



**UNIVERSIDAD MICHOACANA DE SAN
NICOLÁS DE HIDALGO**

**INSTITUTO DE INVESTIGACIONES
METALÚRGICAS**



***“SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN TERMOFÍSICA DE MATERIALES
COMPUESTOS DE MATRIZ METÁLICA Mg-AZ91E/AlN”***

Tesis para optar al grado de:

Maestro en Metalurgia y Ciencias de los Materiales

Presenta:

ING. FATIMA PAMELA LARA CASTILLO

Asesor:

PHILOSOPHIA DOCTOR

JOSÉ EGBERTO BEDOLLA BECERRIL

Morelia, Michoacán, México; agosto 2013

DEDICATORIAS

Agradezco a *Dios* por acompañarme y guiarme cada día, por ser mi fortaleza en los momentos más difíciles, por permitirme tener la mejor familia del mundo.

Quiero dedicar el presente trabajo, a las personas más importantes de mi vida, quienes me han acompañado en todo momento a pesar de la distancia. Gracias por su amor, consejos y por brindarme siempre todo su apoyo incondicional:

A mis padres *Alfonso Lara López y Silvia Marcela Castillo Rosales*. Gracias por darme la vida, por los valores que me han inculcado y por apoyarme a seguir mis sueños. Gracias mami por ser mi mejor amiga y aliada...mi ejemplo. ¡Eres la persona más linda de todo el universo!

A la sra. *Silvia Rosales Alvarez*, la mejor abuela y el amor de mi vida. Gracias por ser mi ejemplo de vida a seguir. Agradezco a Dios por tenerte en nuestras vidas.

A los hombres más maravillosos que Dios me permite tener a mi lado, mis hermanos *Alfonso y Alonso*, les agradezco su apoyo y comprensión.

A mis queridas tías Sonia, María Guadalupe, Clara, Karina, Erika y Mónica, gracias por acompañarme en cada etapa de mi vida, por sus oraciones, su confianza y cariño.

A mis tíos...y primos: Adriana, Andrea, Angela, Astrid, Cami, Emilio, Gerardito, Katia, Laurita, Leo, Mauricio, Mia y Ximena.

Con todo mi amor,

Pamela

AGRADECIMIENTOS

Quiero agradecer el apoyo brindado para la realización de este trabajo de investigación a mi asesor:

Dr. José Egberto Bedolla Becerril

A mi mesa sinodal, conformada por: *Dr. Ricardo Estrella Morales, Dr. José Lemus Ruiz, Dr. Carlos León Patiño, Dr. Víctor Hugo López y Dr. Alberto Ruiz Marines*. De antemano gracias por sus aportaciones científicas a ésta investigación.

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT), por el apoyo económico, el cual me fue otorgado mediante la beca 391103.

Al Instituto de Investigaciones Metalúrgicas de la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, por permitirme formar parte del programa de Maestría en Metalurgia y Ciencias de los Materiales.

Al *Dr. Jaime Alvarez Quintana y M.C. Josue Martínez*; así como al CIMAV unidad Monterrey por permitirme desarrollar parte de la experimentación de este trabajo de investigación.

A mis amigos: *Marcela y familia, Griselda, Yesica, Alan, Juanita, Omar, Mely, Chena, Víctor, Manuelito, Gustavo, Lili y Cris*; gracias por su apoyo y paciencia.

A mis compañeros del IIM.

Agradezco a todas aquellas personas que directa o indirectamente contribuyeron al desarrollo de este trabajo de investigación.

ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE GENERAL	i
ÍNDICE DE FIGURAS	iv
ÍNDICE DE TABLAS	vii
RESUMEN	viii
JUSTIFICACIÓN	ix
OBJETIVO GENERAL	x
Objetivos particulares.....	x
HIPÓTESIS	xi
CAPÍTULO I	
INTRODUCCIÓN	1
CAPÍTULO II	
REVISIÓN Y DISCUSIÓN DEL ESTADO DEL ARTE	3
2.1 MATERIALES COMPUESTOS	3
2.1.1 Materiales compuestos de matriz metálica y sus aplicaciones	5
2.1.1.1 Matrices utilizadas en los CMM.....	5
2.1.1.2 Refuerzos	6
2.1.2 Procesamiento de los compuestos de matriz metálica.....	8
2.1.2.1 Infiltración	8
2.1.2.2 Mojabilidad.....	9
2.1.2.3 Interfase	11
2.2 EL MAGNESIO Y SUS ALEACIONES.....	12
2.2.1 Clasificación de las aleaciones de magnesio	12
2.2.2 Aleación de magnesio AZ91E.....	14
2.3 COMPUESTOS DE MATRIZ DE ALEACIONES DE MAGNESIO	14
2.4 NITRURO DE ALUMINIO (AlN)	15
2.5 CONDUCCIÓN DE LOS MATERIALES	19
2.5.1 Mecanismos de transferencia de calor.....	19

2.5.2 Conductividad térmica (CT).....	20
2.5.2.1 Propiedades térmicas de los CMM.....	24
2.6 APLICACIONES ELECTRÓNICAS Y TÉRMICAS	35
CAPÍTULO III	
PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.....	37
3.1 MATERIAS PRIMAS.....	38
3.1.1 Matriz	38
3.1.2 Refuerzo	38
3.2 PROCESAMIENTO DE LOS COMPUESTOS	39
3.2.2 Infiltración	40
3.3 DENSIDAD.....	40
3.4 CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL.....	42
3.4.1 Microscopia Óptica (MO)	42
3.4.2 Microscopia Electrónica de Barrido (MEB).....	42
3.4.3 Difracción de Rayos X (DRX)	43
3.5 CARACTERIZACIÓN MECÁNICA	43
3.5.1 Módulo de elasticidad.....	43
3.5.2 Dureza.....	44
3.6 CARACTERIZACIÓN TÉRMICA Y ELÉCTRICA	44
3.6.1 Conductividad térmica.....	45
3.6.2 Coeficiente de expansión térmica.....	46
3.6.3 Resistividad eléctrica.....	48
CAPÍTULO IV	
ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS	49
4.1 CARACTERIZACIÓN DE LOS MATERIALES PRECURSORES	49
4.1.1 Aleación de magnesio AZ91E.....	49
4.1.2 Nitruro de aluminio	51
4.2 CARACTERIZACIÓN DEL COMPÓSITO Mg-AZ91E/AlN.....	56

4.2.1 Propiedades físicas y mecánicas.....	65
4.2.1.1 Densidad	65
4.2.1.2 Módulo de Young.....	66
4.2.1.3 Dureza.....	69
4.2.2 Caracterización termoeléctrica	70
4.2.2.1 Conductividad Térmica	70
4.2.2.2 Coeficiente de expansión térmica.....	73
4.2.2.3 Resistividad eléctrica.....	76
CAPÍTULO V	
CONCLUSIONES	78
APÉNDICE	79
BIBLIOGRAFÍA	82

ÍNDICE DE FIGURAS

CAPÍTULO II

2.1 Fases presentes en un material compuesto	3
2.2 Clasificación de los materiales compuestos de acuerdo con el tipo de matriz y el tipo de refuerzo que contengan.....	4
2.3 Tipos de infiltración sin presión externa	9
2.4 Distribución de un líquido en equilibrio con un sólido formando un ángulo de contacto.....	10
2.5 Variación de la conducción de AlN en función de la temperatura de sinterización y el contenido de Y_2O_3	17
2.6 Comparación de los valores obtenidos de coeficiente de expansión térmica evaluados experimental y teóricamente de los polvos compactados de AlN/Cu en función del contenido de cobre.....	25
2.7 Conductividad térmica de los polvos compactados de AlN-Cu en función de la temperatura.....	26
2.8 Conductividad térmica del compuesto SiC/AZ91 en función de la temperatura.	27
2.9 Variación de la conductividad térmica de los nanocompuestos Al/AlN con la fracción de volumen del refuerzo.....	28
2.10 Muestra el comportamiento de la conductividad térmica contra la resistividad eléctrica de algunos metales y fibras de carbón a temperatura ambiente.	30
2.11 Micrográficas de MEB de los compósitos Cu- SiC reforzados con diferente contenido y tamaño de partícula de SiC sinterizados a 700°C por 2 h.	32
2.12 Diagrama de la conductividad eléctrica de los compósitos Cu-SiC sinterizados a 700°C por 2 horas en función del tamaño de partícula y del contenido de SiC.	33
2.13 Comparación de la resistividad eléctrica de los compuestos de matriz de cobre reforzados con partículas de grafito, $Zr_2Al_3C_4$, Ti_3AlC_2 y Ti_2SnC	34

CAPÍTULO III

3.1 Diagrama esquemático del desarrollo experimental.....	37
3.2 a) Dado empleado en el prensado uniaxial de los polvos de AlN para obtener las preformas porosas, b) Dimensiones finales de las preformas.....	40
3.3 Muestra la configuración básica y la cámara convencional de vacío para la determinación de la resistencia térmica.....	46
3.4 Configuración del método de cuatro puntas para la determinación de la resistencia eléctrica.....	48

CAPÍTULO IV

4.1 Fases principales encontradas en la aleación Mg-AZ91E, a) imagen de electrones secundarios por MEB; b) difractograma de rayos-x de la aleación.....	50
4.2 Micrografías de los polvos de AlN empleados en la fabricación de los compuestos AZ91E/AlN, a) tamaño $D_{50}= 3\mu\text{m}$, b) tamaño $D_{50}= 9\mu\text{m}$ y c) tamaño $D_{50}= 17\mu\text{m}$	52
4.3 Micrografías de los polvos de AlN $D_{50}= 17\mu\text{m}$	53
4.4 Patrón de difracción de polvos de AlN.....	53
4.5 Histograma de frecuencia de la distribución de tamaños de partículas de AlN.	55
4.6 Histograma de la distribución acumulativo de tamaños de partículas de AlN.....	55
4.7 Microestructura de los compósitos Mg-AZ91E/ AlN a) refuerzo AlN de $3\mu\text{m}$, b) refuerzo AlN de $9\mu\text{m}$ y c) refuerzo AlN de $17\mu\text{m}$ mediante microscopía óptica a 100x.	57
4.8 Microestructura obtenida mediante MEB de los compósitos Mg-AZ91E/AlN, a) con refuerzo AlN de $3\mu\text{m}$, b) con refuerzo AlN de $9\mu\text{m}$ y a) con refuerzo AlN de $17\mu\text{m}$	59
4.9 Mapeo del compósito Mg-AZ91E/AlN $_{17\mu\text{m}}$, a) zona de análisis, b) mapeo de Mg, c) mapeo de Al y d) mapeo de N.....	60
4.10 Imagen de electrones retrodispersados por MEB de los compósitos Mg-AZ91E/AlN, a) y b) con refuerzo de $3\mu\text{m}$; c) y d) con refuerzo de $9\mu\text{m}$ y e) con refuerzo de $9\mu\text{m}$	62
4.11 Mapeo del compósito Mg-AZ91E/AlN $_{17\mu\text{m}}$, a) distribución de elementos, b) mapeo del Al c) mapeo del Mn, d) mapeo del Fe y e) mapeo del Si.	63

4.12 Difractograma de rayos x de los compósitos de Mg-AZ91E/AlN.	64
4.13 Comparación de los módulos de Young para los compósitos y la aleación monolítica....	67
4.14 Comparación del módulo de elasticidad de los materiales compuestos Mg-AZ91E/AlN calculados mediante modelos teóricos y los valores obtenidos experimentalmente.....	68
4.15 Dureza de los compósitos Mg-AZ91E/AlN y de la aleación Mg-AZ91E.....	69
4.16 Cambio dimensional vs temperatura para los compósitos Mg-AZ91E/AlN, a) 25-400°C, b) 80-180°C, c) 180-280°C y d) 280-380°C.....	74
4.17 Comparación del CET determinado experimentalmente en los compósitos Mg-AZ91E/AlN con los valores calculados analíticamente mediante el modelo de Turner y el modelo de la regla de las mezclas.	76

ÍNDICE DE TABLAS

CAPÍTULO II

2.1 Propiedades del aluminio, magnesio y titanio	6
2.2 Simbología empleada para aleantes en aleaciones base magnesio (ASTM)	13
2.3 Propiedades físicas de la aleación AZ91E a 20°C.....	14
2.4 Propiedades de los cerámicos AlN y BeO.....	18
2.5 Valores de la conductividad térmica a la temperatura ambiente de materiales seleccionados'	23
2.6 Conductividad térmica de los compósitos AlN-40%Cu, AlN-60% Cu y AlN-80% Cu evaluados a 25°C, 200°C y 450°C ^[52]	25

CAPÍTULO III

3.1 Composición de la aleación de Mg AZ91E (% en peso).....	38
3.2 Especificaciones del nitruro de aluminio.....	39

CAPÍTULO IV

4.1 Análisis de composición química de la figura 4.11, punto 2 de los compósitos Mg-AZ91E/AlN.	64
4.2 Densidad de los compósitos Mg-AZ91E/AlN.....	65
4.3 Módulos de elásticos de algunos compuestos reportados en la literatura	67
4.4 Conductividad térmica de los compósitos Mg-AZ91E/AlN.	71
4.5 Coeficiente de expansión térmica de los compósitos Mg-AZ91E/AlN obtenidos experimentalmente a diferentes rangos de temperatura.	75
4.6 Resistividad eléctrica de los compósitos Mg-AZ91E/AlN con diferente tamaño de partícula de AlN.....	77
A.1 Valores y constantes elásticas y coeficiente de expansión térmica para el Mg-AZ91E y AlN.	81

RESUMEN

El presente trabajo de investigación comprende la síntesis de compósitos de matriz metálica Mg-AZ91E/AlN mediante la técnica de infiltración capilar a una temperatura de 850°C. En la fabricación de los compósitos se empleó como matriz una aleación comercial de magnesio AZ91E y como refuerzo tres diferentes muestras de polvos de AlN con tamaño de partícula 3, 9 y 17µm. El nitruro de aluminio contenido en los compósitos fue de ~50% volumen; los compósitos fueron diseñados con alto contenido cerámico con la finalidad de controlar la dilatación térmica y obtener buena conductividad térmica de los compósitos, características requeridas en las aplicaciones propuestas para estos materiales.

En general, la caracterización microestructural, efectuada por estudios de microscopía electrónica de barrido, indica que el refuerzo AlN se encuentra homogéneamente distribuido en la matriz de magnesio AZ91E; estudios por difracción de rayos-X indicaron que no existe la presencia de posibles productos de reacción interfacial en el compósito Mg-AZ91E/AlN. La caracterización mecánica consistió en determinar el módulo elástico y dureza de los diferentes compósitos. La dureza máxima de 261 HV se observó en el compósito AZ91E/AlN producido con partículas de 9 µm, así como un máximo de módulo elástico de 123 GPa. Los valores de conductividad térmica resultantes indican que el compósito Mg-AZ91E/AlN_{17µm} (33.50 W/mK) presenta un incremento marginal respecto de los compósitos Mg-AZ91E/AlN_{3µm} (32.87 W/mK) y Mg-AZ91E/AlN_{9µm} (30.46 W/mK). Ensayos de dilatometría indican que la expansión térmica de los compósitos en el rango de temperatura de 180 a 280 °C son 10.11×10^{-6} , 9.87×10^{-6} y $9.01 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$. Los valores de CT aunados con los valores de coeficiente de expansión térmica para los compósitos Mg-AZ91E/AlN con tamaño de partícula, 3, 9 y 17 µm, respectivamente, abren la posibilidad de que los materiales compósitos Mg-AZ91E sean buenos candidatos para aplicaciones de empaquetamiento eléctrico.

JUSTIFICACIÓN

El desarrollo de los materiales compósitos de matriz metálica aplicados en el sector electrónico trae consigo la necesidad de disipar calor durante la operación de dispositivos electrónicos, por tal motivo se requiere de fabricar materiales con buenas propiedades de conductividad térmica y moderado coeficiente de expansión térmico, combinado con características mecánicas de rigidez.

El presente trabajo investiga la posibilidad de emplear la aleación de magnesio AZ91E como matriz de compósitos con aplicaciones de remoción de calor. La ventaja principal de esta aleación es su baja densidad, que eleva las propiedades específicas del material, además que puede resultar químicamente estable bajo las condiciones de trabajo habituales en dispositivos electrónicos. Para ello, es importante caracterizar sus propiedades termofísicas, con la finalidad es hacer un compósito eficiente en la extracción de calor, que al ser implementado en dispositivos electrónicos incremente el rendimiento y la vida útil del componente.

OBJETIVO GENERAL

Estudiar las propiedades termofísicas de compósitos AZ91E/AlN preparados por infiltración capilar cuando se adicionan diferentes tamaños de partículas del refuerzo AlN, manteniendo constante el volumen de fase cerámica en ellos, y la relación que guarda la microestructura con las propiedades estudiadas.

Objetivos particulares

- Fabricar por infiltración capilar compósitos de matriz metálica de aleación de magnesio AZ91E con tres diferentes tamaños de refuerzo de AlN (3, 9 y 17 μ m) con un mínimo de porosidad residual.
- Caracterizar microestructuralmente los compósitos fabricados mediante técnicas de microscopía óptica y electrónica de barrido, así como por difracción de rayos x.
- Determinar las propiedades mecánicas de dureza y módulo de elasticidad, así como la conductividad térmica y coeficiente de expansión térmica de los compósitos Mg-AZ91E/AlN y su relación con la microestructura.

HIPÓTESIS

Combinando la matriz de magnesio AZ91E con las características de bajo CET y buena conductividad térmica del relleno de AlN, puede llevarse a la obtención de compósitos con propiedades termofísicas requeridas para las aplicaciones de empaquetamiento electrónico y disipación de calor en dispositivos electrónicos.

Empleando polvos de AlN de diferente tamaño de partícula es posible variar la conectividad de la matriz y por consiguiente un incremento de la conductividad térmica y eléctrica de estos compósitos.

CAPÍTULO I

INTRODUCCIÓN

El desarrollo de materiales compuestos de matriz metálica (CMM) se ha aplicado en la industria automotriz, aeroespacial, eléctrica y electrónica, debido a que ofrecen mejores características físicas y mecánicas respecto de los materiales en estado monolítico. Para el caso de las aplicaciones funcionales en el sector eléctrico y electrónico, el diseño de propiedades termomecánicas y termofísicas con una máxima transferencia de calor, combinada con una mínima distorsión térmica es la clave para que estos materiales sean los candidatos ideales. Los materiales usados en componentes electrónicos, proveen protección de los efectos ambientales hostiles y disipan los excesos de calor generados, por lo que deben presentar buenas propiedades mecánicas, físicas y térmicas, entre las cuales se incluye: una alta rigidez, una buena conductividad térmica (CT), bajo coeficiente de expansión térmica (CET) y baja densidad. Por otro lado, las propiedades de los compuestos metal/cerámico están determinadas por las propiedades de la matriz y del refuerzo, la morfología y distribución de la fase reforzante ^[1-4].

Existe una gran variedad de procesos orientados a la manufactura de CMM, algunas incluyen dispersión en fase líquida, metalurgia de polvos e infiltración. Sin embargo, los métodos de procesamiento más usados en el sector electrónico son las técnicas en estado líquido. Tomando en cuenta las diversas técnicas para la fabricación de CMM en estado líquido, la infiltración espontánea o también llamada infiltración por capilaridad sin presión externa ofrece la ventaja de producir compuestos de formas complejas con altos contenidos de refuerzo, baja porosidad residual y bajo costo. El principio de esta técnica consiste en introducir el metal líquido dentro de un preformado poroso por capilaridad, donde un factor importante es la mojabilidad existente entre el cerámico y el metal líquido ^[5,6].

Debido al potencial en varias aplicaciones electrónicas y a sus propiedades únicas de conductividad térmica alta, módulo específico elevado y coeficiente de expansión térmico bajo, se ha empleado como material de refuerzo partículas de diferentes tamaños de nitruro de aluminio (AlN) para la fabricación de los compósitos Mg-AZ91E/AlN. Por otro lado, el interés en la aplicación de las aleaciones de magnesio como matrices en la fabricación de

materiales compuestos está en constante crecimiento ya que entre algunas ventajas que éstas presentan están la baja densidad, resistencia elevada a la tensión y corrosión, siendo esta última la principal característica de la aleación AZ91E^[7-10].

El presente trabajo se enfoca en el estudio de la síntesis de los compósitos Mg-AZ91E/AlN obtenidos mediante la técnica de infiltración espontánea, así como en la caracterización microestructural, mecánica y termo-eléctrica de los compósitos.

CAPÍTULO II

REVISIÓN Y DISCUSIÓN DEL ESTADO DEL ARTE

2.1 MATERIALES COMPUESTOS

Un material compuesto es un sistema de materiales constituidos por una combinación de dos o más micro o macroconstituyentes que difieren en forma y composición química y son insolubles entre sí. Al combinarse proporcionarán propiedades que no se pueden obtener con cualquiera de las fases individuales ^[1,11]. El material compuesto está formado por una fase discontinua llamada refuerzo, generalmente, con alta dureza y módulo de elasticidad altos, y por una fase continua o matriz, responsable de la resistencia térmica y ambiental del material, que engloba al refuerzo y hace del material una estructura monolítica, al producto de interacción química u otros efectos de procesamiento existente entre el refuerzo y la matriz se le llama interfase ^[12].

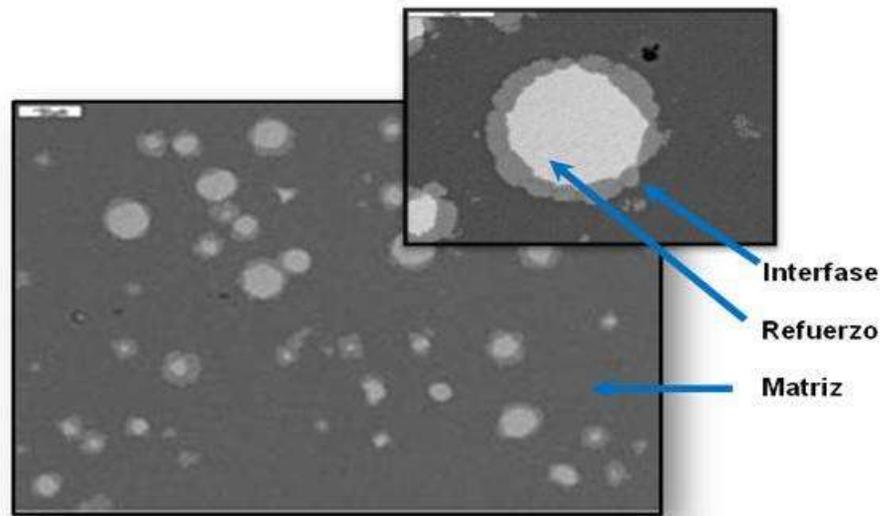


Figura 2.1 Fases presentes en un material compuesto ^[13].

Estos materiales se seleccionan para proporcionar combinaciones de propiedades poco usuales de rigidez, peso, resistencia, resistencia a corrosión, a altas temperaturas, dureza o conductividad. Los materiales compuestos pueden ser de metal-metal, metal- cerámica, metal-polímero, cerámica-cerámica o polímero-polímero ^[14].

Algunos factores importantes para la fabricación de compuestos son:

- Propiedades de los componentes elegidos (matriz y refuerzo)
- Contenido del refuerzo
- Orientación del refuerzo
- Método de producción del material compuesto



Figura 2.2 Clasificación de los materiales compuestos de acuerdo con el tipo de matriz y el tipo de refuerzo que contengan ^[1].

2.1.1 Materiales compuestos de matriz metálica y sus aplicaciones

Los materiales compuestos de matriz metálica (CMM) destinados para el caso de las aplicaciones en el sector eléctrico y electrónico, el diseño de propiedades termomecánicas y termofísicas con una máxima transferencia de calor, combinada con una mínima distorsión térmica es la clave para que estos materiales sean los candidatos ideales ^[2].

2.1.1.1 Matrices utilizadas en los CMM

Es prácticamente imposible nombrar todos los metales o aleaciones que se emplean en la fabricación de CMM, así que los materiales más comúnmente empleadas en materiales compuestos de matriz metálica son las aleaciones ligeras de Al, Ti y Mg. Siendo el aluminio el de mayor consumo debido a su bajo costo, buenas propiedades mecánicas y bajo punto de fusión, lo que facilita su fabricación por métodos que involucran fundición. Sin embargo, el rápido avance en el desarrollo tecnológico requiere la exploración de nuevos sistemas, lo cual se ve reflejado en el creciente interés y el uso del magnesio y sus aleaciones como matriz en CMM.

Algunas ventajas del magnesio y sus aleaciones para usarse como matriz en materiales compuestos son al igual que el aluminio su bajo punto de fusión, su baja densidad, buena maquinabilidad, estabilidad dimensional y bajo rendimiento de energía para su procesamiento ^[15]. En la tabla 2.1 se muestran algunas propiedades relativas entre distintos metales ligeros empleados habitualmente como matrices en CMM .

Tabla 2.1 Propiedades del aluminio, magnesio y titanio ^[16].

Propiedades	Materiales		
	Aluminio	Magnesio	Titanio
Punto de fusión (°C)	660	650	1660
Densidad (g/cm ³)	2.7	1.7	4.5
Conductividad eléctrica (%IACS)	64	38	4
Resistividad Eléctrica (x10 ⁻⁸ Ωm)	2.67	4.2	42
Conductividad térmica (W/Km)	237	156	21.9
Dureza (HV)	Duro= 21 Blando= 35-48	Duro= 30-35 Blando= 35-40	Recocido=60
Modulo elástico (GPa)	70.6	44.7	120.2

2.1.1.2 Refuerzos

Los tipos de refuerzo se pueden clasificar en tres categorías: fibras, whiskers y partículas. Con el uso de fibras continuas, reforzando en la dirección del esfuerzo aplicado, se puede obtener una mejora en las propiedades mecánicas.

En el caso de las fibras metálicas, los problemas de ataque químico por parte de la matriz, los posibles cambios estructurales con la temperatura, la posible disolución de la fibra en la matriz y la fácil oxidación de las fibras de metales refractarios (W, Mo, Nb), hacen que éste tipo de fibras sean poco empleadas. Esto ha dado pie al enorme desarrollo de las fibras cerámicas, siendo las más empleadas como refuerzo las de B, Al₂O₃ y SiC, y que entre sus numerosas ventajas se cuentan: no se disuelven en la matriz, mantienen su resistencia a altas temperaturas, tienen alto módulo de elasticidad, no se oxidan y tienen baja densidad ^[17].

Las fibras discontinuas utilizadas normalmente en la producción de CMM son comercializadas en diferentes diámetros (entre 3 y 5 µm). El uso de éste tipo de fibras conduce a propiedades inferiores que las fibras continuas por lo que su costo se reduce. Los whiskers tienen diámetros menores a 1 µm y pueden tener una longitud de hasta 100 µm, por lo que pueden considerarse como refuerzos discontinuos. Los principales tipos de whiskers disponibles en el mercado son los de SiC y Si₃N₄ ^[17,18].

Las partículas como material reforzante son de mayor aplicación en los CMM, ya que asocian menores costos y permiten obtener una mayor isotropía de propiedades en el compuesto final. Sin embargo se debe tener un estricto control del tamaño y la pureza de las partículas utilizadas. Los refuerzos típicos de mayor uso en forma de partícula son los carburos (TiC, B₄C), los óxidos (Si₂O, TiO₂, ZrO₂, MgO), la mica y el nitruro de silicio (Si₃N₄). En los últimos años se han empezado a utilizar partículas de refuerzo de compuestos intermetálicos, principalmente de los sistemas Ni-Al y Fe-Al ^[19].

El uso de partículas cerámicas como refuerzo en los compuestos de matriz de magnesio ha sido más ampliamente investigado. Algunas de las propiedades que incluyen estos refuerzos son: baja densidad y altos niveles de dureza, tracción, módulo elástico y estabilidad térmica. Sin embargo también existen algunas limitaciones, como la baja mojabilidad, baja ductilidad y baja compatibilidad con la matriz de magnesio.

Entre los refuerzos más usados en compuestos de matriz base magnesio destaca el SiC, debido a su alta mojabilidad y buena estabilidad. Debido a que la forma es un factor que afecta el efecto del refuerzo, en un compuesto de matriz de magnesio comúnmente se usan fibras cortas/whisker, o partículas, o una mezcla de ambos refuerzos. Las aleaciones de magnesio reforzadas con fibras cortas/whisker usualmente muestran mejores propiedades mecánicas que las reforzadas con partículas, aunque presentan un cierto grado de comportamiento anisotrópico ^[20].

Debido a que los sólidos metálicos, generalmente tienen mejor mojabilidad en metales en comparación con los polvos cerámicos ^[21], el refuerzo de matriz de magnesio con partículas intermetálicas es recientemente estudiado, algunos de los elementos principales en estos polvos son el Cu, Ni y Ti cuyos diámetros van del orden micrométrico. Estos refuerzos se han utilizado debido a sus altos puntos de fusión y baja solubilidad en el magnesio. Las ventajas de los refuerzos metálicos se encuentran en su elevada ductilidad y alta permeabilidad, en comparación con los refuerzos cerámicos; además su resistencia y módulo elástico en comparación con la matriz. Una preocupación importante es que estos compuestos presentan

una alta densidad, lo cual puede causar dificultades de mezclado durante el proceso, por esta razón se debe tener control del diseño para minimizar la segregación de esfuerzos ^[22]. Recientemente se han propuesto el desarrollo de partículas intermetálicas de Al₃Ni y Al₃Fe y otros aluminuros con metales de transición para compuestos de metales ligeros, donde los beneficios serían similares a los de compuestos reforzados con partículas metálicas pero con una densidad más baja, sin embargo, la formación de éstos intermetálicos por la técnica de in-situ aún no está bien estudiada ^[23].

2.1.2 Procesamiento de los compuestos de matriz metálica

Para la fabricación de los CMM se han desarrollado una variedad de procesos. Las técnicas de producción se clasifican básicamente en cuatro tipos según el estado de la matriz durante el proceso: en estado líquido (fundición, infiltración), en estado sólido (pulvimetalurgia (PM), Sinterización, prensado en caliente), en estado semisólido (compocasting) y gaseoso (deposición de vapor y atomización, electrodeposición), éste último de poca difusión, pero bastante utilizado en la obtención de CMM para el sector electrónico. Se ha comprobado que según la ruta de procesamiento, los CMM tienden a poseer propiedades diferenciales. Para las rutas de mayor porcentaje de utilización, se tienen las técnicas en estado líquido, donde la aleación en estado líquido entra en contacto directo con el material reforzante o se realiza una infiltración de preformas ^[24].

2.1.2.1 Infiltración

La técnica de procesamiento de infiltración implica sostener un cuerpo poroso de la fase de refuerzo llamado preformado dentro de un molde e infiltrarlo con metal fundido que fluye a través de los intersticios para llenar los poros y así producir el compuesto. El uso de preformas cerámicas ofrece una valiosa flexibilidad en cuanto a la forma y a las operaciones del acabado de la pieza final. Los principales parámetros en procesos de infiltración son la composición

inicial, morfología, fracción y temperatura del refuerzo, así como la composición inicial, la mojabilidad y la temperatura del metal a infiltrar.

La fuerza motriz para llevar a cabo la infiltración de un metal líquido dentro de una preforma puede ser por aplicación de fuerzas externas (asistida por presión o vacío) o por el fenómeno de capilaridad.

La infiltración espontánea o por capilaridad sin el uso de fuerza externa de preformas cerámicas es una técnica atractiva para la fabricación de materiales compuestos debido a que permite manufacturar materiales con alto contenido cerámico [18,25]. La figura 2.2 muestra las diversas posiciones de la preforma durante el método de infiltración por capilaridad sin presión externa.

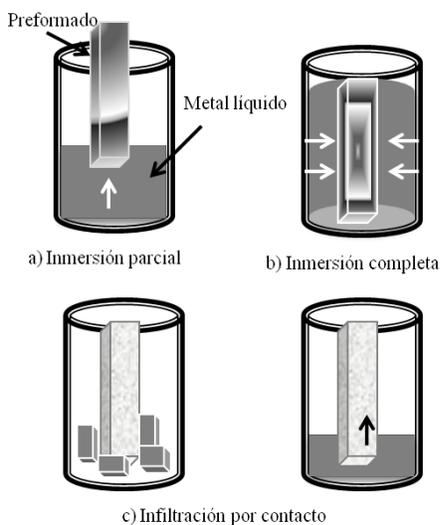


Figura 2.3 Tipos de infiltración sin presión externa [1].

2.1.2.2 Mojabilidad

La mojabilidad entre los metales y los cerámicos es un fenómeno muy importante para una gran gama de aplicaciones industriales relacionadas con la fabricación de compósitos metal-cerámico y uniones metal-cerámico.

La mojabilidad es un término comúnmente utilizado para describir la distribución de un líquido sobre un sólido, donde las moléculas de un líquido se atraen mutuamente por medio de fuerzas electroquímicas que operan a corta distancia, conocidas con el nombre de atracción molecular y que dan lugar a los fenómenos de cohesión y adhesión. Se dice que un líquido moja a un sólido cuando el ángulo de contacto (también llamado ángulo de mojado) entre la gota del líquido y el sólido es menor de 90° , figura 2.4. Cuando esto sucede, las fuerzas de adhesión son mayores que las fuerzas de cohesión, entonces se desarrolla una presión capilar que provoca que el metal líquido ascienda o se introduzca espontáneamente por las cadenas de poros interconectados del preformado poroso.

Esta propiedad es función de la viscosidad y de la tensión superficial, es decir, la viscosidad de la matriz no debe ser demasiado alta, en dicho caso el mojado implica una disminución en la energía libre del sistema ^[26].

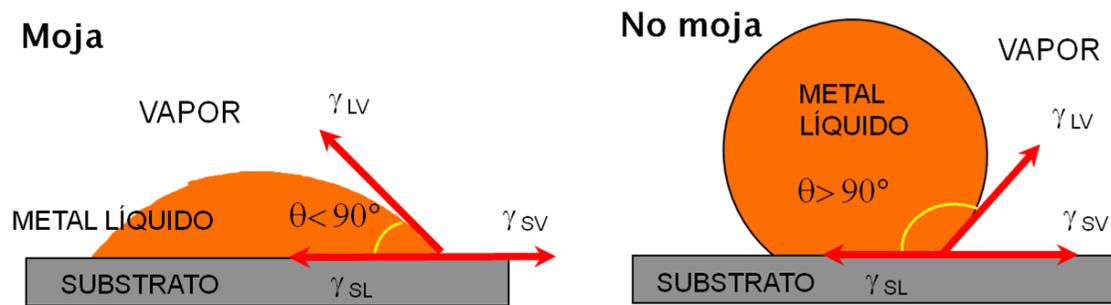


Figura 2.4 Distribución de un líquido en equilibrio con un sólido formando un ángulo de contacto ^[1].

Un factor que podría afectar los procesos de fabricación de los compuestos de matriz de magnesio es la mojabilidad entre el refuerzo y la matriz es un factor crítico en los procesos en estado líquido ^[27]. Si embargo, se han realizado estudios de mojabilidad del SiC, encontrándose que presenta una buena mojabilidad con Mg AZ91, empleando la técnica de infiltración espontánea ^[28].

Y. Arrollo ^[29] reporta la mojabilidad del Mg reforzado con partículas de AlN. En otro estudio, E. Bedolla y col. ^[30] reportan la correcta infiltración de la aleación de magnesio AZ91E en AlN en una atmósfera de argón a 900°C , usando la técnica de infiltración espontánea.

2.1.2.3 Interfase

La interfase constituye una discontinuidad en propiedades respecto del material de refuerzo y la matriz, la cual es formada por difusión de elementos o por reacción química durante la fabricación del material.

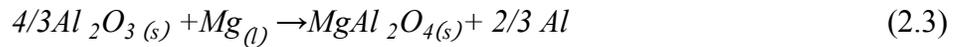
En el desarrollo de CMM, la estructura y composición de las interfaces metal/ cerámico tiene mucha importancia en las propiedades finales del compuesto ^[27]. Las reacciones interfaciales en los compuestos de matriz de magnesio son predominantemente determinadas por la composición de la matriz y del material reforzante estas interfaces son diferentes de las que se presentan en los compuestos base aluminio debido a la alta reactividad del magnesio.

Mingyi Zheng ^[31] realizó un estudio de de las reacciones interfaciales en los compuestos SiC_w/AZ91 con fracción volumétrica de refuerzo de 20%, fabricados por la técnica de squeeze casting, donde se mostró que el producto de reacción:



Esto se debe a la película de óxido formada en la superficie del Mg fundido o la reacción entre el Mg y el oxígeno en forma atómica o molecular atrapado en la preforma cerámica antes de la infiltración. K.B. Lee y col. ^[28], encontraron una zona de reacción conteniendo partículas de MgAl₂O₄ en la interfase refuerzo/matriz en la aleación comercial AZ91 reforzadas con partículas de SiC, estos compuestos fueron fabricados por infiltración espontánea, la cual se llevó a cabo a 700°C.

Por otro lado Rodríguez G. ^[32] menciona que de existir óxidos en la superficie del cerámico, durante el proceso de infiltración espontánea de aleaciones de magnesio realizada a 900°C es posible la formación de MgAl₂O₄, la cual puede formarse mediante el mecanismo de reacción:



La porosidad también influye en las reacciones interfaciales, pues podría aumentar el área de la superficie y por lo tanto promueve la reacción ^[33].

2.2 EL MAGNESIO Y SUS ALEACIONES

El magnesio es el más ligero de los metales estructurales, siendo aproximadamente, un 35% más ligero que el aluminio. El magnesio está presente en una gran gama de aleaciones denominadas ultraligeras debido a su peso específico el cual oscila alrededor de 1.8. Esta cualidad, junto con las buenas propiedades mecánicas de algunas de sus aleaciones, les ha conquistado un extenso campo de aplicaciones tanto estructurales como electrónicas, donde la necesidad de obtener buenas propiedades tales como rigidez, resistencia y baja densidad son requeridas para alcanzar el correcto desempeño del sistema.

Uno de los principales problemas de las aleaciones de magnesio es la baja ductilidad originada por la estructura hexagonal compacta del Mg, la cual dificulta el conformado a temperatura ambiente, por lo que el conformado de estas aleaciones suele realizarse en caliente ^[16, 34].

2.2.1 Clasificación de las aleaciones de magnesio

Dado que no es lo suficiente resistente en su forma pura, el magnesio es aleado con varios elementos, entre los cuales los principales son el aluminio, y el zinc a fin de obtener ciertas propiedades específicas. Las aleaciones de magnesio son designadas por un sistema establecido por la A.S.T.M. (Sociedad Americana para el Ensayo de Materiales), que cubre tanto composiciones químicas como durezas.

Las aleaciones base magnesio son designadas generalmente por dos letras mayúsculas que representan los dos aleantes principales, la primera indica el de concentración más alta. En la Tabla 2.2 se señalan las letras y los elementos más empleados en estas aleaciones. Dos

números siguen a estas letras, cada uno representa el contenido porcentual de los elementos señalados, por ejemplo, la aleación AZ91 tiene como aleante principal aluminio (letra A), el primer número indica que este elemento está en un 9%, además la aleación contiene zinc (letra Z) en un 1%. Además de las primeras dos letras y dos dígitos, si después se incluye una letra, esta expresa que la composición ha sido modificada, la misma letra indica el elemento que ha sido alterado. Frecuentemente los elementos Al y Zn están presentes en las aleaciones base magnesio para forja y también en las de colada. Torio y circonio se emplean en aleaciones base magnesio para uso a mayores temperaturas ^[35,36].

Tabla 2.2 Simbología empleada para aleantes en aleaciones base magnesio (ASTM) ^[35-37].

Elemento	Letra asignada	Elemento	Letra asignada
aluminio	A	manganeso	M
bismuto	B	níquel	N
cobre	C	plata	O
cadmio	D	plomo	P
tierras raras	E	bromo	R
hierro	F	silicio	S
torio	H	estaño	T
estroncio	J	itrio	W
circonio	K	antimonio	Y
berilio	L	zinc	Z

Las aleaciones de magnesio son las más ligeras de todos los metales estructurales con buena relación resistencia/peso y moldeabilidad, sin embargo su aplicación sigue estando limitada por la resistencia a la corrosión relativamente pobre ^[38]. Las aleaciones de magnesio que contienen como aleante principal el aluminio (AM100A, AZ63A, AZ81A, AZ91C, AZ91E Y AZ92A) presentan una buena maleabilidad, buena ductilidad y alto rendimiento a temperaturas de hasta aproximadamente 120°C (250°F) de estas aleaciones, la aleación AZ91E se ha convertido en prominente, ha reemplazado casi por completo a la aleación AZ91C porque presenta mejor resistencia a la corrosión. Además en AZ91E, algunos contaminantes como el hierro, cobre y níquel son controlados a bajos niveles.

Las aleaciones de magnesio que contienen altos niveles de zinc (ZK51A, ZK61A, Z63A y ZH62A) desarrollan límites de elasticidad más elevados que las aleaciones de fundición. Sin embargo, estos grados son más costosos que las aleaciones de la serie AZ^[39].

2.2.2 Aleación de magnesio AZ91E

La aleación de magnesio AZ91E (nominalmente 9% en peso de aluminio, 1% en peso de Zinc) es de la serie de aleaciones que constituyen el 85% de aplicación industrial, pues exhibe un equilibrio entre las propiedades mecánicas y resistencia a la corrosión moderada, esto debido a sus elementos constituyentes. En la aleación AZ91E tiene significativamente propiedades mecánicas mejores que el magnesio puro; atribuido a una microestructura heterogénea formada por la precipitación de la fase de partículas metálicas $Mg_{17}Al_{12}$ ^[40].

Algunas propiedades físicas de la aleación de Mg- AZ91E están dadas en la tabla 2.3.

Tabla 2.3 Propiedades físicas de la aleación AZ91E a 20°C^[41-43].

Propiedades físicas	
Rango de fusión (°C)	468-598
Densidad (g/cm ³)	1.81
Resistividad Eléctrica (nΩm)	150
Conductividad térmica (W/Km)	51
Coefficiente de expansión térmica lineal (K ⁻¹)	26x10 ⁻⁶
Dureza (HV)	68
Modulo elástico (GPa)	44

2.3 COMPUESTOS DE MATRIZ DE ALEACIONES DE MAGNESIO

Actualmente la investigación de matrices base magnesio es considerablemente menor a las de aluminio, sin embargo, se han convertido en el sustituto principal de las aleaciones de aluminio como matriz en los materiales compuestos de matrices metálicas^[44].

En los últimos años los materiales compuestos de matriz de magnesio han atraído creciente atención como materiales de ingeniería ligeros, debido a que ofrecen una combinación única de propiedades mecánicas que son difíciles o imposibles de obtener a partir de las aleaciones

monolíticas de magnesio. Convencionalmente, los compuestos de matriz de magnesio son reforzados con diversas partículas tales como SiC, TiC y AlN, puesto que estos materiales cerámicos presentan propiedades como baja densidad y altos niveles de dureza, módulo elástico y buena estabilidad térmica, lo cual los hace atractivos para aplicarlos como refuerzos a dichos compuestos. Sin embargo algunos refuerzos presentan algunas limitaciones en cuanto a mojabilidad.

Falcón L. A. ^[45] llevó a cabo la fabricación con buenos resultados del compuesto AZ91E/TiC usando la técnica de infiltración espontánea a una temperatura de 950°C, donde reporta las reacciones interfaciales del compuesto, así como sus propiedades mecánicas. En otra investigación A. Luo ^[34] reporta la fabricación de un compuesto AZ91/SiC_p por un proceso de colada, logrando la incorporación exitosa de las partículas de SiC dentro de la matriz de magnesio que presenta además buenas propiedades mecánicas. Otros estudios realizados que en el caso del magnesio y sus aleaciones presentan que existe una buena mojabilidad sobre el AlN a temperaturas de alrededor de los 900°C ^[29,46].

Sin embargo, el estudio de materiales compuestos de matriz metálica base magnesio reside en su mayoría en las propiedades mecánicas y en las reacciones interfaciales existentes entre la matriz y el refuerzo, haciendo a un lado las propiedades térmicas y eléctricas.

2.4 NITRURO DE ALUMINIO (AlN)

El nitruro de aluminio es el único compuesto estable en el sistema binario de Al-N y cristaliza en estructura tipo wurzita hexagonal, no existe naturalmente, por lo que su producción a nivel laboratorio ha sido posible utilizando procesos tales como depositación química de vapor, pirolisis de polímero y métodos de plasma de arco. La densidad teórica del AlN es 3.26 g/cm³ y se disocia por encima de los 2500°C bajo presión atmosférica. El AlN puro es incoloro y translúcido, pero es coloreado por dopantes o impurezas, por ejemplo cuando existen impurezas de carbono causan el típico color gris claro en el polvo.

Además es susceptible a hidrólisis por agua y la humedad. Esta es la razón de su característico olor a amoníaco. Puesto que es un material con enlace tipo covalente, la movilidad atómica

impide la densificación completa del AlN puro, por lo que requiere una muy alta temperatura de sinterizado ($>1600^{\circ}\text{C}$). Así las presiones relativamente altas o los aditivos de sinterización son necesarios para ayudar a la densificación. Entre los aditivos utilizados están los óxidos de tierras raras o alcalino-térreos. El papel de los aditivos es formar una fase líquida para reaccionar con la capa de óxido (Al_2O_3) sobre la superficie de las partículas compactadas y actuar como desgasificador de oxígeno para removerlo de la red.

El nitruro de aluminio es el nitruro semiconductor con la banda de energía prohibida más amplia (alrededor de 6.2 eV) se caracteriza por su alta temperatura de estabilidad y por ser uno de los pocos sólidos no metálicos que cuentan con alta conductividad térmica. La conductividad térmica de un solo cristal de AlN se estima que es de 320 W/mK, su coeficiente de expansión térmico es de $4.4 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ y está muy cercano al del silicio ($3.2 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$), pero la conductividad térmica del AlN policristalino sinterizado está en el rango de 80-200 W/mK. Es conocido que los fonones son dispersados por defectos de la red, impurezas, fases secundarias, poros y límites de grano.

Además, a temperaturas altas, la trayectoria libre media disminuye; la frecuencia de la dispersión de los fonones incrementa con la temperatura debido a la dispersión fonón-fonón. A temperaturas menores la dispersión fonón-fonón en estos materiales disminuye, y el mecanismo de conducción térmica es controlada por la dispersión fonón-defecto y/o dispersión fonón-límite de grano. A temperaturas suficientemente bajas, la trayectoria libre media del fonón será aproximada o igual a la distancia interdefecto, tamaño de grano o tamaño de la muestra. La trayectoria libre media del fonón está influenciada además de la temperatura por el contenido de oxígeno; muestras con un bajo contenido de oxígeno tienen una trayectoria libre media mayor a temperaturas menores. Puesto que siempre algo de oxígeno está asociado con la mayoría de AlN sinterizado, entonces puede concluirse que el principal factor controlante para obtener conductividad térmica alta no es el tamaño de grano o la presencia de fases en el límite de grano, sino la cantidad de oxígeno disuelto en la red. Slack^[47] señaló que el AlN es un buen conductor térmico de fonones, sin embargo, la dispersión de fonones por las impurezas residuales limita su conductividad térmica a valores considerablemente pequeños. Kyoung Hun Kim^[48] realizaron el estudio del efecto de las adiciones de Y_2O_3 en la densificación y la conductividad térmica en el AlN. Estos investigadores reportan que al

añadir itria en AlN existe mayor densificación que en AlN puro. Sin embargo, la formación de fase de aluminato de itrio debida a la reacción en el estado sólido de Y_2O_3 y Al_2O_3 retarda la densificación durante el proceso de sinterización. La conductividad térmica de las muestras de AlN aumenta a causa de la adición de itria hasta 3% en peso a pesar de la formación de una fase secundaria de aluminato de itrio en los límites de grano que reduce el contenido de oxígeno en la red de AlN que es el factor principal en el control de la conductividad térmica. La figura 2.5 muestra la conductividad térmica de las muestras de AlN. La conductividad térmica incrementa con el aumento de la temperatura de sinterización debido al crecimiento de grano. En el caso de las adiciones de Y_2O_3 , la conductividad térmica mejoró con la adición del 3% en peso presentando un valor de 80-127 $W/m^{\circ}K$, pero disminuyó un poco para la adición de un 5% en peso de itria. Sin embargo, el AlN puro muestra una baja conductividad que va desde 22 a 61 $W/m^{\circ}K$.

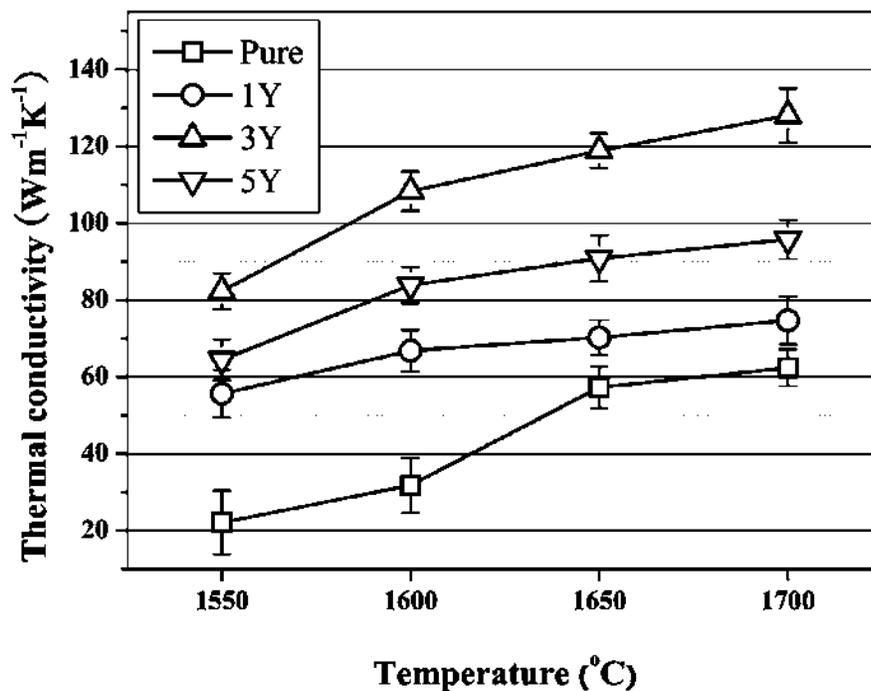


Figura 2.5 Variación de la conducción de AlN en función de la temperatura de sinterización y el contenido de Y_2O_3 ^[48].

En comparación con otros materiales cerámicos eléctricamente aislantes solamente el AlN y el óxido de berilio (BeO) ofrecen una alta conductividad térmica. El BeO muestra valores más altos que el AlN pero ha sido prohibido su uso debido a su toxicidad, por lo tanto el AlN ha ido reemplazando al BeO. Una sola fase, alta pureza y baja porosidad, son características básicas para obtener cerámicos con valores de conductividad térmica aproximada a sus valores teóricos.

Debido a sus propiedades únicas de conductividad térmica alta, módulo específico elevado y coeficiente de expansión térmico bajo, tiene excelente potencial en varias aplicaciones electrónicas que reúnen varios requerimientos importantes para materiales de substrato en circuitos integrados avanzados. Además de la electrónica, también ha atraído la atención en el campo de electro-óptica debido a su alta pureza, resistencia al desgaste y densidad que le permite llegar a ser ópticamente transparente. Algunas aplicaciones estructurales, serían crisoles y refractarios ^[7,47]. En la tabla 2.4 se comparan las propiedades de los materiales cerámicos AlN y BeO.

Tabla 2.4 Propiedades de los cerámicos AlN y BeO ^[32].

Propiedad	AlN	BeO
Pureza (%)	> 99.5	99.5
Punto de fusión (°C)	2200	2507
Densidad (g/cm³)	3.26	2.9
Módulo de elasticidad (GPa)	330	245
Conductividad térmica (W/mK)	80-320	370
CET (x10⁻⁶/°C)	4.4	8.0

2.5 CONDUCCIÓN DE LOS MATERIALES

2.5.1 Mecanismos de transferencia de calor

Los mecanismos de transferencia de energía térmica son de tres tipos: conducción, convección y radiación.

El mecanismo de transmisión de calor por **conducción** está asociado a las vibraciones de la estructura reticular y al movimiento de electrones libres (metales y aleaciones). En el fenómeno de conducción las moléculas colisionan contra las moléculas vecinas de modo que comparten energía cinética, esto depende del gradiente de temperatura y la conductividad térmica.

En la **convección** la transferencia de calor se logra por medio del movimiento de un fluido caliente. Si el fluido es forzado a moverse por una bomba o un ventilador, la convección es conocida como convección forzada. Si el fluido se mueve debido a diferencias en densidad, la convección es denominada convección natural o libre. El fluido puede ser un líquido (aceite) o un gas (aire) y debe ser capaz de resistir el calor involucrado.

La **radiación** se refiere a la emisión continua de energía radiante proveniente de un cuerpo. La energía se presenta en forma de radiación electromagnética, típicamente infrarroja. La longitud de onda dominante de la radiación disminuye con el incremento en temperatura del cuerpo. A mayor temperatura, mayor la relación de energía radiante por unidad de área de la superficie. Esta relación es proporcional a T^4 , donde T es la temperatura absoluta. También es proporcional a la emisividad del cuerpo, la cual depende de la emisividad del material con que está constituido. En particular, incrementa con el incremento de la rugosidad de la superficie [15,50].

2.5.2 Conductividad térmica (CT)

La conducción térmica es una propiedad física de los materiales que miden la capacidad de conducción de calor o capacidad de una sustancia de transferir la energía cinética de sus moléculas a otras moléculas adyacentes o a sustancias con las que no está en contacto. En el Sistema Internacional de Unidades la conductividad térmica se mide en W/mK equivalente a J/s°Cm. La conductividad K se relaciona con el flujo de calor Q , o sea, calor que atraviesa la unidad de área A (perpendicular a la dirección del flujo de calor) por unidad de tiempo, cuando existe un gradiente de temperatura $\Delta T/\Delta x$ (ley de Fourier) ^[11]:

$$\frac{Q}{A} = -K \frac{\Delta T}{\Delta x} \quad (2.4)$$

Los dos tipos principales de energía térmica en la mayoría de los sólidos son la energía de vibración de los átomos alrededor de sus posiciones promedio, y la energía cinética de los electrones libres. Por esta razón, las propiedades térmicas, dependen de los cambios de energía de los átomos y de los electrones libres. La conducción térmica puede involucrar fonones y electrones para la transferencia de calor en un sólido ^[50].

Metales. En metales de alta pureza, el mecanismo de transporte de calor por electrones es mucho más eficiente que la contribución de los fonones debido a que los electrones no son tan fácilmente dispersados como los fonones y tienen velocidades más altas. En los metales la banda de valencias no está totalmente ocupada, por lo cual los electrones requieren sólo de un poco de excitación térmica para moverse y contribuir a la transferencia de calor. Puesto que los electrones son los responsables de la conducción eléctrica y térmica en los metales puros, los tratamientos teóricos sugieren que las dos conductividades deben estar relacionadas mediante la ley de Wiedemann-Franz:

$$L = K/\sigma T \quad (2.5)$$

Donde σ es la conductividad eléctrica, T es la temperatura absoluta y L es una constante. El valor teórico de L , $2.44 \times 10^{-8} \Omega \cdot \text{W}/\text{K}^2$, debe ser independiente de la temperatura y el mismo para todos los metales si el calor es transportado completamente por electrones libres.

Cuando aumenta la temperatura del material, dos factores se contraponen afectando la conductividad térmica. Las temperaturas más altas originan un aumento en la energía de los electrones, creando más portadores e incrementando la contribución proveniente de la vibración de la red cristalina; todo esto hace que se incremente la conductividad térmica. Sin embargo, una mayor vibración de la red cristalina dispersa los electrones, reduciendo la movilidad y tendiendo, por tanto, a reducir la conductividad térmica.

La conductividad térmica de los metales también depende de los factores de estructura cristalina, de su microestructura y de su procesamiento.

En los metales con impurezas se produce una reducción en la conductividad térmica, por la misma razón que disminuye la conductividad eléctrica; así, los átomos de impurezas, especialmente si están en disolución sólida, actúan como centros de dispersión, disminuyendo la eficiencia del movimiento de los electrones.

Cuando se requieren de materiales de conductividad térmica alta, el cobre es usado comúnmente, sin embargo, su valor de CET es alto ($17.8 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$). Se requiere de un bajo CET cuando el componente adyacente tiene un bajo CET. Si los CETs de los materiales adyacentes son lo suficientemente diferentes y la temperatura está variando, ocurren esfuerzos térmicos y pueden causar torcedura al dispositivo. Algunos materiales como el molibdeno y el tungsteno tienen coeficiente de expansión térmica bajo pero su conductividad es pobre, sin embargo, cuando son aleados con el cobre se logran obtener altas conductividades (Cu-Mo, Cu-W) pero presentan altas densidades, lo que hace que sean inapropiados su aplicación en dispositivos portátiles^[11, 15]. La aleación Kovar (Fe-Ni) es sobresaliente entre los metales por su presentar bajo CET ($5 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$), sin embargo, su conductividad térmica es muy pobre (11 W/mK)^[51].

Cerámicas. La brecha de energía en los materiales cerámicos es demasiado amplia para que sean excitados muchos electrones hacia la banda de conducción, a excepción de muy altas temperaturas. Por consiguiente, los fonones son responsables primarios de la conducción

térmica (debido a las vibraciones de la red cristalina). Los fonones no son tan efectivos como los electrones libres en el transporte de energía calorífica como resultado de la dispersión ineficiente por las imperfecciones de la red. El vidrio y otras cerámicas amorfas tienen conductividades menores que las cerámicas cristalinas, puesto que la dispersión de fonones es mucho más efectiva cuando la estructura atómica es altamente desordenada e irregular. La dispersión de las vibraciones de la red se hace más pronunciada al aumentar la temperatura, por lo menos a temperaturas relativamente bajas, es decir, la conductividad empieza a aumentar a temperaturas más altas. Por otra parte, la porosidad de los materiales cerámicos puede tener una drástica influencia sobre la conductividad térmica; el aumento en la fracción de volumen de poros conduce generalmente a una reducción de la conductividad térmica. De hecho, muchas cerámicas que se utilizan como aislantes térmicos son porosas. La transferencia de calor a través de los poros es normalmente lenta e ineficiente. Los poros internos normalmente contienen aire, el cual tiene una conductividad térmica extremadamente baja, aproximadamente 0.02 W/mK. Además, la convección gaseosa dentro de los poros es también comparativamente ineficiente. Los materiales con una estructura estrechamente empaquetada y un elevado módulo de elasticidad producen fonones de alta energía que generan conductividades térmicas elevadas, tal es el caso del AlN y SiC que reportan conductividades de ~270 W/mK y los cuales son buenos candidatos para su uso en sustratos electrónicos donde se necesita la disipación de calor.

Polímeros. En estos materiales la transferencia de calor se realiza por la vibración, traslación y rotación de moléculas. La magnitud de las conductividades térmicas depende del grado de cristalinidad; un polímero con un alto grado de cristalinidad y una estructura ordenada tendrá una conductividad mayor que el material amorfo equivalente. Esto se debe a la vibración coordinada más efectiva de las cadenas de moléculas en el estado cristalino. Los polímeros son a menudo utilizados como aislantes térmicos debido a que sus conductividades térmicas son bajas. De la misma manera que las cerámicas, sus propiedades aislantes pueden ser mejoradas mediante la introducción de pequeños poros, los cuales ordinariamente se introducen mediante espumación durante la polimerización. La espuma de poliestireno se utiliza comúnmente para fabricar vasos y recipientes aislantes.

En la tabla 2.5 se dan las conductividades térmicas de algunos de los materiales más comunes [11].

Tabla 2.5 Valores de la conductividad térmica a la temperatura ambiente de materiales seleccionados [11].

Material	Conductividad térmica W/mK
Metales puros	
Plata	430
Aluminio	238
Cobre	400
Fierro	79
Magnesio	100
Silicio	150
Titanio	22
Zinc	117
Aleaciones	
Acero 1020	100
Aleación de aluminio 3003	30
Cu-30% Ni	50
Latón amarillo	221
Materiales cerámicos	
Al₂O₃	16-40
Carbono (diamante)	2000
Carbono (grafito)	335
AlN	Hasta 320
Si₃N₄	Hasta 150
Sílice vítreo	1.4
Polímeros	
Nylon-6.6	0.25
Polietileno	0.33
Poliestireno	0.13
Teflón	0.25

2.5.2.1 Propiedades térmicas de los CMM

El cobre es el material más comúnmente usado cuando se requieren materiales de alta conductividad térmica (400 W/mK). Sin embargo sufre de un alto valor para el coeficiente de expansión térmica ($17 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$). Una forma de bajar el coeficiente de expansión térmica es formar un compuesto de matriz metálica empleando un relleno de bajo coeficiente expansión térmica. La combinación de las propiedades obtenidas en pares metal-metal o metal- cerámico es el principal criterio para la selección de los materiales a introducir en una matriz de cobre. Sin embargo, aunque el cobre es buen conductor térmico, es preferible introducir un relleno con alta conductividad térmica para maximizar la conductividad térmica del compuesto.

Kwang-Min Lee y col. ^[52] llevaron a cabo el estudio del coeficiente de expansión térmica y la conductividad térmica de los compósitos AlN-Cu, los cuales fueron fabricados por la técnica de sinterización por pulsos de corriente eléctrica (PECS). La figura 2.6 presenta la comparación de los valores de los CETs de los compósitos AlN-Cu evaluados experimentalmente con los obtenidos a partir de modelos teóricos, donde se muestra que los valores de CET de los compósitos obtenidos experimentalmente se ajustan más al modelo de Turner cuando la fracción volumétrica del cobre es menos del 60%, incluso en presencia de poros. Sin embargo, cuando se tiene más del 60% de Cu sigue una tendencia al modelo de las reglas de las mezclas. Los resultados de CET obtenidos experimentalmente de los compósitos AlN-40% Cu (67% de densidad teórica), AlN-60% Cu (74% de densidad teórica) y AlN-80% Cu (83% de densidad teórica) son 7.9, 9.6 y $14.5 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ respectivamente.

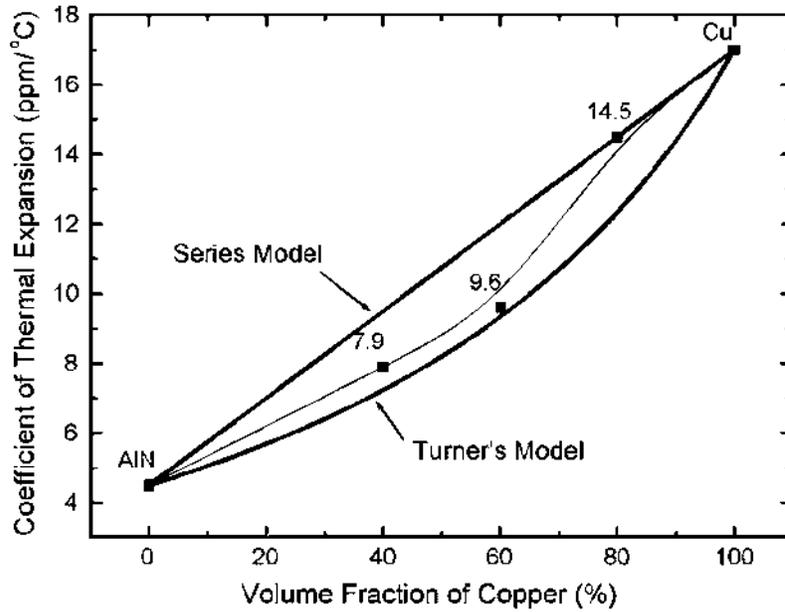


Figura 2.6 Comparación de los valores obtenidos de coeficiente de expansión térmica evaluados experimental y teóricamente de los polvos compactados de AlN/Cu en función del contenido de cobre ^[52].

Por otro lado, la conductividad térmica de dichos compósitos fue calculada a 25°C, 200°C y 450°C e incrementa conforme aumenta el contenido de cobre y la temperatura (figura 2.7 y tabla 2.6). Este efecto en la CT incluye la reducción de la porosidad, debido a la interrupción de la conducción del calor en la interfase entre los poros residuales y la matriz del compósito.

Tabla 2.6 Conductividad térmica de los compósitos AlN-40%Cu, AlN-60% Cu y AlN-80% Cu evaluados a 25°C, 200°C y 450°C ^[52].

Conductividad térmica ($W m^{-1}K^{-1}$)	25°C	200°C	450°C
AlN-40% vol. Cu	11.5	19.1	21.2
AlN-60% vol. Cu	31.2	34.9	41.3
AlN-80% vol. Cu	53.8	59.9	67.3

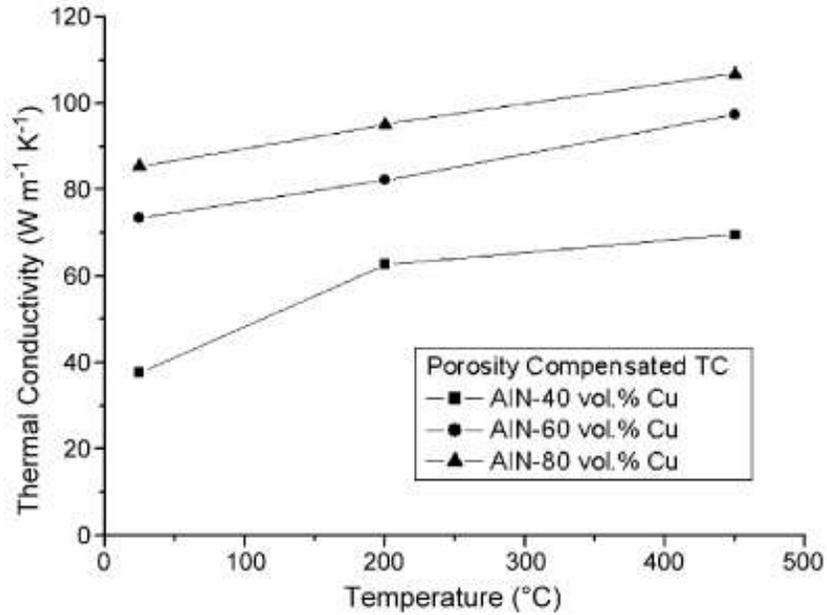


Figura 2.7 Conductividad térmica de los polvos compactados de AlN-Cu en función de la temperatura ^[52].

Un material compuesto que contenga tanto metal como aislante, tendrá una conductividad o una expansión térmica que puede tomar un valor extremo o intermedio, dependiendo de la distribución geométrica, forma y cantidad de las fases conductora y no conductora ^[12].

La literatura reporta que la conductividad térmica de un metal puede verse afectada por la introducción de partículas cerámicas. Esto indica baja eficiencia de transporte a través de una interfase que separa un constituyente en el que los electrones son los portadores de carga, de uno en el que la transferencia es por medio de fonones. La resistencia interfacial asociada con este cambio en portadores es relativamente pequeño comparado a otras fuentes de resistencia interfacial, tal como la presencia de capa de reacción o finos poros y grietas.

T. Clyne ^[53] realizó estudios del efecto de la zona interfacial en el compuesto de Ti con 10% en volumen de SiC sobre la conductividad térmica, donde se reporta que el compuesto tratado térmicamente presenta una baja conductividad térmica, atribuido a la formación de una capa gruesa de reacción interfacial compuesta por Ti_5Si_3 y TiC, en la cual que existe gran cantidad de grietas y poros.

Algunas propiedades como el coeficiente de expansión térmico o la conductividad térmica en los compuestos de matriz de Mg-AZ91E son afectadas por la forma del refuerzo ^[54]. S.J. Hong y col ^[55] reportan que la conductividad térmica de los compuestos de matriz de Mg-AZ91E reforzados con partículas de SiC, disminuye de 84.80 W/mK de temperatura ambiente a 77.05 W/mK a los 200°C como observa en la figura 2.8 donde se concluyó que la baja conductividad térmica resultante podría deberse a los defectos interfaciales o por los productos de reacción entre la matriz y el refuerzo, pues generalmente actúan como perturbaciones o barreras para el flujo de calor con el incremento de la temperatura, provocando así la disminución de la conductividad térmica del compuesto.

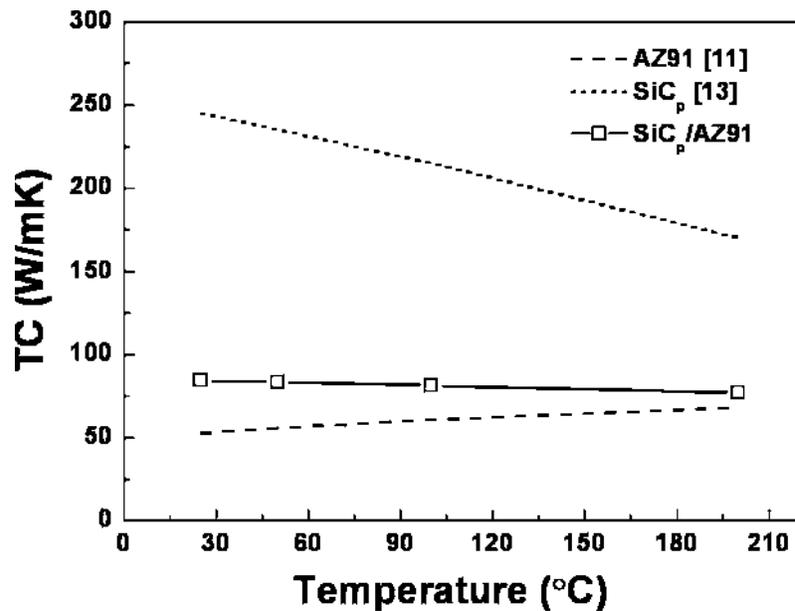


Figura 2.8 Conductividad térmica del compuesto SiC/AZ91 en función de la temperatura ^[55].

La incorporación de un refuerzo que presente alta conductividad térmica, no sólo mejora la conductividad del material compuesto resultante, sino que también puede introducir cierto grado de resistencia térmica. Y.Q. Liu y col. ^[56] reportan que la disminución en la conductividad térmica de los compuestos Al/AlN, se atribuye a varias razones, una de las principales es la reducción en la conectividad de la matriz de aluminio y por consiguiente la conductividad electrónica en los nanocompuestos como se muestra en la figura 2.9.

Generalmente los metales policristalinos exhiben bajas conductividades comparadas con un monocristal, debido a la dispersión de los granos, poros y otros defectos. Otro factor secundario que provoca la reducción de la CT es cuando el tamaño de grano disminuye y el volumen de límite de grano incrementa, ya que disminuyen el recorrido libre medio o la densidad efectiva de los electrones a lo largo de la trayectoria libre media del electrón.

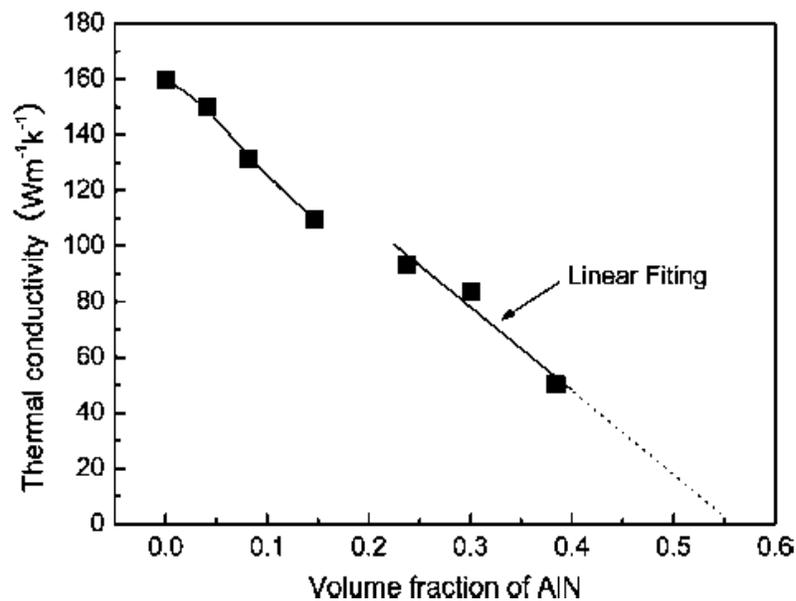


Figura 2.9 Variación de la conductividad térmica de los nanocompuestos Al/AlN con la fracción de volumen del refuerzo^[56].

2.5.3 Conducción eléctrica

El paso de la corriente eléctrica a través de un conductor se ajusta a las mismas leyes matemáticas tal como en el caso de la transferencia del flujo de calor. La ecuación básica, que representa la ley de Ohm^[11] puede ser escrita como:

$$j = \sigma E \quad (2.6)$$

Donde j es la densidad de corriente (Am^{-2}), σ es la conductividad eléctrica ($\Omega^{-1}\text{m}^{-1}$ o Sm^{-1}), y E es el campo eléctrico (Vm^{-1}). Es común utilizar la resistividad ρ (Ωm), la cual es recíproco

de la conductividad. Al igual que la conducción térmica, la conductividad es proporcional a la concentración y movilidad de portadores. Sólo los electrones o los iones pueden actuar como portadores de carga eléctrica: porque los electrones son mucho más móviles que los iones, los materiales con electrones libres (por ejemplo los metales) tienen mayores conductividades que otros materiales.

Por lo tanto, los CMM a menudo contienen refuerzo aislante, de modo que la resistencia eléctrica interfacial rara vez tiene gran significancia. En una aleación, las impurezas tienden a causar una fuerte disminución de la conductividad (aumento de ρ). Esto es debido a la dispersión de electrones en la red. Generalmente, para pequeñas cantidades de soluto que entran en solución sólida, el aumento de la resistividad es proporcional al nivel de soluto (Regla de Nordheim). La constante de proporcionalidad depende del soluto y tiende a ser mayor para aquellos que difieren de la del metal base en tamaño atómico y en particular, en valencia. La resistividad también tiende a aumentar con la temperatura, ya que la dispersión se produce más fácilmente cuando la amplitud de las vibraciones térmicas es grande.

Se puede demostrar que en materiales con electrones libres, la proporción de la conductividad térmica y la conductividad eléctrica es constante a una temperatura dada (Ley de Weidemann – Franz) y que la relación $K/(\sigma T)$, llamada número de Lorentz, también es una constante. La figura 2.10 representa el comportamiento de la conductividad térmica frente a la resistividad eléctrica para metales puros y para diversos grados de fibras de carbón, en general, existe una tendencia de mayor conductividad térmica asociada con una menor resistividad eléctrica para ambos tipos de materiales. Los valores del número de Lorentz correspondiente a los datos para los metales están aproximadamente en el rango de $20-30 \text{ Wn}\Omega\text{K}^{-2}$. Sin embargo, en el caso de las fibras de carbono, los números de Lorentz pueden variar sustancialmente ($500-5000 \text{ Wn}\Omega\text{K}^{-2}$) y son considerablemente altos. Esto debido a que en la conducción térmica de estas fibras de carbono, los electrones no actúan como portadores dominantes. Sin embargo, los altos números de Lorentz indican que los fonones están llevando gran parte de la energía térmica en estos materiales, en particular las fibras de alta conductividad, en las cuales existe un alto grado de perfección cristalina. De lo anterior, se deduce que para controlar tanto las conductividades térmicas como eléctricas de los CMM se debe tomar en cuenta el tipo,

contenido y morfología del refuerzo a utilizar, así como la resistencia interfacial presente y las propiedades anisotrópicas del mismo [57].

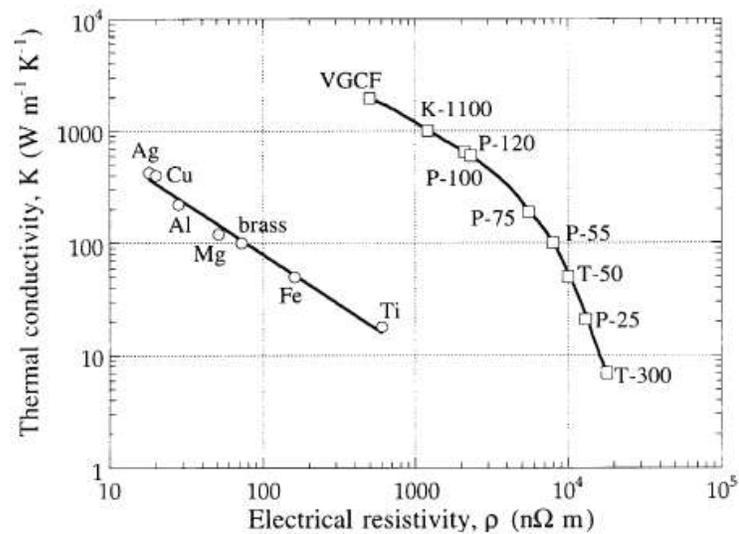


Figura 2.10 Muestra el comportamiento de la conductividad térmica contra la resistividad eléctrica de algunos metales y fibras de carbón a temperatura ambiente [57].

En la producción de materiales compuestos los valores de conductividad eléctrica dependen del tamaño de partícula y del tipo de refuerzo utilizado. G. Celebi Efe y col. [58] realizaron un estudio del comportamiento de la conductividad eléctrica en los materiales compuestos de Cu–SiC, donde se varió el contenido y el tamaño de partícula (1 μ m, 5 μ m y 30 μ m) del SiC. Las muestras se produjeron por el método de metalurgia de polvos y la sinterización se llevó a cabo a 700°C durante 2h. La figura 2.11 muestra el análisis de MEB en el cual se observa una distribución uniforme de las partículas de SiC (regiones oscuras) en la matriz de cobre, así como la presencia de precipitados (puntos blancos). Para los materiales compuestos es muy importante que el refuerzo sea homogéneo en la matriz con el fin de obtener buenas propiedades eléctricas, mecánicas y térmicas [59]. La conductividad eléctrica de un metal depende principalmente del movimiento de electrones en la estructura. Generalmente, la existencia de una red continua de cobre afecta la conductividad eléctrica de un compuesto de matriz de cobre reforzado con partículas. Una vez que una red altamente conductora está presente a través de todo el material compuesto, las partículas reforzadas pierden su

conectividad y actúan como grupos aislados en una fase altamente conductora; por lo que la conductividad eléctrica se enfoca más en el compósito que al cobre puro ^[60]. En los compósitos Cu-SiC, la distribución uniforme de las partículas de SiC en la matriz de cobre y la interface existente entre ellos, promueve la formación de una red conductora, lo que lleva a la buena conductividad eléctrica del compósito, puesto que las partículas cerámicas de SiC distorsionan la estructura y forman barreras para que los electrones de cobre puedan proporcionar la conductividad eléctrica. Como se muestra en el diagrama de la figura 2.12 la conductividad eléctrica de los compósitos disminuye conforme aumenta el porcentaje en peso del carburo de silicio ^[58].

Sin embargo, cuando se utilizan partículas de SiC gruesas, la conductividad aumenta notablemente ^[61,62]. Un estudio realizado por Hussain y col., ^[63] muestra que con la dispersión de partículas gruesas de SiC en la matriz de cobre, los electrones pueden dispersarse con mayor facilidad originando un aumento en la conductividad eléctrica ^[62].

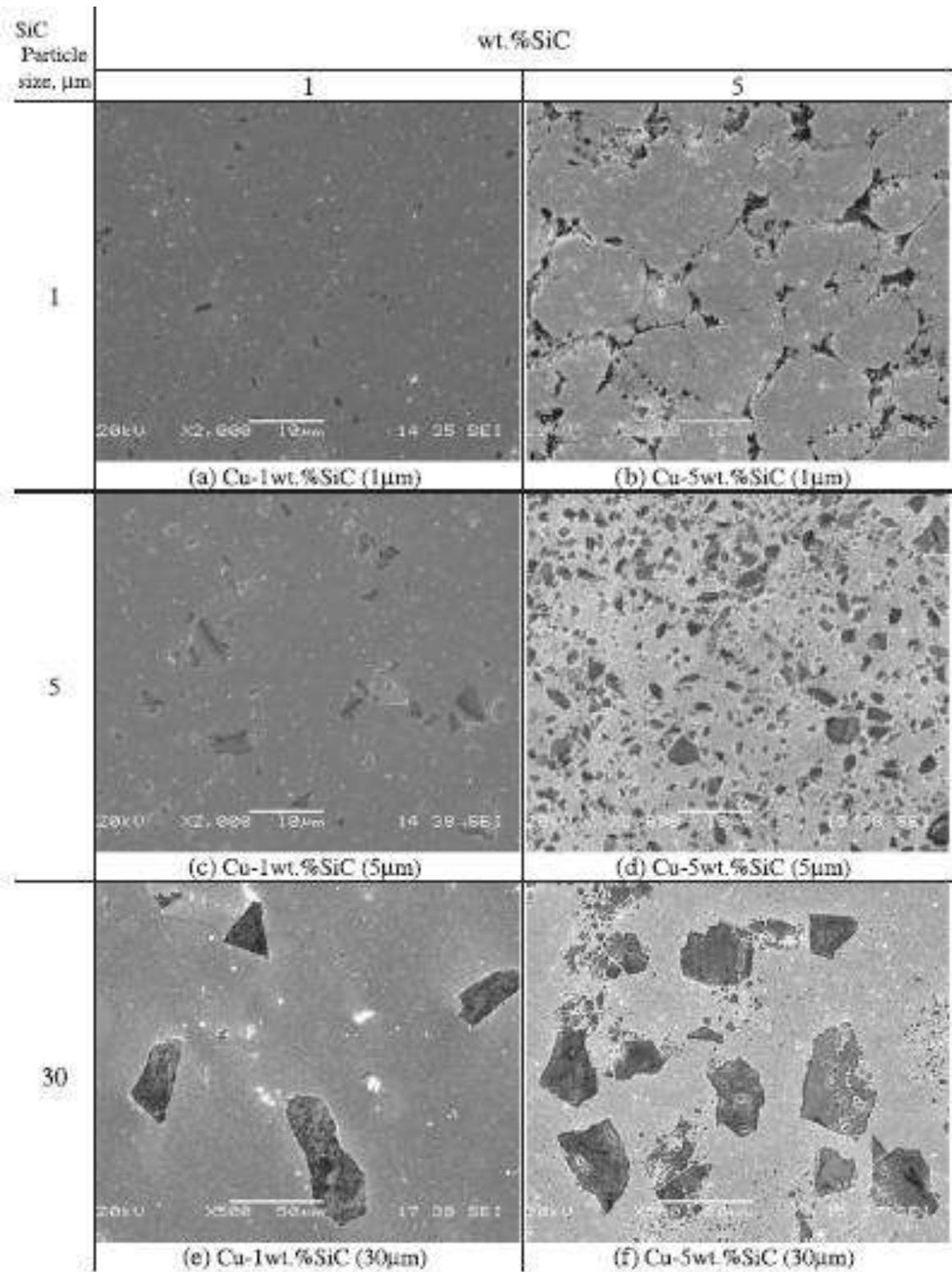


Figura 2.11 Micrografías de MEB de los compósitos Cu- SiC reforzados con diferente contenido y tamaño de partícula de SiC sinterizados a 700°C por 2 h. ^[58]

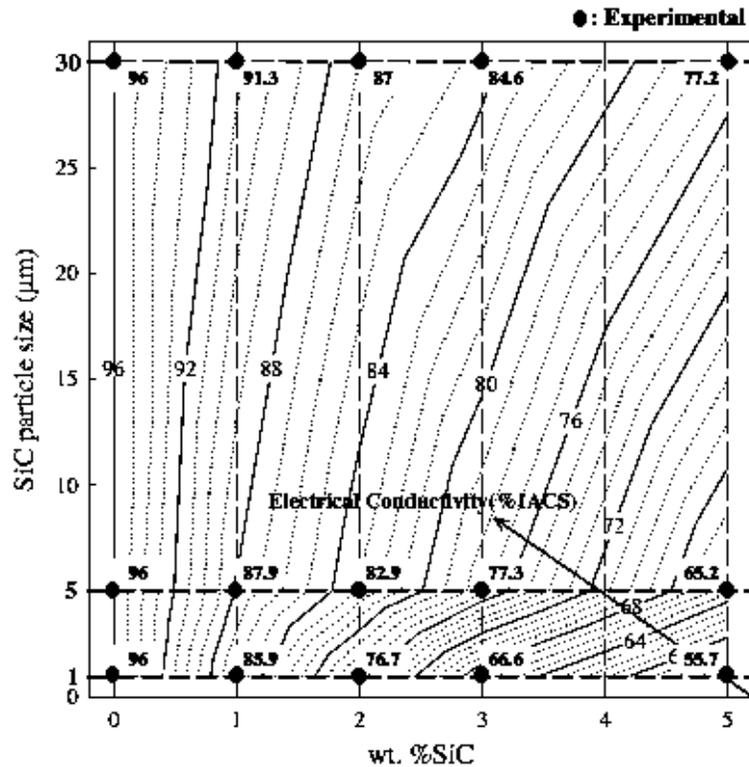


Figura 2.12 Diagrama de la conductividad eléctrica de los compósitos Cu-SiC sinterizados a 700°C por 2 horas en función del tamaño de partícula y del contenido de SiC^[58].

Buenas conductividades eléctrica y térmica, así como estabilidad química, hacen un material atractivo al cobre para una amplia gama de aplicaciones, tales como intercambiadores de calor, interruptores eléctricos y materiales de contacto deslizante. Sin embargo, la baja resistencia al desgaste del cobre puro limitan su extenso uso es por tal motivo que varios tipos de cerámicos, como el SiC, TiB₂, TiC y ZrC, son añadidos como refuerzos. A pesar de la resistencia que estos materiales proporcionan al cobre su conductividad eléctrica disminuye [64].

Recientemente se han sintetizados algunas de las familias de los carburos ternarios, incluyendo a Ti₃AlC₂ y Ti₃SiC₂, las cuales poseen una buena conductividad térmica y eléctrica, así como alta resistencia y módulo elástico. Cuando estos carburos ternarios son añadidos al cobre, se observa poca disminución en la conductividad eléctrica y mejoras significativas en la dureza y resistencia [60-65]. Jie Zhang y col. [60] sintetizaron un nuevo compósito de matriz de cobre reforzado con partículas de Zr₂Al₃C₄ por el método de

metalurgia de polvos. La conductividad eléctrica del Cu disminuye ligeramente con la incorporación de las partículas de refuerzo de $Zr_2Al_3C_4$. Para los compuestos con 5 y 10% en volumen de $Zr_2Al_3C_4$, la conductividad eléctrica se mantiene por encima del 75% IACS (Estándar Internacional de Cobre no Aleado, 100% IACS= $58.0 \text{ m}\Omega^{-1}\text{mm}^{-2}$). Mediante la adición de más del 20% de $Zr_2Al_3C_4$ se presenta una conductividad de alrededor del 50% IACS. En la figura 2.13 son comparadas las resistividades eléctricas de los materiales compuestos de Cu/ grafito ^[66], Cu/ $Zr_2Al_3C_4$ ^[60], Cu/ Ti_3AlC_2 ^[67] y Cu/ Ti_2SnC ^[65]. La resistividad eléctrica de los compósitos Cu/ $Zr_2Al_3C_4$ resultó ser más baja que las de los compósitos Cu/ Ti_3AlC_2 y Cu/ Ti_2SnC , puesto que las partículas de Ti_3AlC_2 y Ti_2SnC son refuerzos más prometedores para el cobre. Sin embargo, los valores de resistividad eléctrica de los compósitos Cu/ $Zr_2Al_3C_4$ es comparable a los del compuesto Cu/ grafito, los cuales han sido investigados y ampliamente utilizados en contactos eléctricos, aplicaciones donde se requieren alta conductividad eléctrica, además de baja fricción y desgaste ^[60,66].

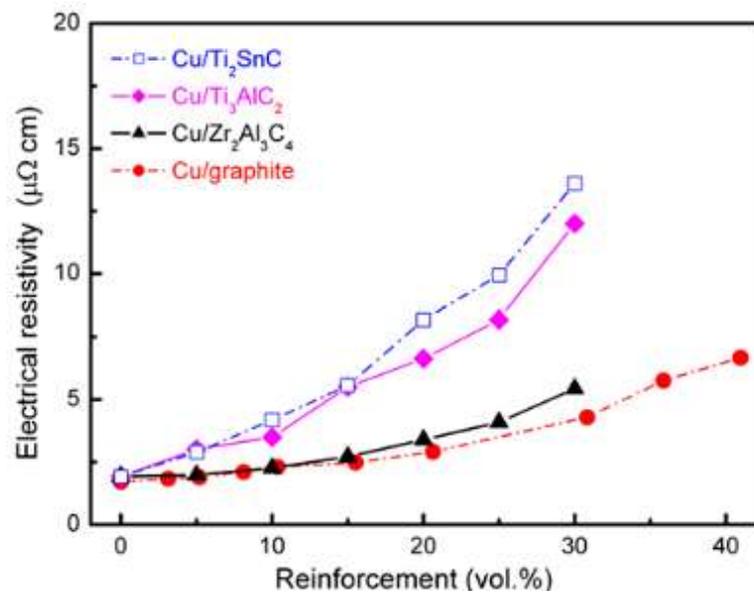


Figura 2.13 Comparación de la resistividad eléctrica de los compuestos de matriz de cobre reforzados con partículas de grafito, $Zr_2Al_3C_4$, Ti_3AlC_2 y Ti_2SnC ^[60].

2.6 APLICACIONES ELECTRÓNICAS Y TÉRMICAS

Las aplicaciones electrónicas incluyen las aplicaciones eléctricas, ópticas y magnéticas.

Todas las clases de materiales son usados para aplicaciones electrónicas. Los semiconductores son el corazón de los dispositivos electrónicos. Los metales y materiales compósitos son usados para las interconexiones eléctricas, protección electromagnética, conectores, contactos eléctricos y transmisión de potencia. Los polímeros son utilizados como forro de dieléctricos y cables. Los cerámicos tienen aplicación en capacitores, dispositivos termoelectrónicos y piezoelectrónicos; y fibras ópticas. Por lo tanto, debido a la miniaturización y el incremento en poder de los microelectrónicos, la disipación de calor es crítica para el rendimiento y confiabilidad ^[15]. El problema es más crítico cuando se tiene una insuficiencia disipación del calor cuando la potencia incrementa (voltaje y corriente), puesto que el excesivo calentamiento causa esfuerzos térmicos en los empaques electrónicos, los cuales pueden causar encorvamiento del chip semiconductor.

Las aplicaciones térmicas son aplicaciones que involucran transferencia de calor, ya sea por conducción, convección o radiación. Debido que el calor es uno de los principales enemigos de todo aparato electrónico, por lo que se requiere de su eliminación o disipación del sistema en la mayor medida posible, los disipadores de calor son usados extensamente en la electrónica y han llegado a ser casi esenciales en equipos informáticos como en las unidades de procesamiento y en sistemas electrónicos de uso en aeronaves. Recordemos que un *disipador de calor* es un conductor térmico que conduce y radia calor fuera de la circuitería, típicamente está unido a un tablero de circuito. Por lo tanto, la resistencia térmica de la unión al disipador de calor gobierna la efectividad de la disipación del calor.

Los materiales para paquetes electrónicos son requeridos para soportar estructuralmente los componentes electrónicos, proveer protección de los efectos ambientales hostiles y disipar los excesos de calor generados por los componentes electrónicos. Las propiedades mecánicas, físicas y térmicas de mayor importancia en éste tipo de aplicaciones incluyen alta rigidez, una alta conductividad térmica, bajo coeficiente de expansión térmica y baja densidad.

El uso de materiales con alta conductividad térmica y bajo coeficiente de expansión térmica para disipadores de calor, tapas, cajas, substratos y materiales de unión es una ruta importante para mitigar el problema de disipación térmica. El control de la CT y el CET, permite el uso de los CMM para la fabricación de conectores eléctricos, substratos, materiales de paquetes electrónicos, placas de batería y alambres superconductores. En los últimos años, los esfuerzos se han concentrado en el desarrollo de CMM reforzados con partículas, las cuales son más baratas que los refuerzos con fibra. Comúnmente, se utilizan el SiC y otras partículas cerámicas como Al_2O_3 y AlN.

Muchos de los carburos, nitruros y óxidos de refuerzo tienen un CET extremadamente bajo que cuando es combinado con el aluminio o magnesio; provee un material con bajo CET y una alta CT. En la actualidad dentro de los CMM para aplicaciones electrónicas, se muestra que el Al y el Cu son usados como disipadores de calor, y el Al reforzado con partículas de SiC son los compósitos más ampliamente utilizados para sustratos electrónicos^[15,68].

CAPÍTULO III

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

En el capítulo presente se comprende la descripción de los materiales, procedimientos, técnicas y equipos utilizados durante el procesamiento del material compuesto Mg-AZ91E/AlN, así como la caracterización microestructural, mecánica y térmica de dichos compuestos. El diagrama general que describe el desarrollo experimental se muestra en la figura 3.1.

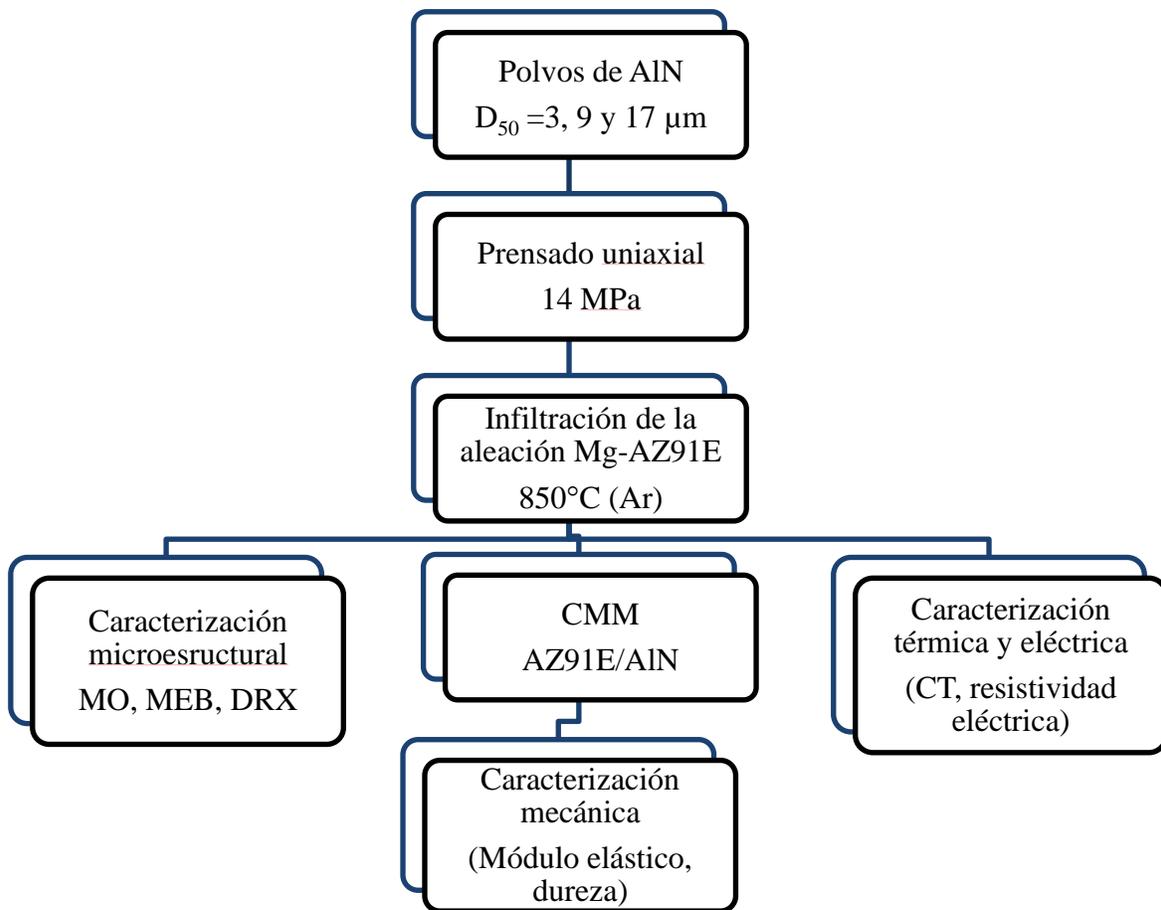


Figura 3.1 Diagrama esquemático del desarrollo experimental.

3.1 MATERIAS PRIMAS

3.1.1 Matriz

Se utilizó una aleación de magnesio comercial AZ91E producida por *Thomson Aluminium Casting Co*, cuya composición química se muestra en la siguiente tabla 3.1. Se cortaron muestras de aproximadamente 6.5g en peso las cuales fueron desbastadas con papel de carburo de silicio grado 600.

Tabla 3.1 Composición de la aleación de Mg AZ91E (% en peso) ^[39].

Al	Mn	Zn	Si max.	Fe max.	Cu max.	Ni max.	Otros	Mg
8.1-9.3%	0.17-0.35%	0.4-1.0%	0.20%	0.005%	0.015%	0.001%	0.30%	balance

3.1.2 Refuerzo

El material de refuerzo empleado en la fabricación del material compuesto consiste de partículas finas de nitruro de aluminio de diferente tamaño de partícula adquiridos de Sigma Aldrich Chemical Company Inc. y de Atlantic Equipment Engineers; las especificaciones técnicas del proveedor de estos polvos se muestran en la tabla 3.2. A los polvos de AlN se les midió la distribución y tamaño promedio de partícula por medio de un analizador centrífugo (HORIBA CAPA 300).

Se obtuvo que para el AlN _{>10} el tamaño promedio de partícula es 3 µm, para AlN ₅₀₁, AlN ₅₀₄, es 9 µm y 17 µm respectivamente.

Tabla 3.2 Especificaciones del nitruro de aluminio.

Propiedad	AlN_{>10}	AlN₅₀₁	AlN₅₀₄
Pureza (%)	≥98%	99.9%	99.9%
Composición	-	Al-65.8, N-34.2	Al-65.8, N-34.2
Densidad (g/cm³)	3.26	3.26	3.26
Punto de fusión (°C)	>2200	2200	2200
Tamaño de partícula	<10 μm	7-10 μm	-100+325 mallas
Dureza Mohs a 20°C	-	9-10	9-10
Tipo de estructura	-	Hexagonal	Hexagonal

3.2 PROCESAMIENTO DE LOS COMPUESTOS

3.2.1 Compactación

Para la elaboración de los preformados en verde se compactó uniaxialmente los polvos de nitruro de aluminio en un dado rectangular de acero, cuyas dimensiones internas son 6.5 x 1 x 1 cm como se muestra en la figura 3.2. Para obtener las preformas con las dimensiones anteriormente mencionadas se compactaron 12g de AlN sin la utilización de ningún ligante y aplicando una carga de 14 MPa.

A las preformas en verde se les midió la densidad, la cual se efectuó directamente con las dimensiones y la masa de la preforma ya que son muy frágiles para hacer uso de algún otro método.

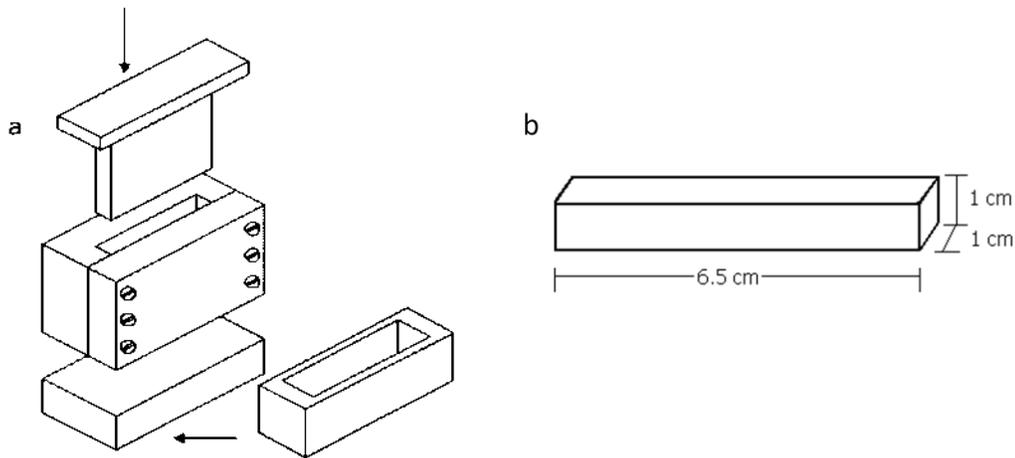


Figura 3.2 a) Dado empleado en el prensado uniaxial de los polvos de AlN para obtener las preformas porosas, b) Dimensiones finales de las preformas.

3.2.2 Infiltración

La infiltración de los preformados se realizó por medio de la técnica de infiltración espontánea. En esta etapa se colocan 6.5g de la aleación de magnesio AZ91E encima de las preformas porosas de AlN en un crisol de grafito. Para tal efecto se utilizó un horno horizontal Carbolite TZF, el cual tiene una temperatura máxima de trabajo de 1500°C. Fue necesario aplicar una atmósfera dinámica de argón, para disminuir en lo posible la oxidación tanto de las preformas como de la aleación de magnesio, por otro lado esta atmósfera, ayuda a que ocurra el mecanismo de mojabilidad.

La infiltración completa de la aleación dentro de la preforma se logra en 12 minutos a la temperatura de 850°C.

3.3 DENSIDAD

La densidad de una muestra se determina a partir del conocimiento de su volumen y su peso, el problema está en saber cuál es su volumen real para poder obtener una medida lo más próxima a la real.

Para los materiales compuestos, la medición de la densidad se realizó utilizando el principio de Arquímedes descrito por la norma ASTM-C373. Este método implica primeramente el pesado en seco de la muestra, en caso de no estarlo, se pone a secar a más de 100°C (D). Posteriormente la muestra se mantiene por cinco horas en agua destilada hirviente y permanece inmersa por un mínimo de 24 horas. Después de ese tiempo se pesa la muestra suspendida en agua (S), luego se saca la muestra sumergida y se elimina el exceso de agua con un paño; para finalmente pesar la muestra saturada suspendida en el aire (W).

Por medio de la ecuación 3.1 se calcula la densidad, teniendo en cuenta que 1cm³ de agua destilada pesa 1 gramo. La porosidad aparente del material (P), la densidad volumétrica (ρ_v) y la densidad relativa (ρ_r) pueden ser calculadas de la siguiente manera:

$$\rho_v = \frac{D}{V} = \frac{D}{W-S} \quad (3.1)$$

$$\rho_r(\%) = \frac{\rho_v}{\rho_t} \times 100 \quad (3.2)$$

$$P(\%) = \frac{(W-D)}{V} = \frac{W-D}{W-S} \times 100 \quad (3.3)$$

Donde ρ_t corresponde a la densidad teórica, la cual se calculó a partir de la expresión de la regla de las mezclas, considerando que la fracción volumétrica de la fase matriz corresponde al total de porosidad abierta ocupada por la aleación fundida al momento de la infiltración y V es el volumen exterior.

De esta manera se determinó la porosidad de los compuestos y se obtuvo la fracción volumétrica del material de refuerzo.

3.4 CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL

La caracterización microestructural consistió en el estudio de los materiales antes y después del proceso de infiltración. El procedimiento para las técnicas utilizadas para cada tipo de caracterización se describe a continuación.

3.4.1 Microscopia Óptica (MO)

Con el fin de observar la microestructura se seccionaron con un disco de diamante de baja velocidad los diferentes compuestos de AZ91E/AlN. Las muestras metalográficas primeramente fueron desbastadas con papel de carburo de silicio de diferentes grados desde 400 hasta 1500 y pulidas a espejo con pasta de diamante de 0.25 y 1 μm .

3.4.2 Microscopia Electrónica de Barrido (MEB)

La morfología de los polvos de AlN originales y de los compuestos finales, fueron observadas en un microscopio electrónico de barrido JEOL JSM-6400 a una aceleración de voltaje de 15 kV. Los polvos fueron recubiertos con una capa delgada de carbono para mejorar la conductividad de los electrones en la muestra. Las muestras de los compósitos AZ91E/AlN se prepararon de manera similar a los compuestos preparados para microscopia óptica.

También se realizaron microanálisis por EDS (espectrómetro de dispersión de energía) en el material compuesto para identificar la distribución cuantitativa y cualitativa de los elementos presentes en la muestra, tanto en la matriz como en el refuerzo y así analizar posible formación de otra fase.

3.4.3 Difracción de Rayos X (DRX)

La detección de las fases cristalográficas en los compósitos se realizó mediante la técnica de rayos-X usando radiación monocromática CuK_α ($\lambda=1.54056 \text{ \AA}$) con una aceleración de voltaje de 40 keV y una intensidad de corriente de 20 mA. El rango de detección fue de 20° a 80° con un tamaño de paso de 0.02 y una velocidad de barrido de $2^\circ/\text{min}$. Para esta técnica se utilizó un difractómetro SIEMENS D5000.

3.5 CARACTERIZACIÓN MECÁNICA

3.5.1 Módulo de elasticidad

La prueba mecánica fundamental para determinar la eficiencia de un material en aplicaciones electrónicas y/o estructurales, es su grado de rigidez, el cual fue determinado por medio de una prueba no destructiva de acuerdo a la norma ASTM E1876-97. Se realizaron ensayos en las barras de los materiales compuestos utilizando un equipo ultrasónico de ensayos no destructivos Grindosonic MK5 (J. W. Lemmens N.V). En la técnica de excitación por impulsos, los módulos de elasticidad y la amortiguación son calculados a partir del sonido emitido por la muestra al sufrir un pequeño batimiento (golpe) mecánico. Este sonido, o respuesta acústica, está compuesto por las frecuencias naturales de vibración de la muestra que son proporcionales al módulo de elasticidad, mientras que la amplitud disminuye de acuerdo con la amortiguación del material. Para la realización de la caracterización, la muestra a examinar debe ser ubicada y apoyada en un soporte adecuado, posteriormente esta es excitada por un ligero golpe aplicado con un martillo pequeño en diferentes posiciones a lo largo de la muestra. La señal respectiva es registrada por un transductor propiamente colocado en el material. Las lecturas proporcionales a la frecuencia de vibración de la muestra son procesadas por medio del software EMOD-9.15, obteniendo así el módulo elástico, el cual es calculado por la siguiente ecuación:

$$E=\rho(2Lf/m)^2 \quad (3.4)$$

Donde ρ es la densidad calculada por las dimensiones, L la longitud de la barra en mm, f es el orden de la frecuencia de resonancia en la oscilación armónica y m es la masa de la muestra.

3.5.2 Dureza

El objetivo básico de la prueba de dureza es medir cuantitativamente la resistencia de un material a deformación plástica. La prueba de dureza Vickers es común debido a su capacidad de amplio rango de carga. Se hicieron ensayos para determinar la dureza Vickers HV de los compuestos AZ91E/AlN mediante un durómetro *Microphotonic*.

Las muestras utilizadas para la medición de dureza fueron pasadas por lijas de diferentes grados para obtener una superficie plana y pareja. De cada muestra se han realizado 5 medidas, empleando la carga por medio de un indentador piramidal con punta de diamante de 10 kilogramos; la cual se mantiene aplicada por 15 segundos para garantizar el equilibrio.

3.6 CARACTERIZACIÓN TÉRMICA Y ELÉCTRICA

Una buena conductividad térmica, un coeficiente de expansión térmico bajo y una conductividad eléctrica moderada, son algunas de las propiedades que requieren los compuestos de matriz metálica para aplicaciones en empaquetamiento electrónico o como disipadores térmicos. A continuación se mencionan las técnicas utilizadas para la caracterización térmica y eléctrica de los compósitos AZ91E/AlN.

3.6.1 Conductividad térmica

Las muestras a medir fueron seccionadas a un espesor de aproximadamente un milímetro y se pulieron acabadas a espejo por ambos lados.

La medición de resistencia térmica se realizó en un sistema de vacío convencional, el cual cuenta con dos sistemas de enfriamiento; un plato frío peltier y un Chiller de recirculación. Además cuenta con un elemento calefactor tipo resistivo (resistencia eléctrica $1\text{K}\Omega$ para alta potencia), tanto el sistema de enfriamiento como el calefactor se utilizan para inducir el flujo de corriente térmica sobre la muestra. Las muestras se colocan a manera de sándwich (figura 3.3) entre el sistema calefactor y el de enfriamiento, cabe mencionar que la temperatura entre la parte fría y la parte caliente de la muestra se mide por medio de microtermopares los cuales están directamente conectados a una tarjeta de adquisición de datos marca National Instruments NI USB-9162 y mediante el software en plataforma LabView se adquiere la información de ambos termopares, la idea es obtener curvas de corriente térmica en función de incrementos de temperatura (similarmente a las curvas I vs V utilizadas en caracterizaciones eléctricas de materiales). Para la obtención de dichas curvas se inyectaron diversos niveles de corriente eléctrica sobre el elemento calefactor resistivo y a partir del efecto Joule ($Q=I^2R$, donde Q es el calor generado por la corriente eléctrica, I es la corriente directa, R es la resistencia), se obtuvieron los diferentes niveles de corriente térmica aplicados a la muestra bajo prueba, cada uno de estos niveles de corriente térmica genera su correspondiente incremento de temperatura, a partir de aquí se grafican los datos Q vs ΔT y se observa si su comportamiento es lineal o no lineal. Un comportamiento lineal indicaría que el sistema se comporta como una barrera térmica convencional y a partir de la pendiente de la gráfica se obtiene la resistencia térmica.

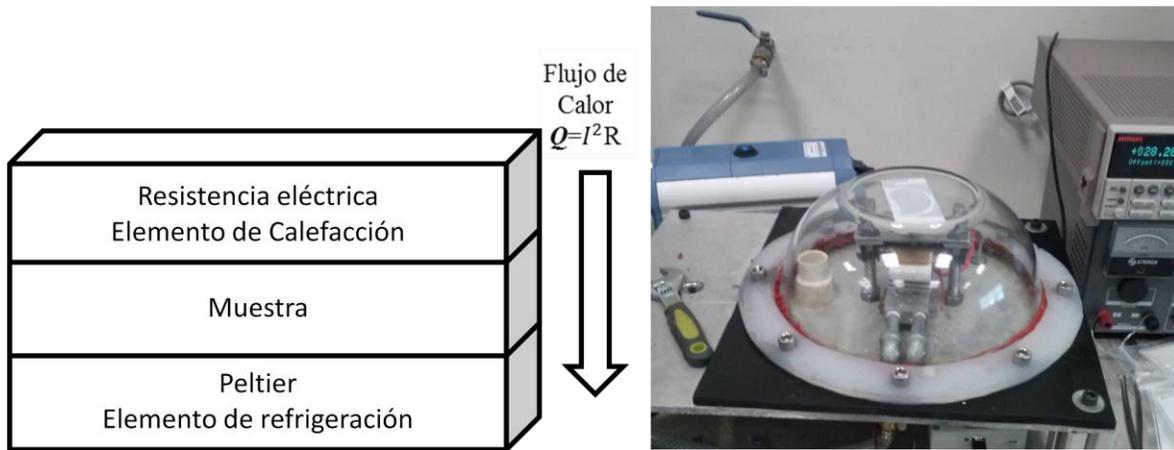


Figura 3.3 Muestra la configuración básica y la cámara convencional de vacío para la determinación de la resistencia térmica.

3.6.2 Coeficiente de expansión térmica

Se midió el coeficiente de expansión térmica lineal a los compósitos Mg-AZ91E/AlN y a la aleación de Mg-AZ91E en el dilatómetro vertical LINSEIS L75V, el cual cuenta con un termopar que lleva una sensibilidad de 0.002 segundos. La cámara del dilatómetro consta de un tarugo de alúmina, que en su interior lleva un pistón de alúmina de base plana, el cual mide la deformación que la pieza va sufriendo con la temperatura.

Las muestras fueron preparadas con dimensiones establecidas por el equipo, en este caso una probeta en forma de prisma de máximo 10 mm de ancho, 20 mm de alto y 10 mm de grosor. La muestra llevó una ruta de calentamiento de 10 °C por minuto hasta 400°C de temperatura de calentamiento, sin tiempo de residencia e inmediatamente después inicia el enfriamiento a 30 °C por minuto.

La obtención de la expansión térmica lineal de una muestra viene dado por la siguiente expresión:

$$\frac{\Delta L}{L_o} = \frac{(L(T)-L_o)}{L_o} \quad (3.5)$$

Donde:

L_o = longitud de la muestra a temperatura de referencia (habitualmente a Temp. ambiente)

$L(T)$ = longitud de la muestra a temperatura T .

El valor de $\Delta L / L_o$ viene dado por:

$$\frac{\Delta L}{L_o} = \frac{\Delta L_o}{L_o} + \frac{\Delta L_s}{L_o} \quad (3.6)$$

Donde:

$\Delta L_o / L_o$ es el cambio aparente en la longitud de la muestra.

$\Delta L_s / L_o$ es el cambio en la longitud del sistema de medición (dilatómetro).

En este dilatómetro la corrección está ajustada automáticamente por el software del equipo. El valor de L_o es ingresado manualmente en los datos iniciales del programa.

El valor de $\Delta L / L_o$ se expresa normalmente en partes por millón ($\times 10^{-6}$) o bien en $\mu\text{m}/\text{m}$.

El Coeficiente medio de expansión térmica lineal es el coeficiente promedio de la expansión térmica lineal (α) en el rango de temperatura desde T_a (temperatura ambiente) a T , viene dado por:

$$\alpha = \frac{1}{L_o} \times \frac{\Delta L}{\Delta T} = \frac{1}{L_o} \times \frac{[L(T) - L_o]}{(T - T_a)} \quad (3.7)$$

El α se expresa como parte por millón por grado centígrado.

$$\alpha = \frac{10^{-6}}{^\circ\text{C}} = \frac{\mu\text{m}}{\text{m}^\circ\text{C}} \quad (3.8)$$

3.6.3 Resistividad eléctrica

La caracterización eléctrica consistió básicamente en el método de cuatro puntas, tal como se muestra en la figura 3.4. A través de una fuente de corriente Keithley 6221 se aplican diferentes niveles de corriente eléctrica que van desde los 1 mA hasta 10 mA y paralelamente se miden las caídas de voltaje generadas por dichas corrientes con el detector de voltajes Keithley 2182A. A partir de dichos datos experimentales se obtienen las curvas I vs V de las muestras y de la pendiente de dicha curva se obtiene la resistencia eléctrica, posteriormente haciendo uso de la ecuación 3.9 dada por la Ley de Ohm se obtiene la resistividad eléctrica del material compuesto^[12].

$$\rho = \frac{RA}{l} \quad (3.9)$$

Donde ρ es la resistividad eléctrica, R la resistencia eléctrica del sólido, A es el área superficial y l es el espesor de la muestra.

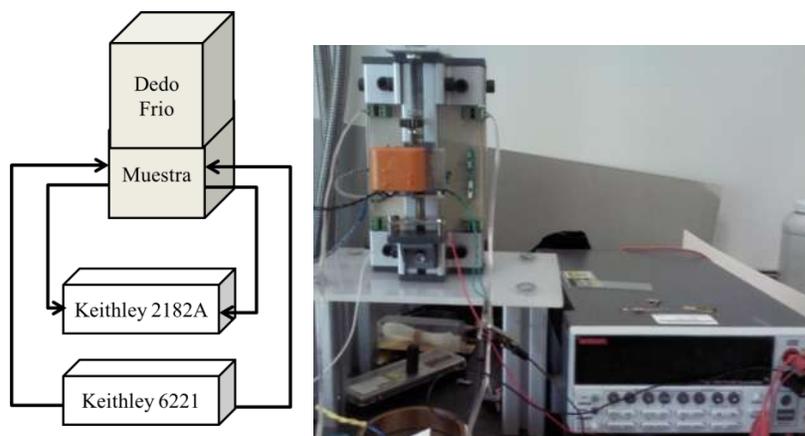


Figura 3.4 Configuración del método de cuatro puntas para la determinación de la resistencia eléctrica.

CAPÍTULO IV

ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

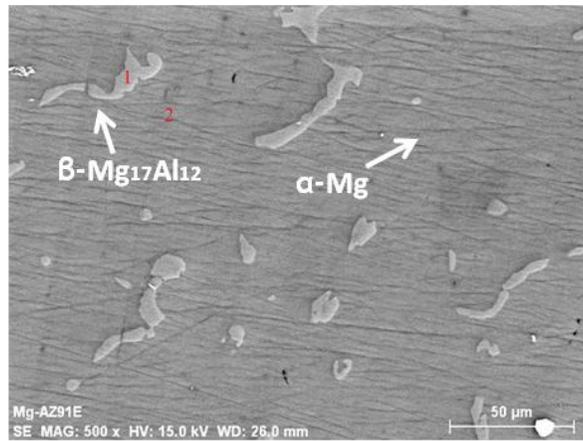
4.1 CARACTERIZACIÓN DE LOS MATERIALES PRECURSORES

Las propiedades de los materiales compósitos están ligadas a sus características microestructurales, así como a las de los materiales que lo constituyen. En esta sección se presentan los resultados de la caracterización de los materiales precursores empleados para la fabricación del material compósito Mg- AZ91E/AlN.

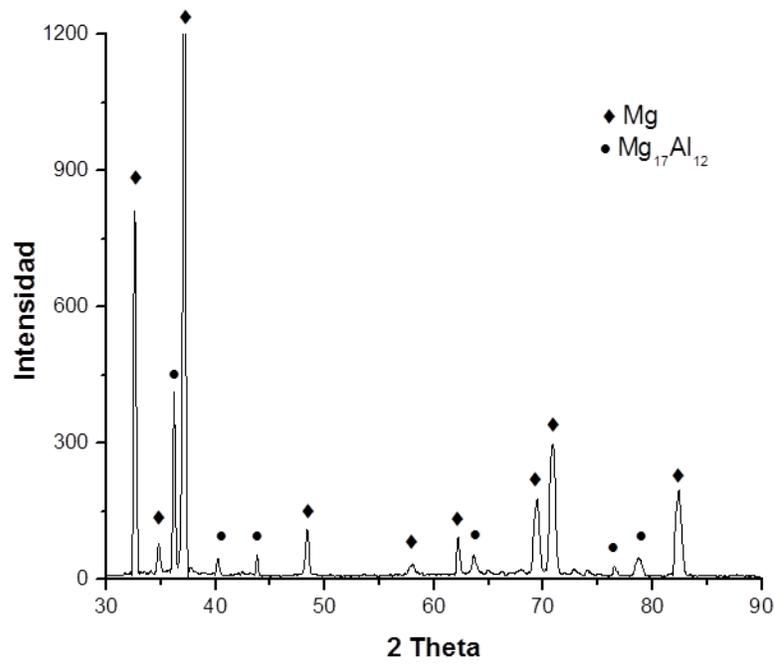
4.1.1 Aleación de magnesio AZ91E

En el presente trabajo se empleó como matriz la aleación de magnesio AZ91E para la fabricación de los compósitos. La figura 4.1a muestra la micrografía de la aleación Mg-AZ91E analizada mediante microscopia electrónica de barrido, en la cual se observa la presencia de algunos precipitados correspondientes a la fase β -Mg₁₇Al₁₂, fase característica de las aleaciones Mg-Al, así como también rodeando a ésta fase se encuentra la fase α -Mg.

Con el objeto de corroborar las fases presentes en el estudio microestructural de la aleación, se realizó un análisis mediante difracción de rayos-X. Como podemos observar en el difractograma correspondiente a la aleación Mg-AZ91E (figura 4.1b), muestra las reflexiones e intensidades que coinciden con los planos de difracción para la tarjeta JCPDS 73-3812, que corresponde a la fase Mg, el cual presenta estructura hexagonal compacta. También se detectó la presencia de la fase β -Mg₁₇Al₁₂.



a)



b)

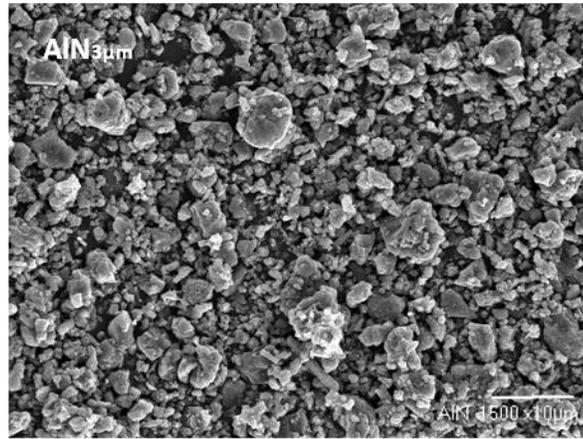
Figura 4.1 Fases principales encontradas en la aleación Mg-AZ91E, a) imagen de electrones secundarios por MEB; b) difractograma de rayos-x de la aleación.

4.1.2 Nitruro de aluminio

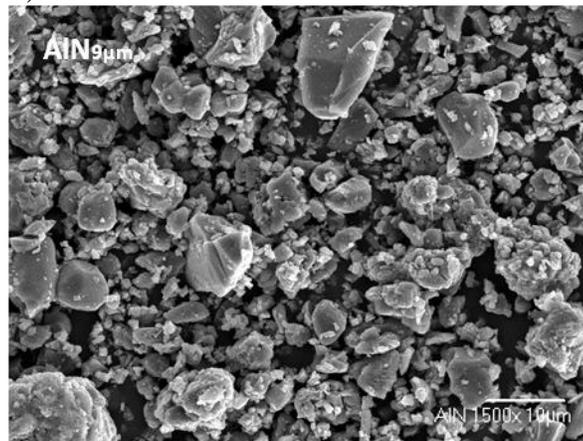
El tamaño de partícula, su forma, distribución y enlace químico entre los cristales de aluminio y nitrógeno son factores importantes que influyen en las propiedades mecánicas del material cerámico.

Para el análisis morfológico de los polvos de AlN empleado como refuerzo en la fabricación del compuesto Mg-AZ91E/AlN se realizó mediante microscopía electrónica de barrido. La figura 4.2 muestra detalles acerca de la morfología de los diferentes polvos de AlN utilizados, donde se puede observar la presencia de partículas de forma granular, irregulares sin una geometría definida. Por otra parte, en la figura 4.2a y 4.2b se observa que las partículas de AlN son densas y están libres de porosidad. Sin embargo, las partículas de nitruro de aluminio cuyo tamaño de partícula es $17\mu\text{m}$ (figura 4.2c - 4.3) muestran cierta porosidad en la superficie esto puede deberse al proceso de obtención de las partículas gruesas de AlN, puesto que se lleva a cabo la síntesis de preformas sinterizadas a partir de polvos finos de AlN, los cuales posteriormente son triturados y tamizado hasta obtener la granulometría deseada. En la figura 4.3 se aprecia la coalescencia de las partículas de AlN, así como la porosidad generada por la fragmentación de dichas partículas.

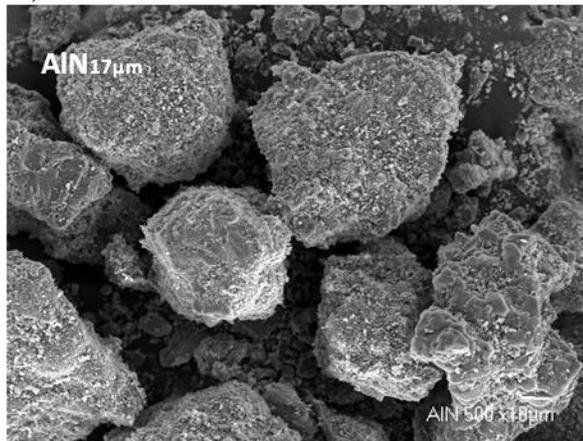
En general, es mínima formación de aglomerados y nula la presencia de partículas elongadas, y su superficie es de textura rugosa. Esto último es un factor importante a considerar, pues incrementa el área de contacto metal/cerámico en el proceso de infiltración, lo cual en un sistema de buen mojado incrementa la adhesión entre las fases; sin embargo si el mojado no es adecuado, puede dar origen a la formación de cavidades. La variación de tamaño de las partículas es evidente, independientemente del tipo de AlN.



a)



b)



c)

Figura 4.2 Micrografías de los polvos de AlN empleados en la fabricación de los compuestos AZ91E/AlN, a) tamaño D_{50} = 3 μ m, b) tamaño D_{50} = 9 μ m y c) tamaño D_{50} = 17 μ m.

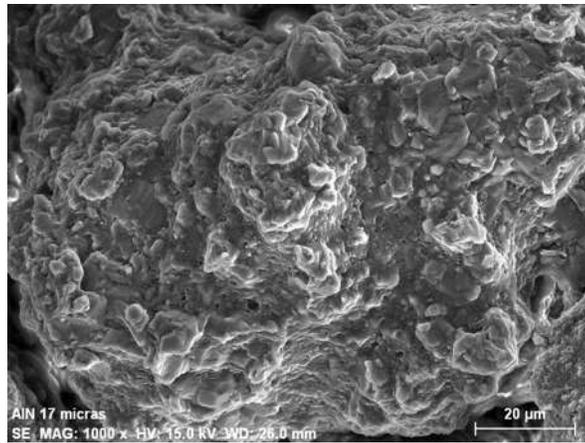


Figura 4.3 Micrografías de los polvos de AlN $D_{50}= 17\mu\text{m}$.

Las fases presentes en los polvos iniciales se determinaron mediante difracción de rayos-x, los patrones de difracción correspondientes se muestran en a figura 4.4, de acuerdo a la indexación realizada, se corroboró que las reflexiones principales coinciden en ángulos e intensidades con la tarjeta JCPDS 25-1133 para la fase AlN, con la estructura hexagonal tipo wurtzita.

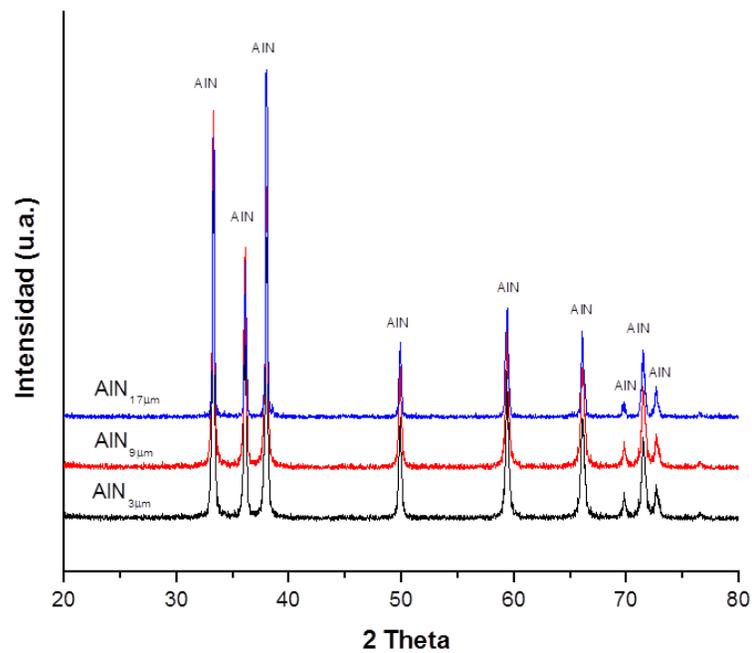


Figura 4.4 Patrón de difracción de polvos de AlN.

Como se mencionó anteriormente, uno de los factores más importantes en la fabricación de los CMM es la forma, tamaño y distribución del refuerzo. B. W. Chua y col. ^[69] reportan que el tamaño de refuerzo es un factor importante en las propiedades mecánicas de los materiales compuestos.

Para obtener una buena compactación de los polvos y como consecuencia una preforma en verde de buena calidad, se requiere de un tamaño de partícula crítico y una distribución adecuada. La figura 4.5 muestra las distribuciones de las partículas del material de refuerzo empleado en la fabricación del material compósito Mg-AZ91E/AlN, el cual consiste de partículas finas y gruesas de AlN. En el histograma se pueden apreciar amplias distribuciones de tamaños, de dicha medición se obtuvo que los polvos de AlN tienen tamaño promedio de partícula de 3 μm , 9 μm y 17 μm respectivamente (figura 4.6). La distribución de tamaños del polvo utilizado en este trabajo, favoreció al reacomodo de partículas en la formación de los preformados en verde, ya que las partículas finas son desplazadas hacia los huecos generados entre las partículas de mayor tamaño, permitieron una buena compactación.

Se ha reportado que el tamaño de partícula del refuerzo también influye en la resistividad eléctrica. Shou Yi Chang y col. ^[70] realizaron un estudio en compuestos de matrices metálicas de aluminio, cobre y plata reforzados con partículas de alúmina y carburo de silicio, donde reportan que los compósitos sufren un incremento en la resistividad con la disminución del tamaño de partícula.

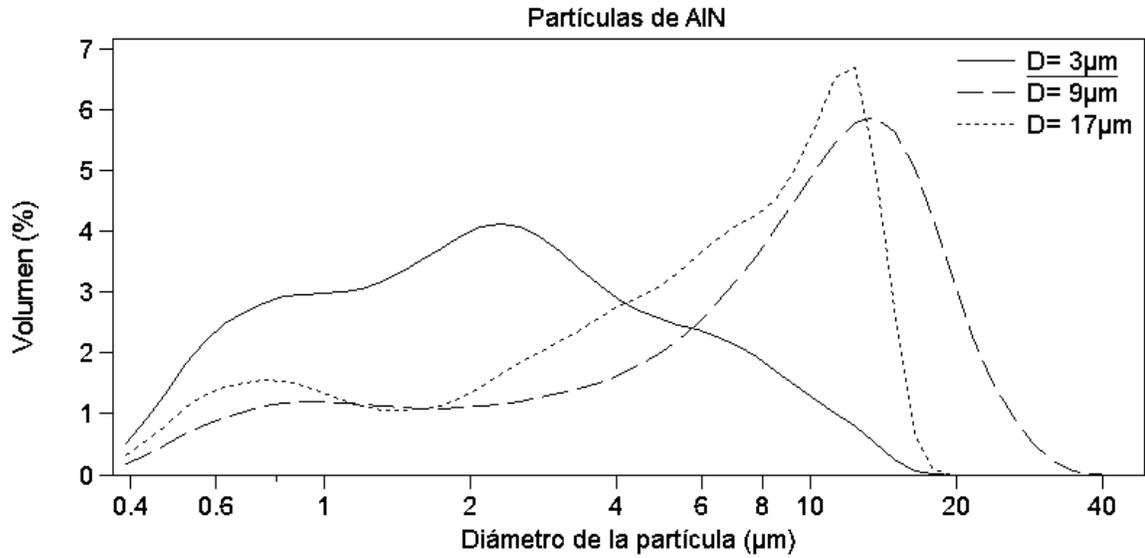


Figura 4.5 Histograma de frecuencia de la distribución de tamaños de partículas de AlN.

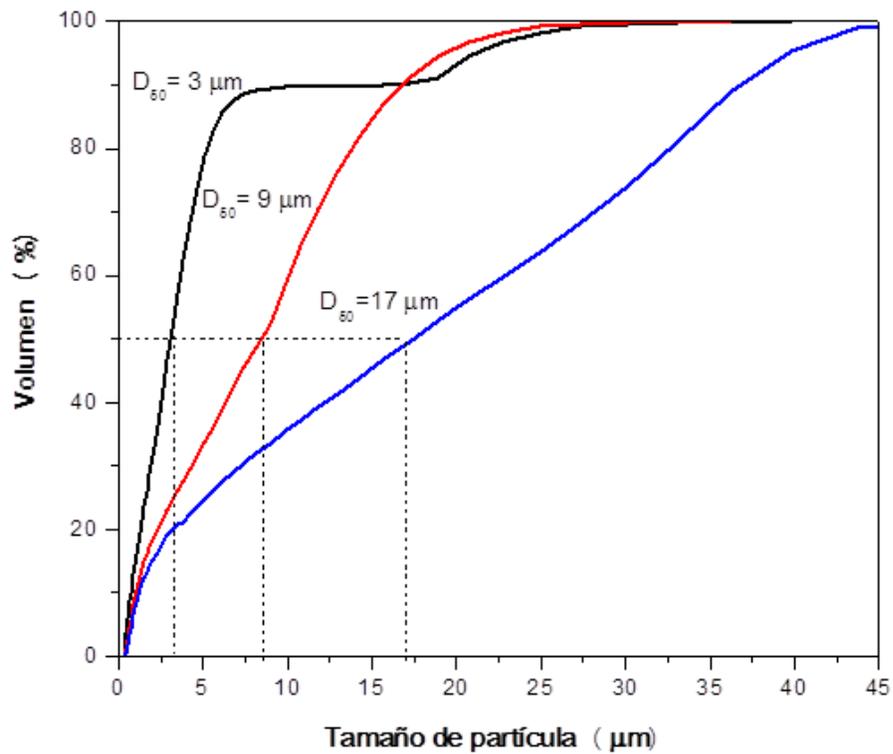


Figura 4.6 Histograma de la distribución acumulativo de tamaños de partículas de AlN.

4.2 CARACTERIZACIÓN DEL COMPÓSITO Mg-AZ91E/AlN

Es necesario observar la distribución de la fase reforzante en la matriz, así como las fases presentes en el material compuesto Mg-AZ91E/AlN, pues de ello dependen algunas propiedades mecánicas, térmicas y eléctricas.

En la microestructura óptica de las muestras de los compósitos infiltrados a 850°C, figura 4.7, es posible observar la distribución homogénea de partículas de AlN en la matriz de Mg-AZ91E.

Sin embargo, en la figura 4.7c se aprecia mejor la dispersión de las partículas (región gris oscura) dentro de la matriz (gris claro), así como la existencia de poros en el material. Esta porosidad se debe al bajo nivel de empaquetamiento de los polvos irregulares, los cuales al momento de enlazarse, forman grandes cavidades por arqueamiento a la hora de compactación y donde la aleación no alcanzó a infiltrarse por completo en la preforma cerámica, así como también es originada por el desprendimiento de partículas de menor tamaño que quedaron atrapadas en los huecos formados entre partículas de mayor tamaño durante la infiltración y las cuales se desprenden durante la preparación metalográfica, efecto atribuido a la diferencia en dureza que existe entre la aleación Mg-AZ91E y el AlN, es posible que en el desbastado cierta cantidad del refuerzo fue arrancado de la superficie originando la porosidad superficial del compuesto.

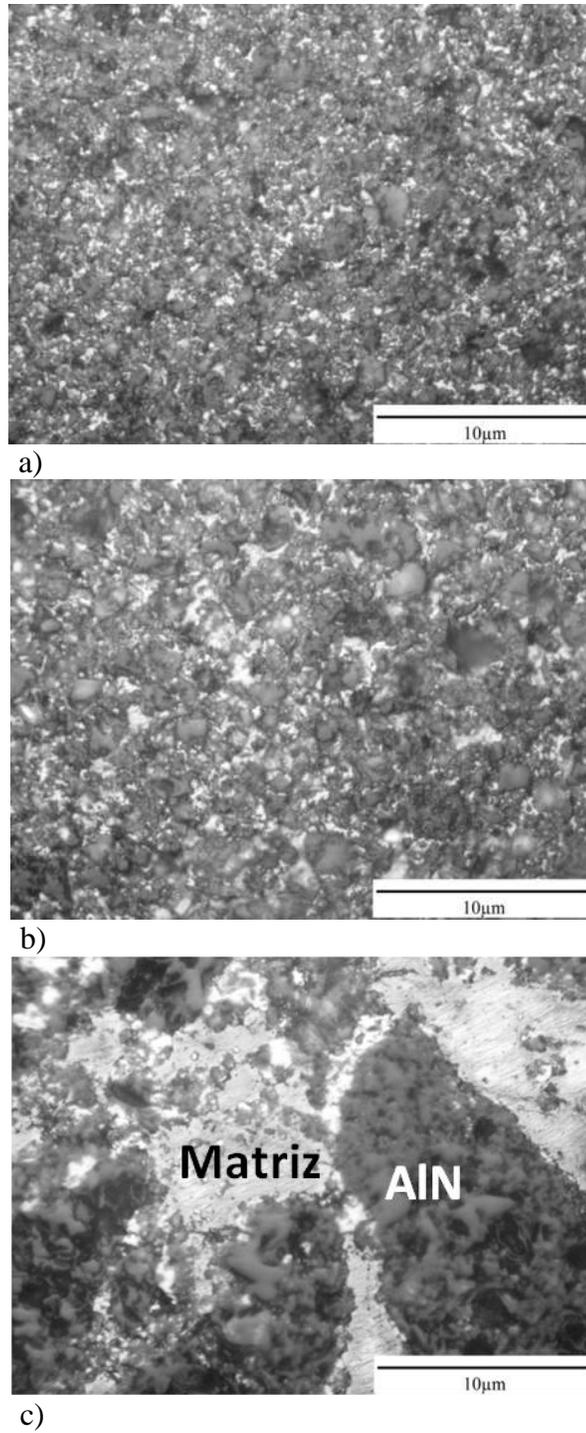


Figura 4.7 Microestructura de los compósitos Mg-AZ91E/AlN a) refuerzo AlN de 3µm, b) refuerzo AlN de 9µm y c) refuerzo AlN de 17µm mediante microscopía óptica a 100x.

Otro factor que influye en la porosidad del material compuesto resultante es la técnica de procesamiento. El compuesto Mg-AZ91E/AlN estudiado en este trabajo fue infiltrado sin la necesidad de una previa pre-sinterización de la preforma en verde, lo que provocó que el grado de densificación de las partículas fuera menor, obteniendo como resultado la presencia de poros en el compuesto. M. Chedru y col. ^[71] hacen hincapié que un hecho importante de observar porosidad en las micrografías ópticas indica que la presión aplicada durante la infiltración no es lo suficientemente alta como para obtener compuestos muy densos, incluso para una alta fracción en volumen de refuerzo. Una infiltración incompleta también puede ser la consecuencia de una alta densidad de partículas en el núcleo de la preforma.

En los materiales compuestos el origen de los poros pueden tener diversas fuentes, por ejemplo, el entrapamiento de gases durante la infiltración y la contracción de la aleación de la matriz durante la solidificación, la cual aparte de generar poros también puede generar esfuerzos residuales o grietas en las zonas entre las partículas de refuerzo.

En los análisis de imagen utilizando microscopía electrónica de barrido se encuentra que el refuerzo se halla homogéneamente distribuido en la matriz metálica, figura 4.8. En las micrografías obtenidas también se observa una microestructura isotrópica debido a la discontinuidad de las partículas de AlN presentes en los compósitos Mg-AZ91E/AlN infiltrados a 850°C, esto debido a que los contactos entre partículas se eliminan de manera completa.

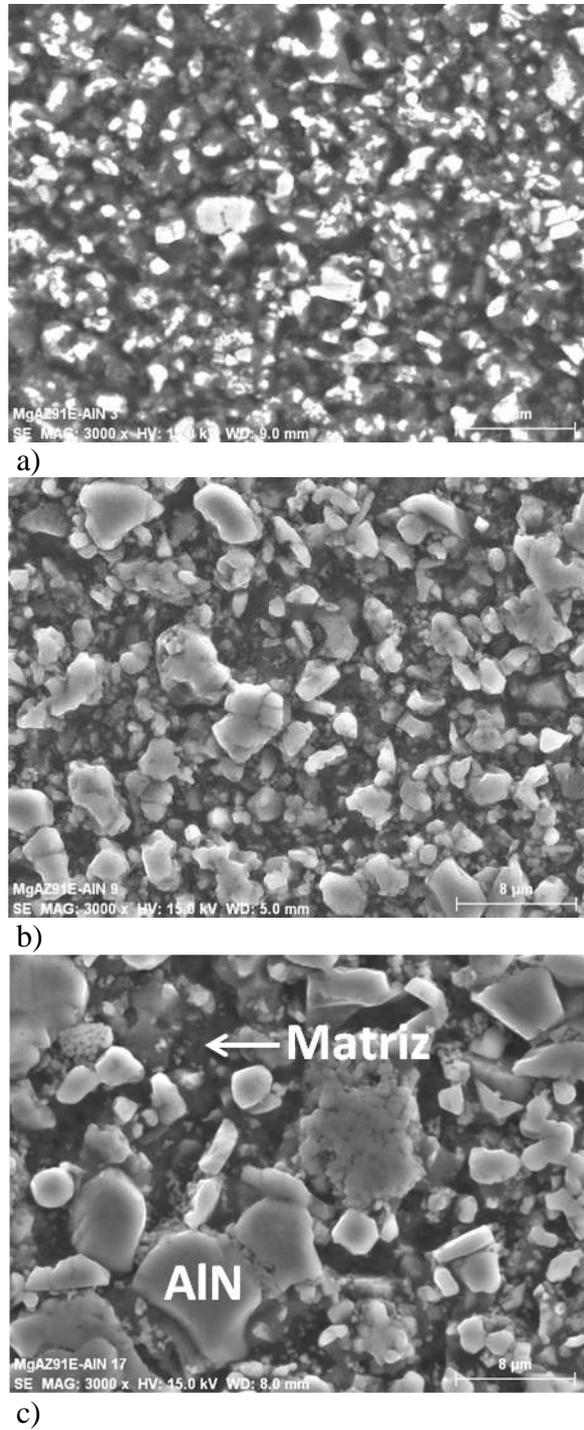


Figura 4.8 Microestructura obtenida mediante MEB de los compósitos Mg-AZ91E/AlN, a) con refuerzo AlN de 3 μ m, b) con refuerzo AlN de 9 μ m y c) con refuerzo AlN de 17 μ m.

Con el fin de corroborar que la distribución es homogénea a lo largo de la muestra se realizó varias pruebas de análisis químicos elementales a los diferentes compósitos. La figura 4.9 presenta un mapeo de la distribución de los principales elementos de los compósitos Mg-AZ91E/AlN, en el cual es evidente que las partículas de AlN (distinguidas por los colores verde y rojo) están uniformemente dispersadas, mientras tanto se observa que la aleación de Mg- AZ91E (distinguida por el color azul) se distribuye a lo largo del compósito.

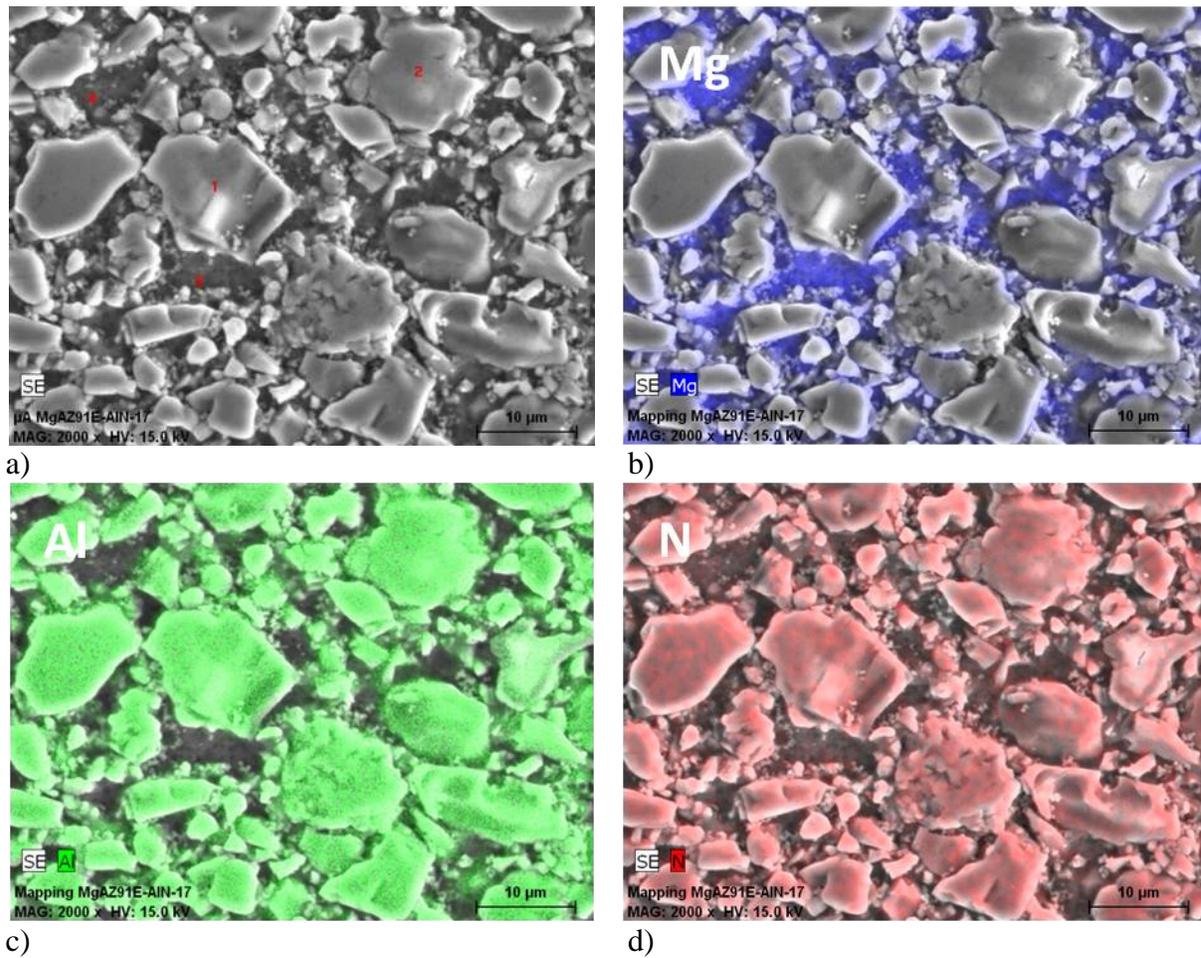
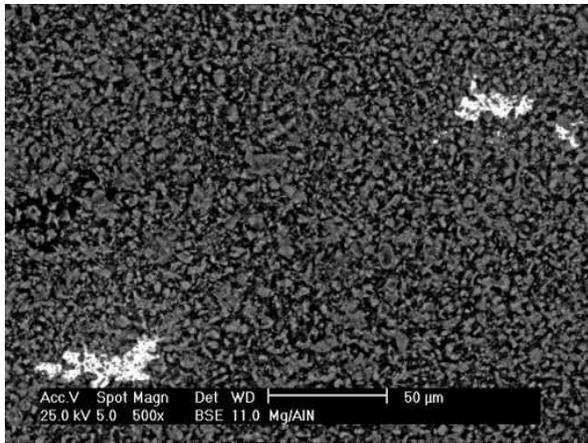


Figura 4.9 Mapeo del compósito Mg-AZ91E/AlN_{17µm}, a) zona de análisis, b) mapeo de Mg, c) mapeo de Al y d) mapeo de N.

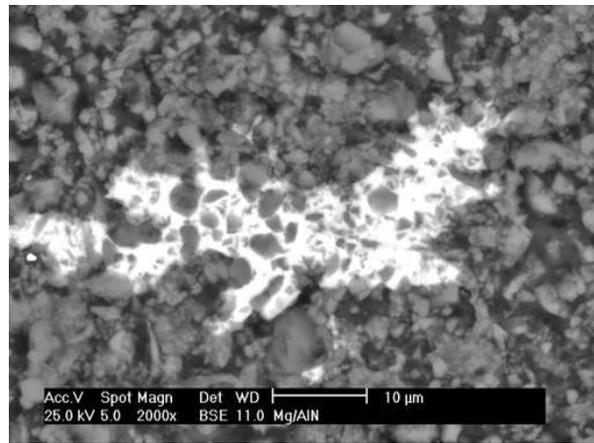
Una imagen obtenida por electrones retrodispersados revela diferencias en la composición química de los compósitos por diferencia de contrastes (figura 4.10). Mediante el análisis químico de la composición elemental de la superficie de los compósitos (figura 4.11-4.12) y el microanálisis cuantitativo mediante la técnica de EDS (tabla 4.1) se ha confirmado la presencia de las concentraciones de manganeso, hierro y silicio en la matriz de magnesio.

L. A. Dobrzanski ^[72] y colaboradores, reportan el estudio de la aleación de magnesio AZ91E después de ser tratada térmicamente a 750°C, la cual presenta una estructura compuesta de la solución sólida α -Mg y de la fase secundaria $Mg_{17}Al_{12}$. Estos investigadores observaron en la estructura de la aleación la presencia de algunos precipitados tipo aguja, parcialmente coherentes con la matriz y situados en los límites de grano. Los análisis de composición química por EDS confirman que tales precipitados están constituidos principalmente de aluminio, manganeso, hierro, silicio y zinc, los cuales constituyen la estructura en solución sólida de la fase $Mg_{17}Al_{12}$, así como de los eutécticos AlMnFe y Mg_2Si de la aleación de magnesio AZ91E. La formación de los precipitados contribuyó a la mejora de las propiedades mecánicas de la aleación con la ligera reducción de sus propiedades plásticas.

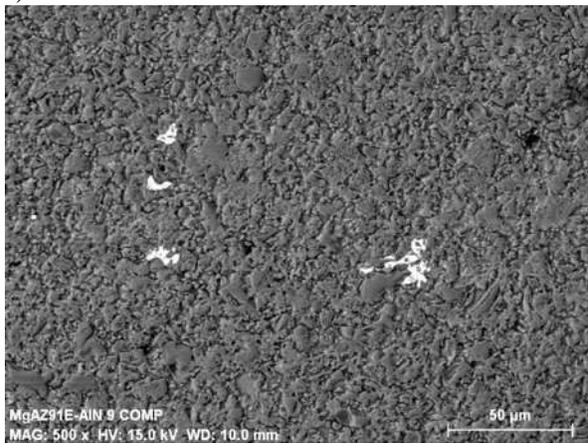
Para el caso de los compósitos Mg-AZ91E/AlN fabricados en esta investigación la concentración de precipitados dentro de la matriz de magnesio ayuda a incrementar la dureza de la misma y por consiguiente la del compósito. Sin embargo, la aparición de estas impurezas produce una reducción en la conductividad térmica, por la misma razón que disminuye también la conductividad eléctrica. Esto se debe a que tanto las partículas de AlN como los precipitados (átomos impureza), especialmente si estos últimos están en solución sólida, actúan como centros de dispersión, disminuyendo la eficiencia del movimiento de los electrones y fonones.



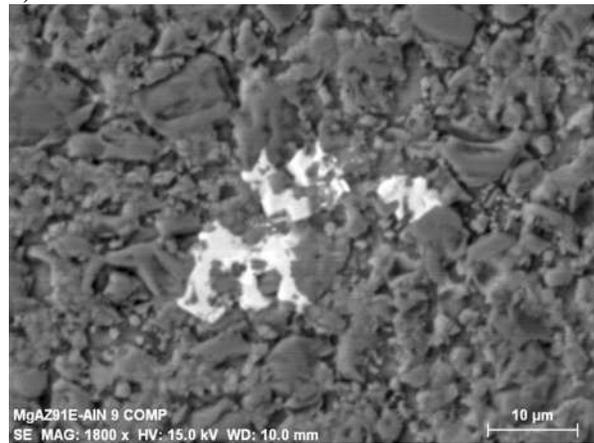
a)



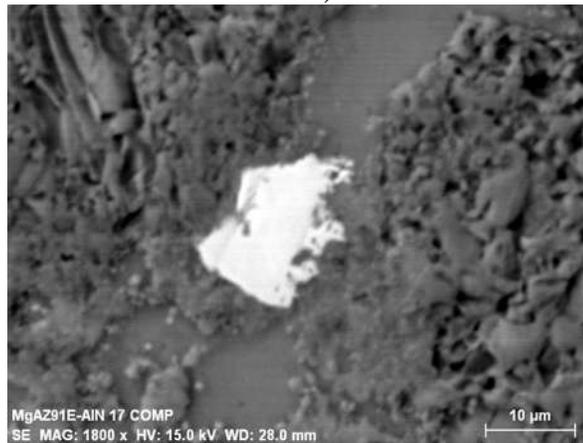
b)



c)

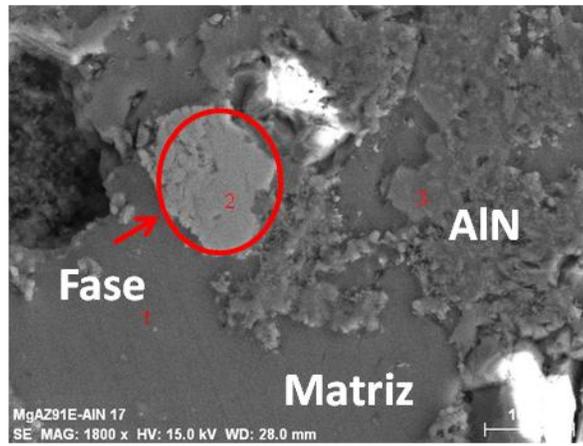


d)

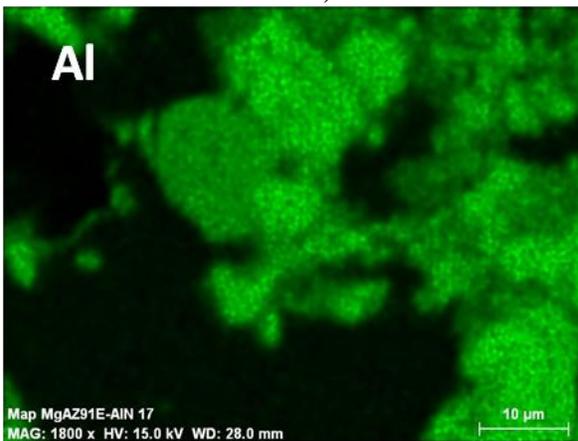


e)

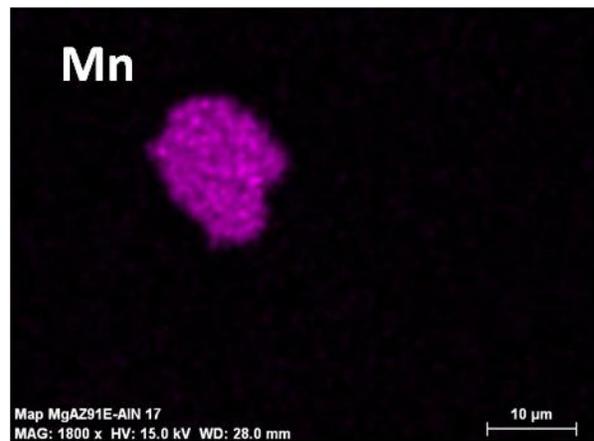
Figura 4.10 Imagen de electrones retrodispersados por MEB de los compósitos Mg-AZ91E/AlN, a) y b) con refuerzo de 3 μ m; c) y d) con refuerzo de 9 μ m y e) con refuerzo de 9 μ m.



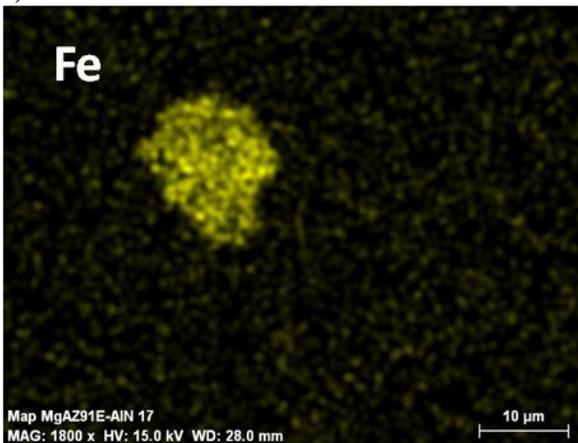
a)



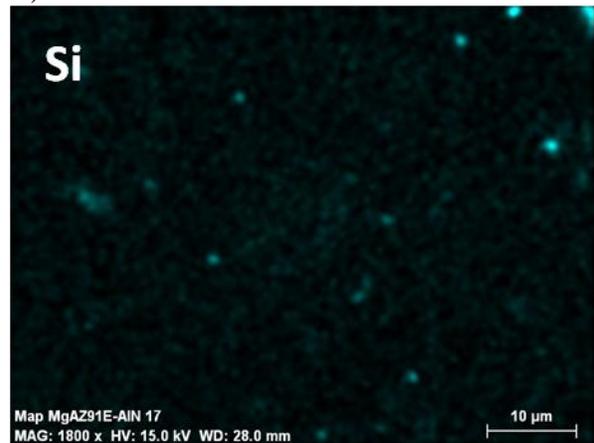
b)



c)



d)



e)

Figura 4.11 Mapeo del compuesto Mg-AZ91E/AlN₁₇μm, a) distribución de elementos, b) mapeo del Al c) mapeo del Mn, d) mapeo del Fe y e) mapeo del Si.

Tabla 4.1 Análisis de composición química de la figura 4.11, punto 2 de los compósitos Mg-AZ91E/AlN.

Elemento	Concentración en masa (%)	
	Masa	Atómico
Aluminio	56.70	72.74
Silicio	1.43	0.95
Manganeso	35.6	22.42
Hierro	6.27	3.89

Por otro lado, el patrón de difracción de los compósitos Mg-AZ91E/AlN mostrado en la figura 4.12 no revela la existencia de alguna fase ajena a los constituyentes en mayor proporción. Sin embargo, no se descarta que en la interfase entre el refuerzo y la matriz se presenten algunos productos de reacción los que podrían ser detectados por otras técnicas.

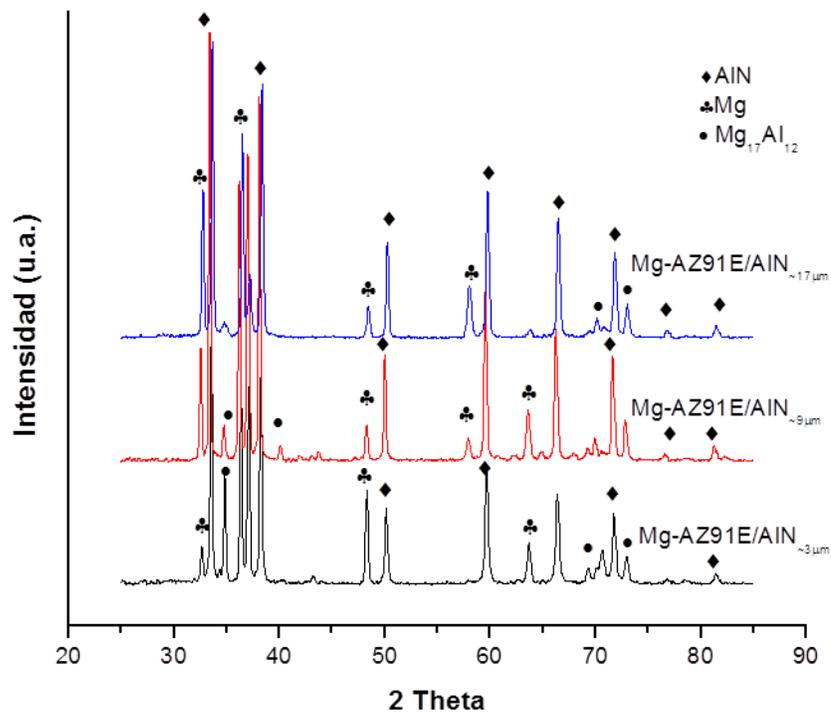


Figura 4.12 Difractograma de rayos x de los compósitos de Mg-AZ91E/AlN.

4.2.1 Propiedades físicas y mecánicas

En la fabricación de materiales compuestos de matriz metálica el propósito es combinar las propiedades de los materiales base con la finalidad de obtener características no usuales de rigidez, peso o dureza; aunque es de esperarse que algunas de estas propiedades puedan ser afectadas en el compuesto por el alto contenido de refuerzo. En las siguientes secciones se comparan las propiedades físicas y mecánicas de los compuestos obtenidos respecto de materiales similares.

4.2.1.1 Densidad

Los materiales compuestos Mg-AZ91E/AlN son ligeros debido a las bajas densidades de sus materiales constituyentes por separado. Sin embargo la densidad de la aleación Mg- AZ91E (1.8 g/cm^3) se incrementa al incorporar la fase de AlN que posee una densidad de 3.26 g/cm^3 y que ocupa el ~50% del material compuesto. La tabla 4.2 muestra las densidades calculadas y las obtenidas experimentalmente de los compuestos fabricados.

Tabla 4.2 Densidad de los compósitos Mg-AZ91E/AlN.

<i>Compósito</i>	<i>Mg-AZ91E/AlN_{3μm}</i>	<i>Mg-AZ91E/AlN_{9μm}</i>	<i>Mg-AZ91E/AlN_{17μm}</i>
AlN (Vol. %)	49	51	50
Densidad teórica (g/cm^3) (regla de las mezclas)	2.52	2.54	2.53
Densidad Arquímedes (g/cm^3) (Principio de Arquímedes)	2.37	2.65	2.33
Porosidad (%)	2	1	4

La densidad obtenida para los compuestos Mg-AZ91E/ $\text{AlN}_{3\mu\text{m}}$ es menor, comparada con la densidad reportada por Rodríguez G. [32], quien realizó la síntesis de materiales compuestos por la técnica de infiltración espontánea por contacto, empleando como matriz una aleación comercial de magnesio AE42 y como refuerzo 48% de AlN con tamaño promedio de partícula de $1.8\mu\text{m}$ y cuya densidad resultante fue 2.64 g/cm^3 . Entre algunos de los materiales empleados para empaquetamiento electrónico, se encuentra la aleación Ni-Fe comercialmente conocida como Kovar, que a pesar de tener buenas propiedades térmicas compatibles con los sustratos cerámicos, presenta una pobre conductividad térmica de 17 W/mK y una elevada densidad de 8.36 g/cm^3 como principal desventaja [73]. La aplicación de la aleación Mg-AZ91E, demuestra que los compuestos obtenidos son ligeros y podrían caer dentro de los materiales aplicados para empaquetamiento electrónico.

4.2.1.2 Módulo de Young

Para la medición del módulo elástico se utilizó una prueba no destructiva, la cual se basa en la generación de impulsos transversales y longitudinales en la muestra. La adición del refuerzo cerámico hace que aumente el módulo elástico en los compuestos resultantes, esto se debe a la fuerza de enlace atómico del AlN (covalente), que proporciona mayor rigidez a la estructura en comparación con el enlace metálico de la matriz. Por dicha razón esta propiedad se ve favorecida con el incremento lineal de contenido volumétrico de refuerzo.

En la figura 4.13 se presentan los módulos de elasticidad de los compuestos y de la aleación monolítica, esto representa un incremento en el módulo de elasticidad del 245, 280 y 236 % con respecto a la matriz metálica. Puesto que la matriz soporta la mayor carga aplicada y las partículas dispersas impiden o dificultan el movimiento de las dislocaciones que circulan dentro de la matriz, este efecto hace que disminuya la deformación plástica y aumente tanto la dureza como el módulo de Young. Algunas investigaciones demuestran que la resistencia de los compuestos de matriz de magnesio aumenta conforme disminuye el tamaño de partícula, pues esta resistencia depende del estrés acumulado alrededor de las partículas por la distorsión de la red [74].

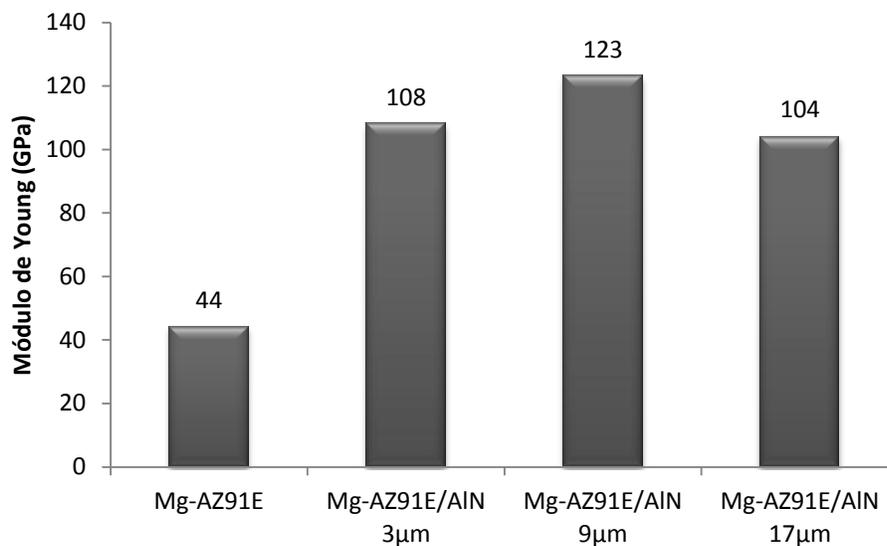


Figura 4.13 Comparación de los módulos de Young para los compósitos y la aleación monolítica.

La variación del módulo elástico de los compósitos en función del contenido de AlN se pueden observar en la tabla 4.3, en la cual podemos correlacionar los resultados obtenidos con los reportados por Y. Arrollo, Rodríguez G. y Hiromitsi K. [29, 32, 46, 75], quienes fabricaron compósitos de matriz de magnesio con similares cantidades de cerámico y reportan un valor de módulo elástico menor al de los compósitos Mg-AZ91E/AlN_{9µm} fabricados en este trabajo.

Tabla 4.3 Módulos de elásticos de algunos compuestos reportados en la literatura [29, 32, 46, 75].

Compósito	% Vol. de refuerzo	Módulo de Young GPa
Mg/AlN [29]	48	108
Mg-AE42/AlN [46]	48	115.6
Mg-AJ52/AlN [75]	48	122.2
Mg-AM60B/AlN [75]	48	120.5
Mg/AlN [32]	60	120
Mg/AlN [46]	48	105
Mg-AZ91E/AlN _{3µm}	49	108
Mg-AZ91E/AlN _{9µm}	51	123
Mg-AZ91E/AlN _{17µm}	50	104

Se realizaron cálculos previos a partir de modelos teóricos para la determinación del módulo de elasticidad en el compuesto, para ello se aplicó el modelo de la regla de las mezclas y el de Halpin-Tsai ^[44]. Para el modelo de Halpin – Tsai el cual es usado para predecir el módulo de elasticidad cuando se usan refuerzos en forma de partícula en la elaboración de compósitos, se consideró un valor de efecto de forma de 0.8, 1 y 2.

La figura 4.14 muestra que los valores obtenidos experimentalmente son los más cercanos a los predichos mediante el modelo de Halpin-Tsai y la diferencia se puede atribuir al factor forma y sobre todo que en dicho modelo no se contempla la porosidad del compuesto. Por otra parte se observa el módulo de elasticidad resultante del modelo de la regla de las mezclas está sobreestimado en comparación con los valores de los compósitos Mg-AZ91E/AlN.

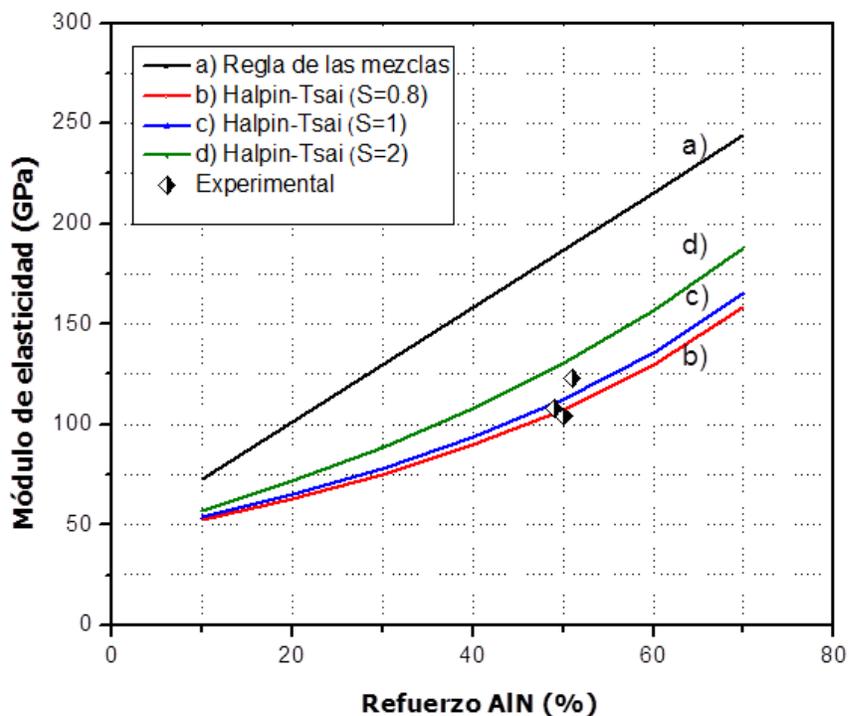


Figura 4.14 Comparación del módulo de elasticidad de los materiales compuestos Mg-AZ91E/AlN calculados mediante modelos teóricos y los valores obtenidos experimentalmente.

4.2.1.3 Dureza

La dureza de los compósitos se midió utilizando el ensayo de dureza Vickers, en la figura 4.15 se muestran los valores promedio de dureza de los compuestos Mg-AZ91E/AlN y de la aleación base. Al introducir una fase dura como el AlN incrementa la resistencia a la penetración de la superficie metálica. Este efecto se corrobora al comparar los valores de dureza del compósito con la aleación de magnesio AZ91E monolítica, lo cual también permite corroborar que la distribución de las partículas de nitruro de aluminio fue homogénea.

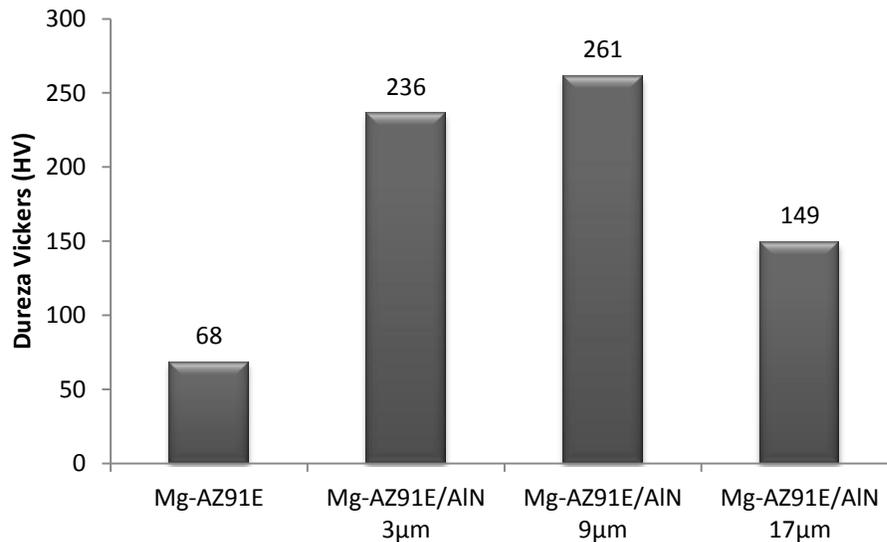


Figura 4.15 Dureza de los compósitos Mg-AZ91E/AlN y de la aleación Mg-AZ91E.

El endurecimiento por precipitación involucra la formación de partículas finas que interactúan con el movimiento de las dislocaciones, incrementando así la dureza de la matriz y por consiguiente del compósito. En general, el efecto que pueden introducir las partículas de refuerzo sobre las propiedades de la matriz es tan importante como el efecto de los precipitados de segunda fase en endurecimiento por precipitación en la aleación metálica ^[76].

4.2.2 Caracterización termoeléctrica

La evaluación térmica y eléctrica de los compósitos de Mg-AZ91E/AlN es una parte esencial en la caracterización, debido a su posible aplicación en empaquetamiento electrónico. Una de las principales características que deben de poseer dichos materiales es una alta conductividad térmica para esparcir, extraer y disipar el calor hacia el exterior. Asimismo, otra propiedad importante es la conductividad eléctrica; ya que una alta conductividad eléctrica es ideal para evitar la interferencia electromagnética en el empaquetamiento electrónico a través de mecanismos de absorción y reflexión de las ondas electromagnéticas. Por lo anterior la caracterización termoeléctrica de los compósitos consistió en la determinación de la conductividad térmica, el coeficiente de expansión térmica y la resistividad eléctrica.

4.2.2.1 Conductividad Térmica

En los compósitos Mg-AZ91E/AlN, los fonones en el AlN (generados por las vibraciones de la red) producen una conductividad térmica de 80-320 W/mK en el material y los electrones de la matriz de magnesio contribuyen a una conductividad de 51 W/mK. Por dicha razón la conductividad en estos compuestos está en función de algunos factores microestructurales como distribución de fases, porcentaje, tamaño y forma del refuerzo, porosidad y naturaleza de la interfase metal-cerámico.

En la tabla 4.4 se muestran los resultados de conductividad térmica de los compósitos Mg-AZ91E/AlN fabricados por infiltración espontánea por contacto sin pre-sinterización de las preformas cerámicas.

Tabla 4.4 Conductividad térmica de los compósitos Mg-AZ91E/AlN.

Compósito	Conductividad térmica (CT) W/mK
Mg-AZ91E/AlN₃ μm	32.87
Mg-AZ91E/AlN₉ μm	30.46
Mg-AZ91E/AlN₁₇ μm	33.50

La conductividad resultante en los compósitos de Mg-AZ91E/AlN realizados en esta investigación, se atribuye en parte a la falta de sinterización de las preformas en verde de AlN, puesto que de llevarse a cabo una sinterización aumenta la densificación de las preformas obteniendo tanto partículas como poros interconectados, los que fueran cubiertos por el flujo metálico de la matriz reduciendo la porosidad entre partículas y por lo tanto incrementar los valores de conductividad térmica. La cantidad de oxígeno presente en la red del AlN disminuye la conductividad térmica de los compósitos, debido a que la inestabilidad inherente de los polvos de AlN hace que reaccione con el aire incluso a temperatura ambiente y esto da origen a la formación de fases secundarias de Al₂O₃ en los límites de grano, resultado de la reacción del oxígeno con el AlN, cuya conductividad teórica es mucho menor (25 W/mK) que la teórica para el nitruro de aluminio y la cual actúa como una barrera para el flujo de los fonones en el cerámico ^[77].

Jie Luo ^[78] indica que aunque el AlN entre los materiales cerámicos posee mayor conductividad térmica cuando es monocristalino, pero podría dar lugar a una gran diferencia en los valores predichos de la conductividad térmica cuando el refuerzo es policristalino viéndose afectadas las conductividades de los compósitos. Esto es demostrado a través de las investigaciones realizados por Kyoung Hun Kim y col. ^[79], quienes estudiaron el efecto la conductividad térmica del nitruro de aluminio sinterizado por la técnica de spark plasma a 1700°C por 5 min con diferentes contenidos de itria. Los resultados reportados por estos investigadores indican que al añadir 3% de Y₂O₃ la conductividad del AlN es 127 W/mK. Mientras que la conductividad térmica correspondiente del AlN sinterizado sin presencia de itria a 1500°C es de 20 W/mK e incrementa a 61 W/mK conforme aumenta la temperatura de sinterización hasta 1700°C. Se concluye que la conductividad térmica del AlN puede

mejorarse por adiciones de Y_2O_3 debido a la reducción de oxígeno en la red del nitruro de aluminio. Por otra parte, al incrementar el contenido de Y_2O_3 disminuye la conductividad debido al exceso de formación de fases secundarias presentes, tal es el caso de la fase aluminato de itrio, la cual se presentó en los límites de grano de las preformas sinterizadas de AlN con 5% Y_2O_3 y cuya conductividad resultante fue de 75 W/mK ^[79].

Para los compósitos Mg-AZ91E/AlN_{17μm}, los cuales presentan un ligero incremento en la conductividad térmica comparado con los compósitos fabricados a partir de partículas con tamaño de 3 y 9μm, este aumento se atribuye al tamaño de partículas de refuerzo, puesto que entre mayor es la partícula, el límite de grano es mayor y se tienen menos bordes de grano presentes que afecten la conductividad.

Es necesario que los materiales empleados en aplicaciones de disipación térmica presenten el mínimo de porosidad posible para aumentar su capacidad de transferencia térmica, ya que la porosidad reduce el valor de CT debido a la interrupción de la conducción del calor en la interfase existente entre los poros residuales y la matriz del compuesto. Kwang-Min Lee y col. ^[52] realizaron la síntesis de materiales compuestos de Cu-AlN producidos por sinterización de pulsos de corriente eléctrica (PECS) donde reportan que la medición de la CT de los compósitos al ir incrementando la fracción volumétrica del cobre (40, 60 y 80% vol.) va desde 11.5 W/mK hasta 67.3 W/mK.

Otras investigaciones realizadas por Y.Q. Lui y col. ^[56] en el desarrollo de compósitos nanocristalinos de Al reforzado con nanopartículas de AlN fabricados por la técnica de evaporación por descarga de arco de plasma, la conductividad térmica reportada para estos nanocompósitos disminuye desde 160 a 50 W/mK. La causa principal de la disminución de la conductividad térmica es la reducción en la conectividad de la matriz de aluminio con el incremento de la fracción volumétrica del AlN. Otro factor de la reducción de la CT de los nanocompósitos. Generalmente, los metales policristalinos presentan una conductividad inferior a la de un monocristal debido a la dispersión intensa de electrones por los límites de granos, poros y otros defectos. En particular, cuando el tamaño de grano disminuye a nanoescala, incrementa notablemente el volumen de los límites de grano y con ello la dispersión de los electrones.

Por otra parte, Rudajevová A. ^[80] menciona que en los materiales compósitos de Mg/Al₂O₃ se obtuvo una densidad de 3.3 g/cm³ y la conductividad térmica a temperatura ambiente está en el rango de 30-36 W/mK.

4.2.2.2 Coeficiente de expansión térmica

Para un sólido se entiende como coeficiente de expansión térmico (CET) al cambio porcentual de la longitud para un aumento de temperatura determinado. El nitruro de aluminio presenta un enlace covalente con estructura tipo wurtzita. Por lo tanto, debido a este tipo de enlace interatómico, el AlN tiene un coeficiente de expansión térmica bajo ($4.4 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$) ^[32]. Por el contrario, la aleación de magnesio tiene un CET alto ($26 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$) puesto que su enlace atómico es menos fuerte ^[41]. Sin embargo, al combinarse para formar compósitos en el sistema Mg-AZ91E/AlN, las partículas dispersas de nitruro de aluminio restringen el desplazamiento de la matriz de magnesio, por lo que es de esperarse un CET intermedio al de los materiales monolíticos.

El coeficiente de expansión térmica de un compósito de matriz metálica es función del contenido de cerámico; la plasticidad debida a las diferencias en CET entre la matriz y el refuerzo; tamaño de partícula reforzante; y la adherencia entre fases; esta última a su vez es función del tipo de unión interfacial. Cuando la temperatura de un material varia, se produce un cambio en sus dimensiones (dilata o contrae). Cuando se regresa a la temperatura inicial, se recuperan las dimensiones y la forma, y por lo tanto, el fenómeno es reversible. La figura 4.16 muestra los resultados experimentales del cambio dimensional con la temperatura de los compósitos Mg-AZ91E/AlN a una temperatura determinada. Las mediciones se realizaron en un rango de temperatura desde el ambiente (alrededor de 25°C) hasta 400°C. Dentro de los primeros 150°C (figura 4.16a) no se observa una expansión térmica para ninguno de los compósitos, puesto que los compósitos sufren contracción en algunas direcciones. Sin embargo, conforme aumenta la temperatura la dilatación térmica es más homogénea (figuras 4.16c y 4.16d). Así también se puede observar que no existe una contracción, sino que sólo se presenta una expansión térmica; la cuál guarda una relación lineal con la temperatura. Esto se

relaciona con el hecho de que el incremento de la temperatura promueve una mayor liberación de esfuerzos residuales. Por lo tanto, se puede decir que sólo en intervalos limitados de temperatura, el coeficiente de expansión térmica es constante. La tabla 4.5 corrobora los valores CET de los compósitos Mg-AZ91E/AlN obtenidos a diferentes rangos de temperatura.

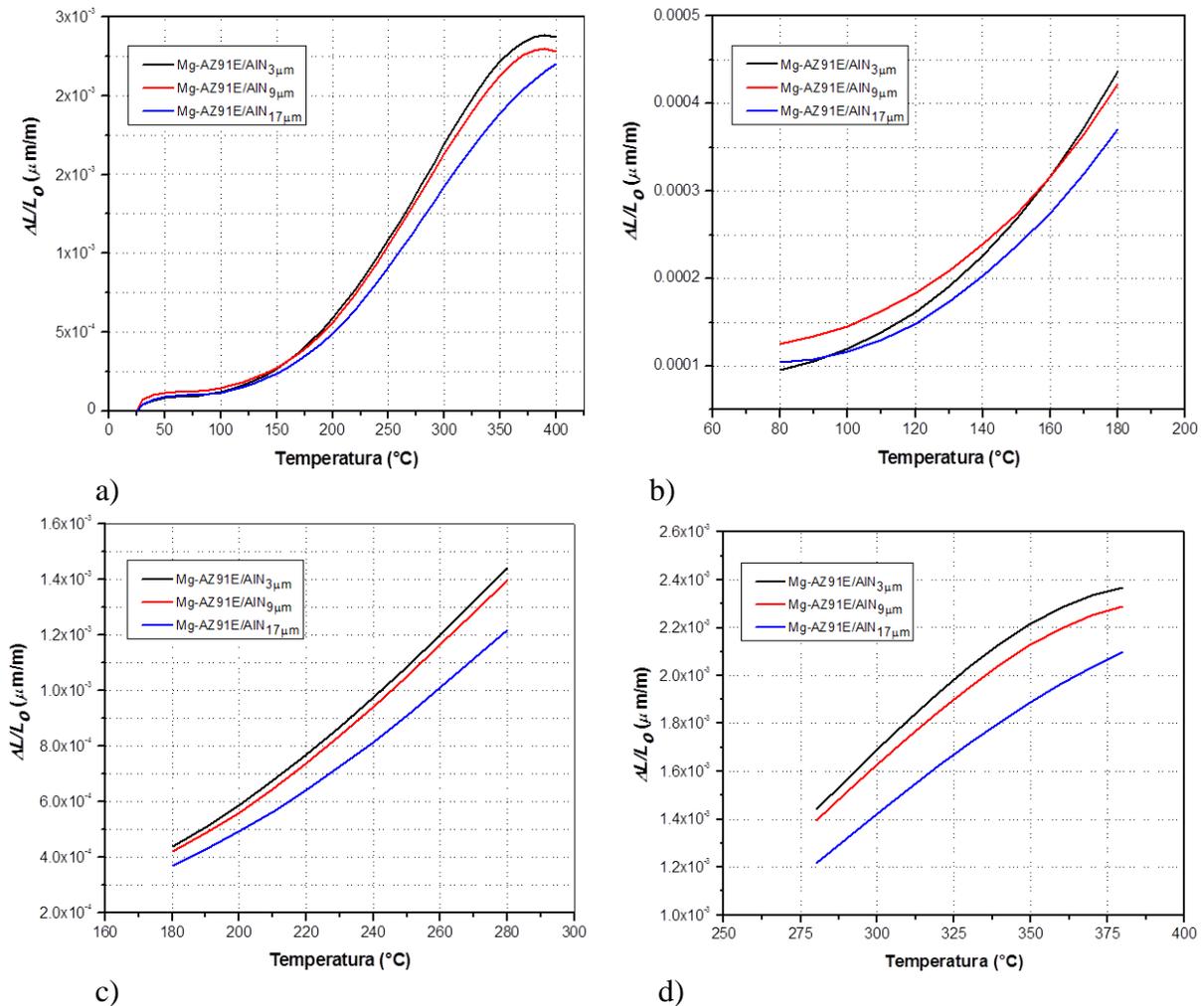


Figura 4.16 Cambio dimensional vs temperatura para los compósitos Mg-AZ91E/AlN, a) 25-400 $^{\circ}\text{C}$, b) 80-180 $^{\circ}\text{C}$, c) 180-280 $^{\circ}\text{C}$ y d) 280-380 $^{\circ}\text{C}$.

Acorde con la literatura, la conducta de dilatación de los compósitos puede dividirse en tres etapas; Régimen I: a temperaturas por debajo de los 100 $^{\circ}\text{C}$, la dilatación es afectada por los esfuerzos residuales; Régimen II: etapa de estabilidad del material entre 100 $^{\circ}\text{C}$ y 250 $^{\circ}\text{C}$;

Régimen III: arriba de 250°C ocurre cedencia de la matriz y desunión interfacial. Por lo tanto, a medida que la temperatura aumenta en los compósitos Mg-AZ91E/AlN invariablemente se presenta un incremento en el valor de dilatación longitudinal ^[81].

En la literatura se han propuesto muchos modelos teóricos que intentan predecir el comportamiento del CET en materiales compósitos. La mayoría de dichos modelos idealizan la distribución del refuerzo dentro de la matriz, o sea, consideran una distribución homogénea de fases. Para el cálculo teórico del CET para los compósitos Mg-AZ91E/AlN se hizo uso del modelo de la regla de las mezclas y el modelo de Turner ^[52].

La comparación de los cálculos teóricos y los resultados experimentales para el contenido de AlN se muestra en la figura 4.17. Los valores experimentales de CET promedio para los compósitos Mg-AZ91E/AlN se calcularon en un rango completo de temperatura, es decir, de 25-400°C (tabla 4.5).

Tabla 4.5 Coeficiente de expansión térmica de los compósitos Mg-AZ91E/AlN obtenidos experimentalmente a diferentes rangos de temperatura.

Temp. °C	Mg-AZ91E/AlN _{3μm}	Mg-AZ91E/AlN _{9μm}	Mg-AZ91E/AlN _{17μm}
80-180	6.07 e-06 °C ⁻¹	5.89 e-06 °C ⁻¹	5.62 e-06 °C ⁻¹
180-280	10.11 e-06 °C ⁻¹	9.87 e-06 °C ⁻¹	9.01 e-06 °C ⁻¹
280-380	11.57 e-06 °C ⁻¹	10.97 e-06 °C ⁻¹	9.93 e-06 °C ⁻¹

Los valores de coeficiente de expansión térmica experimentales (rango 180-280°C) para los compósitos fabricados concuerdan con el valor teórico predicho por el modelo de Turner, figura 4.17, lo que sugiere que en dichos compósitos las partículas de AlN ejercen una menor restricción a la matriz de magnesio, ya que éste modelo asume que la matriz se expande a la misma relación que lo hace el compósito; dicha suposición es menos válida cuando se presenta un incremento en el porcentaje de partículas.

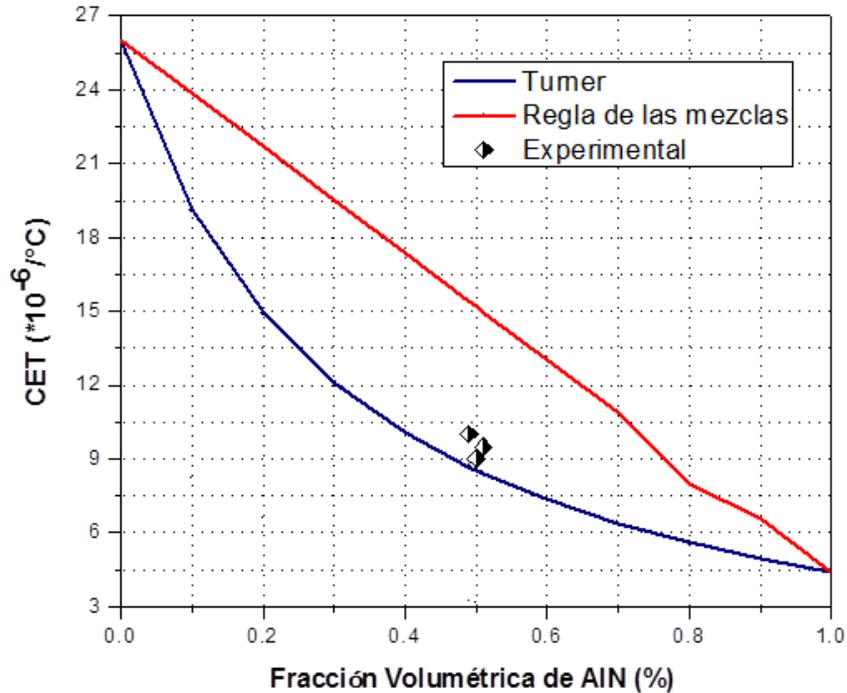


Figura 4.17 Comparación del CET determinado experimentalmente en los compósitos Mg-AZ91E/AlN con los valores calculados analíticamente mediante el modelo de Turner y el modelo de la regla de las mezclas.

De acuerdo a la literatura el coeficiente de expansión térmica para materiales de empaquetamiento electrónico está en un rango entre 5 y $23 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ [15]. Es importante hacer notar que los compósitos fabricados en esta investigación presentan valores de alrededor de 9×10^{-6} ; dichos valores entran en el rango de los materiales utilizados en el empaquetamiento electrónico.

4.2.2.3 Resistividad eléctrica

El tamaño de partícula es sin duda una variable que afecta la resistividad eléctrica en materiales reforzados; a menor tamaño de partícula incrementa la densidad de dislocaciones ubicadas en la interfase, lo cual provoca que la resistividad eléctrica sea mayor en materiales reforzados con partículas de menor tamaño. La tabla 4.6 muestra la resistividad eléctrica de los compósitos Mg-AZ91E/AlN. Se puede observar que los compósitos fabricados con el AlN con tamaño de partícula de $17\mu\text{m}$ presentan menor resistividad eléctrica.

Tabla 4.6 Resistividad eléctrica de los compósitos Mg-AZ91E/AlN con diferente tamaño de partícula de AlN.

Compósito	Resistividad eléctrica (ρ) $\mu\Omega\text{cm}$
Mg-AZ91E/AlN₃μm	22.1
Mg-AZ91E/AlN₉μm	23.8
Mg-AZ91E/AlN₁₇μm	21.7

Al igual que las propiedades mecánicas, la resistividad eléctrica es afectada por factores microestructurales tales como tamaño de grano, morfología y distribución de las partículas en la matriz metálica; esto afecta la perfección y continuidad de la estructura reticular de la matriz metálica. Un material metálico con un alto contenido de esfuerzos residuales es un material que presenta una alta dispersión electrónica, aumentando así la resistividad eléctrica. De acuerdo a observaciones realizadas por Shou- Yi Chang y col. ^[70], en materiales compósitos de SiC/Ag con contenidos cerámicos de 10-40% en vol. la deformación de la matriz aumenta en las cercanías de la interface metal-cerámico al reducir el tamaño del refuerzo y aumentar el contenido del mismo, incrementando con ello la dispersión electrónica, lo que finalmente se manifiesta en el incremento de la resistividad eléctrica del material.

Rodríguez G. ^[82] evaluó la resistividad eléctrica en compósitos Cu/AlN, la cuál aumenta de 6.25 hasta 22.5 $\mu\Omega\cdot\text{cm}$. Concluyendo que la causa principal en el incremento de la resistividad eléctrica de los compósitos Cu/AlN es el aumento en de partículas no conductoras de nitruro de aluminio (de 40% a 60% vol) y el incremento en la densidad de dislocaciones en a matriz de cobre por el contenido cerámico, especialmente en la interfase metal-cerámico.

CAPÍTULO V

CONCLUSIONES

En base al trabajo realizado en la fabricación de materiales compósitos Mg-AZ91E/AlN, podemos observar las siguientes conclusiones:

- Se produjeron exitosamente los compósitos Mg-AZ91E/AlN mediante la técnica de infiltración espontánea a 850°C en compactos en verdes sin previa sinterización.
- En general, los compósitos Mg-AZ91E/AlN mostraron una distribución homogénea del AlN en la matriz, lo que generalmente brinda propiedades isotrópicas a los materiales. Mediante la técnica de difracción de rayos-X no revela la existencia de alguna fase ajena a los constituyentes en mayor proporción. Sin embargo, no se descarta que en la interfase entre el refuerzo y la matriz se presenten algunos productos de reacción los que podrían ser detectados por otras técnicas.
- Se observó que los valores de dureza y módulo de elasticidad en el compósito AZ91E/AlN_{9μm} (261Hv y 123 GPa) son mayor que en los compósitos producidos a partir de partículas con tamaño de 3μm (236 Hv y 108 GPa) y 17μm (149 Hv y 104 GPa).
- El compósito Mg-AZ91E/AlN_{17μm} presentó un ligero incremento en la conductividad térmica (33.50 W/mK) comparado con los compósitos Mg-AZ91E/AlN_{3μm} (32.87 W/mK) y Mg-AZ91E/AlN_{9μm} (30.46 W/mK); lo anterior se atribuye a la conectividad de matriz a lo largo del material compósito.
- El coeficiente de expansión térmica disminuye conforme aumenta el tamaño de partícula de 10.11×10^{-6} , 9.87×10^{-6} y $9.01 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ para el AlN de 3, 9 y 17μm respectivamente. Estos valores concuerdan con lo predicho por el modelo de Turner, el cual considera que la matriz y el cerámico expanden libremente sin interacción interfacial.

APÉNDICE

Apéndice A

Modelos teóricos empleados en la predicción de propiedades de materiales compósitos de matriz metálica

En este apéndice se describen diferentes modelos teóricos, reportados en la literatura para predecir propiedades en los compósitos de matriz metálica. Estos modelos se utilizaron para predecir módulo de elasticidad y el coeficiente de expansión térmica; y compararlos con los valores en los compósitos Mg-AZ91E/AlN.

A.1 Módulo de elasticidad

Modelo de la regla de las mezclas:

Es el modelo más simple pero a la vez más sofisticado de los que se presentan, el cual funciona absolutamente independientemente de la geometría de las fases involucradas. En la regla de las mezclas el módulo elástico del compuesto es simplemente la adición de la matriz y el refuerzo, considerando sus fracciones volumétricas:

$$E_c = E_m V_m + E_r V_r \quad (\text{A.1})$$

Modelo de Halpin-Tsai

Las ecuaciones de Halpin-Tsai^[44] son una serie de relaciones empíricas que permiten definir las propiedades de un material compuesto en términos de las propiedades de las fases matriz y refuerzo junto con sus proporciones y geometría. Estas ecuaciones fueron ajustadas a una

curva para las soluciones exactas de elasticidad. Halpin-Tsai demostró que la propiedad de un compuesto E_c podría ser expresada en términos de las propiedades de la matriz E_m y del refuerzo E_r usando las siguientes ecuaciones:

$$E_c = E_m \frac{1 + 2SqV_r}{1 - qV_r} \quad (\text{A.2})$$

$$q = \frac{(E_r/E_m) - 1}{(E_r/E_m) + 2S} \quad (\text{A.3})$$

$$S = 2 + 40V_r^{10} \quad (\text{A.4})$$

Donde E_c , E_m y E_r es el módulo elástico del compuesto, matriz y refuerzo respectivamente, V_r es la fracción volumétrica de refuerzo y S no tiene bases científicas ni se relaciona con ningún material en particular o propiedad geométrica; se usa para describir la influencia de la geometría de la fase de refuerzo sobre una propiedad determinada y se le conoce como factor de forma. Este factor es diferente para diferentes propiedades en el mismo compuesto.

A.2 Coeficiente de expansión térmica

Modelo de Turner

Se han propuesto varias ecuaciones para obtener el coeficiente de expansión térmica de un compuesto a partir de las propiedades de los constituyentes y sus arreglos geométricos. Un compuesto reforzado con partículas se puede considerar como un material homogéneo en un sentido estadístico, por ejemplo, asumiendo una distribución uniforme de las partículas en la matriz.

El modelo propuesto por Turner ^[52] considera el efecto de esfuerzos isostáticos en fases adyacentes; los valores predichos por este modelo son más bajos que la aproximación por la regla de las mezclas pero también precisos.

El modelo asume las siguientes consideraciones:

- a) La unión entre la partícula y la matriz es perfecta; y de naturaleza mecánica, por ejemplo, no se permite consideración química.
- b) Las propiedades de los constituyentes no cambian con la temperatura.

$$\alpha_c = \frac{\alpha_m * V_m * K_m + \alpha_r * V_r * K_r}{V_m * K_m + V_r * K_r} \quad (A.5)$$

Donde α es el coeficiente de expansión térmica y K es el módulo volumétrico; y los demás términos iguales a los descritos anteriormente.

La tabla B.1 presenta los valores de las constantes elásticas y térmicas utilizadas en el módulo elástico y del coeficiente de expansión térmica del compuesto Mg-AZ91E/AlN.

Tabla A.1 Valores y constantes elásticas y coeficiente de expansión térmica para el Mg-AZ91E y AlN ^[32, 41-43].

Propiedad	Mg-AZ91E	AlN
Módulo elástico (GPa)	44	330
Módulo Volumétrico (GPa)	50	210
CET (°C ⁻¹)	26x10 ⁻⁶	4.4x10 ⁻⁶

BIBLIOGRAFÍA

- [1] N. Chawla y K.K. Chawla, *Metal Matrix Composites*, ed. Springer, 2006.
- [2] Beffort, O., *Metal Matrix Composites (MMCs) Properties, Applications and Machining*, in 6 internationals IWF- Kolloquium, EMPA: Egerkingen, CH, 2002.
- [3] Xu Zhiwu, et al., *Thermal expansion behavior and performance of VLP diffusion-bonded joints of SiC_p/A356 composites*, *Composites Science and Technology* 65, 1461-1467, 2005.
- [4] Mortensen Andreas, *Metal Matrix Composites in Industry: an Overview Proceedings: MMC VIII conference*, London- November, 2001.
- [5] Brian Ralph, Yuen H.C. and Lee W.B., *The Processing of metal matrix composites: an overview*, *Journal of Materials Processing Technology*, 63, 339-353, 1997.
- [6] Shain Y., *Preparation and some properties of SiC particle reinforced aluminium alloy composites*, *Materials and Design*, 24, 671-679, 2003.
- [7] E. López, J. Arriaga y D. Olguín, *Cálculo de primeros principios de las propiedades electrónicas de nitruros del grupo III-V*, *Sociedad Mexicana de Ciencias de Superficies y de Vacío*, 17, p. 21-26, 2004.
- [8] Y. Kojima and S. Kamado, *“Fundamental magnesium researches in Japan”*, *Materials Science Forum*, vol. 488-489, p. 9-16, 2005.
- [9] K. Clark, *Heat treatments how's and why's*, *Magnesium electron service and innovation in magnesium*, august 2007.
- [10] Z. Fan, G. Lui and Y. Wang., *Microstructure and mechanical properties of rheo-diecast AZ91D magnesium alloy*, *Journal of Materials Science*, vol. 41, p. 3631-3644, 2006.
- [11] Donald R. Askeland y Pradeep P. Phulé, *Ciencia e Ingeniería de los Materiales*, 4ta ed. Thomson, 2004.
- [12] James F. Shackelford, *Introducción a la Ciencia de Materiales para Ingenieros*, 6a ed., Pearson Prentice Hall, 2005.

- [13] N. Martínez., *Investigación de la interacción matriz/refuerzo en materiales compuestos AA6061/partículas Ti-Al mediante análisis de imagen*, Bol. Soc. Esp. Ceram., vol. 43, p. 255-258, 2004.
- [14] Carlos Ferrer Giménez y colaboradores, *Fundamentos de Ciencias de los Materiales*, 2^{do} curso, *Departamento de Ingeniería Mecánica y de Materiales*, Universidad Politécnica de Valencia.
- [15] Deborah D. L. Chung, *Applied Materials Science: Applications of Engineering Materials in Structural, Electronics, Thermal and Other Industries*, State University of New York, Buffalo, USA, 2001.
- [16] Brandes, E. A. and G.B. Brook, eds *Smithells Light Metals Handbook*, Butterworth Heinemann, 1998.
- [17] Da costa y col., *Materiales compuestos de Matriz Metálica. Parte I: tipos, propiedades, aplicaciones*, Revista de Metalurgia, 36, no. 03, 179-192, 2000.
- [18] Subra Suresh, *Fundamentals of Metal- Matrix composites*, Butterworth Heinemann, 1993.
- [19] Sahin Y. and Acilar, M. *production and properties of SiCp-reinforced aluminum alloy composites*. Composites: Part A 34, 709-718, 2003.
- [20] Mingyi Zheng and et al., *Microstructure and mechanical properties of aluminum borate whisker-reinforced magnesium matrix composites*, Materials Letters 57, 558-564, 2002.
- [21] N. Eustathopoulos, M. G. Nicholas and B. Drevet, *Wettability at high temperatures*, Pergamon Materials Series, Elsevier Science Ltd, UK, vol. 3 p. 175, 1999.
- [22] S. F. Hassan and M. Gupta, *Development of a novel magnesium/nickel composite with improved mechanical properties*, J. Alloys Comp. 335, p L10-L15, 2002.
- [23] R. A. Varin, *Intermetallic-reinforced light-metal matrix in-situ composites*, Metall. Mater. Trans. A 33^a, 193-201, 2002.
- [24] Naher, S., D. Brabazon, and L. Looney, *Development and assessment of a new quick quench stir caster design for the production of metal matrix composites*, Journal of Materials Processing Technology, 166, 430-439, 2004.

- [25] M. I. Pech- Canul, R. N. Katz, M. M. Makhlof, *Optimum conditions for Pressureless Infiltration of SiCp Preforms by Aluminium Alloys*. Journal of Materials Processing Technology vol. 108, pp. 68-77, 2000.
- [26] F. L. Matthews and R. D. Rawlings. *Composite Materials: Engineering and Science*. CRC. 2000.
- [27] Hai Zhi Ye and Xing Yang Lui, *Review of Recent Studies in Magnesium Matrix Composites*, Journal of Materials Science 39, 6153-6171, 2004.
- [28] K. B. Lee, J. H. Choi and H. Kwon, *Characteristic Reaction Products in the AZ91/ SiC Composite Fabricated by Pressureless Infiltration Technique*, Met. Mater.Int, Vol. 15, pp 33-36, 2009.
- [29] Arroyo R. Y., *Fabricación y Cinética de infiltración de Materiales Compuestos Mg/AlN*, tesis de maestría, Instituto de Investigaciones Metalúrgicas, UMSNH, Morelia, Mich., 2003.
- [30] E. Bedolla, J. Lemus and A. Contreras, *Synthesis and Characterization of Mg AZ91E/AlN composites*, Materials & amp, Vol. 38, pp. 91-98, 2012.
- [31] Mingyi Zheng, Kun Wu, Congkai Yao, *Characterization of Interfacial Reaction in Squeeze Cast SiC_w/ Mg Composites*, Materials Letters 47, pp. 118-124, 2001.
- [32] Rodríguez G., *Síntesis de Compósitos de Magnesio con Alto Contenido de Nitruro de Aluminio*, tesis de maestría, Instituto de Investigaciones Metalúrgicas, UMSNH, Morelia, Mich., 2006.
- [33] V. Sklenicka and et al., Mater. Sci. Engng. A. , 319-321, 741, 2001.
- [34] Luo, A., Processing, microstructure and mechanical behavior of cast magnesium metal matrix composites, Metallurgical and Materials Transactions A, 26 (9): p. 2445-2455, 1995.
- [35] Korb J. L. and D. L. Olson, eds ASM Handbook. ed. ASM, vol. 13, 1992.
- [36] Kalpakjian y Schmid, *Manufactura, Ingeniería y Tecnología*, 4^a edición, ed. Prentice Hall, 2002.
- [37] Metals Handbook, vol. 1, *Properties and Selection of Materials*, 9th edition, 1984.

- [38] A.D. Sudholz et al., *Corrosion behaviour of Mg-alloy AZ91E with atypical alloying additions*, J. of alloys and compounds, 471, p 109-115, 2009.
- [39] Klaus M. Zwilsky and Edward L. Langer, *ASM Handbook, Properties and selection: nonferrous alloys and special-purpose materials*, vol. 2, ASM International, 1990.
- [40] I.J. Polmear, *Light Alloys*, 3rd ed., Arnold, London, 1995.
- [41] Sayavur I. Bakhtiyarov, Sorin G. Teodorescu and Ruel A. Overfelt, *Electrical resistivity and thermal conductivity of magnesium alloy AZ91E by contactless measurement technique*, American Foundry Society, 03-050, p 1-10, 2003.
- [42] S. Nishida and M. Motomura, *the Journal of Japan Institute of Light Metals*, 55, p. 315-320, 2005.
- [43] S. Nishida et al., *Proceedings of the 7th International Conference on Magnesium Alloys and Their Applications*, p.281-287, 2006.
- [44] Karl U. Kainer, *Metal Matrix Composites custom-made materials for automotive and aerospace engineering*, Wiley- Vch, 2003.
- [45] Falcón F. L., *Comportamiento a la corrosión y al desgaste por deslizamiento del material compuesto MgAZ91E/56% TiC*, tesis doctoral, Instituto de Investigaciones Metalúrgicas, UMSNH, Morelia, Mich., 2011.
- [46] Rodríguez G., *Fabricación y caracterización de materiales compuestos de matrices de magnesio (Mg) reforzados con partículas de nitruro de aluminio (AlN)*, tesis de licenciatura, Instituto de Investigaciones Metalúrgicas, UMSNH, Morelia, Mich., 2003.
- [47] Glen A. Slack et al., *The intrinsic thermal conductivity of AlN*, J. Phys. Chem. Solids, Vol 48, pp. 641-647, 1987.
- [48] Kyoung Hun Kim and et. al, *Effects of Y2O3 additions on the densification and thermal conductivity of spark plasma sintering AlN ceramics*, Journal of Ceramic Processing Research, vol. 10, no. 1., pp.109-112, 2009.

- [49] Mark Occhionero, et. al., *Transferencia de calor*, Proceedings of the Forth Annual Portable by Desing Conference, Electronics Desing, Chartley Massachusetts, march 24-27, pp. 398-403, 1997.
- [50] Robert M., Lawrence A. y Jhon Wulff, *Propiedades electrónicas*, vol. 4. Limusa-Wiley, 1968.
- [51] J.P. Holman, *A new substrate for electronics packaging: aluminum-silicon carbide (AlSiC) composites*, 8a edición, Mc Graw Hill, 1998.
- [52] Kwang-Min Lee et al., *Thermomechanical properties of AlN-Cu composite materials prepared by solid state processing*, Journal of Alloys and Compounds, 375-377, 2007.
- [53] T.W. Clyne and F. R. Jones, *Composites : Interfaces*, University of Cambridge, UK. Pp. 1-13, 2001.
- [54] B.L. Mordike and T. Ebert, *Magnesium: properties-application-potencial*, Mater. Sci. Eng. A. , Vol.302, pp 37-45, 2001.
- [55] S.J. Hong et al., *Thermal conductivity and expansion of magnesium alloy matrix composites by liquid pressing process*, Jeju, 21-26 august, Korea: International Committee on Composite Materials, 2011.
- [56] Y.Q. Liu, H. T. Cong and H. M. Cheng, *Thermal properties of nanocrystalline Al composites reinforced by AlN nanoparticles*, J. Mater. Res., Vol. 24, no. 1, pp. 24-31, 2009.
- [57] T.W. Clyne, *Thermal and electrical conduction in MMCs*, Comprehensive Composite Materials, vol. 3, pp. 447-468, 2000.
- [58] G. Celebi Efe and et. al., *An investigation of the effect of SiC particle size on Cu-SiC composites*, Journal Elsevier Part B 43, pp. 1813-1822, 2012.
- [59] Treichler R, Weissgaerber T and Kiendl T. Tofsims, *Analisis of Cu-SiC composites for thermal management applications*, Elsevier, vol. 252, pp. 7086-88, 2004.
- [60] Jie Zhang, Lingfeng He and Yanchun Zhou, *Highly conductive and strengthened copper matrix composite reinforced by $Zr_2Al_3C_4$ particulates*, Scripta Materialia 60, pp. 976-979, 2009.

- [61] G. Celebi Efe and et. al., *An investigation on cemented Cu reinforced by SiC particles. In: Proceedings of ICAMMM 2010*, Sultan Qaboos University, Oman, 13- 15 December 2010.
- [62] Richerson, DW *Modern ceramic engineering: properties, pro-ces-sing and use in desing*, Marcel Dekker: NY, 1992.
- [63] Hussain S, Barbariol I, Roitti S and Sbaizero O, *Electrical conductivity os an insulator matrix (alumina) and conductor particle (molybdenum) composites*, J. Eur. Ceram. Soc., 23, pp. 315-321, 2003.
- [64] Li Li and et. al., *Effect of TiC in cooper-tungsten electrodes on EDM performance*, Mater. Pro. Tech., vol.113, pp. 563-567, 2001.
- [65] J. Y. Wu, Y. C. Zhou and J. Y. Wang, *Tribological behavior of Ti₂SnC particulate reinforced copper matrix composites*, Mater. Sci. Eng. A, vol.422, pp. 266-271, 2006.
- [66] J. Kováčik and J. Bielek, *Electrical conductivity of Cu/graphine composite material as a function of structural characteristics*, Scr. Mater., vol. 35, pp. 151-156, 1996.
- [67] J. Zhang and Y. C. Zhou, *Microstructure, electrical and mechanical properties of Cu-Ti₃AlC₂ and in-situ formed Cu-TiC_x composites*, J. Mater. Res., 23, pp. 924-932, 2008.
- [68] Fernández P., Martínez V. y Cruz J., *Aplicaciones de los materiales compuestos de matriz metálica en el sector eléctrico y electrónico*, Dyna, vol. 73, 149, pp. 134-140, 2006.
- [69] B. W. Chua, L. Lu, M.O. Lai, *Influence of SiC particles on properties of Mg based composite*, Composite Structures, vol 47, pp.595-601, 1999.
- [70] Shou- Yi Chang et. al., *Electrical resistivity of metal matrix composites*, Acta Materialia 51, 6191-6302, 2003.
- [71] M. Chedru et al., *Aluminiun-aluminium nitride composites composites fabricated by melt infiltration under pressure*, Journal of Microscopy, vol. 196, pp.103-112, 1999.
- [72] L. A. Dobrzanski and et. al, *Structure and properties of magnesium cast alloys*, Journal of Materials Processing Technology, pp.567-574, 2007.
- [73] Zweben C., *Metal-matrix composites for electronic packaging*, Journal of Materials, 44(7), pp.15-23, 1992.

- [74] T. S. Srivatsan et al., *In Processing and Fabrication of Advanced Materials IX; in proceedings of the Symposium*, St. Louis, p. 209, Oct. 9-12, 2000, Materials Park, OH, ASM International, p. 209, 2001.
- [75] Hiromitsu Kaneda, *Fabrication of particulates reinforced magnesium composites by applying a spontaneous infiltration phenomenon*, Journal of Materials Science, vol 32, pp. 47-52, 1995.
- [76] Salvo L., et al., *Age-hardening behavior of liquid-processed 6061 alloy reinforced with particulates and short fibres*, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 27(12), pp. 1201-1210, 1996.
- [77] Somiya S., *Handbook of Advanced Ceramics, Volume II Processing and their Applications*, ed. Elsevier, London, 2003.
- [78] Jie Luo and Ron Stevens, *Thermal diffusivity/conductivity of magnesium oxide/silicon carbide composites*, J. Am. Ceram. Soc., vol. 80, pp. 699-704, 1997.
- [79] Kyoung Hun Kim and et. al, *Effects of Y2O3 additions on the densification and thermal conductivity of spark plasma sintering AlN ceramics*, Journal of Ceramic Processing Research, vol. 10, no. 1., pp.109-112, 2009.
- [80] Rudajevová A. and Lukác P., *On thermal characteristics of mg based composites*, Acta Mater., 51, pp.133-137, 2004.
- [81] Shou-Yi Chang, S. J. L. and Merton C. Flemings, *Thermal expansion behavior of silver matrix composites*, Metallurgical and materials transactions A , 31A, pp.291-298, 2000.
- [82] Rodríguez G., *Síntesis de materiales híbridos base cobre con alto contenido cerámico para aplicaciones de disipación térmica*, tesis de doctorado, Instituto de Investigaciones Metalúrgicas, UMSNH, Morelia, Mich., 2010.