzo en algunas regiones del material.

Finalmente, en las tablas 5.7 y 5.8 se reportan los valores del factor de asimetría β en función del tiempo de permanencia y del porcentaje de refuerzo para los materiales compuestos fabricados.

Los valores promedio de la cantidad de partículas y clústeres en los cuatro cuadrantes de cada una de las probetas también fueron usados para obtener el gráfico presentado en la figura 5.21. Se puede apreciar que los valores del factor de asimetría β se encuentran dentro de un rango que va de (-3, +3), el cual es considerado aceptable para asumir una distribución simétrica u homogénea de las partículas y/o clústeres en los materiales obtenidos [84].

Tabla 5.7. Obtención del factor de asimetría β para determinar la homogeneidad de la distribución de los clústers de las partículas formadas en las probetas del nivel 1.

Corrida	Tiempo de permanencia (min)	Promedio de partículas y clústeres en los cuatro cuadrantes	Factor de asimetría β	Corrida	Tiempo de permanencia (min)	Promedio de partículas y clústeres en los cuatro cuadrantes	Factor de asimetría β
1	10	135.75	2.84	2	10	268.75	0.09
	20	244.75	2.68		20	340.25	2.49
	30	293.25	-1.45		30	411.50	0.41
	40	412.25	-1.24		40	451.50	0.96
	50	455.25	-0.07		50	550.00	-0.10
	60	464.50	-2.01		60	614.25	0.01

Se puede observar que para un nivel de reforzamiento del 2.5%, el factor de asimetría tiende a cero conforme el tiempo de permanencia aumenta. Por tanto, se intuye que los materiales con las condiciones N1C1T60 y N1C2T60 presentarán la

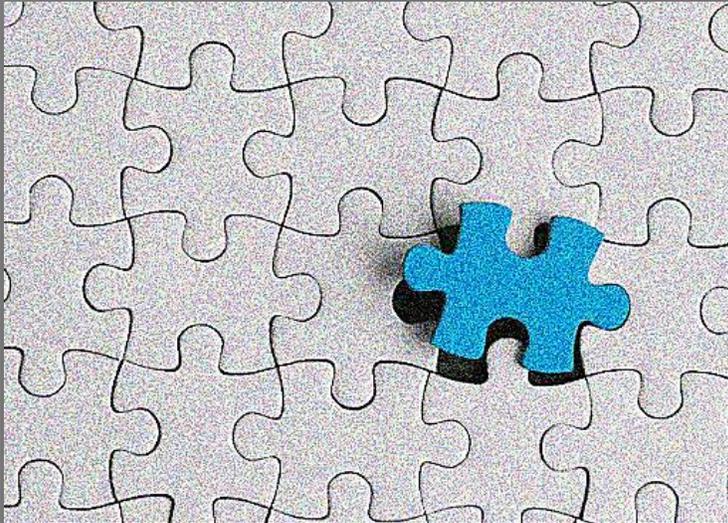
menor variación en términos de propiedades mecánicas y/o tribológicas. Respecto al nivel de reforzamiento del 5%, los valores alcanzados no permiten reafirmar la tendencia antes mencionada. Para este nivel, el índice β alcanza su valor mínimo a la mitad del tiempo de permanencia y posteriormente, su valor incrementa nuevamente en ambas corridas. Los materiales que posiblemente registren la menor variación de propiedades serán por tanto, N2C1T30 y N2C2T30. Una segunda caída del valor del índice β se registra al máximo tiempo de permanencia (N2C1T60 y N2C2T60).

Tabla 5.8. Obtención del factor de asimetría β para determinar la homogeneidad de la distribución de los clústers de las partículas formadas en las probetas del nivel 2.

Corrida	Tiempo de permanencia (min)	Promedio de partículas y clústeres en los cuatro cuadrantes	Factor de asimetría β	Corrida	Tiempo de permanencia (min)	Promedio de partículas y clústeres en los cuatro cuadrantes	Factor de asimetría β
1	10	309.00	1.77	2	10	312.00	2.46
	20	275.75	2.22		20	441.75	-1.30
	30	462.50	0.49		30	576.00	0.15
	40	660.25	-1.31		40	750.00	-2.10
	50	867.75	1.12		50	760.75	-2.76
	60	999.00	0.37		60	938.75	1.62

Dado que las condiciones de agitación durante la fabricación de los composites se mantuvieron a lo largo de los sesenta minutos de ensayo, se espera que la incorporación y reacción de las sales precursoras sea alta.

No obstante, no es posible apreciar una perfecta relación entre el factor de asimetría β y el tiempo de permanencia para este nivel, los resultados podrían señalar la formación de las partículas de transición $TiAl_3$ y AlB_2 en las condiciones N2C1T30 y N2C2T30. Si bien, la formación de TiB_2 al nivel requerido no se logró al 100%, las condiciones N2C1T60 y N2C2T60 podrían estar asociadas a su formación.



CAPÍTULO

VI

Conclusiones

“Ser grande no es cuestión de tamaño sino de actitud”

Anónimo

6.1 Conclusiones

Tomando como base la información recabada en el Capítulo V, a continuación se enlistan las conclusiones obtenidas del presente trabajo:

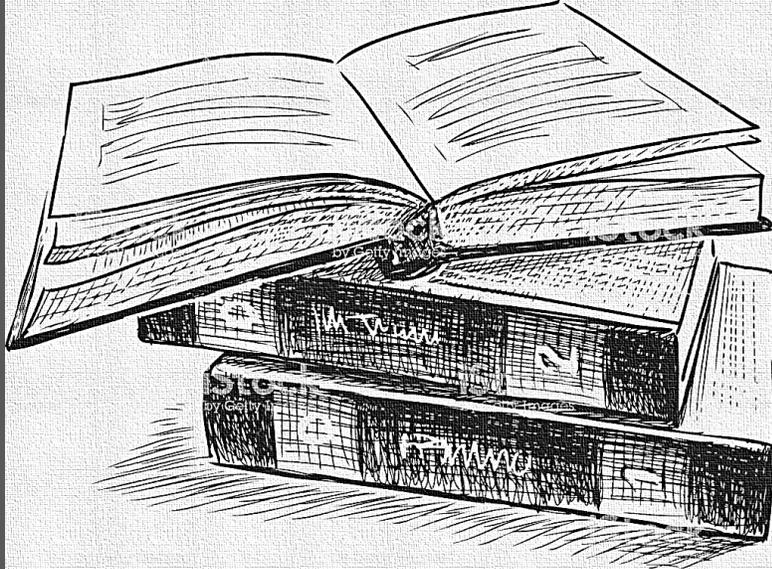
1. La DRX como técnica empleada para la caracterización de los compósitos corroboró la existencia de TiB_2 , AlB_2 y $TiAl_3$ en sus microestructuras. Esto significa que a pesar de haber logrado fabricar los materiales del sistema $Al6061/TiB_2$ propuesto, la eficiencia de la reacción entre las sales K_2TiF_6 y KBF_4 fue menor al 100% al no completarse el mecanismo de reacción en su totalidad y obtener únicamente partículas de TiB_2 como refuerzo.
2. Los análisis químicos puntuales, los mapeos químicos elementales y las micrografías obtenidas mediante MEB corroboran la presencia de cristales de TiB_2 , $TiAl_3$ y AlB_2 individuales y aglomerados en todas las probetas fabricadas. De forma preferencial se sitúan en las zonas interdendríticas ((Al)+ Mg_2Si y (Al)+(Si)); no obstante, se aprecia un porcentaje mínimo de estas, embebidas en la fase α -Al.
3. Los cristales de $TiAl_3$ exhiben una forma de “marañas” y aglomerados continuos mientras que las partículas de AlB_2 presentan una morfología facetada. Las primeras son más abundantes que las segundas debido a su desintegración y transición a la formación de TiB_2 .
4. Las partículas de TiB_2 sintetizados presentan morfologías poliédricas regulares e irregulares que oscilan entre 1 μm , hallándose en el composito de forma individual o en forma de clústeres.
5. La reducción aluminotérmica de las sales precursoras con aluminio para formar $TiAl_3$ y AlB_2 ocurre casi instantáneamente una vez estas son

adicionadas al baño líquido; su formación fue registrada desde el tiempo de permanencia mínimo (10 minutos).

6. La presencia de $TiAl_3$, AlB_2 y TiB_2 en las muestras analizadas, indican que el proceso de formación cristales de $TiAl_3$ y AlB_2 y su posterior reacción para producir TiB_2 se lleva a cabo de manera simultánea. La presencia de $TiAl_3$ y AlB_2 apuntan a que el tiempo de permanencia aun no es el óptimo.
7. Con base en el incremento del contenido de boro en los análisis químicos puntuales, la cantidad de refuerzo TiB_2 aumenta a partir de los 40 minutos de permanencia para ambos niveles de reforzamiento (2.5 y 5 % wt, de TiB_2). Por tanto, para el sistema empleado y bajo las condiciones de fabricación establecidas, el tiempo de permanencia recomendable para una mayor obtención de refuerzo TiB_2 debe ser > 40 minutos.
8. El valor del factor de asimetría β para los compósitos fabricados oscila entre -3 a +3 e indica una dispersión aceptable de las partículas y/o aglomerados. Debido a que el refuerzo se encuentra disperso en la mayoría de los cuadrantes, los compositos no presentarán variación considerable en sus propiedades mecánicas y/o tribológicas.
9. Para un nivel de reforzamiento del 2.5%, el factor de asimetría tiende a cero conforme el tiempo de permanencia aumenta. Es factible que los materiales con las condiciones N1C1T60 y N1C2T60 presenten la menor variación en términos de propiedades mecánicas y/o tribológicas.
10. No es apreciable una clara relación entre el tiempo de permanencia y el factor β para un nivel de reforzamiento del 5%. Los resultados podrían señalar la formación de las partículas de transición $TiAl_3$ y AlB_2 en las

condiciones N2C1T30 y N2C2T30 y la formación de TiB_2 a las condiciones N2C1T60 y N2C2T60.

11. Es recomendable la adición de la sal KBF_4 a un 30% a fin de suprimir la presencia de los cristales $TiAl_3$ remanentes además de mantener una agitación continua que favorezca el contacto entre los reactivos y la obtención de la mayor cantidad de partículas TiB_2 posible.



CAPÍTULO

VII

Fuentes Consultadas

“Siempre que enseñes;
enseña también, a la vez, a
dudar de lo que enseñas”

José Ortega y Gasset

7.1 Fuentes consultadas

- [1] R. Bauri and D. Yadav, *Introduction to Metal Matrix Composites*. 2018.
- [2] C. Edil da Costa, F. Velasco López, and J. M. Torralba Castelló, “Materiales compuestos de matriz metálica. I parte. Tipos, propiedades, aplicaciones,” *Rev. Metal.*, vol. 36, no. 3, pp. 179–192, 2000.
- [3] F. Nturanabo, L. Masu, and J. Baptist Kirabira, “Novel Applications of Aluminium Metal Matrix Composites,” *Alum. Alloy. Compos.*, 2019.
- [4] W. F. Smith, *Fundamentos de la Ciencia e Ingeniería de los Materiales*, Cuarta edi. 2006.
- [5] M. Haghshenas, “Metal–Matrix Composites,” *Ref. Modul. Mater. Sci. Mater. Eng.*, no. October 2015, pp. 0–28, 2016.
- [6] P. S. Sahu and R. Banchhor, “Fabrication methods used to prepare Al metal matrix composites- A review,” *Int. Res. J. Eng. Technol.*, vol. 03, no. 10, pp. 123–132, 2016.
- [7] P. K. Rohatgi, “Casting ASM Handbook Committee,” vol. 15, pp. 1149–1164, 2008.
- [8] P. D. Srivyas and M. S. Charoo, “Role of Fabrication Route on the Mechanical and Tribological Behavior of Aluminum Metal Matrix Composites - A Review,” *Mater. Today Proc.*, vol. 5, no. 9, pp. 20054–20069, 2018.
- [9] A. Ramanathan, P. K. Krishnan, and R. Muraliraja, “A review on the production of metal matrix composites through stir casting – Furnace

- design, properties, challenges, and research opportunities,” *J. Manuf. Process.*, vol. 42, no. December 2018, pp. 213–245, 2019.
- [10] M. Kumar Sahu and R. Kumar Sahu, “Fabrication of Aluminum Matrix Composites by Stir Casting Technique and Stirring Process Parameters Optimization.,” in *Advanced Casting Technologies*, 2018, pp. 111–123.
- [11] W. S. Ebhota and T.-C. Jen, “Casting and Applications of Functionally Graded Metal Matrix Composites,” in *Advanced Casting Technologies*, 2018, pp. 59–81.
- [12] A. V. Pozdniakov, V. S. Zolotarevskiy, R. Y. Barkov, A. Lotfy, and A. I. Bazlov, “Microstructure and material characterization of 6063/B4C and 1545K/B4C composites produced by two stir casting techniques for nuclear applications,” *J. Alloys Compd.*, vol. 664, no. MMC, pp. 317–320, 2016.
- [13] S. B. Prabu, L. Karunamoorthy, S. Kathiresan, and B. Mohan, “Influence of stirring speed and stirring time on distribution of particles in cast metal matrix composite,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 171, no. 2, pp. 268–273, 2006.
- [14] B. Vijaya Ramnath, C. Elanchezhian, M. Jaivignesh, S. Rajesh, C. Parswajinan, and A. Siddique Ahmed Ghias, “Evaluation of mechanical properties of aluminium alloy-alumina-boron carbide metal matrix composites,” *Mater. Des.*, vol. 58, pp. 332–338, 2014.
- [15] R. A. Kumar, A. Devaraju, and S. Arunkumar, “Experimental Investigation on Mechanical Behaviour and Wear Parameters of TiC and Graphite

- Reinforced Aluminium Hybrid Composites,” *Mater. Today Proc.*, vol. 5, no. 6, pp. 14244–14251, 2018.
- [16] A. Baradeswaran and A. Elaya Perumal, “Influence of B4C on the tribological and mechanical properties of Al 7075-B4C composites,” *Compos. Part B Eng.*, vol. 54, no. 1, pp. 146–152, 2013.
- [17] A. Baradeswaran and A. E. Perumal, “Wear and mechanical characteristics of Al 7075/graphite composites,” *Compos. Part B Eng.*, vol. 56, no. MMC, pp. 472–476, 2014.
- [18] H. R. Ezatpour, S. A. Sajjadi, M. H. Sabzevar, and Y. Huang, “Investigation of microstructure and mechanical properties of Al6061-nanocomposite fabricated by stir casting,” *Mater. Des.*, vol. 55, no. MMC, pp. 921–928, 2014.
- [19] S. Naher, D. Brabazon, and L. Looney, “Development and assessment of a new quick quench stir caster design for the production of metal matrix composites,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 166, no. 3, pp. 430–439, 2005.
- [20] S. Amirkhanlou and B. Niroumand, “Synthesis and characterization of 356-SiCp composites by stir casting and compocasting methods,” *Trans. Nonferrous Met. Soc. China (English Ed.)*, vol. 20, no. SUPPL. 3, pp. 788–793., 2010.
- [21] N. Srivastava and G. P. Chaudhari, “Strengthening in Al alloy nano composites fabricated by ultrasound assisted solidification technique,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 651, no. MMC, pp. 241–247, 2016.

- [22] “Proceso de sinterizado | Proceso de fabricación básico del sinterizado.” [Online]. Available: <https://www.ames-sintering.com/es/proceso-de-sinterizado/>. [Accessed: 15-Jan-2020].
- [23] E. M. Ruiz-Navas, C. Edil da Costa, F. Velasco López, and J. M. Torralba Castelló, “Aleación mecánica: Método de obtención de polvos metálicos y de materiales compuestos,” *Rev. Metal.*, vol. 36, no. 4, pp. 279–286, 2000.
- [24] Y. Yang, Z. M. Lin, and J. T. Li, “Synthesis of SiC by silicon and carbon combustion in air,” *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 29, no. 1, pp. 175–180, 2009.
- [25] A. Mesa Heredia, R. Z. Ortíz, I. A. Moncaleano, and R. Rodríguez Baracaldo, “Proceso de caracterización de polvos para obtener mezclas de hierro e itria mediante pulvimetalurgia,” *Av. Investig. en Ing.*, vol. 13, no. 2, pp. 1–5, 2016.
- [26] J. Woźniak, M. Kostecki, K. Broniszewski, W. Bochniak, and A. Olszyna, “Influence of mixing parameters on homogeneity of Al/SiC composites,” *Arch. Metall. Mater.*, vol. 59, no. 4, pp. 1493–1498, 2014.
- [27] S. Simões, F. Viana, M. A. L. Reis, and M. F. Vieira, “Aluminum and nickel matrix composites reinforced by CNTs: Dispersion/mixture by ultrasonication,” *Metals (Basel)*, vol. 7, no. 7, 2017.
- [28] L. E. G. Cambronero, E. Sánchez, J. M. Ruiz-Roman, and J. M. Ruiz-Prieto, “Mechanical characterisation of AA7015 aluminium alloy reinforced with ceramics,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 143–144, no. 1, pp. 378–383, 2003.

- [29] T. Rajmohan, K. Palanikumar, and S. Arumugam, "Synthesis and characterization of sintered hybrid aluminium matrix composites reinforced with nanocopper oxide particles and microsilicon carbide particles," *Compos. Part B Eng.*, vol. 59, pp. 43–49, 2014.
- [30] A. E. Nassar and E. E. Nassar, "Numerical predictions of the mechanical properties of A356-SiC composites fabricated by powder metallurgy," *Trans. Famena*, vol. 40, no. 4, pp. 83–94, 2016.
- [31] T. G. Durai, K. Das, and S. Das, "Effect of mechanical milling on the corrosion behavior of Al-Zn/Al₂O₃ composite in NaCl solution," *J. Mater. Sci.*, vol. 42, no. 19, pp. 8209–8214, 2007.
- [32] P. Díaz, "Sinterización por Spark Plasma Sintering (SPS) de materiales compuestos para herramientas de corte," Universidad de Oviedo, 2014.
- [33] M. Razavi, A. R. Farajipour, M. Zakeri, M. R. Rahimipour, and A. R. Firouzbakht, "Production of Al₂O₃-SiC nano-composites by spark plasma sintering," *Bol. la Soc. Esp. Ceram. y Vidr.*, vol. 56, no. 4, pp. 186–194, 2017.
- [34] N. Chawla and K. K. Chawla, *Metal matrix composites*. United States of America: Springer, 2006.
- [35] H. O. Pierson, *Handbook of Chemical Vapor Deposition: Principles, Technology and Applications.*, Segunda Ed. Albuquerque, Nuevo México, 1999.
- [36] R. Chaudhari and R. Bauri, "A novel functionally gradient Ti/TiB/TiC hybrid composite with wear resistant surface layer," *J. Alloys Compd.*, vol. 744,

pp. 438–444, 2018.

- [37] A. V. Rane, K. Kanny, V. K. Abitha, and S. Thomas, “Methods for Synthesis of Nanoparticles and Fabrication of Nanocomposites,” in *Synthesis of Inorganic Nanomaterials*, 2018, pp. 121–139.
- [38] S. L. Pramod, S. R. Bakshi, and B. S. Murty, “Aluminum-Based Cast In Situ Composites: A Review,” *J. Mater. Eng. Perform.*, vol. 24, no. 6, pp. 2185–2207, 2015.
- [39] S. C. Tjong, K. F. Tam, and S. Q. Wu, “Thermal cycling characteristics of in-situ Al-based composites prepared by reactive hot pressing,” *Compos. Sci. Technol.*, vol. 63, no. 1, pp. 89–97, 2003.
- [40] B. Basu and K. Balani, *Advanced Structural Ceramics*. Nueva York: Wiley, 2011.
- [41] Barry Carter C. and Grant Norton M., *Ceramic materials*. Springer, 2013.
- [42] S. Lakshmi, L. Lu, and M. Gupta, “In situ preparation of TiB₂ reinforced Al based composites,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 73, no. 1–3, pp. 160–166, 1998.
- [43] Y. Birol, “In situ synthesis of Al-TiCp composites by reacting K₂TiF₆ and particulate graphite in molten aluminium,” *J. Alloys Compd.*, vol. 454, no. 1–2, pp. 110–117, 2008.
- [44] K. Tian, Y. Zhao, L. Jiao, S. Zhang, Z. Zhang, and X. Wu, “Effects of in situ generated ZrB₂ nano-particles on microstructure and tensile properties of 2024Al matrix composites,” *J. Alloys Compd.*, vol. 594, pp. 1–6, 2014.

- [45] Q. Zheng and R. G. Reddy, "Kinetics of In-Situ Formation of AlN in Al Alloy Melts by Bubbling Ammonia Gas," *Metall. Mater. Trans. B Process Metall. Mater. Process. Sci.*, vol. 34, no. 6, pp. 793–804, 2003.
- [46] Q. Zheng and R. G. Reddy, "Mechanism of in situ formation of AlN in Al melt using nitrogen gas," *J. Mater. Sci.*, vol. 39, no. 1, pp. 141–149, 2004.
- [47] P. C. Maity, P. N. Chakraborty, and S. C. Panigrahi, "Al-Al₂O₃ in situ particle composites by reaction of CuO particles in molten pure Al," *Mater. Lett.*, vol. 30, no. 2–3, pp. 147–151, 1997.
- [48] H. Wang, Y. Zhao, G. Li, and Z. Zhang, "Characterization of (Al₂O₃)_p/Al composites in situ synthesized by direct melt reaction method," *Adv. Mater. Res.*, vol. 152–153, pp. 25–28, 2011.
- [49] Y. Kaygisiz and N. Maraşlı, "Microstructural, mechanical and electrical characterization of directionally solidified Al-Si-Mg eutectic alloy," *J. Alloys Compd.*, vol. 618, no. August, pp. 197–203, 2015.
- [50] Q. Qin and W. Li, "The Formation and Characterization of the Primary Mg₂Si Dendritic Phase in Hypereutectic Al-Mg₂Si Alloys," *Mater. Trans.*, vol. 57, no. 2, pp. 85–90, 2016.
- [51] J. Zhang, Z. Fan, Y. Q. Wang, and B. L. Zhou, "Microstructure and mechanical properties of in situ Al-Mg₂Si composites," *Mater. Sci. Technol.*, vol. 16, no. 7–8, pp. 913–918, 2000.
- [52] M. Emamy, H. R. Jafari Nodooshan, and A. Malekan, "The microstructure, hardness and tensile properties of Al-15%Mg₂Si in situ composite with yttrium addition," *Mater. Des.*, vol. 32, no. 8–9, pp. 4559–4566, 2011.

- [53] “Metal Matrix Composite Market | Global Industry Report, 2022.” [Online]. Available: <https://www.grandviewresearch.com/industry-analysis/metal-matrix-composites-mmc-market>. [Accessed: 27-Feb-2020].
- [54] G. view Research, *Metal Matrix Composite (MMC) Market Analysis By Product And Segment Forecasts To 2022*, no. MMC. United States of America: Grand View Research, 2015.
- [55] Y. Zhang, N. Ma, H. Wang, Y. Le, and X. Li, “Damping capacity of in situ TiB₂ particulates reinforced aluminium composites with Ti addition,” *Mater. Des.*, vol. 28, no. 2, pp. 628–632, 2007.
- [56] Y. Zhang, N. Ma, and H. Wang, “Effect of particulate/Al interface on the damping behavior of in situ TiB₂ reinforced aluminium composite,” *Mater. Lett.*, vol. 61, no. 14–15, pp. 3273–3275, 2007.
- [57] V. Mohanavel, K. Rajan, S. Arul, and P. V. Senthil, “Production, Microstructure and Mechanical behavior of AA6351/TiB₂ composite synthesized by direct melt reaction method,” *Mater. Today Proc.*, vol. 4, no. 2, pp. 3315–3324, 2017.
- [58] A. Ramki, K. Brahma Raju, K. Venkatasubbaiah, C. Suresh, and K. E. Jagadish, “Microstructure and hardness characterization behavior of Al-Mg-TiB₂ in-situ composite,” *Int. J. Innov. Technol. Explor. Eng.*, vol. 8, no. 10, pp. 461–466, 2019.
- [59] R. Du, Q. Gao, S. Wu, S. Lü, and X. Zhou, “Influence of TiB₂ particles on aging behavior of in-situ TiB₂/Al-4.5Cu composites,” *Mater. Sci. Eng. A*,

vol. 721, no. February, pp. 244–250, 2018.

- [60] R. Du, D. Yuan, F. Li, D. Zhang, S. Wu, and S. Lü, “Effect of in-situ TiB₂ particles on microstructure and mechanical properties of Mg₂Si/Al composites,” *J. Alloys Compd.*, vol. 776, pp. 536–542, 2019.
- [61] A. Chidambaram, S. Balasivanandha Prabu, and K. A. Padmanabhan, “Microstructure and mechanical properties of AA6061–5wt. %TiB₂ in-situ metal matrix composite subjected to equal channel angular pressing,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 759, no. May, pp. 762–769, 2019.
- [62] A. Mandal, M. Chakraborty, and B. S. Murty, “Ageing behaviour of A356 alloy reinforced with in-situ formed TiB₂ particles,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 489, no. 1–2, pp. 220–226, 2008.
- [63] A. A. Bunaciu, E. gabriela Udriștioiu, and H. Y. Aboul-Enein, “X-Ray Diffraction: Instrumentation and Applications,” *Crit. Rev. Anal. Chem.*, vol. 45, no. 4, pp. 289–299, 2015.
- [64] “Difracción de rayos X en polvo (DRX).” [Online]. Available: https://serc.carleton.edu/research_education/geochemsheets/techniques/XRD.html. [Accessed: 14-Feb-2020].
- [65] Y. Vargas, A. E. Obaya Valdivia, and G. I. Vargas, “Introducción a la caracterización de materiales , nanomateriales y catalizadores.,” *Rev. Digit. Univ.*, vol. 14, no. 5, pp. 1–13, 2013.
- [66] W. von Friedrich, P. Knipping, and M. von Laue, “Interferenz-Erscheinungen bei Röntgenstrahlen,” *Ann. Phys.*, vol. 346, no. 10, pp. 971–988, 1912.

- [67] “Bragg’s Law,” in *SpringerReference*, 2011.
- [68] J. R. Connolly, *Introduction to X-Ray Powder Diffraction*. Springer, 2007.
- [69] B. Stefanov, “Photocatalytic TiO₂ thin films for air cleaning. Effect of facet orientation, chemical functionalization, and reaction conditions.,” Uppsala University, 2015.
- [70] Dr. J. Mauricio Flores-Moreno y Dr. Rigoberto Castro Beltrán, “Microscopia óptica: al pendiente de los detalles,” *Centro de Investigaciones en Óptica (CIO)*. [Online]. Available: <https://centrosconacyt.mx/objeto/microscopia-optica-al-pendiente-de-los-detalles/>. [Accessed: 17-Feb-2020].
- [71] Y. Leng, *Materials Characterization: Introduction to Microscopic and Spectroscopic Methods*, Second Edi. 2013.
- [72] U. de les I. Balears, “Microscopía óptica,” *Universitat de les Illes Balears*, 2020. [Online]. Available: <https://sct.uib.es/Instruments-i-equipos-dels-Serveis-Cientificotecnics/Area-de-microscopia-optica-i-electronica/Microscopia-optica.cid108042>. [Accessed: 17-Feb-2020].
- [73] UNAM, “Microscopía electrónica,” *Revista Digital Universitaria*, 2005. [Online]. Available: <http://www.revista.unam.mx/vol.6/num7/art70/art70-4.htm>. [Accessed: 17-Feb-2020].
- [74] B. J. Inkson, *Scanning Electron Microscopy (SEM) and Transmission Electron Microscopy (TEM) for Materials Characterization*. Elsevier Ltd, 2016.

- [75] “Microscopía Electrónica de Barrido.” [Online]. Available: <http://www.scai.uma.es/areas/micr/sem/sem.html>. [Accessed: 18-Feb-2020].
- [76] “Aluminum 6061-O.” [Online]. Available: <http://matweb.com/search/DataSheet.aspx?MatGUID=626ec8cdca604f1994be4fc2bc6f7f63&ckck=1>. [Accessed: 05-Feb-2020].
- [77] F. Chen, Z. Chen, F. Mao, T. Wang, and Z. Cao, “TiB₂ reinforced aluminum based in situ composites fabricated by stir casting,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 625, pp. 357–368, 2015.
- [78] G. S. V. Kumar, B. S. Murty, and M. Chakraborty, “Settling behaviour of TiAl₃, TiB₂, TiC and AlB₂ particles in liquid Al during grain refinement,” *Int. J. Cast Met. Res.*, vol. 23, no. 4, pp. 193–204, 2010.
- [79] K. Rane and N. Dhokey, “On the Formation and Distribution of In Situ Synthesized TiB₂ Reinforcements in Cast Aluminium Matrix Composites,” *J. Compos. Sci.*, vol. 2, no. 3, p. 52, 2018.
- [80] P. Moldovan *et al.*, “Thermodynamics of interactions in Al-K₂TiF₆-KBF₄ system,” *Rev. Chim.*, vol. 61, no. 9, pp. 828–832, 2010.
- [81] D. V. Dragut, P. Moldovan, and M. Butu, “Thermodynamics and mechanism of metalothermic reduction of molten salts,” *Rev. Chim.*, vol. 63, no. 9, pp. 925–928, 2012.
- [82] G. A. Yakaboylu and E. M. Sabolsky, “Determination of a homogeneity factor for composite materials by a microstructural image analysis method,” *J. Microsc.*, vol. 266, no. 3, pp. 263–272, 2017.

- [83] A. Sharma, “What is Skewness in Statistics? | Statistics for Data Science,” *Analytics Vidhya*, 2020. [Online]. Available: <https://www.analyticsvidhya.com/blog/2020/07/what-is-skewness-statistics/>. [Accessed: 29-Dec-2020].
- [84] E. Mohd Matore and A. Z. Khairani, “The Pattern of Skewness And Kurtosis Using Mean Score And Logit In Measuring Adversity Quotient (AQ) For Normality Testing,” *Int. J. Futur. Gener. Commun. Netw.*, vol. 13, no. 1, pp. 688–702, 2020.



“La disciplina es el puente entre tus metas y tus logros”

Anónimo

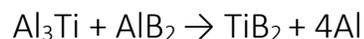
ANEXOS

Anexo A. Ejemplo de cálculo de la cantidad de sales a adicionar para los niveles de refuerzo propuestos.

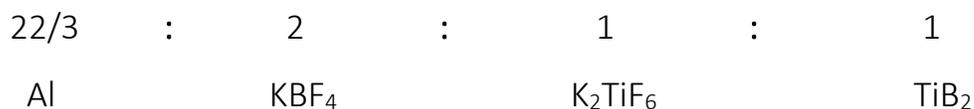
Datos:

- Masa de aleación Al 6061: 238.5 g
- Nivel deseado: 2.5% wt. De TiB₂
- Masa molar de TiB₂: 69.50 g/mol
- Masa molar de KBF₄: 125.86 g/mol
- Masa molar de K₂TiF₆: 239.98 g/mol
- Pureza del reactivo KBF₄: 96%
- Pureza del reactivo K₂TiF₆: 100%

La secuencia de reacciones llevada a cabo para la formación del refuerzo TiB₂ es la siguiente:



Empleando lo anterior se tiene que la estequiometria es:



Obtención mediante regla de tres de la masa de TiB₂ a formar para un nivel del 2.5% wt.:

238.5 g (masa de la matriz) - 97.5 % wt. del compósito

X g - 2.5 % wt. del compósito

X= 6.1154 g de TiB_2 a formar

Mol de TiB_2 a formar

$$6.1154 \text{ g de } \text{TiB}_2 * \frac{1 \text{ mol } \text{TiB}_2}{69.50 \text{ g de } \text{TiB}_2} = 0.08799 \text{ mol de } \text{TiB}_2 \text{ a formar}$$

Por medio de la relación estequiométrica la cantidad de sales a adicionar es

$$0.08799 \text{ mol de } \text{TiB}_2 \text{ a formar} * \frac{1 \text{ mol de } \text{K}_2\text{TiF}_6 \text{ a adicionar}}{1 \text{ mol de } \text{TiB}_2 \text{ a formar}} = 0.08799 \text{ mol de } \text{K}_2\text{TiF}_6 \text{ a adicionar}$$

$$0.08799 \text{ mol de } \text{K}_2\text{TiF}_6 * \frac{239.98 \text{ g } \text{K}_2\text{TiF}_6}{1 \text{ mol } \text{K}_2\text{TiF}_6} = \mathbf{21.12 \text{ g de } \text{K}_2\text{TiF}_6 \text{ a adicionar}}$$

$$0.08799 \text{ mol de } \text{TiB}_2 \text{ a formar} * \frac{2 \text{ mol de } \text{KBF}_4 \text{ a adicionar}}{1 \text{ mol de } \text{TiB}_2 \text{ a formar}} = 0.17590 \text{ mol de } \text{KBF}_4 \text{ a adicionar}$$

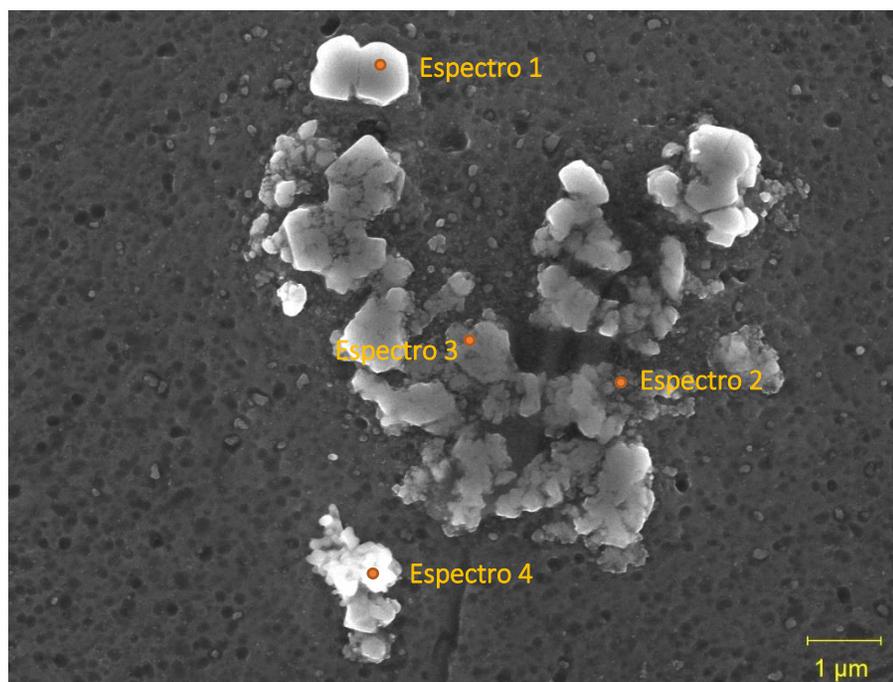
$$0.17590 \text{ mol de } \text{KBF}_4 * \frac{125.86 \text{ g } \text{KBF}_4}{1 \text{ mol } \text{KBF}_4} = 22.15 \text{ g de } \text{KBF}_4 \text{ a adicionar}$$

Considerando el exceso del 20% de KBF_4 para evitar la formación de TiAl_3 y la pureza del reactivo

22.15 g de $\text{KBF}_4 * 1.2 = 26.5790 \text{ g de } \text{KBF}_4 \text{ a adicionar considerando el exceso}$

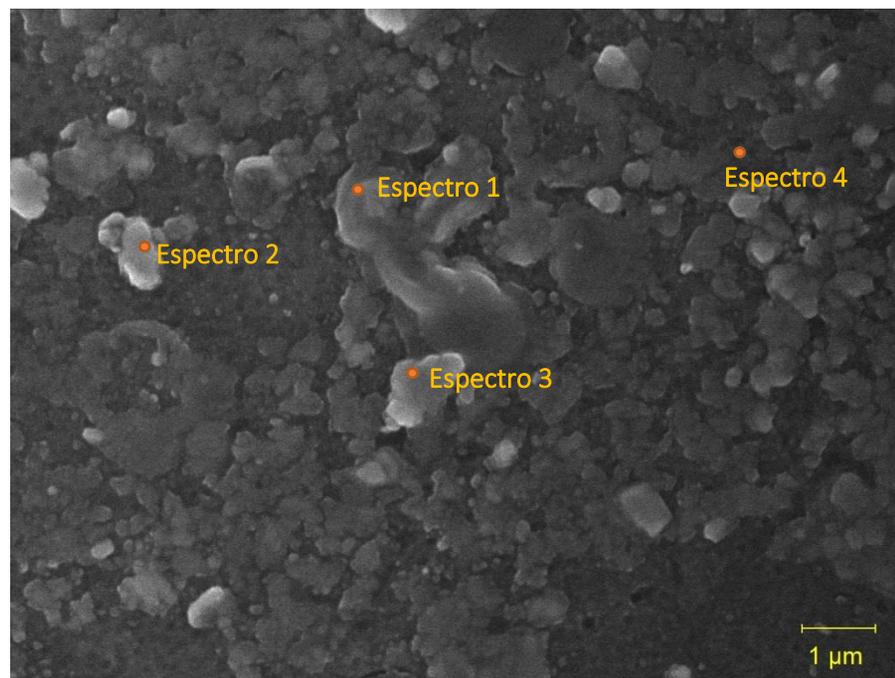
$$26.5790 \text{ g de } \text{KBF}_4 * \frac{100 \text{ g de sal comercial } \text{KBF}_4}{96 \text{ g de } \text{KBF}_4} = \mathbf{27.68 \text{ g de sal comercial } \text{KBF}_4 \text{ a adicionar}}$$

Anexo B. Análisis químicos puntuales complementarios.



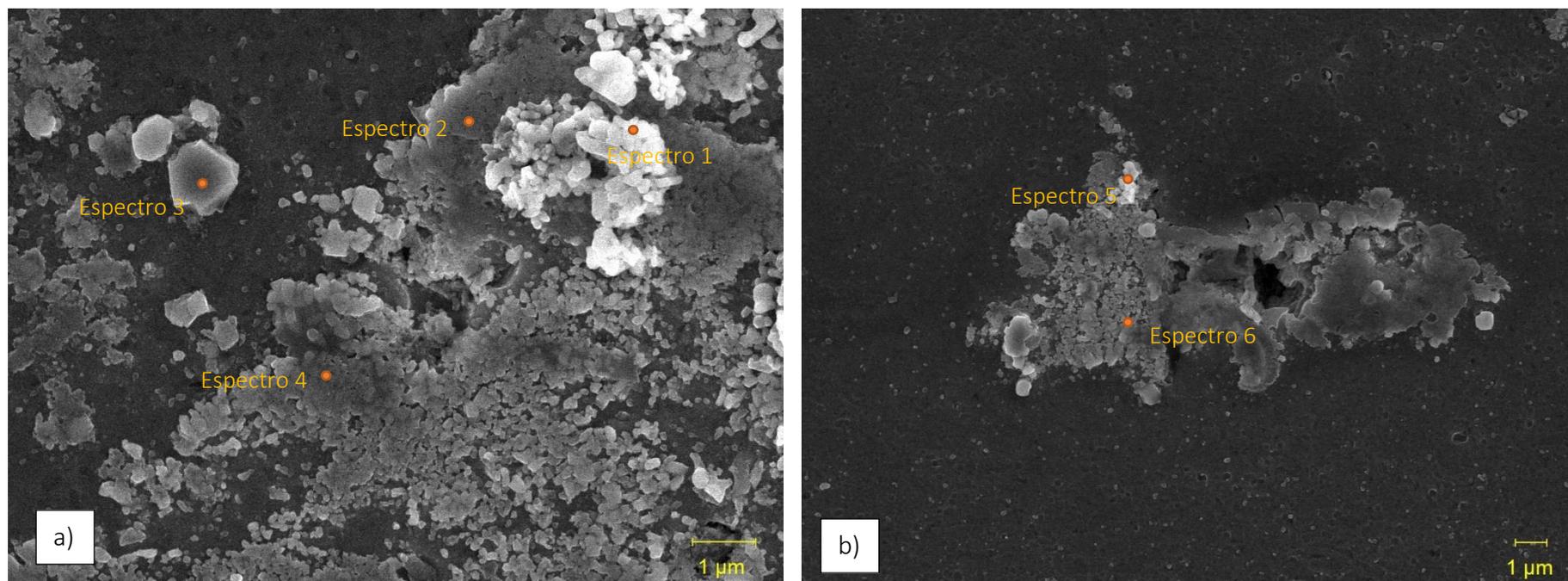
Espectro	Elementos encontrados (% atómico)		
	B	Al	Ti
1	62.54	3.58	3.17
2	64.55	8.22	0.65
3	65.40	8.27	0.27
4	64.78	7.63	0.32

Figura B.1. Análisis Químicos Puntuales hechos en algunas de las partículas formadas en la probeta N1C1T10. Micrografía a 10,000x.



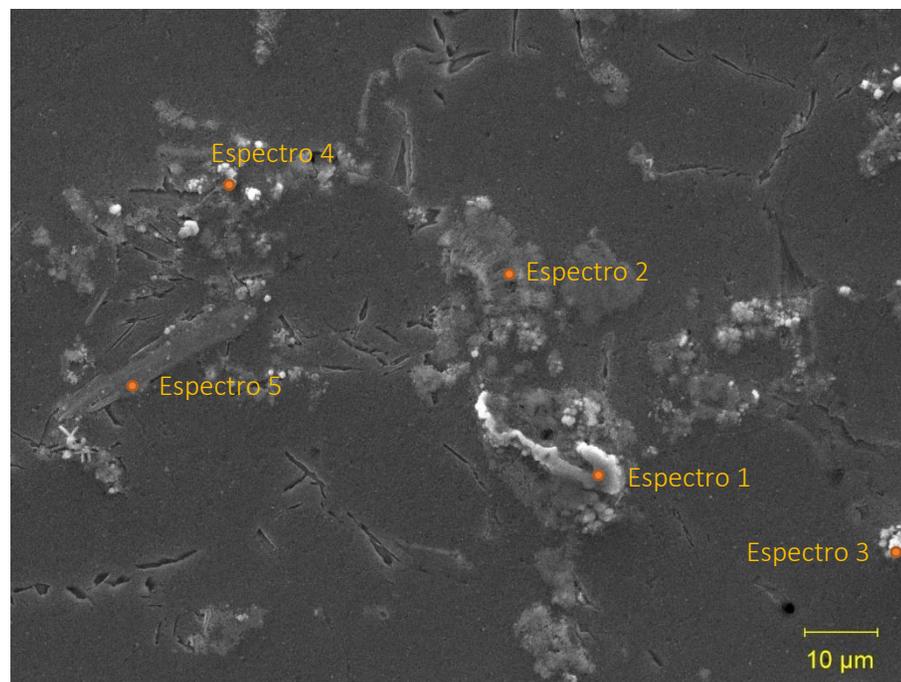
Espectro	Elementos encontrados (% atómico)		
	B	Al	Ti
1	63.38	5.21	3.11
2	63.39	7.15	1.15
3	61.97	3.12	3.06
4	65.40	8.73	0.22

Figura B.2. Análisis Químicos Puntuales hechos en algunas de las partículas formadas en la probeta N1C1T20. Micrografía a 10.000x.



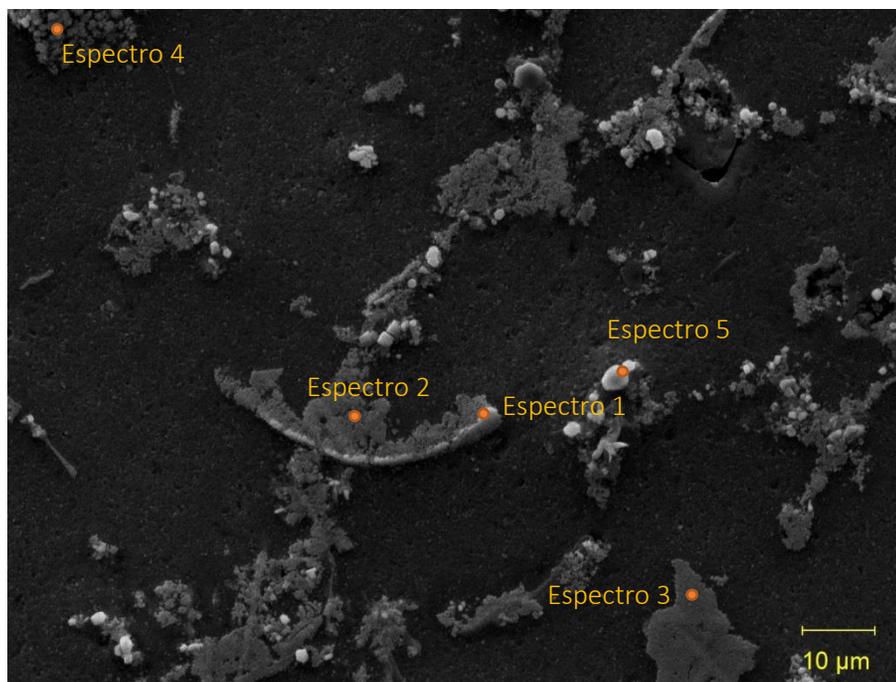
Espectro	Elementos encontrados (% atómico)		
	B	Al	Ti
1	69.35	5.29	0.52
2	59.13	2.57	3.82
3	57.31	1.54	3.12
4	60.70	4.67	3.44
5	65.00	5.77	0.75
6	61.54	4.44	1.93

Figura B.3. Análisis Químicos Puntuales hechos en algunas de las partículas formadas en la probeta N1C1T30. Micrografías a) 10,000x y b) 5,000x.



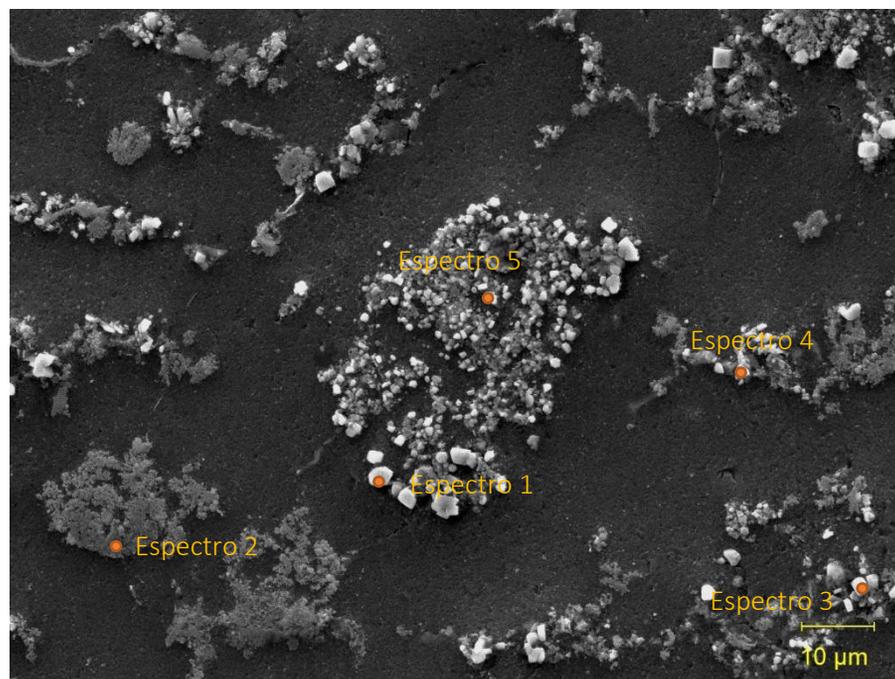
Espectro	Elementos encontrados (% atómico)		
	B	Al	Ti
1	68.99	1.37	2.24
2	71.52	2.59	1.00
3	71.96	2.77	1.13
4	73.07	2.95	0.91
5	71.03	3.40	0.57

Figura B.4. Análisis Químicos Puntuales hechos en algunas de las partículas formadas en la probeta N1C1T60. Micrografía a 1,000x.



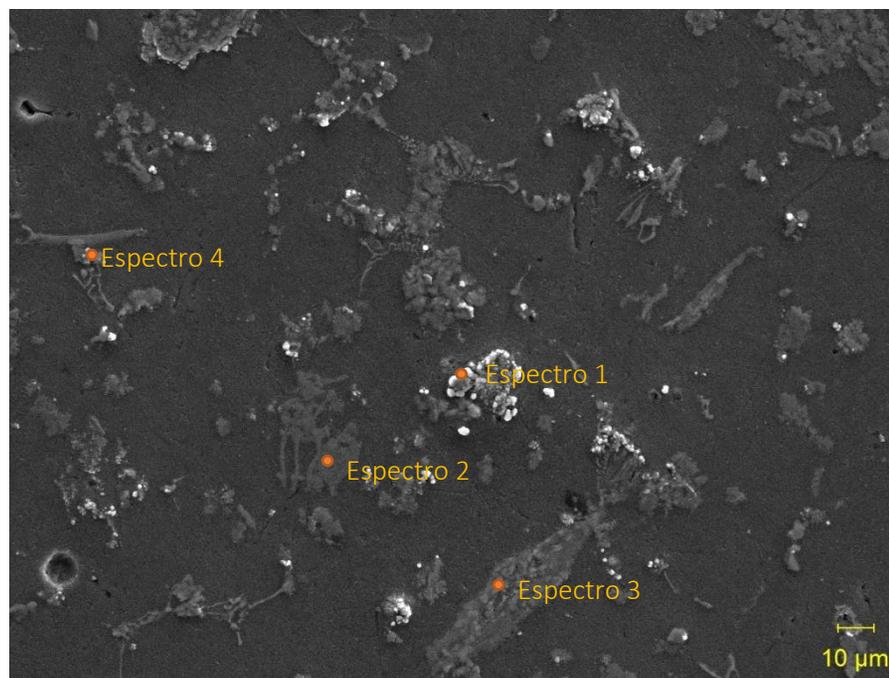
Espectro	Elementos encontrados (% atómico)		
	B	Al	Ti
1	65.91	3.48	1.99
2	---	73.78	13.78
3	---	82.83	14.72
4	64.81	2.65	2.55
5	---	92.97	0.30

Figura B.5. Análisis Químicos Puntuales hechos en algunas de las partículas formadas en la probeta N2C1T30. Micrografía a 1,000x.



Espectro	Elementos encontrados (% atómico)		
	B	Al	Ti
1	93.43	4.00	2.45
2	---	82.89	6.49
3	92.97	2.92	3.71
4	92.97	2.92	3.71
5	93.89	3.67	2.22

Figura B.6. Análisis Químicos Puntuales hechos en algunas de las partículas formadas en la probeta N2C1T50. Micrografía a 1,000x.



Espectro	Elementos encontrados (% atómico)		
	B	Al	Ti
1	91.41	1.06	7.45
2	---	90.20	8.46
3	---	84.48	10.12
4	93.75	4.66	0.28

Figura B.7. Análisis Químicos Puntuales hechos en algunas de las partículas formadas en la probeta N2C1T60. Micrografía a 500x.

Anexo C. Micrografías correspondientes a los compósitos Al 6061/TiB₂ de la corrida 2.

Tabla C.1. Micrografías obtenidas mediante microscopía óptica (MO) del compuesto in-situ Al 6061/TiB₂ fabricado: Nivel 1, Corrida 2.

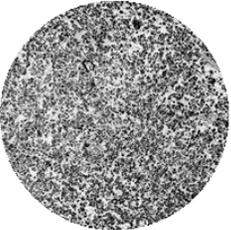
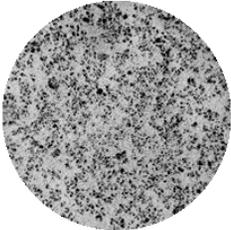
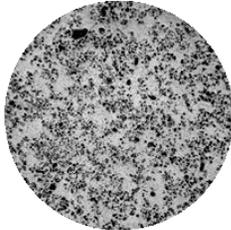
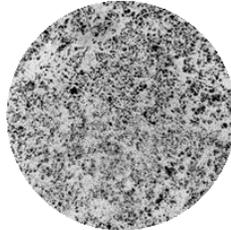
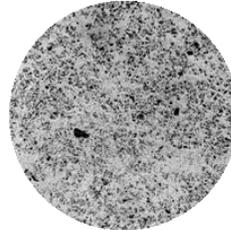
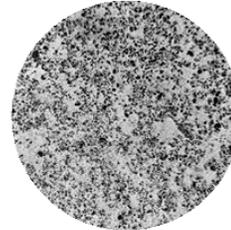
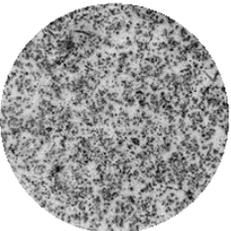
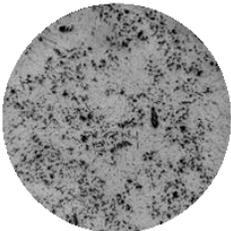
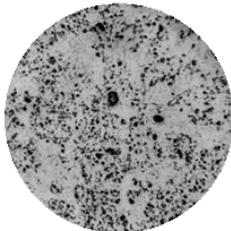
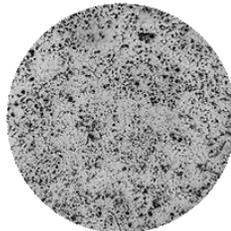
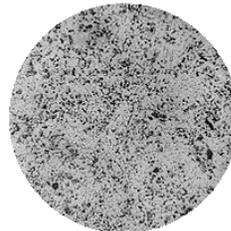
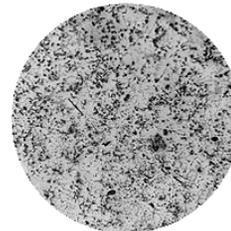
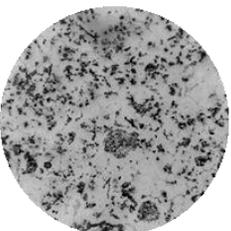
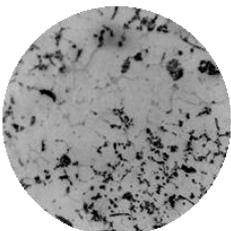
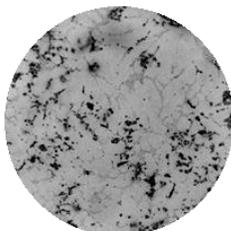
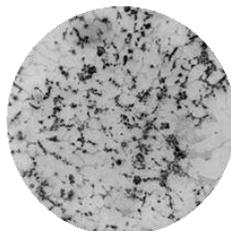
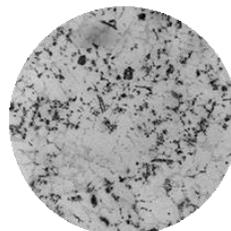
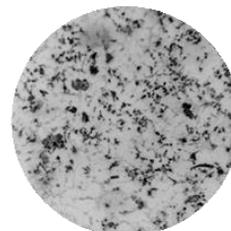
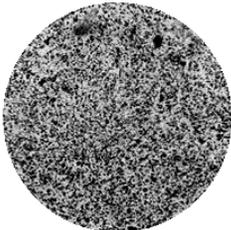
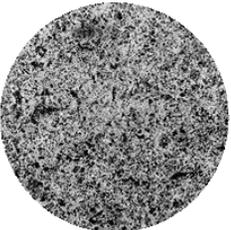
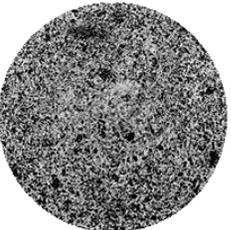
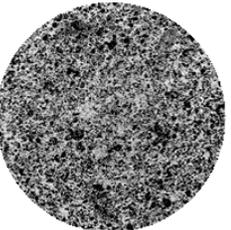
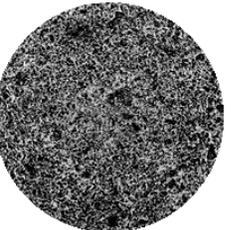
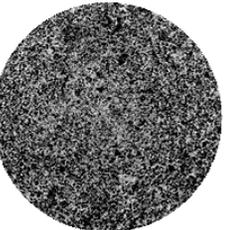
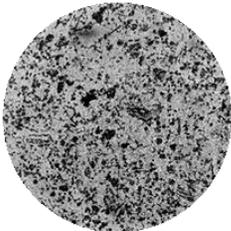
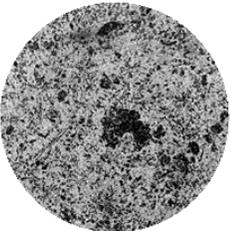
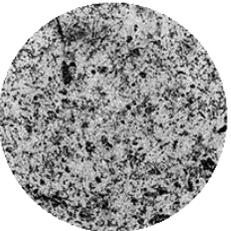
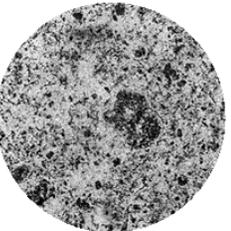
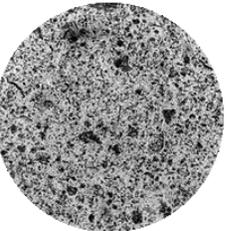
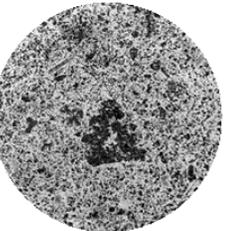
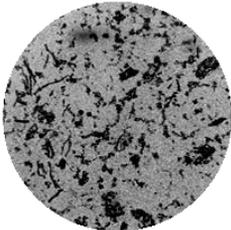
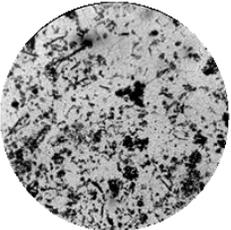
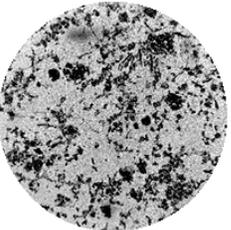
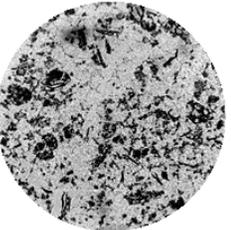
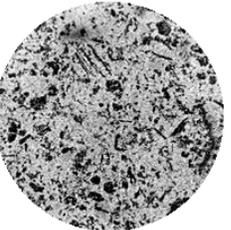
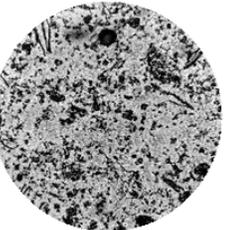
Aumentos	Tiempo de permanencia (min)					
	10	20	30	40	50	60
100x						
200x						
500x						

Tabla C.2. Micrografías obtenidas mediante microscopía óptica (MO) del compuesto in-situ Al 6061/TiB₂ fabricado: Nivel 2, Corrida 2.

Aumentos	Tiempo de permanencia (min)					
	10	20	30	40	50	60
100x						
200x						
500x						

Anexo D. Cálculos para determinar la homogeneidad en la distribución de las partículas y clústeres de refuerzo formados. Obtención del factor β .

Cada probeta fabricada fue dividida en cuatro cuadrantes como se muestra en el esquema de la figura D.1 y se tomaron micrografías en cada uno de ellos. Las imágenes de las micrografías a 500x fueron editadas con la finalidad de realizar el conteo de las partículas y los clústeres de las partículas formados en el software Image Pro Plus.

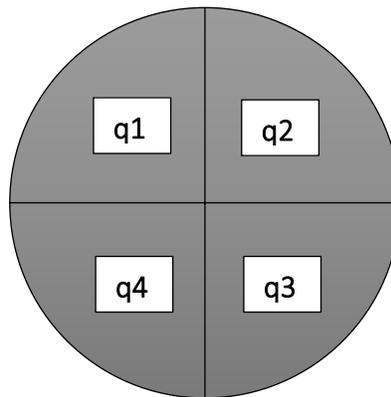


Figura D.1. Esquema de la división de las probetas fabricadas en cuatro cuadrantes (Q) para realizar el conteo de clústeres en el software empleado.

El conteo de las partículas y los clústeres de las partículas se realizó con el software previamente calibrado a 500x y empleando su técnica de conteo automática de objetos oscuros predeterminada; además de aplicar un rango de tamaño en los clústeres contados para evitar la selección de microconstituyentes indeseados. Ejemplo de este procedimiento se muestra en la captura de la figura D.2.

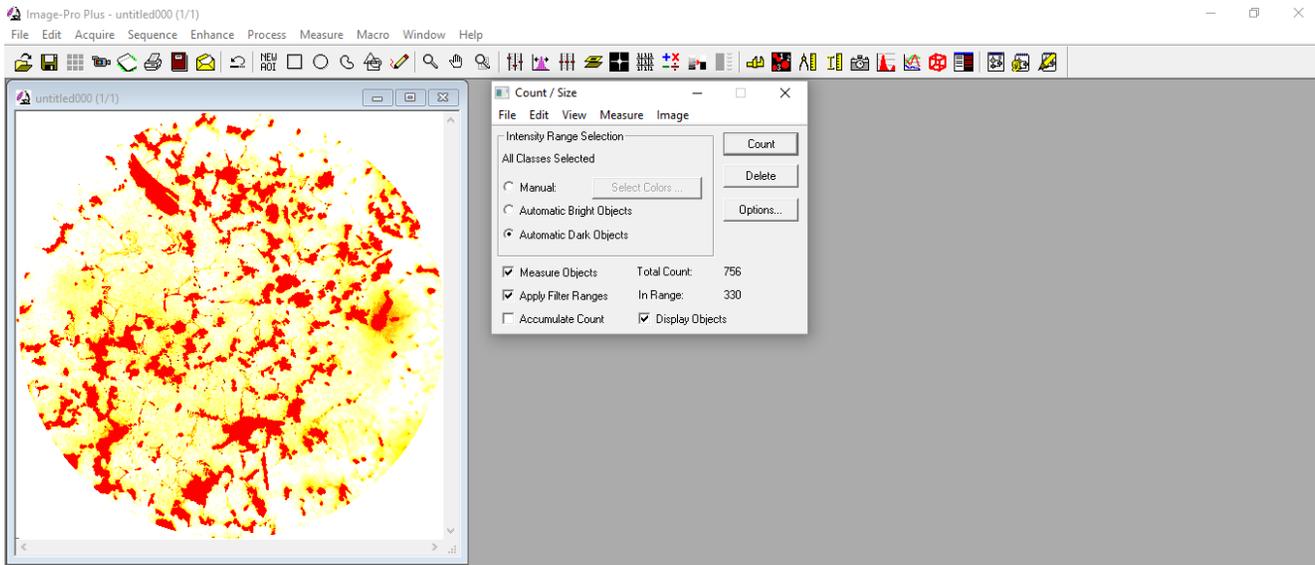


Figura D.2. Ejemplo del procedimiento llevado a cabo para el conteo de las partículas y los clústeres de las partículas en el software Image Pro Plus.

Obtenida la cantidad del conjunto de partículas y clústeres en cada uno de los cuatro cuadrantes de las probetas, se procedió al cálculo del factor de asimetría β con la ecuación que se muestra a continuación:

$$\beta = \frac{q}{(q-1)(q-2)} \sum_{q=1}^4 \left(\frac{N_{qi} - N_{qm}}{\sigma} \right)^3$$

Donde:

- B= Coeficiente de asimetría
- q= Número de cuadrantes totales estudiados
- N_{qi} = Número de partículas y clústeres en el cuadrante “i”
- N_{qm} = Número de partículas y clústeres promedio en los cuatro cuadrantes

$$N_{qm} = \frac{N_{q1} + N_{q2} + N_{q3} + \dots + N_{qn}}{q}$$

- σ = Desviación estándar de la cantidad de partículas y clústeres en los cuatro cuadrantes

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{q=1}^4 (N_{q1} - N_{qm})^2}{q}}$$

Abajo se muestra un ejemplo de la obtención de este factor para la probeta N1C1T60.

Primero es necesario obtener el valor de N_{qm} y σ :

$$N_{qm} = \frac{499 + 411 + 481 + 467}{4} = 464.50$$

σ

$$= \sqrt{\frac{(499 - 464.50)^2 + (411 - 464.50)^2 + (481 - 464.50)^2 + (467 - 464.50)^2}{4}}$$

$$= 32.91$$

Obtenidos estos valores se procede a la obtención de β :

$$\beta = \frac{4}{(4-1)(4-2)} \left[\left(\frac{499 - 464.50}{32.91} \right)^3 + \left(\frac{411 - 464.50}{32.91} \right)^3 + \left(\frac{481 - 464.50}{32.91} \right)^3 + \left(\frac{467 - 464.50}{32.91} \right)^3 \right] = -2.01$$