



**UNIVERSIDAD MICHOACANA DE SAN
NICOLÁS DE HIDALGO**

**INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN
METALURGIA Y MATERIALES**



**PROGRAMA DE MAESTRIA EN
METALURGIA Y CIENCIAS DE LOS MATERIALES**

**“FABRICACIÓN Y EVALUACIÓN DE PROPIEDADES TERMOFÍSICAS DE
COMPUESTOS DE MATRIZ DE Mg - AZ91E REFORZADOS CON
PARTÍCULAS DE SiC”**

Tesis para obtener el Grado de Maestro en Metalurgia y Ciencias de los
Materiales presenta:

OMAR RODRIGO ZALAPA LÚA

Director de Tesis

DR. JOSÉ EGBERTO BEDOLLA BECERRIL

Morelia, Michoacán AGOSTO 2016

Índice.

Índice de tablas

RESUMEN

ABSTRACT

1. Introducción.....	10
1.1. Objetivos.	11
1.1.1. Objetivo general.	11
1.1.2. Objetivos específicos.	11
1.2. Justificación.	12
1.3. Hipótesis.	12
2. Revisión y discusión del estado del arte.....	13
2.1. Naturaleza y aplicación del refuerzo.	14
2.2. Características del aluminio, aleación de magnesio AZ91E y carburo de silicio.	16
2.3. Técnicas de procesamiento de CMM.....	17
2.4. Infiltración espontánea o sin presión externa.....	18
2.5. Proceso de infiltración espontánea.	18
2.6. El magnesio y sus aleaciones.	19
2.6.1. Clasificación de las aleaciones de magnesio.....	20
2.7. Factores que gobiernan el proceso de infiltración espontánea.....	21
2.7.1. Temperatura.....	21
2.7.2. Mojado.....	22
2.7.3. Atmósfera.....	24
2.8. Reacciones interfaciales.	25
2.8.1. Efecto del dióxido de silicio en la interfase.....	25
2.9. Efecto de la preforma cerámica en las propiedades termofísicas de CMM.....	27
2.10. Mecanismos de transferencia de calor.....	28
2.11. Conductividad térmica.	29
2.12. Propiedades térmicas de los MMC.....	31
3. DESARROLLO EXPERIMENTAL.	36
3.1. Materiales precursores.	36
3.2. Procesamiento del polvo cerámico.....	37

3.2.1.	Compactación Uniaxial.....	37
3.2.2.	Sinterización y oxidación.....	38
3.3.	Proceso de infiltración.....	38
3.4.	Caracterización de polvos precursores y CMM.....	40
3.4.1.	Distribución y tamaño de partícula en precursores.....	40
3.4.2.	Microscopio electrónico de barrido en precursores y CMM.....	40
3.4.3.	Difractometría de rayos X en precursores y CMM.....	41
3.5.	Caracterización de propiedades termofísicas.....	42
3.5.1.	Coefficiente de expansión térmica.....	42
3.5.2.	Conductividad térmica.....	42
3.5.3.	Dureza Rockwell.....	43
3.5.4.	Módulo de elasticidad.....	44
3.6.	Análisis Termodinámico.....	45
4.	Análisis y discusión de resultados de resultados.....	46
4.1.	Caracterización de materiales precursores.....	46
4.1.1.	Aleación de magnesio AZ91E.....	46
4.1.2.	Polvos de carburo de silicio.....	47
4.2.	Curvas de compactación.....	50
4.3.	Análisis termodinámico.....	50
4.4.	Sinterización y oxidación.....	52
4.5.	Material compuesto AZ91E/SiC.....	54
4.5.1.	Compuestos en base de grafito.....	54
4.5.2.	Compuestos en base de acero inoxidable.....	58
4.6.	Propiedades termofísicas.....	62
4.6.1.	Dureza.....	62
4.6.2.	Densidad.....	64
4.6.3.	Módulo de Elasticidad.....	65
4.6.4.	Coefficiente de expansión térmica.....	67
4.6.5.	Conductividad térmica.....	70
Conclusiones	74
5.	REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	75

Índice de figuras.

Figura 2.1. Refuerzos comúnmente utilizados en CMM. [6].....	13
Figura 2.2. Resistencia a la flexión vs temperatura de sinterización [17].....	18
Figura 2.3. Tipos de infiltración sin presión externa.....	19
Figura 2.4. Perfiles de infiltración característicos [19].	22
Figura 2.5. Relación del ángulo de contacto con el mojado: a) mojado y b) no mojado [26].	23
Figura 2.6. Cinética de mojado del aluminio en SiC con temperatura constante a 1137 K [27].	24
Figura 2.7. Tiempo de exposición a) 2hrs., b) 4 hrs. y c) 6hrs. [33]	27
Figura 2.8. Conductividad térmica vs fracción volumétrica de refuerzo cerámico [38]......	27
Figura 2.9. CET vs fracción volumétrica de refuerzo [38].	28
Figura 2.10. 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 [15]......	32
Figura 2.11. Conductividad térmica sin porosidad de los polvos compactados de AlN-Cu en función de la temperatura [15]......	33
Figura 2.12. Conductividad térmica del compuesto SiC/AZ91 en función de la temperatura [45]	34
Figura 2.13. Variación de la conductividad térmica de nanocompuestos Al/AlN vs fracción de volumen del refuerzo [12].....	35
Figura 3.1. Procedimiento gráfico de compactación.....	37
Figura 3.2. Ciclo térmico de sinterización y oxidación.....	38
Figura 3.3. Ciclos de infiltración.....	39
Figura 3.4. Beckman Coulter LS100Q.....	40
Figura 3.5. JEOL JSM6400.....	41
Figura 3.6. Bruker D8 ADAVANCE DAVINCI	41
Figura 3.7. Linseis L75 platinum series vertical	42
Figura 3.8. Linseis LFA 1000	43
Figura 4.1. A) Micrografía AZ91E y B) Mapeo químico elemental EDS	46
Figura 4.2 Análisis puntual del segregado globular.	46
Figura 4.3. DRX AZ91E	47
Figura 4.4. Tamaño y distribución de partícula del polvo SiC -400.	48
Figura 4.5. Micrografía del polvo de carburo de silicio -400.....	48
Figura 4.6. Micrografías de polvo de carburo de silicio malla -1000. A) visualización general y B) medición de una partícula.	49
Figura 4.7. Tamaño y distribución de partícula del polvo SiC -1000.	49
Figura 4.8. DRX del carburo de silicio.	50
Figura 4.9. Curva de compresibilidad SiC	50
Figura 4.10. Pastilla sinterizada y oxidada y b) EDS carbono.	53
Figura 4.11. EDS del oxígeno y b) EDS del Silicio.....	54
Figura 4.12. DRX pastilla SiC oxidada.....	54
Figura 4.13. a) Compuesto infiltrado a 750°C y b) EDS del compuesto AZ91E/SiC	55
Figura 4.14. Interfase entre el compuesto y la base de grafito A) electrones secundarios y B) electrones retrodispersados.....	56
Figura 4.15. Interfase entre el compuesto AZ91E/SiC y base de grafito.	56

Figura 4.16. Micrografías del compuesto AZ91E/SiC infiltrado a 800 °C. A) 500x y B) 1500x.....	57
Figura 4.17. Micrografía del compuesto infiltrado a 750°C en placa de acero inoxidable.....	58
Figura 4.18. Mapeo elemental EDS del compuesto A) todos elementos y B) Mg.....	59
Figura 4.19. Mapeo A) EDS del aluminio y B) silicio.....	59
Figura 4.20. DRX del material compuesto AZ91E/SiC en base de acero inoxidable.....	60
Figura 4.21. Mapeo elemental EDS del compuesto A) todos elementos, B) Si, C) Mg y D) Al.	61
Figura 4.22. Compuesto con matriz AZ91E y A) SiC _{7.25} y B) SiC ₂₁	61
Figura 4.23. Mapeos EDS compuesto AZ91E/SiC _{7.25} con elementos A) SiO ₂ y B) O.	62
Figura 4.24. Modelos de la tendencia del módulo elástico en función de contenido de refuerzo.....	66
Figura 4.25. Módulo elástico comparado con el modelo de Halpin Tsai con diferentes factores de forma a 50% de refuerzo [7].....	67
Figura 4.26. Datos experimentales del coeficiente de expansión térmica de los compuestos AZ91E/SiC ₂₁ y AZ91E/SiC ₂₁	68
Figura 4.27. Modelos de Kerner y regla de las mezclas en función de la fracción de refuerzo.	69
Figura 4.28. Coeficiente de expansión térmico de los compuestos producidos experimentalmente vs modelos teóricos.....	69
Figura 4.29. Partícula oxidada A) electrones retrodispersados, B) EDS capa de óxido de la partícula y C) espesor de la capa de óxido formada.....	72

Índice de tablas.

Tabla 2.1. Refuerzos comúnmente usados para compuestos de matriz metálica [8].	14
Tabla 2.2. Propiedades de materiales.	17
Tabla 2.3. Simbología empleada para aleantes en aleaciones base magnesio (ASTM) [22,24]	21
Tabla 2.4. Conductividad térmica de los compósitos AlN-40% Cu, AlN-60% Cu y AlN-80% Cu evaluados a 25°C, 200°C y 450°C [15].	33
Tabla 3.1. Esquema del desarrollo experimental.	36
Tabla 3.2. Composición nominal de la aleación AZ91E [14].	37
Tabla 4.1. Información semicuantitativa de la matriz AZ91E.	47
Tabla 4.2. Dureza de los materiales compuestos producidos a diferentes temperaturas.	63
Tabla 4.3. Dureza de los materiales compuestos producidos con diferentes tamaños de partículas.	64
Tabla 4.4. Densidades de los materiales compuestos.	64
Tabla 4.5. Resultados promedio experimentales de conductividad térmica.	70

RESUMEN.

Este trabajo presenta la fabricación y propiedades termofísicas de compuestos de matriz metálica hechos de una aleación de magnesio AZ91E reforzada con polvos de carburo de silicio (SiC) de dos tamaños promedio de partícula (21 y 7.5 μm). El polvo de carburo de silicio fue compactado a una presión de 77 MPa para obtener compactados en verde con porosidad de alrededor de 50%. Los compactados en verde fueron oxidados y sinterizados en aire por un lapso de 2 horas a 1200°C. La aleación de magnesio fundida fue infiltrada sin presión externa a 750°C dentro de las preformas de carburo de silicio en atmosferas de argón y nitrógeno. Los compuestos obtenidos fueron caracterizados microestructuralmente mediante microscopia electrónica de barrido (MEB) y difracción de rayos X (DRX). La distribución de refuerzo, microestructura, productos de reacción y propiedades físicas como dureza Rockwell C (HRC), densidad y módulo de elasticidad fueron evaluados. Además, se llevaron a cabo pruebas de coeficiente de expansión térmica y conductividad térmica a temperaturas de entre 27 y 300°C (300-623 K). Las observaciones en MEB muestran una distribución homogénea del refuerzo dentro de la matriz. Se detectaron fases de SiC, Mg, MgO y Mg₂Si a través de DRX. Los resultados de la caracterización física indican valores promedios de módulo de elasticidad de 108 GPa y dureza de 28 HRC (286 HV). La conductividad térmica tiene un rango de 24 a 92 Wm⁻¹K⁻¹, variando con la temperatura y tamaño de partícula.

Palabras clave: Materiales compuestos, conductividad térmica, aleación AZ91E, coeficiente de expansión térmica, módulo de elasticidad

ABSTRACT

This work presents the synthesis and thermo-physical properties of metal matrix composites (MMCs) made of magnesium alloy AZ91E reinforced with silicon carbide powder (SiC) of three different average sizes (21 y 7.5 μm). SiC powder was compacted at 77 MPa to achieve green compacts with porosities around 50%. The green compacts were oxidized and sintered in air for a period of 2 hours at 1200°C. Molten AZ91E magnesium alloy was pressureless infiltrated at 750°C into SiC preforms in argon and nitrogen atmospheres. The composites obtained were microstructurally characterized through scanning electron microscopy (SEM) and X-ray diffraction (XRD). Reinforcement distribution, microstructure, reaction products and physical properties like Rockwell hardness (HRC), density by Archimedes method and elastic modulus were evaluated. Furthermore, coefficient of thermal expansion and thermal conductivity were carried out at temperatures between 27–350°C (300–623 °K). SEM observations showed a homogeneous distribution of reinforcement in the matrix. SiC, Mg, MgO and Mg₂Si phases were detected through XRD. Results of physical characterization indicates average values of elastic modulus of 108 GPa and hardness of 28 HRC (286 HV). The thermal conductivity (TC) was into the range of 24 and 92 Wm⁻¹K⁻¹, the previous values varied with temperature and reinforced particle size.

1. Introducción.

Los materiales compuestos surgen por la necesidad de incrementar algunas propiedades de los materiales; este incremento se logra mediante la adición de un segundo material (refuerzo) en forma dispersa sobre el material a mejorar (matriz). Los materiales compuestos de matriz metálica (CMM) tienen importantes aplicaciones en la industria aeroespacial, industria automotriz, industria electrónica, así como para aplicaciones estructurales. Estos materiales se caracterizan por tener buena resistencia al desgaste, coeficientes de expansión térmica bajos, alta resistencia específica, etc. Por ejemplo: el control de la expansión térmica se reduce con la adición de partículas de refuerzo cerámico.

El estudio del magnesio y aluminio con sus respectivas aleaciones se ha ido incrementando cada vez en virtud de las ventajas atractivas que poseen como la baja densidad que repercute fuertemente en la industria aeroespacial y automotriz debido a que menor peso se traduce en menor consumo de combustibles, así como la emisión de gases contaminantes. Otra ventaja es la buena conductividad térmica que poseen, siendo de gran interés en la industria electrónica para el empaquetamiento debido a que se requieren materiales capaces de disipar el calor de manera eficiente, por mencionar algunas ventajas. Las desventajas que poseen estos materiales son: baja temperatura de trabajo, comparándolos con otros metales, así como un coeficiente de expansión térmica alto.

Por otro lado, el carburo de silicio posee un módulo de elasticidad alto, elevada dureza y bajo coeficiente de expansión térmica, sin embargo, presenta una gran desventaja que es la elevada fragilidad por lo cual dificulta su aplicación en las áreas mencionadas anteriormente. La combinación de estos materiales puede llevar a la creación de materiales con propiedades adecuadas para aplicaciones específicas [1]. Las propiedades de los CMM dependen fuertemente de las propiedades de los componentes y sus propiedades finales se ven influenciadas por el procesamiento. De ahí radica la importancia de seleccionar los materiales adecuados con los que se fabricará el compuesto y la ruta de obtención [2].

Existen diversas técnicas de procesamiento para CMM ya sea en por vía líquida donde habitualmente la matriz se encuentra en estado líquido y es prensada dentro de una preforma cerámica, la presión es aplicada con un pistón, presión por gas, aplicación de vacío o por efecto

de capilaridad sin presión externa, principalmente. En el procesamiento por estado sólido se emplean generalmente dos rutas: prensado y sinterizado o prensado en caliente que involucra las dos etapas en una sola [3]. Uno de los problemas que hay que resolver en algunos casos en la producción de CMM es la falta de mojado del metal por parte del cerámico, dando como resultado una unión interfásial endeble. Por otra parte, la presencia de altas temperaturas promueve la reactividad entre los componentes, formando regularmente productos interfásiales que influyen de manera negativa sobre las propiedades del material compuestos.

En el presente trabajo se obtuvieron compuestos usando como matriz la aleación de magnesio AZ91E reforzados con partículas de carburo de silicio de tres tamaños. Se hizo un estudio comparativo de las propiedades termofísicas que presentan los CMM con dos tamaños de partículas, recubiertas con una capa de dióxido de silicio y en una atmósfera de nitrógeno con la finalidad de inhibir la formación de carburo de aluminio y disminuir el coeficiente de expansión térmica.

1.1. Objetivos.

1.1.1. Objetivo general.

El objetivo del proyecto es fabricar un compuesto de matriz metálica usando como matriz la aleación de magnesio AZ91E reforzada con partículas cerámicas de SiC para obtener un compuesto con buena resistencia a la corrosión, buenas propiedades mecánicas y propiedades adecuadas para aplicaciones térmicas y eléctricas, como coeficiente de expansión térmica bajo así como buena conductividad tanto térmica como eléctrica.

1.1.2. Objetivos específicos.

- Inducir la formación de una capa continua y homogénea de dióxido de silicio (SiO_2) sobre la superficie de las partículas de carburo de silicio (SiC) mediante la oxidación en aire.
- Estudiar el efecto de la capa de SiO_2 en el proceso de infiltración espontánea de la aleación de magnesio AZ91E.
- Alcanzar la máxima densidad posible (mayor a 95% respecto a la teórica) de los compuestos fabricados.

- Reducir el coeficiente de expansión térmica tratando de tener menores pérdidas en la conductividad térmica.
- Mejorar el módulo de elasticidad y dureza respecto a la aleación de magnesio AZ91E.

1.2. Justificación.

El presente trabajo tiene como finalidad sustituir materiales utilizados en aplicaciones térmicas y eléctricas por otro material con propiedades similares de menor densidad. Los metales ligeros cumplen con estos requisitos térmicos y eléctricos pero presentan una gran desventaja frente a los materiales mencionados anteriormente; poseen un coeficiente de expansión térmico alto, lo que dificulta su aplicación en productos que requieren una pieza de tamaño específico. La baja densidad que presentan estos materiales se traduce a un ahorro energético en combustibles, lo cual también es benéfico para aplicaciones aeroespaciales.

1.3. Hipótesis.

La adición del refuerzo de carburo de silicio en partículas a la aleación de magnesio AZ91E reducirá el coeficiente de expansión térmica de la aleación monolítica. Al mismo tiempo el contenido de refuerzo no disminuirá de manera significativa la conductividad térmica y eléctrica del compuesto, ya que el SiC presenta una buena conductividad térmica, de igual forma, el módulo de elasticidad se verá incrementado sustancialmente con respecto a la matriz metálica.

La oxidación del carburo de silicio formará una capa homogénea de SiO₂ que funcionará como protección para inhibir la formación de carburo de aluminio (Al₄C₃) y al mismo tiempo el SiO₂ servirá como activador para que se lleve a cabo la infiltración espontánea debido a la reactividad que posee este compuesto frente al aluminio y magnesio dando paso a la formación de una espinela (MgAl₂O₄) la cual tiene una mejor conductividad térmica respecto al carburo de aluminio y dióxido de silicio, lo que contribuye a mejorar las propiedades termofísicas.

2. Revisión y discusión del estado del arte.

Existen diversas clasificaciones de materiales. Los materiales se clasifican principalmente en tres grupos: metales, cerámicos y polímeros [4]. Los materiales compuestos se obtienen de la unión de dos o más materiales para obtener una combinación de propiedades que no es posible obtener mediante los componentes originales [5].

Todos los materiales compuestos de matriz de metal (CMM) tienen un metal o una aleación metálica como matriz y es la que se observa de forma continua dentro del material. El refuerzo más común en este tipo de compuestos es el cerámico y puede ser identificado por ser una fase discontinua, de igual forma se utilizan intermetálicos y otros metales de mayor dureza y rigidez así como un punto de fusión elevado.

En General, hay tres tipos de CMM mostrados en la Figura 2.1:

- Refuerzo con partículas.
- Fibras cortas o “wiskers”.
- Láminas reforzadas o fibras continuas.

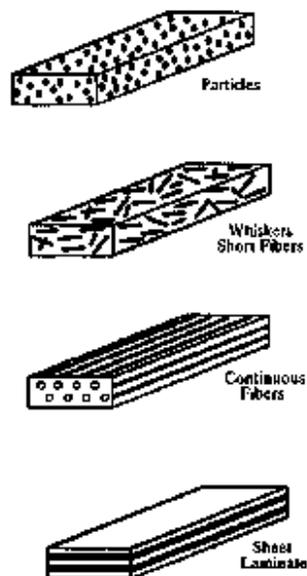


Figura 2.1. Refuerzos comúnmente utilizados en CMM. [6]

Una de las características deseadas para los materiales compuestos de matriz metálica es una mayor rigidez y mayor conductividad térmica, aunque hay otra característica que puede ser igualmente valiosa: la capacidad de controlar la expansión térmica mediante la adición de refuerzos cerámicos el cual reduce el coeficiente de expansión térmica lineal [6].

2.1. Naturaleza y aplicación del refuerzo.

Las características de los compósitos de matriz metálica (CMM's) son determinados por su microestructura e interfaces internas. La microestructura cubre la estructura de la matriz y la fase de refuerzo. La composición química, tamaño de grano y/o sub grano, textura, comportamiento de precipitación y defectos de red son de importancia para la matriz. La segunda fase es caracterizada por su porcentaje en volumen, su tipo, tamaño, distribución y orientación. La tensión local interna varía debido al comportamiento de la expansión térmica de las dos fases el cual es un factor a considerar también.

Con el conocimiento de las características de los componentes, los porcentajes en volumen, la distribución y la orientación es posible estimar las características de los compuestos de matriz metálica. La aproximación usualmente procede de condiciones ideales; por ejemplo: la formación óptima de enlaces en la superficie, distribución ideal. [7]

Los materiales de refuerzo para los CMM's pueden ser producidos en forma de fibras continuas, fibras cortas, filamentos o partículas. El parámetro que nos permite distinguir entre esas formas de refuerzos es llamado relación de aspecto o factor de forma. Las partículas perfectamente equiaxiales tienen una relación de aspecto de alrededor de uno. Los refuerzos cerámicos combinan resistencia y módulos elásticos altos con alta capacidad calorífica. En la Tabla 2.1. se listan algunos materiales de refuerzo disponibles en diferentes morfologías.

Tabla 2.1. Refuerzos comúnmente usados para compuestos de matriz metálica [8].

Fibras continuas	Fibras discontinuas	Partículas
Al ₂ O ₃ , Al ₂ O ₃ +SiO ₂ , B, C, SiC, Si ₂ N ₄ , Nb-Ti, Nb ₃ Sn	SiC, TiB ₂ , Al ₂ O ₃	SiC, Al ₂ O ₃ , WC, TiC

Las características por las cuales se estudian los CMM's son debido a la alta resistencia al desgaste y rigidez que poseen los metales combinado con el refuerzo cerámico para mejorar el requerimiento térmico para el manejo de microelectrónicos y dispositivos semiconductores con alta conductividad térmica (CT) para disipar efectivamente el calor y un coeficiente de expansión térmica tolerable (CET) para disminuir el esfuerzo térmico. Esto es de vital importancia para mejorar el desempeño, ciclos de vida y confiabilidad en dispositivos electrónicos.

El aluminio (Al), magnesio (Mg) y cobre (Cu) se utilizan comúnmente como matrices metálicas debido a su alta CT y los refuerzos involucrados son el carburo de silicio (SiC), carbón y diamante [8].

El SiC en forma de partículas ha estado disponible durante mucho tiempo. Es barato y comúnmente usado para propósitos abrasivos, refractarios y químicos. Las partículas de SiC son procesadas por la reacción de la sílice en forma de arena y carbón en forma de coque a 2400 °C en horno eléctrico. El SiC producido en grandes granulometrías es triturado al tamaño deseado [9].

Las funciones que tienen un material de refuerzo en los CMM's son las siguientes:

- Soportar las tensiones que se ejercen sobre el compuesto.
- Aumentar las características mecánicas de la matriz, dureza, módulo de elasticidad y resistencia al desgaste (sobre todo en el caso del refuerzo con partículas).
- Mitigar los fallos de estas características con el aumento de temperatura.
- Frenar o detener la propagación de grietas a través del compuesto y el desarrollo de las fisuras.

Debido a que el material de refuerzo es quien soporta las tensiones principales, en las investigaciones se han centrado en materiales con excelentes propiedades mecánicas, estabilidad química y compatibilidad con la matriz a altas temperaturas. La transmisión y reparto de las cargas se lleva a cabo en la interfaz del metal-cerámico. Si la unión no es adecuada la matriz es quien soportará las tensiones internas, lo que conlleva a que la adición del refuerzo sea en vano. La interfaz es la encargada de que las tensiones se transmitan en todo el compuesto [10].

Los principales parámetros necesarios para obtener una interface “ideal” son:

- El mojado entre la matriz y el refuerzo debe de ser bueno ($\theta < 90^\circ$).
- Deben existir fuerzas de unión suficientes para transmitir los esfuerzos de la matriz al refuerzo.
- Las uniones deben ser estables dentro del rango de temperatura de trabajo.
- La reactividad entre la matriz y el refuerzo debe de ser en la menor cantidad posible y no afectar los elementos de refuerzo.
- Los coeficientes de expansión térmica deben de ser preferentemente similares para limitar los efectos de tensiones internas a través de las interface, sobre todo al ser utilizado a altas temperaturas.

Una clasificación a grandes rasgos de los tipos de uniones se describe a continuación:

- Matriz - refuerzo no son reactivos e insolubles; Este tipo de unión solo puede existir en caso de que el refuerzo tenga una superficie rugosa.
- Matriz - refuerzo son reactivos pero no solubles; La matriz moja o disuelve parcialmente los elementos de refuerzo, sin que se forme algún compuesto, existiendo interacciones electrónicas a corta distancia.
- La matriz y refuerzo reaccionan para dar paso a una tercera fase en la interface; en estas uniones se producen reacciones químicas, que hacen intervenir las transferencias de átomos de uno o varios compuestos, formándose un nuevo compuesto químico en la interface [11].

2.2. Características del aluminio, aleación de magnesio AZ91E y carburo de silicio.

Es importante conocer las características los materiales a trabajar debido a que los CMM dependen fuertemente de propiedades que poseen los componentes. La selección de los materiales se llevará acabo de acuerdo a las propiedades que se quieren mejorar con respecto a la matriz, disminuyendo otras de menor importancia para la aplicación deseada. Por ejemplo: los compuestos de matriz de aluminio reforzados con partículas cerámicas pueden aplicarse como materiales de empaquetamiento eléctrico debido a sus propiedades combinadas de alta resistencia específica, alta conductividad térmica (CT) y bajo coeficiente de expansión térmico (CET) [12].

La Tabla 2.2 muestra las principales propiedades del aluminio, aleación de magnesio AZ91E y carburo de silicio [13,14].

Tabla 2.2. Propiedades de materiales.

	CT 300 °K (W/m K)	CET 20-100 °C ($\mu\text{m}/\text{m } ^\circ\text{C}$)	Punto de Fusión (°C)	Módulo de elasticidad (GPa)	Densidad (gr/cm^3)
AZ91E	71.17	26×10^{-6}	595	44	1.81
SiC	260	4.63×10^{-6}	2697	302	3.22

2.3. Técnicas de procesamiento de CMM.

Se han desarrollado diversas técnicas para el procesamiento de CMM para aplicaciones eléctricas y aeroespaciales. Kwang-Min Lee et al. [15] procesó CMM utilizando el AlN y el Cu como matriz, con la finalidad de obtener materiales apropiados para disipadores de calor mediante la técnica de sinterización por corriente de pulsos eléctricos (PECS) obteniendo conductividades de 62.7, 82.2 y 95.1 W/(mK); valores similares fueron obtenidos por Guoqin Chen et al. [16] donde los CMM Cu/SiC se fabricaron mediante la técnica de infiltración por presión con un 55% de refuerzo.

Otra ruta importante para la fabricación CMM es la tecnología de polvos; la cual es básicamente una adaptación de la metalurgia de polvos, pero aplicada a una mezcla de polvos metálicos y cerámicos. Wang et al. [17] produjo este tipo de materiales utilizando dicha tecnología, mediante una ruta de tres etapas, molienda mecánica, prensado uniáxial en frío, seguido de una sinterización en atmósfera inerte obteniendo una dureza máxima de 80 MPa y una resistencia a la flexión que va desde 33 a 140 MPa como se ven los valores en la Figura 2.2.

Una variante de la tecnología de polvos es el prensado en caliente donde en una etapa se obtiene el CMM final. Este proceso muy conveniente para obtener compuestos altamente densos debido a que la carga está aplicada mientras se está llevando el proceso de sinterizado. Bedir [9] produjo materiales compuestos Al-Cu-SiC_p y Al-Cu-B₄C_p con aplicaciones enfocadas a la resistencia al desgaste.

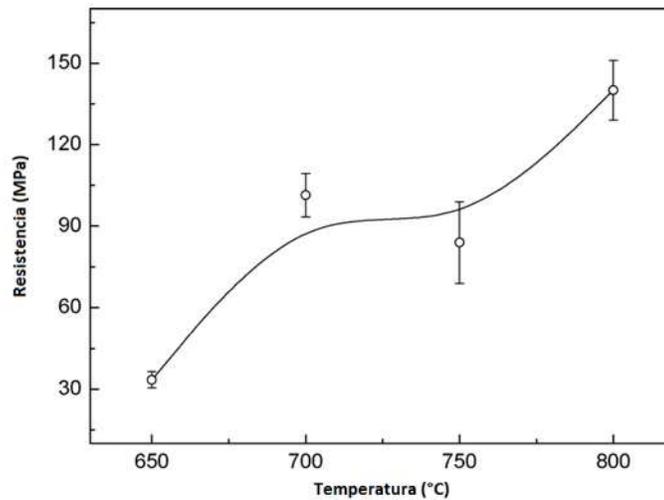


Figura 2.2. Resistencia a la flexión vs temperatura de sinterización [17].

Por último, una de las técnicas de procesamiento para CMM mas importantes y que ha sido de mucho interés debido al alto contenido de refuerzo que se puede manejar, aparte de ser un proceso relativamente barato a comparación de otros procesos es la infiltración espontánea.

2.4. Infiltración espontánea o sin presión externa.

El estudio de CMM utilizando este método es relativamente nuevo en comparación con la infiltración con presión. Durante el proceso de infiltración el metal fundido fluye a través de los canales o poros interconectados por efecto de capilaridad o reacción interfasial [18].

2.5. Proceso de infiltración espontánea.

La técnica de procesamiento de infiltración implica mantener 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 2.3 muestra las diversas posiciones de la preforma durante el método de infiltración por capilaridad sin presión externa.

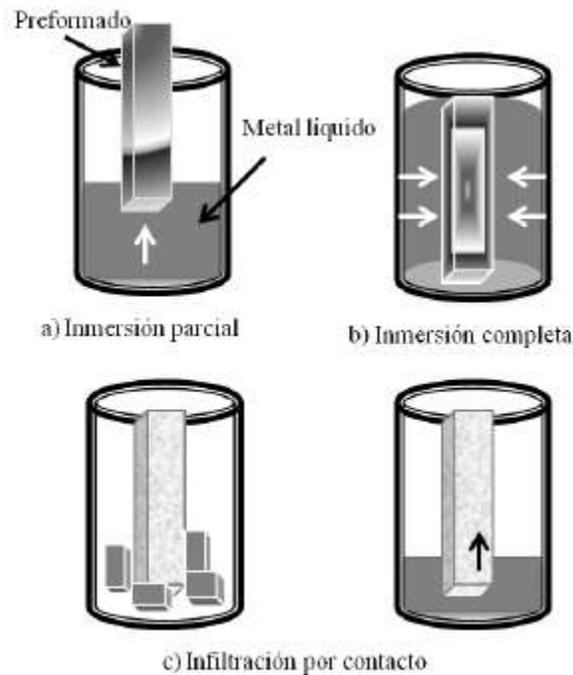


Figura 2.3. Tipos de infiltración sin presión externa.

Contreras A. et al. [19] estudiaron la infiltración sin presión externa de compuestos Mg/TiC para el cual siguieron dos principales etapas: la fabricación de la preforma cerámica, donde se compactaron polvos de TiC usando una prensa uniaxial y aplicando una presión de 8 MPa. Las preformas cerámicas se sinterizaron a 1250 °C por un lapso de una hora. Una vez obtenida la preforma cerámica se procedió a realizar la infiltración del metal líquido a temperaturas de 850, 900 y 950 °C en atmósfera de argón (Ar).

2.6. 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 gama amplia de aleaciones denominadas ultraligeras debido a su peso específico el cual oscila alrededor de 1.8. Esta ventaja tan importante, junto con las buenas propiedades mecánicas de algunas de sus aleaciones, ha

traído como resultado, un extenso campo de aplicaciones tanto estructurales como electrónicas, donde la necesidad de obtener buenas propiedades tales como rigidez, resistencia a la tracción 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 [20,21].

2.6.1. 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 2.3 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 [22].

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 [23]. Las aleaciones de magnesio que contienen como aleante principal el aluminio (AM100A, AZ63A, AZ81A, AZ91C, AZ91E y AZ92A la simbología se muestra en la Tabla 2.3) presentan una buena maleabilidad, buena ductilidad y alto rendimiento a temperaturas de hasta aproximadamente 120°C (250°F) de estas aleaciones, la AZ91E se ha convertido en prominente, por lo que ha reemplazado casi por completo a la

aleación AZ91C en virtud de que presenta mejor resistencia a la corrosión. Además, en ésta aleación, algunos contaminantes como el hierro, cobre y níquel son controlados a bajos niveles.

Tabla 2.3. Simbología empleada para aleantes en aleaciones base magnesio (ASTM) [22,24]

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 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 [24].

2.7. Factores que gobiernan el proceso de infiltración espontánea.

2.7.1. Temperatura.

La temperatura tiene un papel importante en el mecanismo de infiltración ya que, a mayor temperatura, la velocidad de infiltración aumenta, hecho que se atribuye a la disminución de viscosidad. El proceso de activación térmico para que se lleve la infiltración de manera espontánea también se ve afectada por este parámetro, a mayores temperaturas el periodo de incubación disminuye [19]. La Figura 2.4. esquematiza los comportamientos mencionados previamente.

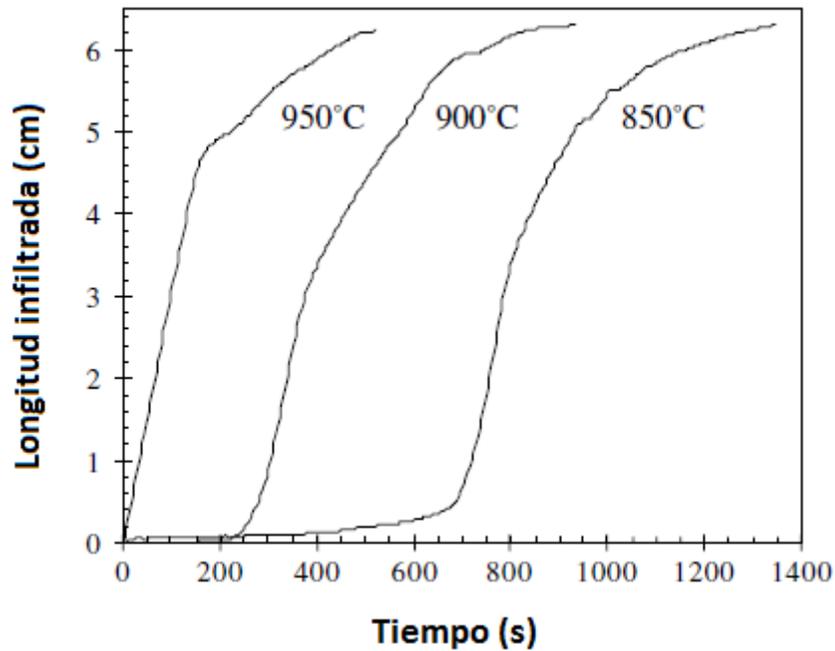


Figura 2.4. Perfiles de infiltración característicos [19].

Conforme al estudio realizado por Contreras et al. [25] el ángulo de contacto se ve influenciado por la temperatura. Observaron en un sistema Mg/TiC que no hay mojado del cerámico por el metal a temperaturas de 800 y 850 °C, al aumentar la temperatura a 900 °C mojado se da de manera espontánea alcanzando ángulos cercanos a 15° después de 35 minutos.

2.7.2. Mojado.

El mojado es uno de los parámetros más importantes para que se dé la infiltración espontánea. La fuerza impulsora para infiltración espontánea es regida por la afinidad metal-cerámico en términos de mojabilidad [19]. La mojabilidad es definida como la habilidad de un líquido para esparcirse en una superficie sólida y depende de tres energías superficiales: energía superficial de solido – vapor (γ_{sv}), líquido – sólido (γ_{ls}) y líquido – vapor (γ_{lv}). Termodinámicamente hablando el esparcimiento ocurrirá de acuerdo a la ecuación 2.1.

$$\gamma_{sv} > \gamma_{ls} + \gamma_{lv} \quad (2.1)$$

El ángulo de contacto (θ) sirve como referencia para medir la mojabilidad en un sistema. Del equilibrio de fuerzas en la dirección horizontal se deduce la ecuación 2.2.

$$\gamma_{sv} = \gamma_{ls} + \gamma_{lv} \cos \theta \quad (2.2)$$

Si el ángulo de contacto es inferior a 90° entonces existe mojado, por el contrario si es mayor a 90° no existe mojado [26].

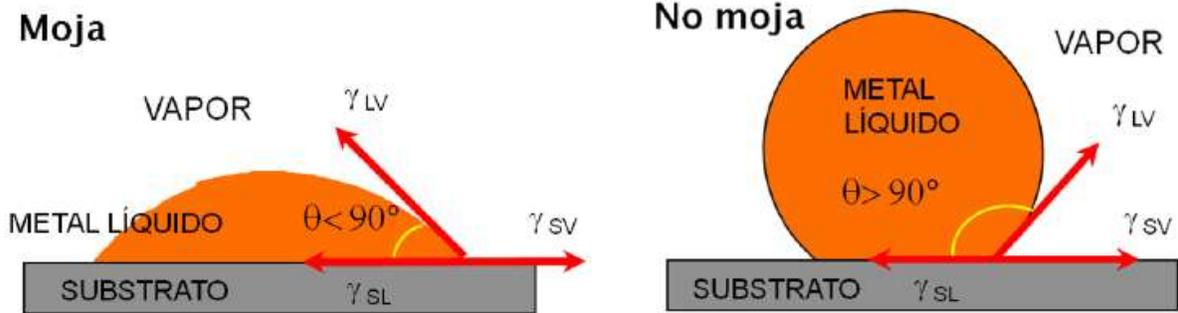
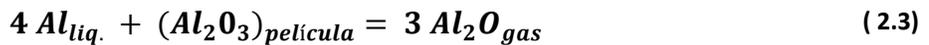


Figura 2.5. Relación del ángulo de contacto con el mojado: a) mojado y b) no mojado [26].

Cuando la mojabilidad es baja, se requiere de una fuerza externa para superar la barrera energética superficial y así el metal penetre la preforma cerámica formando una unión fuerte. Una manera de mejorar la mojabilidad es incrementando la energía superficial del sólido, disminuir la tensión superficial del metal fundido y la energía de la interfase metal – refuerzo [18], o recubriendo las partículas con otros compuestos que registren buena mojabilidad con la matriz.

Laurent et al. [27] investigaron la cinética del mojado en sistemas de Al – SiC. Los comportamientos obtenidos se aprecian en la Figura 2.6. La caída rápida del ángulo de contacto se debe a la eliminación de la capa de alúmina (Al_2O_3) que existe en el metal fundido. El aluminio líquido reacciona con la capa de alúmina para formar sub-óxidos gaseosos de Al_2O .



En la siguiente etapa, la disminución del ángulo de contacto de forma más suave se atribuye a la existencia de una capa delgada de dióxido de silicio en las partículas cerámicas, la cual reacciona con aluminio líquido para formar alúmina, que esta a su vez vuelve a interactuar conforme a la reacción anterior, con lo cual, a tiempos elevados de exposición se hace más viable la mojabilidad para el procesamiento del CMM.



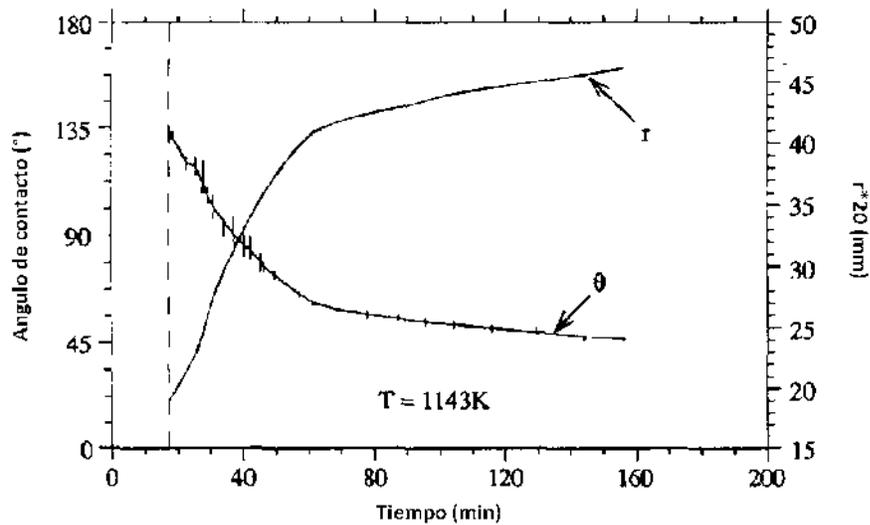
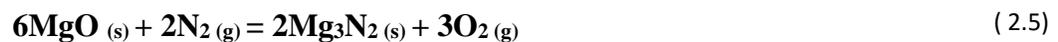


Figura 2.6. Cinética de mojado del aluminio en SiC con temperatura constante a 1137 K [27].

2.7.3. Atmósfera.

La selección de la atmósfera apropiada es necesaria para que la infiltración espontánea se lleve a cabo. Diversos CMM's han sido producidos utilizando una atmósfera de nitrógeno, actuando como activador de infiltración espontánea en sistemas donde está presente el silicio, magnesio y aluminio [28,29]. Shubin et al. [30] describe como interacciona el nitrógeno con el magnesio y silicio. El vapor de Mg penetra en la preforma cerámica y al tener una fuerte afinidad con el oxígeno absorbido en el SiC y con el nitrógeno presente en la atmósfera, reacciona. El Mg_3N_2 generado reacciona con el aluminio promoviendo la mojabilidad como se observa en la ecuación 2.5 y el cálculo para la energía libre en la ecuación 2.6.



$$\Delta G = (J * mol^{-1}) = 299124 - 234:99T + (3/2 \log P_{O_2}) / (1 - P_{O_2}) \quad (2.6)$$

La reacción del compuesto mencionado anteriormente depende de la presión parcial del oxígeno (P_{O_2}); a una temperatura de 1273 K cuando $\Delta G = 0$, $P_{O_2} = 2.8 \times 10^{-28}$ Pa significando que el principal producto es el MgO, por otro lado cuando se tiene presiones parciales de oxígeno menores, el Mg_3N_2 es más estable[8].

2.8. Reacciones interfaciales.

A altas temperaturas la reactividad del metal con el cerámico aumenta, por eso es importante cuidar los productos interfaciales que pudiera haber entre la matriz y el refuerzo. Se han estudiado las posibles reacciones interfaciales del sistema Al-SiC con el fin de descubrir los productos que ocurren en éste sistema. Los compuestos fabricados mediante la ruta líquida reaccionan para dar paso a la formación de carburo de aluminio (Al_4C_3) (reacción 2.7).



Por otra parte, el carburo de aluminio es muy inestable en ambientes húmedos y aún más en presencia de agua, dando paso a la formación de hidróxido de aluminio $\text{Al}(\text{OH})_3$ de acuerdo a las reacciones 2.8 y 2.9, la energía libre indica que es muy factible para ambas ecuaciones [28]:



$$\Delta G_{298 \text{ K}} = -1847 \text{ kJ}$$



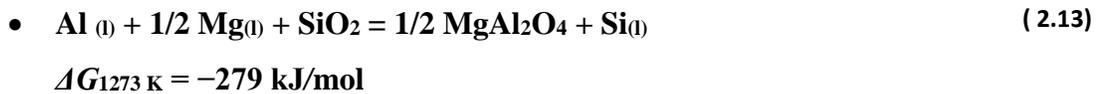
$$\Delta G_{298 \text{ K}} = -1746 \text{ kJ}$$

Para prevenir este tipo de reacciones se ha estudiado diversos métodos como el recubrir las partículas de carburo de silicio con una capa de dióxido de silicio (SiO_2) o agregar directamente polvo de silicio ocurriendo así, otra reacción de manera preferente a la del carburo de aluminio.

2.8.1. Efecto del dióxido de silicio en la interfase.

Con el fin de prevenir la formación del carburo de aluminio se ha estudiado la formación de una espinela de magnesio (MgAl_2O_4) el cual posee mejores propiedades mecánicas y térmicas respecto al compuesto mencionado anteriormente.

De acuerdo con Ren Shubin et al. [31] adicionaron una capa pasiva de dióxido de silicio para controlar la reacción interfásial del compuesto Al/SiC. La adición de la capa evita el contacto del aluminio con el carburo de silicio y por el contrario se da el contacto Al – SiO_2 dando paso a las reacciones 2.10 a 2.13:



Aunando un poco en las reacciones interfaciales la capa producida por la oxidación del carburo de silicio obedece a la reacción propuesta por Zhongliang et al. en la ecuación 2.14 [32].



Es importante cuidar el tiempo de exposición del carburo a la atmósfera oxidante. Xue C. y J.K. Yu [33] concluyeron que la corta exposición del carburo de silicio no evita la formación del carburo de aluminio debido a que la capa de dióxido de silicio no recubre completamente las partículas. Un tiempo de exposición adecuado provoca que toda la superficie se recubra y esta a su vez reacciona en su totalidad con la aleación formando la espinela de magnesio. Por último, una exposición prolongada al ambiente oxidante genera una capa demasiado gruesa, por lo que una parte reacciona con el aluminio, el magnesio y el oxígeno presente, pero otra parte del dióxido permanece intacto. El dióxido de silicio, aunque no es tan perjudicial como el carburo de aluminio, también disminuye las propiedades termomecánicas del compuesto. En la Figura 2.7 se muestran las micrografías de los compuestos obtenidos. Resultados similares han sido encontrados por diversos autores [29,34-37].

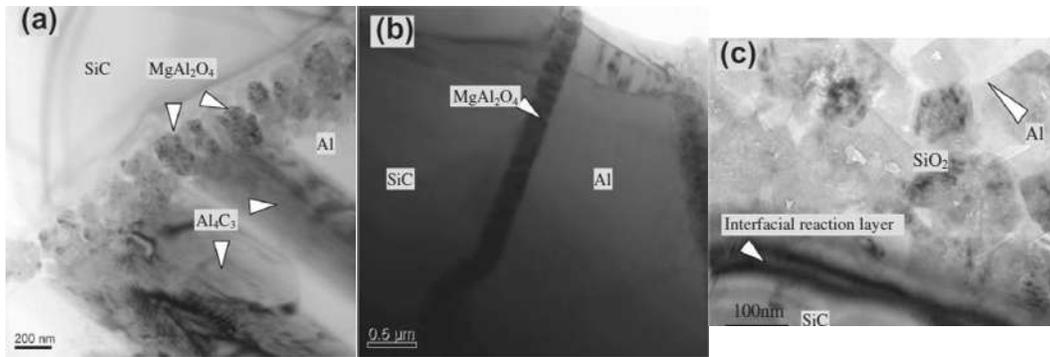


Figura 2.7. Tiempo de exposición a) 2hrs., b) 4 hrs. y c) 6hrs. [33]

2.9. Efecto de la preforma cerámica en las propiedades termofísicas de CMM.

La preforma cerámica también puede influir en las propiedades finales de los CMM. Shun et al. [38] produjeron compuestos de SiC/Al con una red interconectada (3D) por parte del cerámico. Al tener dos redes interconectadas se adquiere una mejor conductividad térmica apreciada en la Figura 2.8. Los principales mecanismos para la conductividad térmica se dan por flujo electrones libres y fonones para metales y cerámicos, respectivamente; la dispersión de dichos elementos se da principalmente en la interfase, por lo tanto, al tener una red continua, el área de interfase disminuye drásticamente dispersando en menor cantidad electrones y fonones, y así obtener una mayor conductividad térmica.

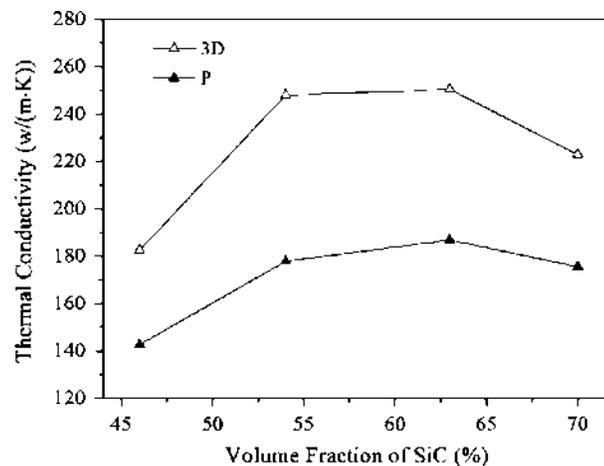


Figura 2.8. Conductividad térmica vs fracción volumétrica de refuerzo cerámico [38].

El coeficiente de expansión térmica es otra propiedad afectada por este tipo de preforma, cuando se tiene una fase de refuerzo dispersa, esta se mueve en cierto grado con la matriz

metálica a diferencia de la red interconectada que restringe el movimiento del metal, dicho cambio se aprecia en la Figura 2.9. No se hace mención respecto a la formación de carburos de aluminio, por lo cual es importante ver en qué medida se inhibe la formación de dicho compuesto.

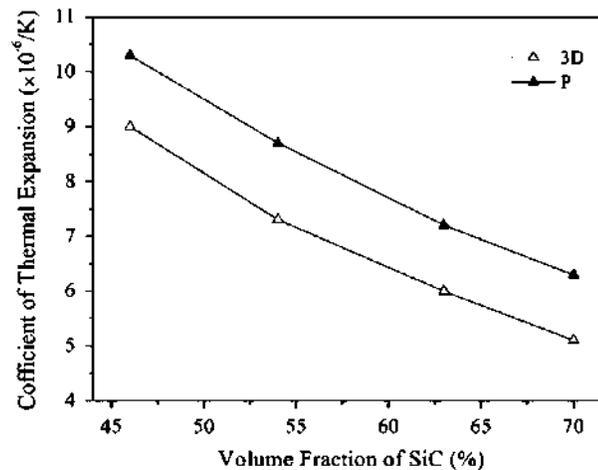


Figura 2.9. CET vs fracción volumétrica de refuerzo [38].

El tamaño de partícula con el que se fabrica la preforma cerámica tiene un impacto significativo en la propiedades mecánicas de los CMM, al reducir el tamaño de partícula de mejoran propiedades como el módulo de elasticidad, dureza, resistencia a la tensión etc. La disminución del tamaño de partícula reduce el tamaño de grano de la matriz metálica y también dificulta el movimiento de dislocaciones, razón principal por la que se mejoran dichas propiedades [23].

2.10. 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 [39,40].

2.11. Conductividad térmica.

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 $J/s^{\circ}Cm$. 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 $\Delta T / \Delta X$ expresada con la ley de Fourier (ecuación 2.15) [5]:

$$\frac{Q}{A} = -K \frac{\Delta T}{\Delta X} \quad (2.15)$$

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 [40].

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 (ecuación 2.16):

$$L = \frac{K}{\sigma T} \quad (2.16)$$

Donde σ es la conductividad eléctrica, T es la temperatura absoluta y L es una constante. El valor teórico de L , $2.44 \times 10^{-8} \Omega \cdot W/K^2$, 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.

Aleando 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 ($17.8 \times 10^{-6}/^{\circ}C$). 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 [5,39]. 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) [41].

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.

2.12. Propiedades térmicas de los MMC.

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 ($17 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$). 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. [15] 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 2.10 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.

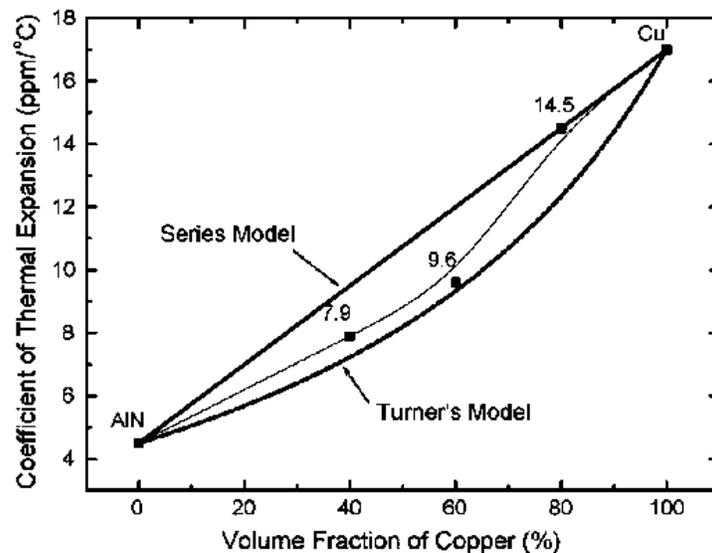


Figura 2.10. Comparación de los valores obtenidos de coeficiente de expansión térmica evaluados experimental y teóricamente de los polvos compactados de AlN/Cu en función del contenido de cobre [15].

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 2.11 y

Tabla 2.4). 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 compuesto.

Tabla 2.4. Conductividad térmica de los compósitos AlN-40% Cu, AlN-60% Cu y AlN-80% Cu evaluados a 25°C, 200°C y 450°C [15].

Conductividad térmica ($\text{W m}^{-1}\text{K}^{-1}$)	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

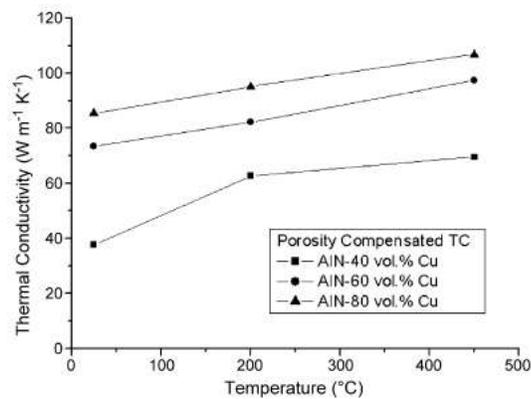


Figura 2.11. Conductividad térmica sin porosidad de los polvos compactados de AlN-Cu en función de la temperatura [15].

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 [42].

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 [43] 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 el refuerzo en función de la temperatura como se aprecia en la Figura 2.12 [44].

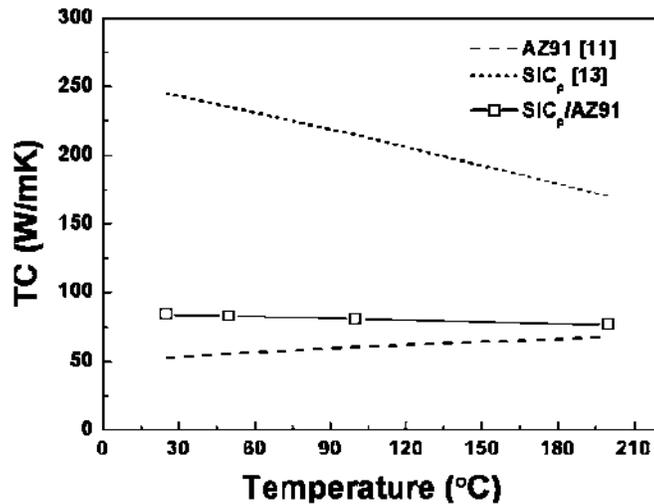


Figura 2.12. Conductividad térmica del compuesto SiC/AZ91 en función de la temperatura [45]

S.J. Hong y col [45] 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 2.12 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.

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. [12] 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 2.13. 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.

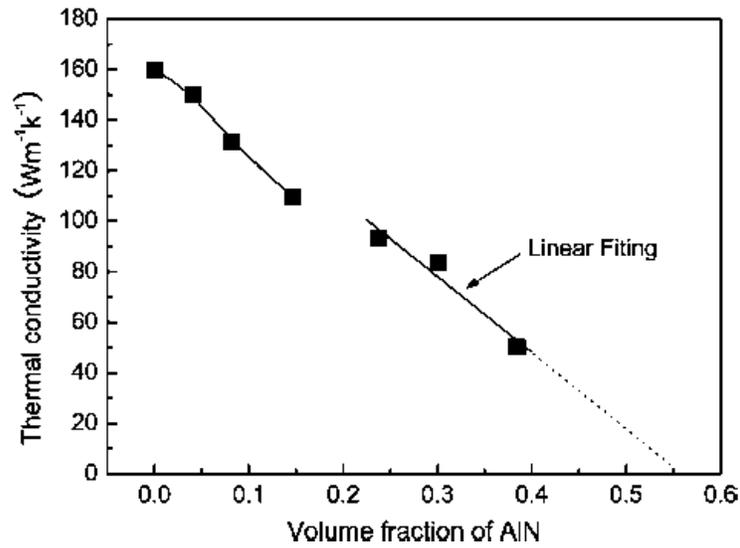


Figura 2.13. Variación de la conductividad térmica de nanocompuestos Al/AlN vs fracción de volumen del refuerzo [12]

3. DESARROLLO EXPERIMENTAL.

En la presente sección se describe como se llevó a cabo las técnicas de caracterización de los materiales precursores, procesamiento del polvo precursor y CMM con preforma particulada; abarcando las etapas: conformado de preformas e infiltración, caracterización de estructural de CMM, caracterización térmica y caracterización mecánica. La Tabla 3.1 muestra a grandes rasgos el procedimiento experimental.

Tabla 3.1. Esquema del desarrollo experimental.

Caracterización polvos precursores	Difracción de rayos X
	Microscopía electrónica de barrido
	Tamaño y distribución de partícula.
Procesamiento de compuestos	Curvas de compresibilidad
	Conformado de preformas
	Infiltración
Caracterización estructural	Difracción de rayos X
	Microscopía electrónica de barrido.
Caracterización Térmica	Dilatometría
	Conductividad térmica por láser.
Caracterización Mecánica	Microdureza HV
	Módulo de elasticidad

3.1. Materiales precursores.

Para la elaboración de los materiales compuestos se utilizó polvo de carburo de silicio marca *Sigma Aldrich* como refuerzo. Se trabajó con 2 tamaños de partículas diferentes, malla -400 para el polvo grueso y -1000 para el polvo fino con una pureza del 97.5%.

La matriz empleada para la producción del compuesto es la aleación de magnesio AZ91E en forma de lingotes seccionado, con disco de diamante, de acuerdo al peso requerido para infiltrar

la preforma cerámica. El proveedor es *Thomson Aluminium Casting Co.* La composición nominal de la aleación AZ91E se muestra en la Tabla 3.2.

Tabla 3.2. Composición nominal de la aleación AZ91E [14].

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

3.2. Procesamiento del polvo cerámico.

Previo a la fabricación del compuesto se caracterizaron los polvos precursores, además se hicieron curvas de compresibilidad para obtener la carga adecuada para producir una preforma cerámica con aproximadamente 50% de porosidad.

3.2.1. Compactación Uniaxial.

En ésta sección se explica el procedimiento ilustrado en la Figura 3.1 para obtener las preformas cerámicas. Primero se realizaron curvas de compresibilidad donde se tomó una muestra de un gramo de los diferentes polvos de SiC mezclados con un 10% en volumen de alcohol polivinílico para darle suficiente resistencia a la pastilla y así poder manipularla. Se introdujeron los polvos en un dado de 1.27 cm de diámetro hecho de acero. Se aplicó una carga con incrementos de media tonelada hasta llegar a 5 toneladas y se midieron los cambios de altura para obtener la densidad de los polvos. Todo esto con la finalidad de obtener la carga óptima para adquirir un 50% de porosidad en nuestra preforma cerámica.



Figura 3.1. Procedimiento gráfico de compactación.

Una vez encontrada la carga ideal para obtener un 50% de porosidad, se produjeron una serie de pastillas con 4 mm de espesor en un dado de 25.4 mm de diámetro para realizar pruebas de módulo elástico y conductividad térmica. También se utilizó un dado rectangular de 65 mm de

largo por 10 mm de ancho para producir barras cuadradas con un espesor de 10 mm. Y por último muestras de 12.7 mm de diámetro con 5 mm para pruebas de dureza, DRX y MEB.

3.2.2. Sinterización y oxidación.

Las preformas en verde se sometieron a un ciclo térmico con la finalidad de darle resistencia suficiente para que no hubiera ríos de metal dentro del material además de una oxidación del SiC para formar una capa de SiO₂ que evitara el contacto del aluminio con el carbono. Dicho ciclo térmico se realizó en un horno horizontal LINDBERG/BLUE STF55433C con tubo de mullita en aire con una rampa de calentamiento (Figura 3.2) de 15°C/min velocidad de calentamiento hasta 500°C con una permanencia de 15 minutos y después una velocidad de 15°C/min hasta 1200°C con permanencia de 120 minutos.

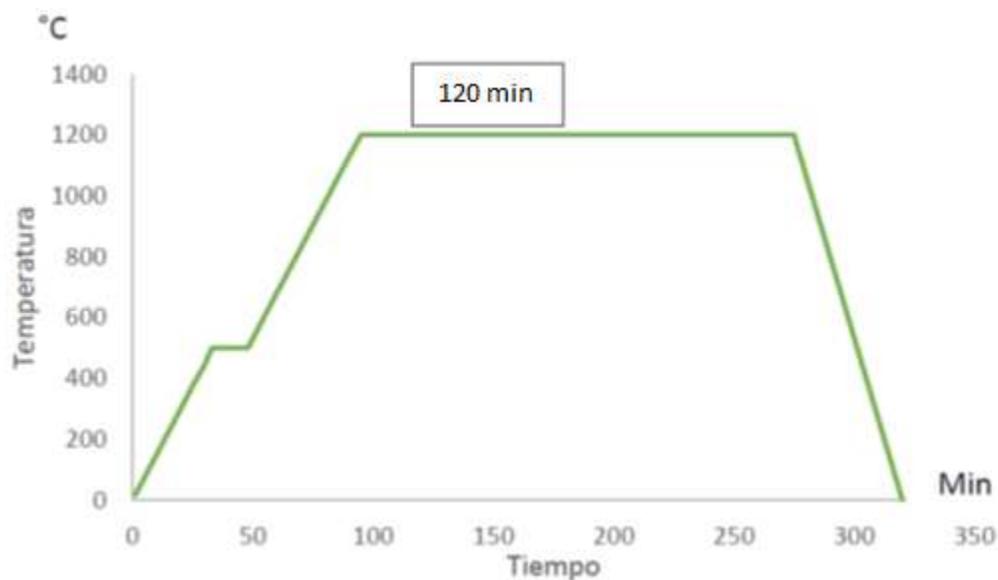


Figura 3.2. Ciclo térmico de sinterización y oxidación.

3.3. Proceso de infiltración.

Para producir el material compuesto se utilizó la técnica de infiltración espontánea en el cual por efecto de capilaridad y reacciones interfaciales se da éste fenómeno. Para todas las geometrías usadas en las preformas cerámicas se utilizó misma ruta, la única variación fue la cantidad de metal. En un principio se optó por usar bases de grafito recubiertas con nitruro de boro (BN), el rumbo del proyecto hizo que se cambiara a una placa de acero inoxidable.

En esta etapa se seccionaron segmentos de aleación con un disco de diamante marca Allied. Se recubrió la base donde se llevó a cabo la infiltración con BN para evitar las reacciones que pudieran ocurrir entre la base y los materiales para la fabricación del compuesto, se colocó la preforma cerámica encima de la placa y por último el segmento de metal. Este arreglo se colocó en un horno horizontal Carbolite TZF con tubo de mullita.

Se hicieron infiltraciones a temperaturas de 750, 800, 850 y 900 °C en una atmósfera dinámica de argón para el calentamiento y enfriamiento con la finalidad de disminuir en lo posible la oxidación del metal y cerámico a las temperaturas manejadas. Se le dio una permanencia de 15 minutos a las temperaturas seleccionadas para dar paso a la infiltración con una atmósfera dinámica de nitrógeno para activar la infiltración. La velocidad de calentamiento fue de 15 °C por minuto. El ciclo térmico se muestra en la Figura 3.3.

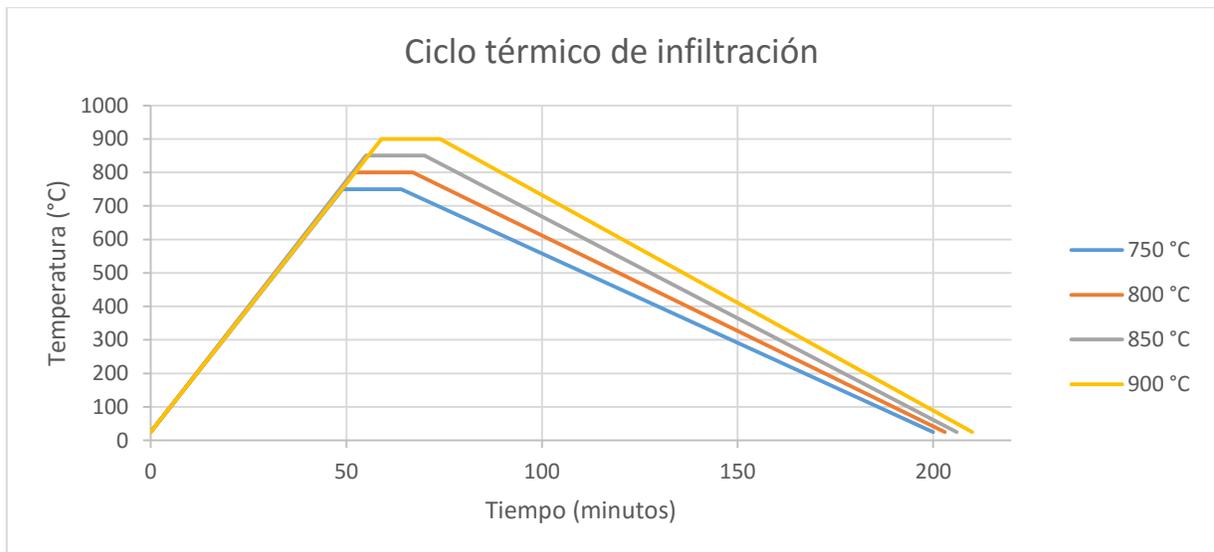


Figura 3.3. Ciclos de infiltración.

Una vez seleccionada la temperatura adecuada para producir los compuestos, se produjeron compuestos con dos tamaños de partícula diferente: 21 y 10 μm utilizando el mismo ciclo térmico, para posteriormente comparar las propiedades termofísicas de los mismos.

3.4. Caracterización de polvos precursores y CMM.

3.4.1. Distribución y tamaño de partícula en precursores.

La razón para realizar esta prueba es determinar el tamaño de partícula de las muestras y esta se ensayará en un equipo Beckman Coulter LS100Q (Figura 3.4).

El fundamento consiste en medir el tamaño de las partículas por difracción del haz de luz láser. La luz de un haz láser es usada como analizador y las partículas sedimentarias que lo atraviesan difractan la luz que es analizada en un detector que lleva la cuenta de las partículas y su tamaño para construir unas gráficas con los datos de distribución y tamaño.



Figura 3.4. Beckman Coulter LS100Q

3.4.2. Microscopio electrónico de barrido en precursores y CMM.

El fundamento del SEM consiste en la formación de imágenes a través de un haz de electrones finamente enfocado que incide sobre la muestra, este haz barre la muestra a analizar como si fueran pinceladas y da como resultado electrones secundarios que son recolectados por un detector que lo transforma en imágenes.

Las muestras se analizaron en un microscopio electrónico de barrido (MEB) marca JEOL JSM6400 (Figura 3.5) para observar la morfología de los polvos precursores. Los polvos se colocaron en una cinta de Cu. Se tomaron imágenes con electrones secundarios (SE), a 500, 1000 y 2500 aumentos y mapeos EDS con la finalidad de obtener una composición cualitativa. Respecto a los CMM se tomarán los mismos parámetros.



Figura 3.5. JEOL JSM6400

3.4.3. Difractometría de rayos X en precursores y CMM.

Esta técnica utiliza un haz de rayos X que atraviesa un cristal. El haz al entrar en contacto con el cristal se divide en varias direcciones debido a la simetría y agrupación de los átomos y, por difracción, da lugar a un patrón de intensidades que puede interpretarse según la ubicación de los átomos en los cristales, aplicando la ley de Bragg.

Con el fin de obtener e identificar los elementos presentes y la fase que presenta el polvo cerámico, se hizo un análisis mediante XRD en un equipo Bruker D8 ADAVANCE DAVINCI (Figura 3.6) el cual tiene la capacidad de mostrar impurezas presentes. Los parámetros a utilizar son los siguientes ángulos: 10 a 90 grados, paso: 0.02, tiempo de paso: 0.3s, $\lambda_{Cu} = 1.5418 \text{ \AA}$. Para el caso del CMM siguiendo los mismos parámetros se tiene la intención de observar productos de reacción que estén presentes en grandes cantidades, mayores a un 2% en peso.



Figura 3.6. Bruker D8 ADAVANCE DAVINCI

3.5. Caracterización de propiedades termofísicas.

3.5.1. Coeficiente de expansión térmica.

Con la finalidad de obtener el coeficiente de expansión térmica se realizaron estudios de dilatometría. El equipo que se usó es un dilatómetro marca Linseis L75 platinum series vertical, el cual mide los cambios de dimensiones (expansión y contracción) de los materiales en función de la temperatura (gráficas de expansión térmica vs temperatura). De ésta gráfica el coeficiente de expansión térmica es representado por la pendiente de acuerdo a la ecuación 3.1:

$$\frac{\Delta L}{L_0} = \alpha \Delta T \quad (3.1)$$

Donde L_0 es la longitud inicial de la muestra, T es la temperatura absoluta y α es el coeficiente de expansión térmica. Las probetas utilizadas para ésta prueba fueron segmentos de aproximadamente 10 mm de altura y base de 5 x 10 mm. Se utilizó la muestra con geometría en barra mencionada previamente y se programó una curva de calentamiento de 10°C por minuto a 350 °C con un enfriamiento natural.



Figura 3.7. Linseis L75 platinum series vertical

3.5.2. Conductividad térmica.

Siguiendo con la caracterización térmica se realizaron pruebas de conductividad térmica por el método de flash laser en un equipo Lindseis LFA 1000 (Figura 3.8). El equipo emite una pulsación laser hacia la muestra calentándola y un detector mide el cambio de temperatura; la muestra es enfriada a la temperatura trabajada y se repite todo el proceso. Se utilizaron

temperaturas desde 25 hasta 350 °C. El software genera datos de difusividad térmica en base a la ecuación 3.2.

$$\alpha = 0.1388 * Lo^2 / t_{1/2} \quad (3.2)$$

Donde α es la difusividad térmica, Lo : espesor inicial y $t_{1/2}$: el tiempo medio. Con α se obtiene la conductividad térmica mediante la ecuación 3.3 mostrada a continuación:

$$\sigma_0 = \alpha (\rho_{ref} C_{ref} f_{ref} + \rho_{mat} C_{mat} f_{mat}) \quad (3.3)$$

Donde σ_0 es la conductividad térmica, α es la difusividad térmica, C es el calor específico y f es la fracción volumétrica. Los subíndices mat y ref significan matriz y refuerzo, respectivamente. Las muestras empleadas fueron compuestos de 4 mm de espesor con un diámetro de 25.44 mm.



Figura 3.8. Linseis LFA 1000

3.5.3. Dureza Rockwell.

Se empleó la escala Rockwell C marca Wilson aplicando una carga de 150kg. Las muestras fueron desbastadas con lijas de carburo de silicio hasta obtener una superficie plana. Al finalizar el tiempo de carga, ésta es removida y el valor de dureza obtenido aparece en la pantalla del durómetro. Se realizaron 6 mediciones de cada compuesto en diferentes zonas, fueron

eliminadas la medición más alta y más baja quedando al final 4 mediciones con las cuales se reportó un valor de dureza final.

3.5.4. Módulo de elasticidad.

Para obtener el módulo de elasticidad se empleó un ensayo no destructivo siguiendo el principio de velocidad ultrasónica el cual se basa en la capacidad que de un material para transmitir el sonido y la interacción que tiene con la muestra analizada.

Se utilizaron muestras de 25.2 mm de diámetro con un espesor de 4 mm. La velocidad longitudinal, se obtuvo con un transductor de onda longitudinal de 10 MHz, 0.5 plg. y agua como medio de acople y para la velocidad de corte se utilizó un transductor de ondas de corte de incidencia normal de 5 MHz con miel como medio de acople. Para ambas ondas los pulsadores fueron excitados con un pulsador/receptor modelo 5073PR marca Panametrics. La señal ultrasónica se convirtió a digital con un osciloscopio LeCroy Wavejet 332.

El transductor mide el tiempo que tarda en viajar la onda dentro de la muestra de ida y vuelta. Una vez obtenido el tiempo que tarda en viajar la muestra para los diferentes tipos de onda se calculó la velocidad en base a la ecuaciones 3.4 y 3.5 para velocidad longitudinal y velocidad de corte, respectivamente.

$$C_L = \frac{2d}{\Delta t_L} \quad (3.4)$$

$$C_S = \frac{2d}{\Delta t_S} \quad (3.5)$$

Donde C es la velocidad del sonido, d es el espesor de la muestra, Δt el tiempo de propagación de la onda y los subíndices L y S pertenecen al tipo de onda, longitudinal y de corte, respectivamente. Una vez obtenidas las velocidades se calculó la relación de Poisson (ν) con la ecuación:

$$\nu = \frac{1 - 2\left(\frac{C_S}{C_L}\right)^2}{2 - 2\left(\frac{C_S}{C_L}\right)^2}$$

Una vez obtenido el módulo de Poisson y la densidad (ρ) se calculó el módulo de elasticidad (E) con la ecuación mostrada a continuación:

$$E = \frac{C_L^2 \rho (1 + \nu)(1 - 2\nu)}{(1 - \nu)}$$

3.6. Análisis Termodinámico.

Para predecir los posibles productos de reacción y energías libres (ΔG) de las reacciones presentes en el sistema trabajado, se empleó el software termodinámico FactSage 6.4. Se trabajó con el módulo reaction y equilibrium utilizando la base de datos Fact PS y FT lite.

4. Análisis y discusión de resultados de resultados.

4.1. Caracterización de materiales precursores.

Es importante conocer las características de los materiales precursores para poder explicar las características obtenidas en los materiales compuestos. En esta sección se presentan los resultados obtenidos de la caracterización de la aleación de magnesio AZ91E y el carburo de silicio.

4.1.1. Aleación de magnesio AZ91E

Para conocer como está constituida la matriz a utilizar, así como la distribución de los elementos presentes, se tomaron micrografías en MEB. La muestra analizada por EDS confirma la presencia de los elementos magnesio, aluminio y zinc principalmente. Se aprecia perfectamente la presencia de segregaciones de aluminio dentro la matriz. Por otro lado, se pueden apreciar segregados globulares. Mediante el análisis por EDS se confirma la presencia de precipitados de Zn, lo cual se presenta en la Figura 4.2 y Tabla 4.1.

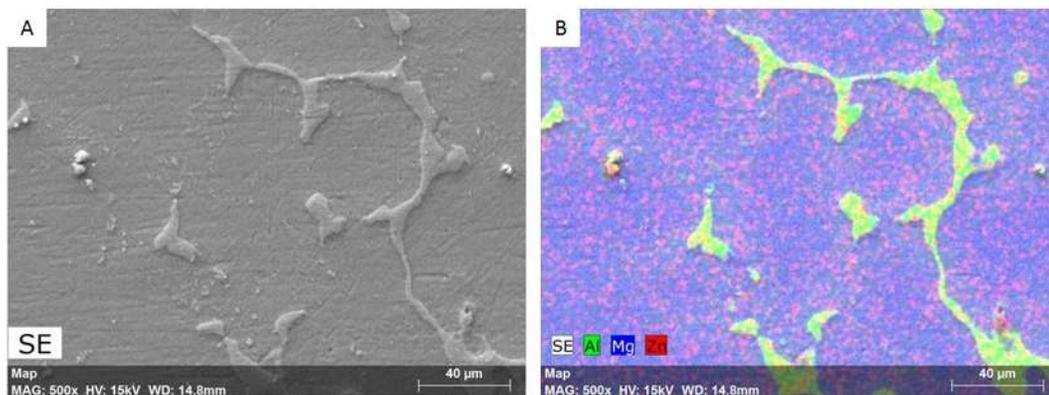


Figura 4.1.A) Micrografía AZ91E y B) Mapeo químico elemental EDS

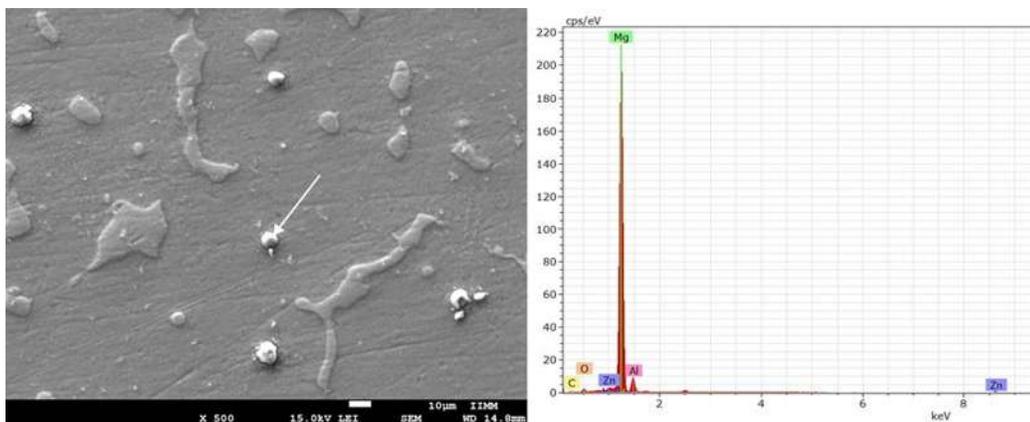


Figura 4.2 Análisis puntual del segregado globular.

Tabla 4.1. Información semicuantitativa de la matriz AZ91E.

Element	series	wt.%	[norm. wt.%]	[norm. at.%]	Error in wt.% (3 Sigma)
Magnesium	K-series	88	90.29872447	91.5634319	14.00094757
Zinc	K-series	0.77	0.791672311	0.29838034	0.262415392
Aluminium	K-series	8.68	8.909603216	8.13818771	1.309060891
	Sum:	97.4	100	100	

Cabe mencionar que en un área grande no se detectaba el Zn debido a la baja concentración que posee dentro de la aleación. Debido a que el EDS solo muestra los elementos presentes en la muestra, se hizo difracción de rayos X para conocer de manera más precisa los compuestos presentes dentro del metal. La Figura 4.3 muestra claramente la presencia del magnesio y el compuesto $Al_{12}Mg_{17}$ indicando que el aluminio que se aprecia en la Figura 4.1 B) no solo es aluminio puro, sino un intermetálico.

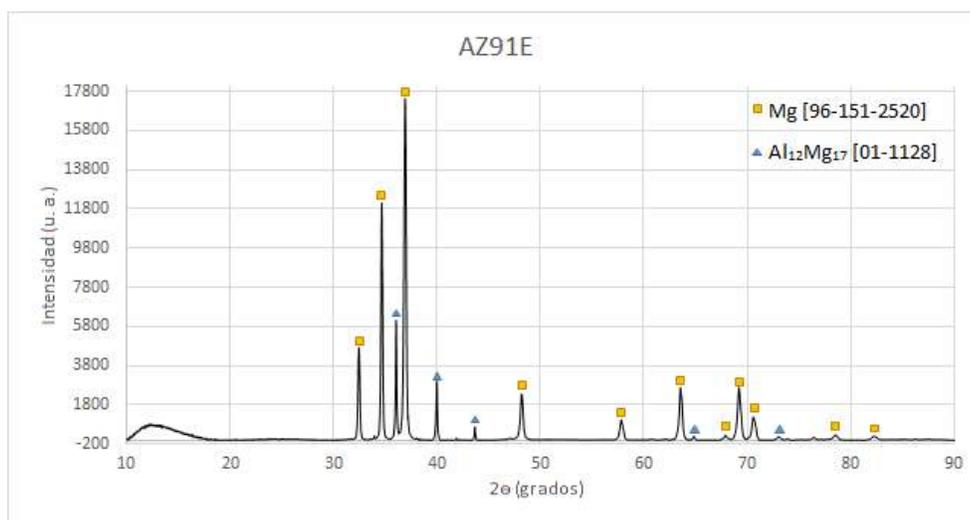


Figura 4.3. DRX AZ91E

4.1.2. Polvos de carburo de silicio.

De igual forma es importante conocer las características del SiC, como es su morfología, composición química y distribución de tamaño de partícula para poder explicar la contribución en las propiedades del material compuesto a fabricar. De acuerdo con los análisis obtenidos mediante el conteo de partícula se encontró un tamaño promedio de partícula $D_{50} = 20.65 \mu m$.

Se aprecia en la Figura 4.4 una curva de distribución mono modal amplia, indicando la presencia de una extensa distribución de partículas. El tener una mayor amplitud permite un mejor empaquetamiento de las partículas cerámicas debido a que las de menor dimensión, entran en los huecos hechos por las partículas de mayor tamaño. De la curva acumulativa se aprecia que

hay una mayor distribución de tamaño inferior al D50. Dichos tamaño se pueden corroborar en la Figura 4.5 hecha por MEB. En la micrografía se observa la morfología de las partículas, estas partículas presentan un aspecto granular muy irregular y aristas muy marcadas por esta razón durante el proceso de compactación es indispensable el uso de aglutinante.

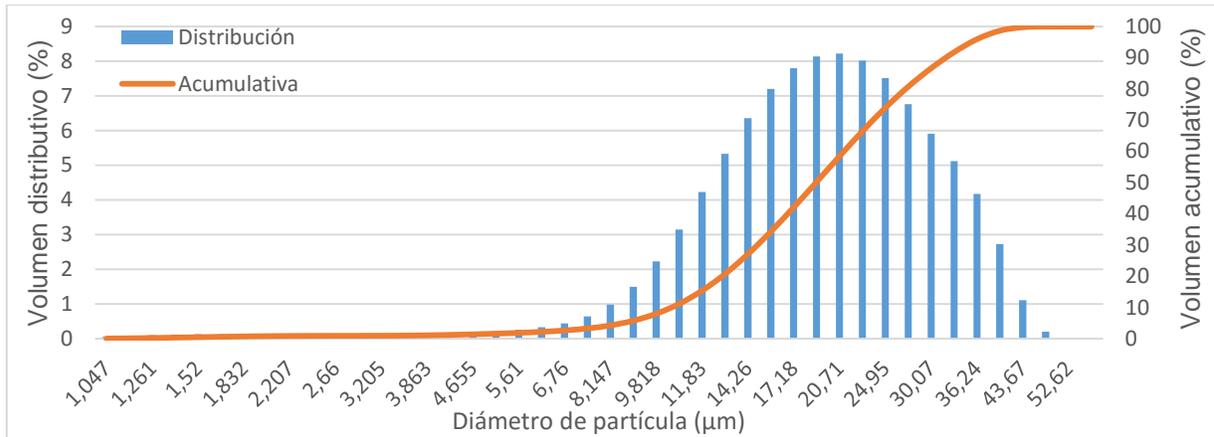


Figura 4.4. Tamaño y distribución de partícula del polvo SiC -400.

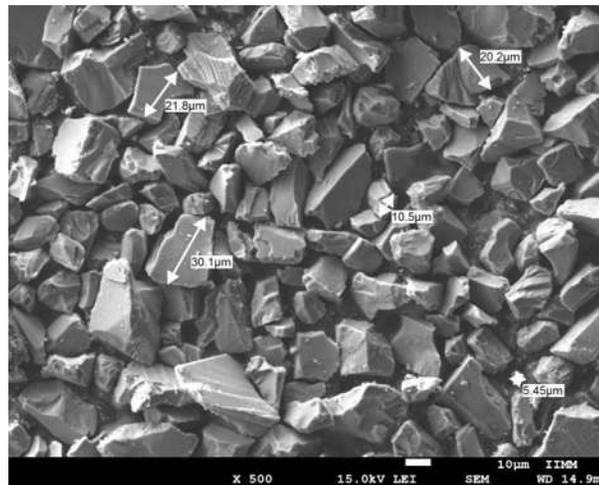


Figura 4.5. Micrografía del polvo de carburo de silicio -400.

De la misma manera en el polvo fino exhibe una morfología irregular (Figura 4.6 A) tal como se presenta en el grueso, esto debido al proceso de preparación de los polvos así mismo en la micrografía (Figura 4.6 B) muestra mediciones de una partícula tomada aleatoriamente como referencia del tamaño de partícula. El tamaño promedio de partícula obtenido en el análisis distributivo de partículas se obtuvo un valor de $D_{50} = 7.5$ mostrado en la Figura 4.7 donde los

polvos presentan una amplia distribución monomodal que van desde las 2 micras aproximadamente, hasta las 15 micras.

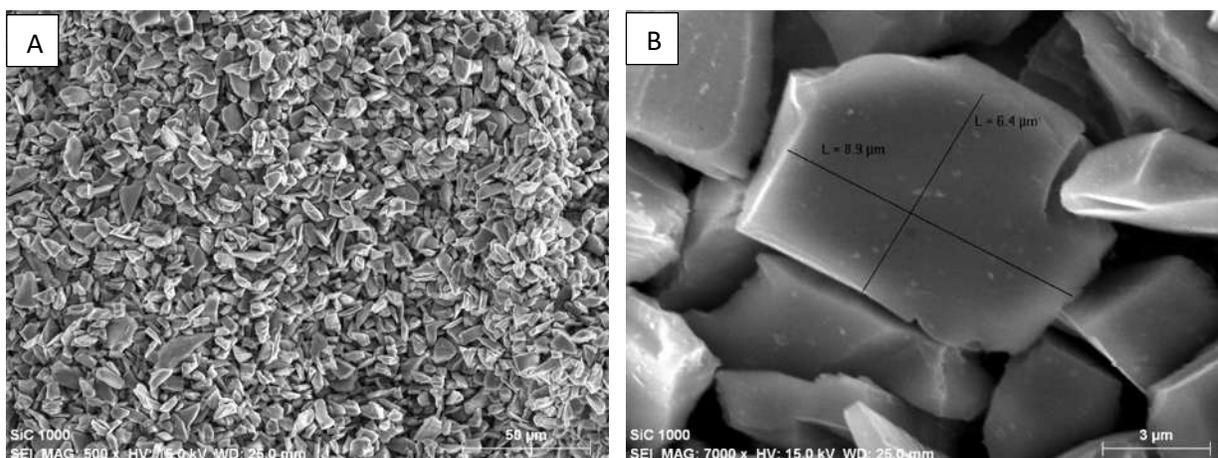


Figura 4.6. Micrografías de polvo de carburo de silicio malla -1000. A) visualización general y B) medición de una partícula.

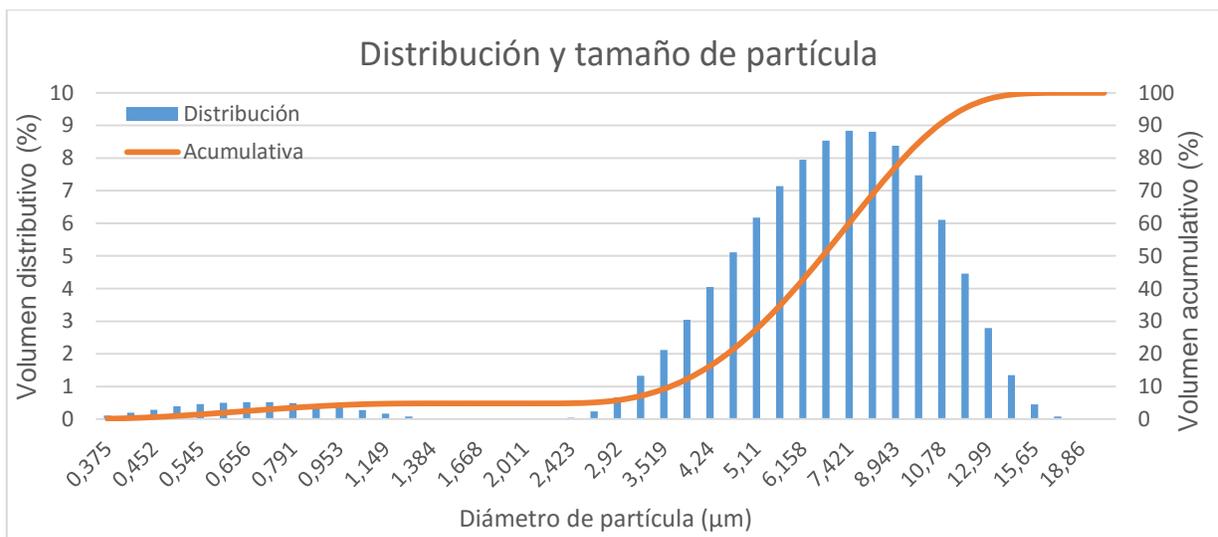


Figura 4.7. Tamaño y distribución de partícula del polvo SiC -1000.

Debido a que el carburo de silicio posee diversas estructuras cristalinas se hizo difracción de rayos X para obtener la estructura que fue proporcionada por el vendedor. La tarjeta con la que fue indexada fue la SiC 73-1663 y el patrón de rayos X se muestran en la imagen Figura 4.8, los resultados obtenidos muestran una estructura del carburo de silicio alfa .

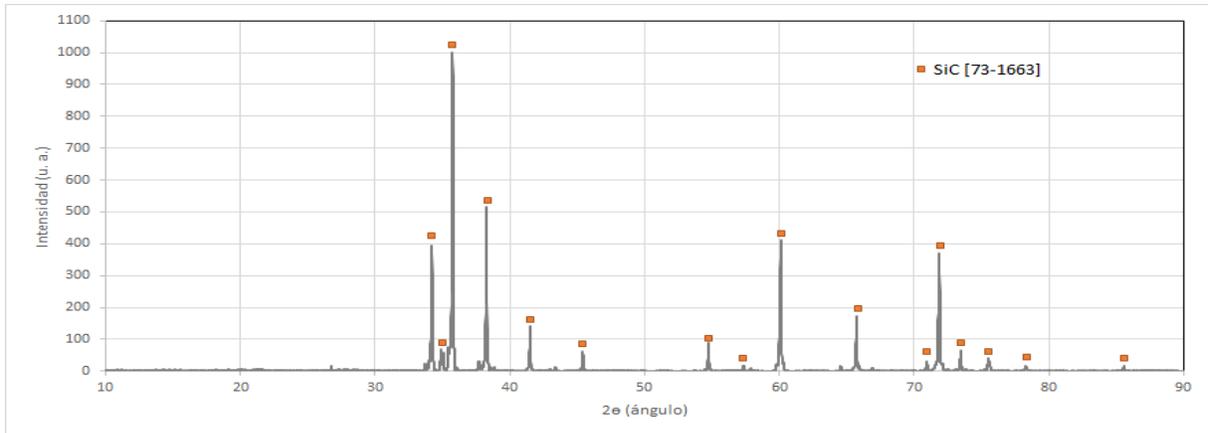


Figura 4.8. DRX del carburo de silicio.

4.2. Curvas de compactación.

La Figura 4.9 muestra el porcentaje de densificación de los polvos en función de la carga aplicada, la relación se obtuvo comparando con la densidad teórica del cerámico. La carga óptima para asegurar un 50% de densificación es de 77 MPa, aunque dicha carga es superior para lograr el 50% de densificación se tomó este valor debido a que es más repetitivo que los valores inferiores a este.

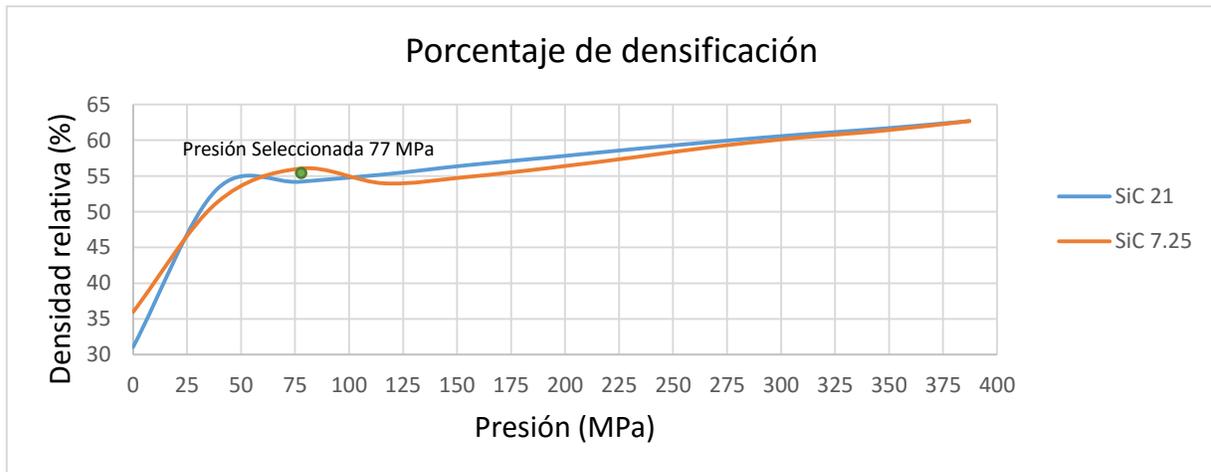


Figura 4.9. Curva de compresibilidad SiC

4.3. Análisis termodinámico.

Los cálculos termodinámicos de las posibles reacciones químicas que se presentarían en este sistema, se realizaron utilizando el software termodinámico FactSage 6.4. El cálculo de la energía libre ayuda a predecir la factibilidad de los compuestos que se quieren inducir, así como,

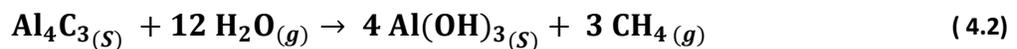
las reacciones del aluminio con el carburo de silicio en caso de que no hubiera capa de dióxido de silicio presente. De acuerdo a la literatura [37] se ha encontrado que el aluminio con carbono da paso a la formación del compuesto Al_4C_3 .

Para el sistema presente, la reacción ocurre como se presenta en la reacción 4.1 donde el Al_4C_3 se enlaza con SiC. El cambio de energía libre, al ser negativo, indica que efectivamente la reacción se lleva a cabo.

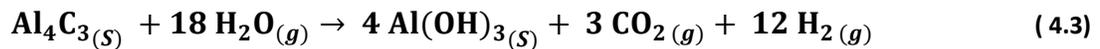


$$\Delta G_{1023K} = -181.213 \text{ KJ}$$

Esta reacción es nociva para este tipo de materiales debido a que es inestable en ambientes de humedad siendo éste susceptible a la degradación dando como resultado la formación de $Al(OH)_3$ como se esquematiza a continuación en la reacción 4.2 y 4.3 para humedad ambiental y para contacto directo con el agua, respectivamente [28]:



$$\Delta G_{298K} = -1847 \text{ kJ}$$



$$\Delta G_{298K} = -1746 \text{ kJ}$$

Para prevenir este tipo de reacciones se ha estudiado diversos métodos como el recubrir las partículas de carburo de silicio con una capa de dióxido de silicio (SiO_2) o agregar directamente polvo de silicio ocurriendo así, otra reacción de manera preferente a la del carburo de aluminio. Estudios previos hechos por M. Rodríguez et al. [29] plantea la formación de una capa de 55 nanómetros formada a 1200°C durante 2 horas de acuerdo a la reacción 4.4.

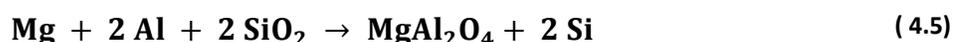


$$\Delta G_{1473K} = -707.072 \text{ KJ}$$

Al incorporar dicha capa se promueve una serie de reacciones descritas a continuación las cuales son menos perjudiciales para el compuesto. Dentro de estas reacciones la que destaca es la formación de una espinela de magnesio ($MgAl_2O_4$). C. Xue [33] en su trabajo manifiesta que este compuesto promueve la adhesión entre refuerzo y matriz. Cabe destacar que también

presenta una menor barrera térmica interfásial, lo cual es ideal en aplicaciones donde se requiere una mayor conducción térmica.

Diversos mecanismos influyen en la formación de dicho compuesto [32]. La reactividad alta tanto del aluminio como del magnesio en estado líquido, propician reacciones entre estos elementos y la capa de dióxido de silicio formada sobre las partículas de carburo de silicio, reduciéndolo de acuerdo a la ecuación 4.5. Aun cuando el SiC estuviera expuesto al Al y Mg presentes en la aleación, las reacciones 4.1 y 4.5 estarían en competencia, sin embargo a la temperatura de 1023 °K la energía libre de la reacción 4.1 es menos negativa comparada con la energía libre de la reacción 4.5.



$$\Delta G_{1023\text{K}} = - 421.435 \text{ KJ}$$

Termodinámicamente tanto el aluminio como el magnesio tienen gran afinidad con el oxígeno, por lo cual pueden reaccionar de forma independiente con el SiO₂ como se muestra en las reacciones 4.6 y 4.7. Una vez obtenidos los óxidos respectivos, estos reaccionan una vez más para dar paso a la espinela de magnesio de acuerdo a la reacción 4.8. Por último, estos óxidos se encuentran presentes en la superficie del metal debido a la oxidación ambiental, dichas capas son disueltas también para dar paso a la espinela, lo que facilita más la infiltración.



$$\Delta G_{1023\text{K}} = - 528.391 \text{ KJ}$$



$$\Delta G_{1023\text{K}} = - 254.94 \text{ KJ}$$



$$\Delta G_{1023\text{K}} = - 29.769 \text{ KJ}$$

4.4. Sinterización y oxidación.

Con la finalidad de evitar el contacto del aluminio presente en la aleación AZ91E se recubrió el SiC con una capa pasiva de SiO₂. De acuerdo al estudio hecho por Youngman Kim y Jae-Chul

Lee [46] la capa pasiva es una manera efectiva de evitar reacciones entre el aluminio y las partículas de carburo de silicio.

En la Figura 4.10 a) se aprecia la formación de la capa de SiO_2 inducida por la atmósfera oxidante. La fractura de la capa se indujo mediante pulido. Los mapeos químicos EDS corroboran que efectivamente hay formación de dicha capa. Como se aprecia en la Figura 4.10 b) en el tono más intenso se observa en la fractura de la capa revelando la presencia del SiC. Otro hecho a resaltar es el redondeo de las aristas que presentaban las partículas de carburo de silicio.

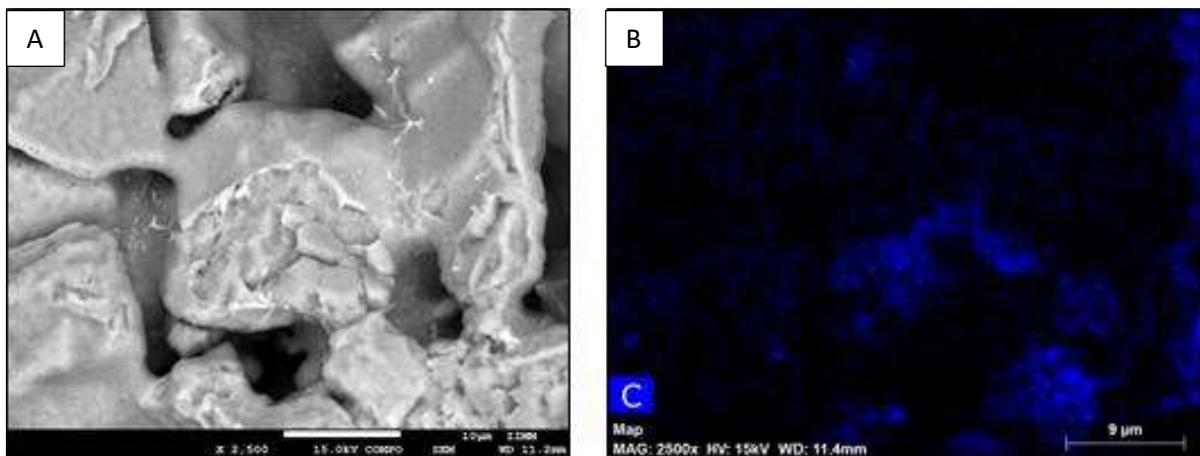


Figura 4.10. Pastilla sinterizada y oxidada y b) EDS carbono.

Por otro lado, en la Figura 4.11 a) se observa que en la superficie de las partículas brilla con más intensidad el oxígeno y las zonas que se aprecian en la figura anterior aparecen oscuras indicando la ausencia del oxígeno y por lo tanto se presume la formación del SiO_2 . Otro hecho que se puede apreciar, es la formación de cuellos en la preforma otorgándole resistencia suficiente para soportar el paso del metal a través de los poros. De igual forma la Figura 4.12 muestra un difractograma que confirma la presencia del SiO_2 . Debido a que la capa inducida en las partículas de SiC es muy fina la intensidad de dichos picos es muy pequeña. La formación de la capa de óxido de silicio se interpone entre el aluminio presente en la aleación de magnesio y el carburo de silicio que darían como producto el compuesto de Al_4C_3 de acuerdo a los estudios realizados por F. Ortega-Celaya et. al [28]. A. Ureña et al. [36] realizó experimentos de

oxidación donde demostró que a 1200°C había formación de dicha capa lo cual concuerda con el presente trabajo.

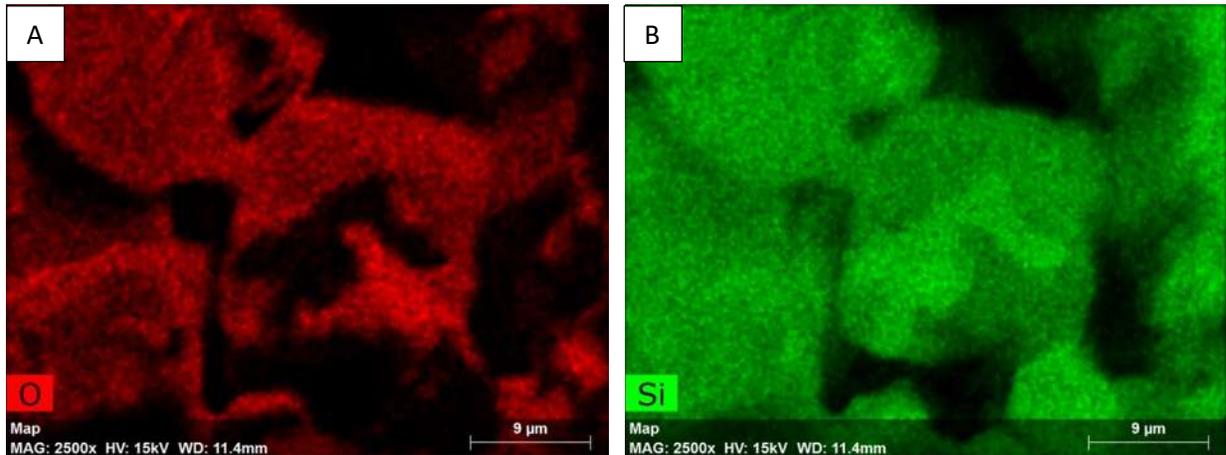


Figura 4.11. EDS del oxígeno y b) EDS del Silicio

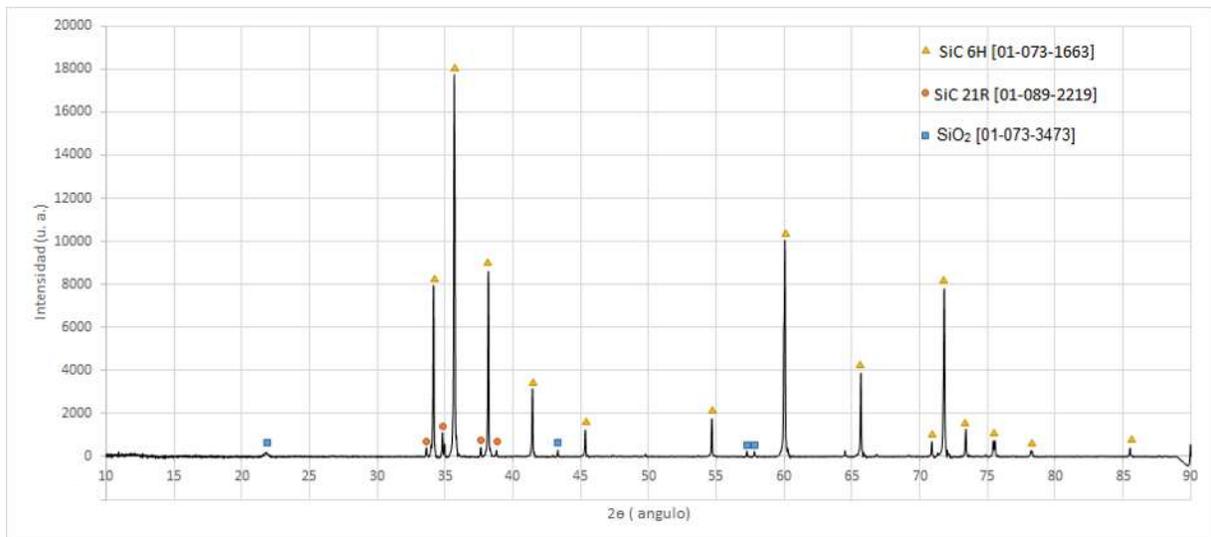


Figura 4.12. DRX pastilla SiC oxidada.

4.5. Material compuesto AZ91E/SiC

4.5.1. Compuestos en base de grafito.

La distribución de las fases es necesaria porque de ahí se desprenden muchas propiedades del termofísicas del material. Inicialmente se empezaron a producir los compuestos en crisoles de grafito recubierto de nitruro de boro, esto con la finalidad de evitar reacciones que pudieran presentarse entre la aleación y el crisol.

En la Figura 4.13 se puede observar el compuesto infiltrado a 750°C donde se aprecian porosidades las que se pueden atribuir a que la capa de nitruro de boro no fungía como barrera de manera eficiente en el sistema, dando como resultado la reacción entre el aluminio presente en la aleación AZ91E y la base de grafito de acuerdo a la reacción 1 descrita previamente. La muestra claramente reacciona con el crisol de grafito al quedar bien adherido uno del otro. La micrografía previamente mencionada sirvió para poder apreciar que existe una buena adhesión entre la matriz y el refuerzo al no verse mayor desprendimiento del cerámico dentro de la matriz al momento de la preparación metalográfica. Otro hecho impórtate a mencionar, es la buena distribución que se presenta entre el refuerzo y la matriz.

Se preparó una muestra transversal del compuesto, esto con la finalidad de observar la interfase entre el compuesto y la base de grafito para corroborar lo mencionado anteriormente. En la Figura 4.14 A) se pueden apreciar claramente 5 regiones. La región 1 representa la base de grafito y la región 5 representa el compuesto fabricado, siendo la región 2, 3 y 4 las interfases.

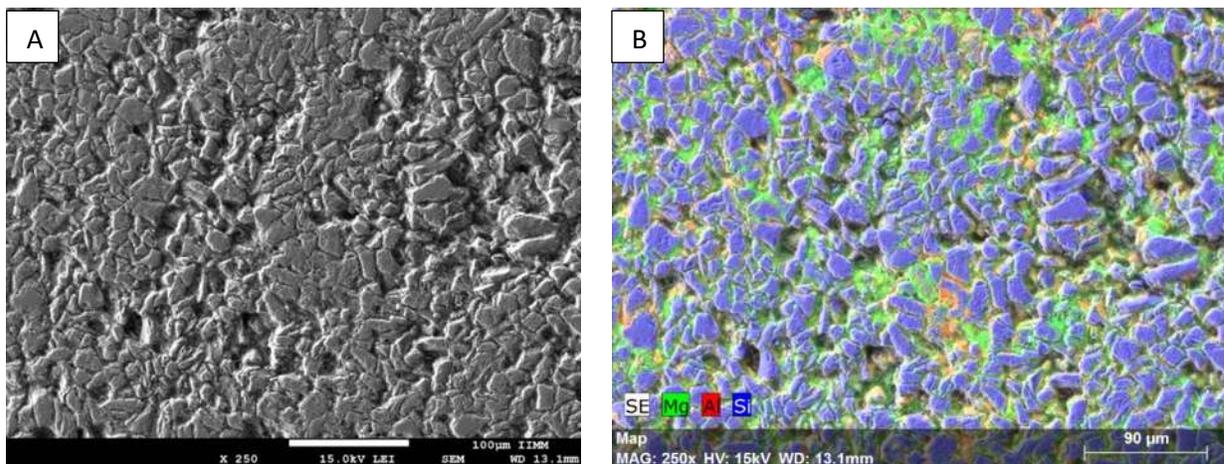


Figura 4.13. a) Compuesto infiltrado a 750°C y b) EDS del compuesto AZ91E/SiC

Para conocer la variación en composición dentro de la interfase se hizo un barrido lineal. La región 1 muestra presencia de metal que infiltró dentro de la base de grafito porosa. En la región dos es más perceptible con la Figura 4.14 B hecha con electrones retrodispersados indicada con la flecha naranja donde se aprecia un incremento considerable de aluminio, sugiriendo que hubo difusión del aluminio hacia la base de grafito, indicando así una interacción con el carbono. En la región 3 muestra una composición esperada, indicando que el metal infiltró toda la preforma cerámica hasta la base. En la región 4 se aprecia los elementos presentes del compuesto. Es en

la región 5, indicada en la Figura 4.15 con una flecha negra, donde se ve un decremento de la señal de aluminio y un incremento en la porosidad, producto de fuertes reacciones con el grafito presente en la base como se indica en la reacción 4.1.

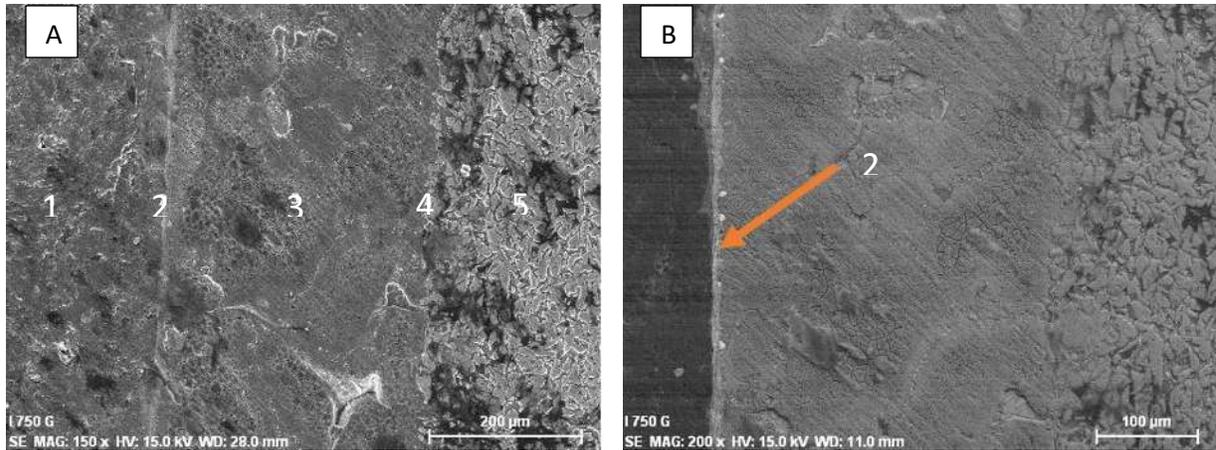


Figura 4.14. Interfase entre el compuesto y la base de grafito A) electrones secundarios y B) electrones retrodispersados.

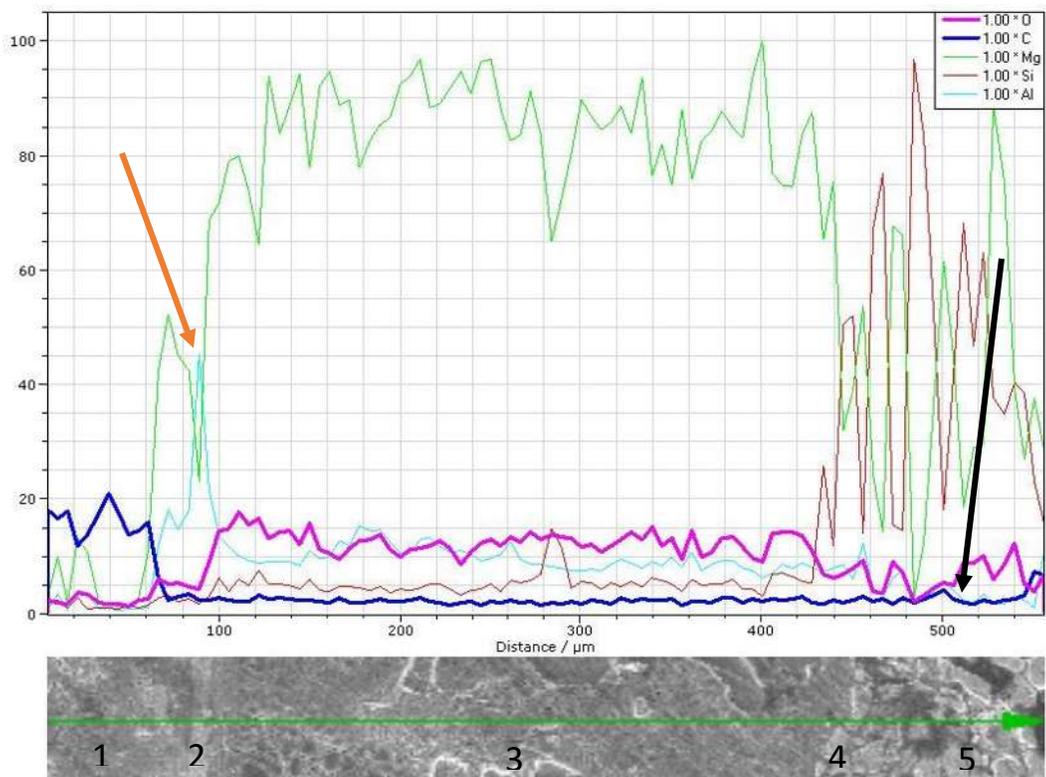


Figura 4.15. Interfase entre el compuesto AZ91E/SiC y base de grafito.

Para el compuesto infiltrado a 800°C se ve una mayor porosidad en comparación con el producido a una temperatura de 750°C, como se muestra en la Figura 4.16. A medida que se aumenta la temperatura hay una mayor interacción del aluminio con el carburo de silicio. Ureña et al. [47] propone una relación para la energía libre donde describe que a temperaturas superiores de 727°C se da la formación del carburo de aluminio siendo a mayores temperaturas más negativa. Aun y cuando existen diversas predicciones termodinámicas sobre la temperatura en la cual el carburo de aluminio es estable en este sistema, la discusión sigue en torno a esta reacción. A continuación se presenta la ecuación 4.9 propuesta por Ureña et al. [47] :

$$\Delta G \left(\frac{\text{J}}{\text{mol}} \right) = 113.900 - 12.06T \ln T + 8.92 \times 10^{-3} T^2 + 7.53 \times 10^{-4} T^{-1} + 21.5T + 3RT \ln a_{(Si)} \quad (4.9)$$

Donde $a_{(Si)}$ es la actividad del silicio en el aluminio fundido, R la constante de los gases ideales y T la temperatura absoluta. Debido a las reacciones que ocurren dentro del sistema trabajado es perceptible como la matriz presenta grietas por la degradación que sufre este material de acuerdo a las reacciones 4.2 y 4.3.

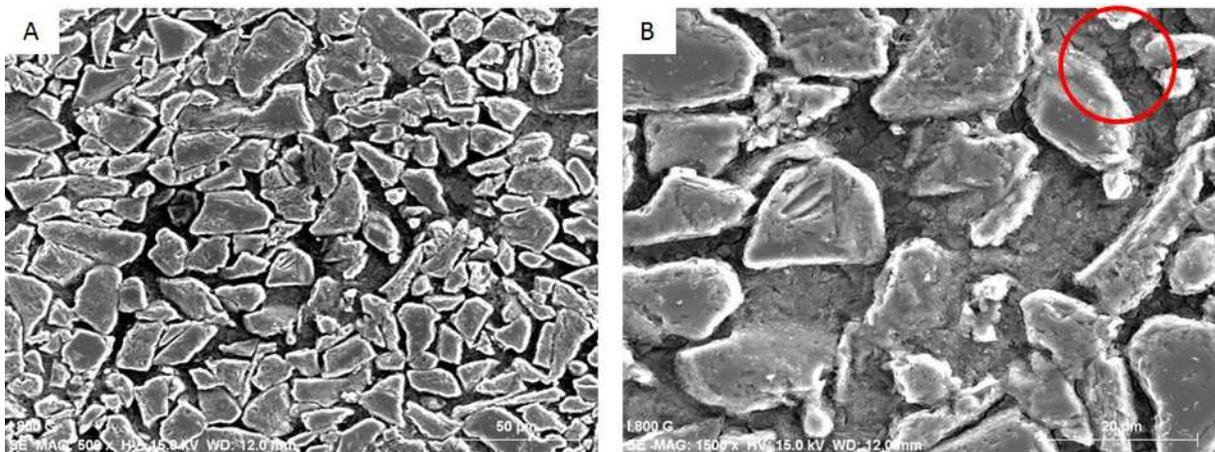


Figura 4.16. Micrografías del compuesto AZ91E/SiC infiltrado a 800 °C. A) 500x y B) 1500x

Las micrografías para los compuestos de 850 y 900°C no pudieron obtenerse debido a la fuerte degradación que sufrieron estos materiales con la humedad del medio ambiente. Al momento de entrar contacto con agua directa la muestra aumentaba su temperatura y empezó a desprender gas, hasta llegar a un punto donde se convertían completamente en polvo.

4.5.2. Compuestos en base de acero inoxidable.

Debido a las fuertes reacciones que ocurren dentro del compuesto se optó por cambiar la base grafito por una placa de acero inoxidable con la finalidad de evitar las reacciones que se presentaron con el crisol anterior. Se analizaron compuestos con refuerzos de dos tamaños de partículas SiC_{21} y $\text{SiC}_{7.25}$

AZ91E/ SiC_{21}

Las micrografías que se presentan en la Figura 4.17 corresponden al compuesto infiltrado a 750°C en las que se puede apreciar una distribución homogénea de la matriz y el refuerzo. Las diferencias en alturas mostradas en estas micrografías se deben principalmente al desprendimiento en el proceso de desbaste con lijas. El lijado promueve una mayor remoción de fase suave, a diferencia del cerámico que es más duro. Aun así, se puede apreciar que la mayor parte de la superficie cerámica es desbastada sin el desprendimiento de partículas cerámicas, lo que nos indica que la adhesión entre matriz y refuerzo es lo suficientemente fuerte para soportar la preparación de la muestra. Ren Shubin et al. [31] le atribuye esta adhesión a la formación de un compuesto con estructura tipo espinela (MgAl_2O_4). La formación de la espinela en la interfase es debido a la presencia de SiO_2 en la superficie cerámica, interaccionando con el aluminio y magnesio presentes en la aleación o la reacción en estado sólido entre el óxido de magnesio y la alúmina presentes de acuerdo a la reacción 4.8.

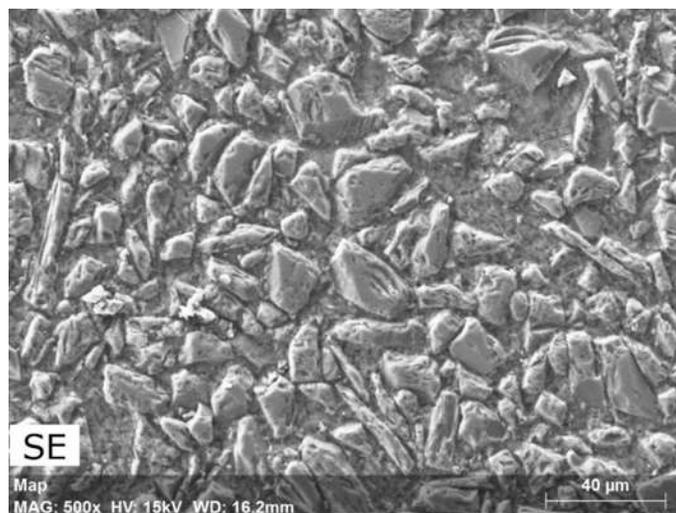


Figura 4.17. Micrografía del compuesto infiltrado a 750°C en placa de acero inoxidable

Los mapeos EDS (Figura 4.18) ayudan a revelar la distribución del refuerzo en la matriz. A diferencia del compuesto fabricado en base de grafito, este compuesto exhibe una distribución homogénea de todos los elementos presentes y una ostensible reducción de poros, indicando la ausencia de carburo de silicio.

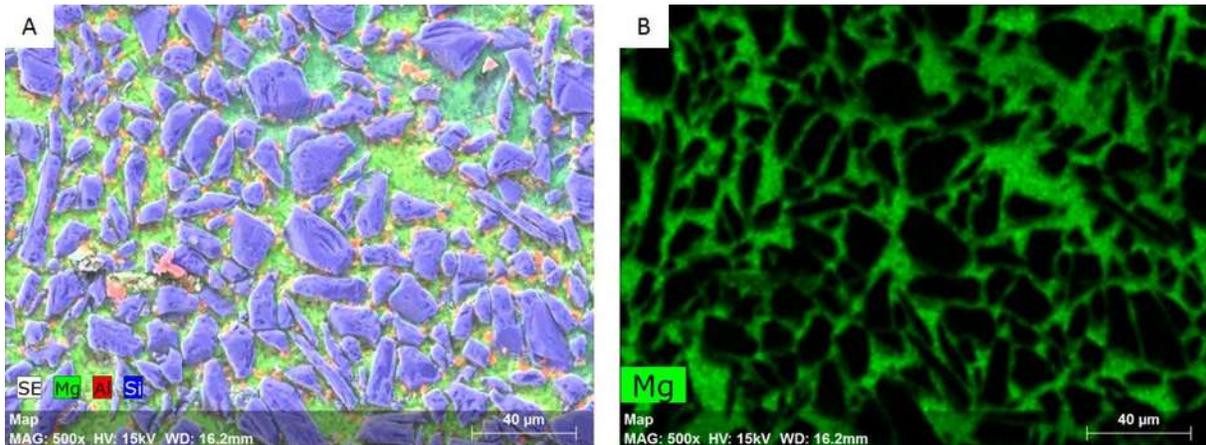


Figura 4.18. Mapeo elemental EDS del compuesto A) todos elementos y B) Mg.

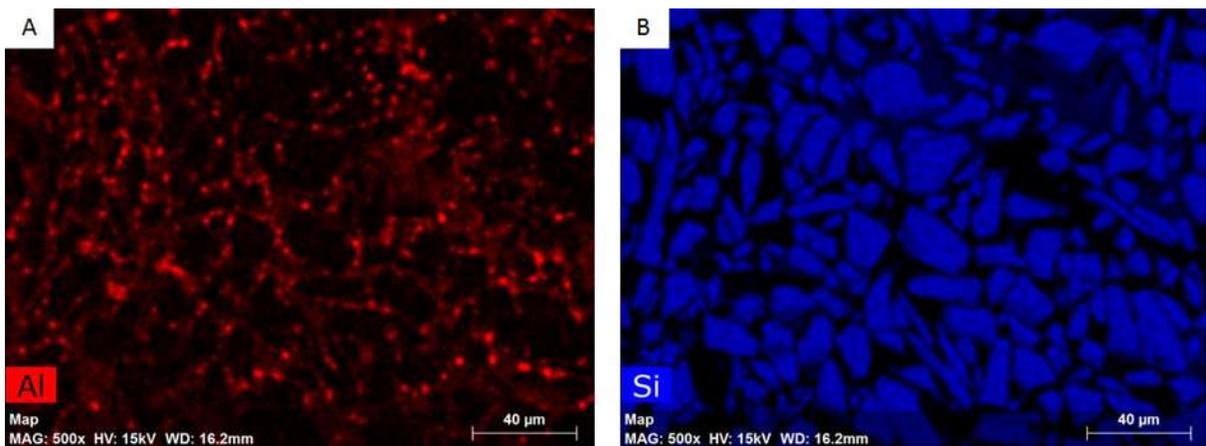


Figura 4.19. Mapeo A) EDS del aluminio y B) silicio.

La difracción por rayos-x se realizó con el fin de identificar algún producto de reacción que pudiera existir en la interfase formada entre el carburo de silicio y el aluminio que contienen la aleación AZ91E a las condiciones de procesamiento del material. En la Figura 4.20 se muestra un espectro obtenido de una preforma infiltrada a 750°C donde se pueden identificar los picos del SiC, Mg, MgO y Mg₂Si. Se esperaba poder observar la espinela MgAl₂O₄. De acuerdo a la termodinámica se forma esta especie, pero en porcentajes muy pequeños no es factible detectar este compuesto por esta técnica. El Al₄C₃ tampoco fue detectado por lo cual se espera hacer

microscopía electrónica de transmisión en una siguiente etapa para corroborar que efectivamente se inhibió la formación de este compuesto químico y la aparición de la espinela.

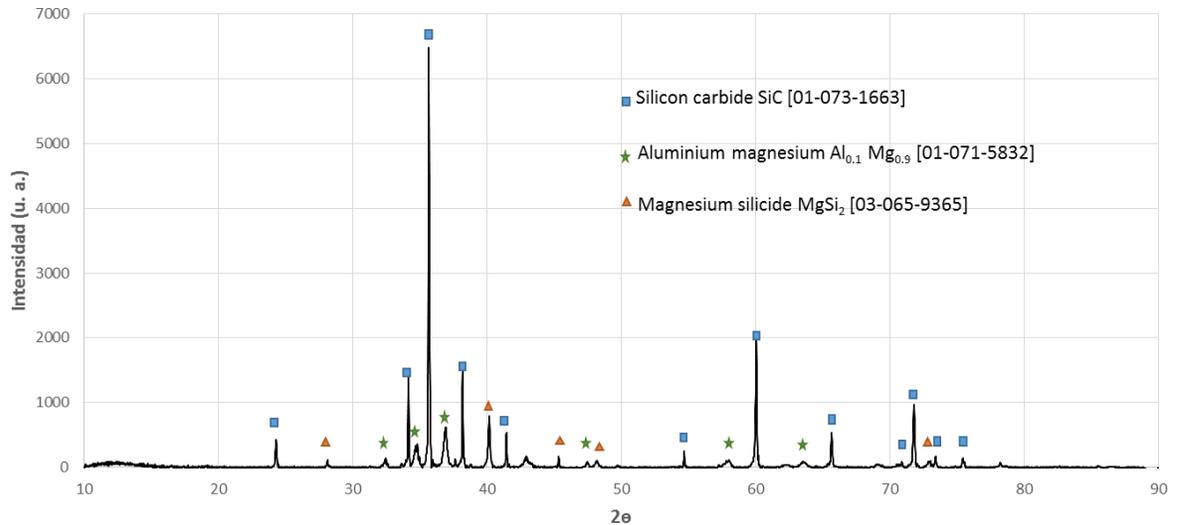
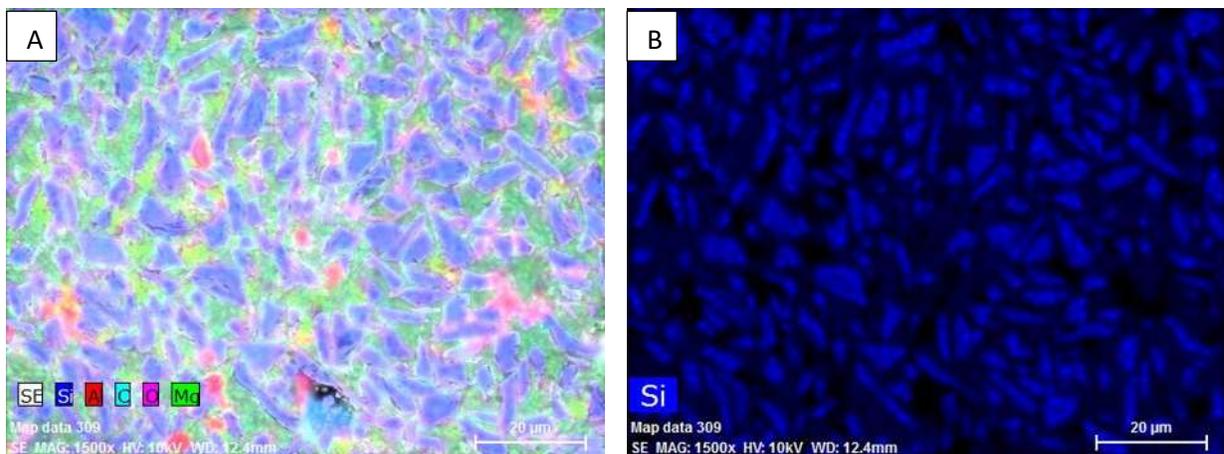


Figura 4.20. DRX del material compuesto AZ91E/SiC en base de acero inoxidable.

AZ91E/SiC_{7.25}

El compuesto trabajado con el tamaño de partícula fina de igual manera presenta una buena distribución de partículas dentro de la matriz metálica. En la Figura 4.1 se puede observar que, al igual que en el caso donde se utilizó el tamaño de partícula mayor, la distribución de partículas en la matriz es similar, sin embargo, se puede observar que los huecos ocupados por la matriz son menores alrededor de un 50%.



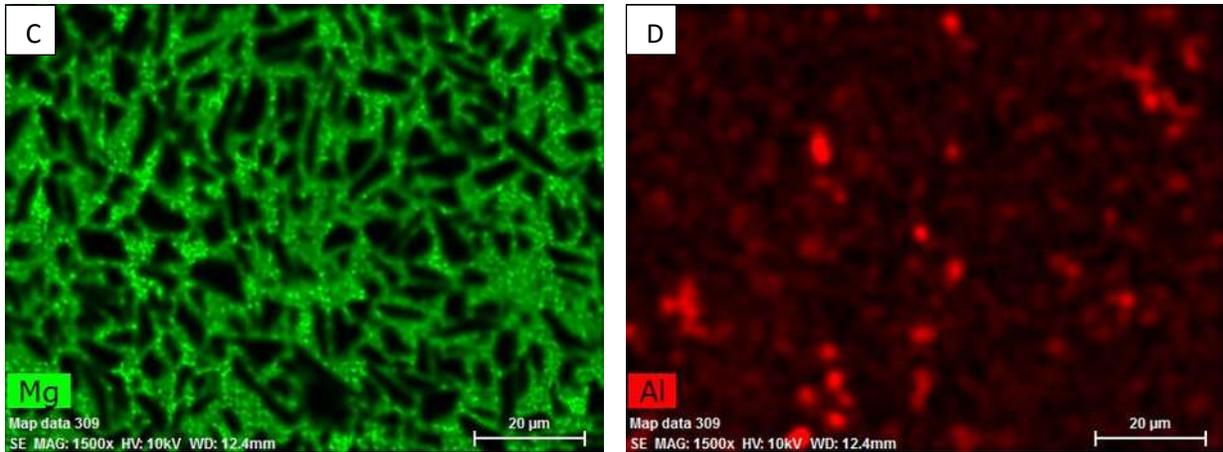


Figura 4.21. Mapeo elemental EDS del compuesto A) todos elementos, B) Si, C) Mg y D) Al.

Cabe destacar que en esta muestra se localizó mayor porosidad en comparación del compuesto producido con partículas del tamaño promedio de 21 μm , lo anterior se puede observar en la Figura 4.22 donde al comparar ambas micrografías, en la A) se observan los poros mencionados (círculos amarillos) mientras que en la micrografía B) no se detectaron porosidades. Claramente al hacer la comparación entre ambas imágenes se puede observar los diferentes tamaños de partículas empleadas en la fabricación de los compuestos.

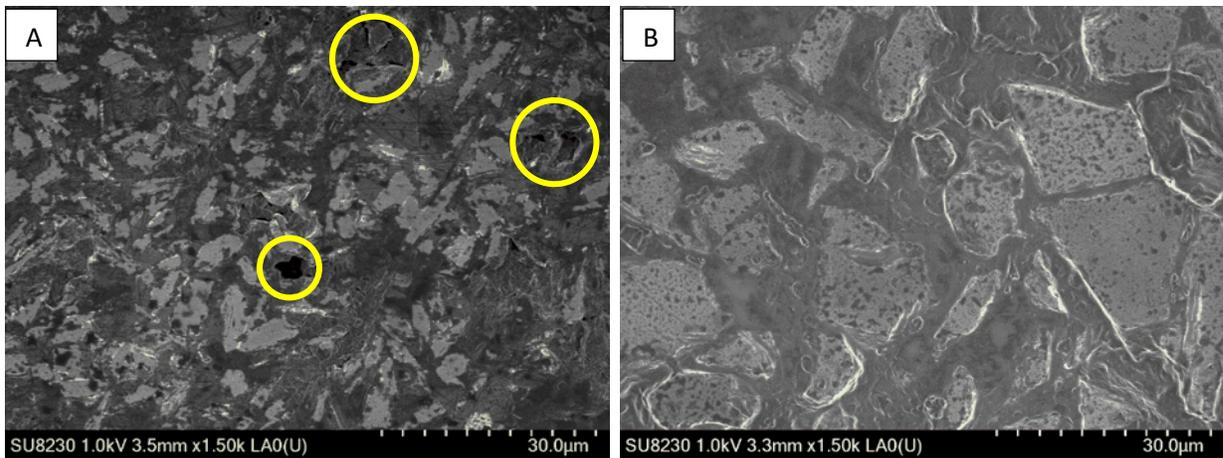


Figura 4.22. Compuesto con matriz AZ91E y A) $\text{SiC}_{7.25}$ y B) SiC_{21} .

Las porosidades dentro del material compuesto con polvo de carburo fino pueden ser explicadas con la Figura 4.23 donde la porosidad marcada con un círculo rojo se aprecia una señal intensa perteneciente al oxígeno, indicando que las partículas de SiC se desprendieron durante la preparación de la muestra en zonas de una mayor concentración de SiO_2 . Las partículas de

carburo de silicio finas presentan una capa de mayor espesor en comparación al compuesto producido con partículas gruesas debido al proceso de oxidación de la preforma cerámica, al tener un menor tamaño de partícula el polvo presenta una mayor área superficial en contacto con el oxígeno, así mismo debido a una amplia distribución del tamaño de partícula, las más pequeñas con el tiempo prolongado de exposición se transformaron completamente en SiO_2 .

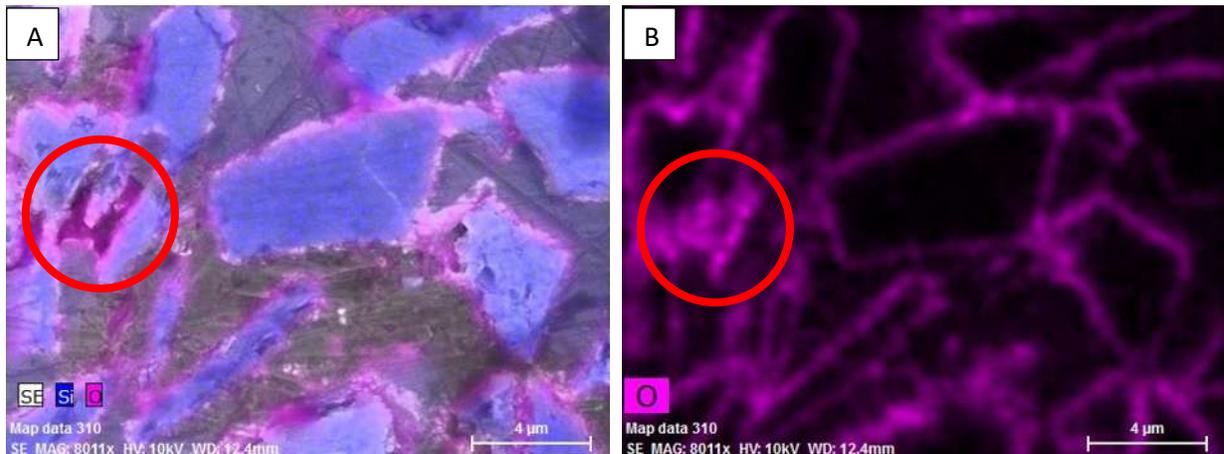


Figura 4.23. Mapeos EDS compuesto AZ91E/SiC_{7.25} con elementos A) SiO₂ y B) O.

4.6. Propiedades termofísicas.

4.6.1. Dureza

La dureza fue medida escala Rockwell C debido a que se busca tomar medida de la matriz y refuerzo por igual, caso contrario a la microdureza donde se tomarían mediciones de las fases por separado debido tamaño del indentador, el cual es significativamente más pequeño que el de dureza Rockwell C. Se hizo la conversión a Vickers para tener una comparación con los materiales precursores.

En la Tabla 4.2 se muestran los valores promedios de durezas del material compuesto de AZ91E/SiC a 750°C y 800°C. Las muestras infiltradas a 850°C y 900°C se fracturaron durante la medición de la dureza debido a la fragilidad de las pastillas las cuales empezaron a reaccionar con la humedad ambiental. Las muestras fracturadas antes de la medición de dureza presentaron desprendimiento de polvo con el paso de los días. Aunque la pastilla infiltrada a 800°C presentó una mayor dureza, los valores obtenidos tienen una menor reproducibilidad en comparación con los infiltrados a 750°C.

Tabla 4.2. Dureza de los materiales compuestos producidos a diferentes temperaturas.

Pastilla	Temperatura °C	HRC		HV
1	750	28		286
2	800	32.2		320
3	850	Fracturada		-
4	900	Fracturada		-

El incremento en la dureza de los compuestos respecto a la matriz se debe a la interacción que presentan las partículas cerámicas en la matriz metálica, dichas partículas evitan el movimiento de las dislocaciones de la misma manera que lo harían por dentro del grano del metal. En la Tabla 4.3 se muestran los valores promedio de dureza de los compuestos Mg-AZ91E/SiC y de la aleación base. Al introducir una fase dura como el SiC, se incrementa la resistencia a la penetración de la superficie metálica. El cambio de dureza entre el compuesto con partículas finas se debe a un efecto similar que cuando se refina el grano de la estructura, al tener mayor límite de grano las propiedades físicas se ven incrementadas como se describe en la ecuación 4.10 de Hall-Pech [48].

$$\sigma_y = \sigma_0 + k_y d^{-1/2} \quad (4.10)$$

Donde σ_y es límite elástico, σ_0 y k_y son constantes que dependen del material y d valor del diámetro medio del grano. Este efecto se corrobora al comparar los valores de dureza del compuesto con la aleación de magnesio AZ91E monolítica, lo cual también permite ratificar que la distribución de las partículas de carburo de silicio fue homogénea, así como la buena adhesión entre el refuerzo y la matriz. La dureza se incrementa con la disminución del tamaño de partícula y se alcanzan incrementos de dureza de 427% y 475 % para tamaño de partícula de 21 μm y 7.5 μm , con respecto a la matriz.

Tabla 4.3. Dureza de los materiales compuestos producidos con diferentes tamaños de partículas.

Polvo SiC (malla)	Tamaño de partícula(μm)	HRC	HV
-400	21	28	286
-1000	7.25	32	318
AZ91E	-	-	67
SiC	-	-	2801

4.6.2. Densidad.

La densidad del material compuesto se obtuvo por el método de Arquímedes. La densidad final teórica del compuesto que se obtuvo por medio de la regla de las mezclas dio aproximadamente 2.515 gr/cm³. La Tabla 4.4 muestra los valores del porcentaje de densidad teórica del material compuesto AZ91E/SiC en función de la temperatura. Se encontró que la porosidad del material es mayor a medida que la temperatura de infiltración se va incrementando.

Tabla 4.4. Densidades de los materiales compuestos.

Pastilla	Temperatura °C	Densidad gr/cm ³	Densidad %
1	750	2.48	98.89
2	800	2.45	97.42
3	850	2.06	82.06
4	900	1.94	77.35

De la misma manera influye que la pastilla de carburo de silicio solo tuvo una presinterización previa a la infiltración, lo cual a mayor temperatura dio oportunidad al magnesio de infiltrar con mayor facilidad por ser más fluido, lo cual llegar a romper los cuellos de unión de las partículas de carburo de silicio dejándolo expuesto para entrar en contacto con el aluminio presente en la matriz. Los incrementos en porosidad se pueden explicar mediante el atrapamiento de gases [18]. El vapor de magnesio entra dentro de la preforma cerámica genera una presión positiva y previene o retarda la infiltración de la matriz de acuerdo con el estudio hecho por Shubin Ren

et al [30]. Aunado a lo mencionado hay presencia de porosidad por las reacciones del carburo de aluminio con la humedad ambiental.

4.6.3. Módulo de Elasticidad.

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 SiC (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. Se predijeron valores con el modelo de Halpin Tsai [7] mostrado a continuación:

$$E_c = E_m \frac{1 + 2SqV_r}{1 - qV_r} \quad (4.11)$$

$$q = \frac{\left(\frac{E_r}{E_m}\right) - 1}{\left(\frac{E_r}{E_m}\right) + 2S} \quad (4.12)$$

$$S = 2 + 40V_r^{10} \quad (4.13)$$

Donde E es el módulo elástico, V es fracción volumétrica, q es una simplificación matemática para el modelo y S factor de forma del refuerzo. Los subíndices m , r y c representan la matriz, refuerzo y compuesto, respectivamente. S se utiliza para describir la influencia que tiene la geometría del refuerzo dentro del compuesto. La regla de las mezclas sigue un comportamiento lineal (Figura 4.24) el cual solo toma en cuenta la contribución de los elementos que conforma el compuesto, discriminando factores como el tamaño de grano, geometría, interfases, etc. es por eso que predice propiedades muy superiores a las que se obtienen en la experimentación.

Los valores experimentales obtenidos son de 140 GPa para el compuesto con polvo grueso y 160 para el fino comparado con la aleación monolítica y los valores teóricos calculados por el modelo Halpin Tsai [7] utilizando factores de forma igual a 0.8, 1 y 2, en donde se observa que los valores experimentales son cercanos a los predichos por el modelo, así mismo en la Figura 4.25 se observa un incremento muy importante de esta propiedad con respecto a la matriz

metálica, los incrementos son del 318 % y un 367% con los refuerzos de 21 μm y 7.5 μm respectivamente.

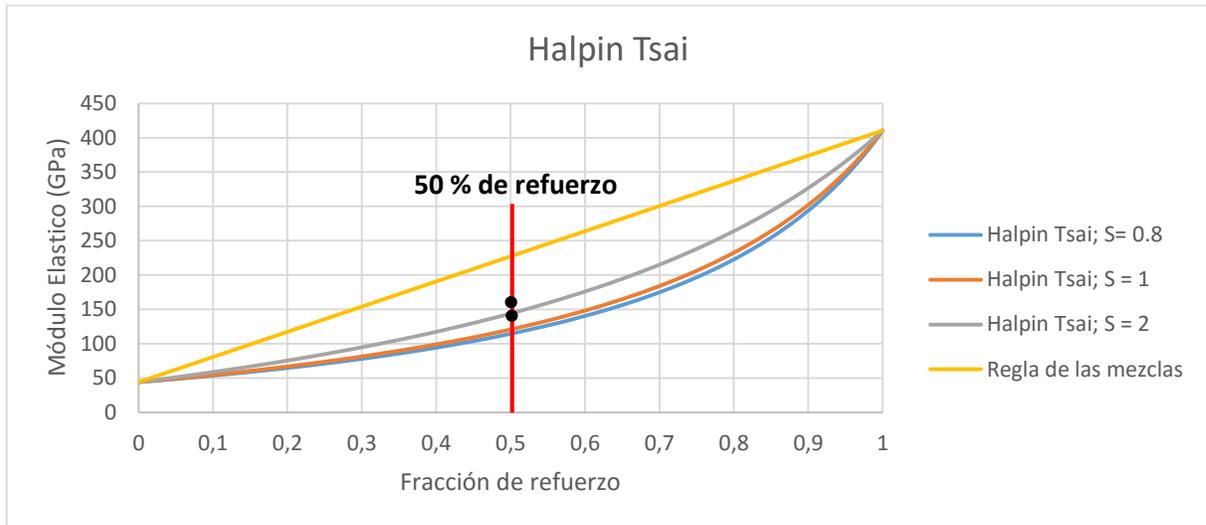


Figura 4.24 .Modelos de la tendencia del módulo elástico en función de contenido de refuerzo.

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 elasticidad. En esta figura también se observa que el módulo de elasticidad del compuesto con partículas de menor tamaño, registra valores más altos que el reforzado con partículas de mayor tamaño. Cabe destacar que el modelo solo toma en cuenta el factor de forma y no el tamaño de partícula, es por eso que los valores son diferentes en ambos compuestos. 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 [49].

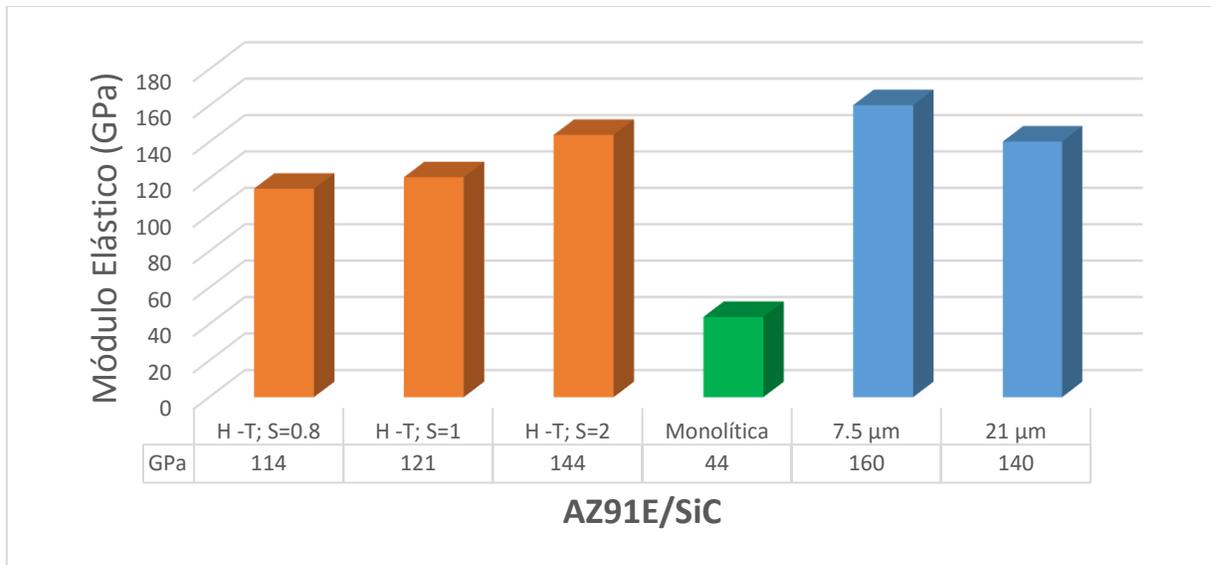


Figura 4.25. Módulo elástico comparado con el modelo de Halpin Tsai con diferentes factores de forma a 50% de refuerzo [7].

4.6.4. Coeficiente de expansión térmica.

Para un sólido se entiende como coeficiente de dilatación lineal al cambio porcentual de la longitud para un aumento de temperatura determinado. El carburo de silicio presenta un enlace covalente con estructura tipo HCP. Por lo tanto, debido a este tipo de enlace interatómico, el SiC tiene un coeficiente de expansión térmica bajo ($4.63 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$) [32]. Por el contrario, la aleación de magnesio tiene un CET alto ($26 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$) puesto que su enlace atómico es menos fuerte [50]. Sin embargo, al combinarse para formar compósitos en el sistema Mg-AZ91E/SiC, las partículas dispersas de carburo de silicio 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 está en 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 interfásial.

En la Figura 4.26 se muestran los coeficientes de expansión térmica de los compuestos elaborados con dos diferentes tamaños de partícula como refuerzo, muestra los resultados experimentales del cambio dimensional con la temperatura de los compósitos Mg-AZ91E/SiC.

Las mediciones se realizaron en un rango de 50 hasta 350°C. Dicha gráfica solo sirve para mostrar el cómo los ajustes de los datos R^2 (línea punteada) se asemeja al valor de 1 indicando esto que la ecuación de la recta ($y = mx + b$) ajusta con los valores experimentales (línea continua), donde m representa el valor del coeficiente de expansión térmica.

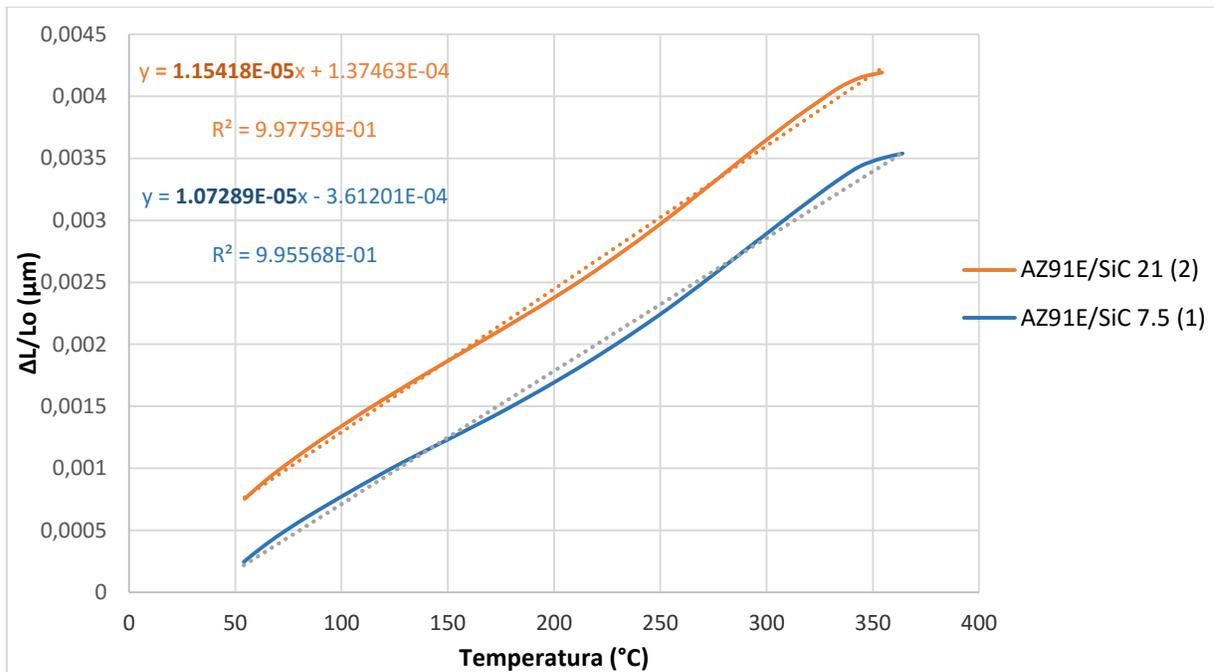


Figura 4.26. Datos experimentales del coeficiente de expansión térmica de los compuestos AZ91E/SiC₂₁ y AZ91E/SiC_{7.5}.

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/SiC se hizo uso del modelo de la regla de las mezclas y Kerner (ecuación 4.14) mostrados en la Figura 4.27 [51].

Modelo Kerner

$$\alpha = \alpha_m V_m + V_p K_p + K_m K_p (\alpha_m - \alpha_p) * \frac{K_p - K_m}{V_p K_p + V_m K_m + \frac{3K_m K_p}{4G_m}} \quad (4.14)$$

Donde α es coeficiente de expansión térmica, V es la fracción volumétrica, K módulo de bulto y G módulo de corte. Los subíndices m y p representan la matriz y refuerzo, respectivamente. La línea roja representa la composición trabajada en los materiales compuestos.

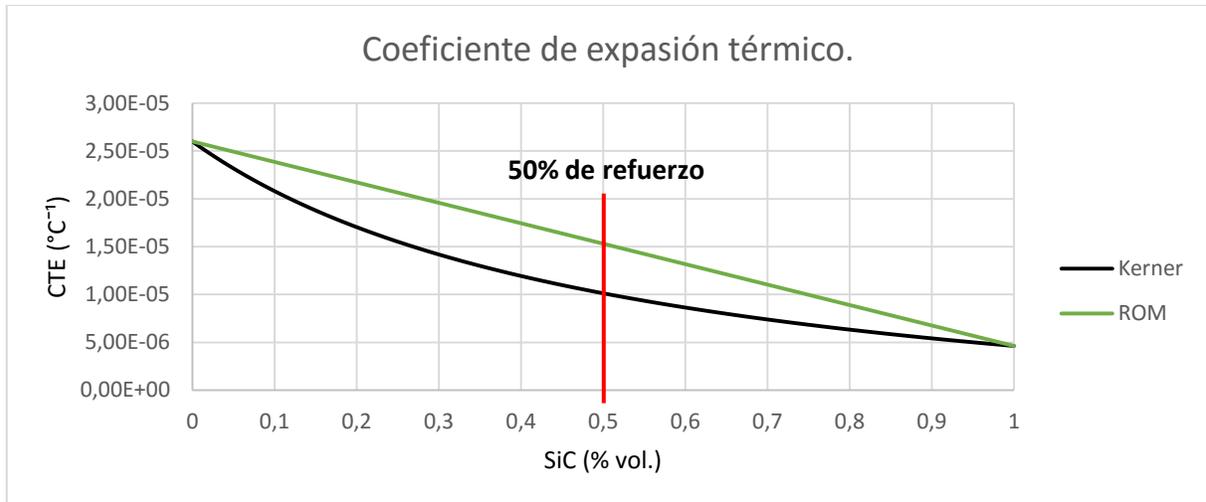


Figura 4.27. Modelos de Kerner y regla de las mezclas en función de la fracción de refuerzo.

La comparación de los cálculos teóricos y los resultados experimentales para el contenido de SiC se muestra en la Figura 4.28. Los valores experimentales de CET promedio para los compósitos Mg-AZ91E/SiC se calcularon en un rango completo de temperatura, es decir, de 25-350°C. La reducción del CET en el polvo fino en comparación del polvo grueso se debe a que existe mayor cantidad de puntos de interferencia por parte del cerámico dentro de la matriz metálica, evitando que el metal se expanda de manera cómo comúnmente lo haría.

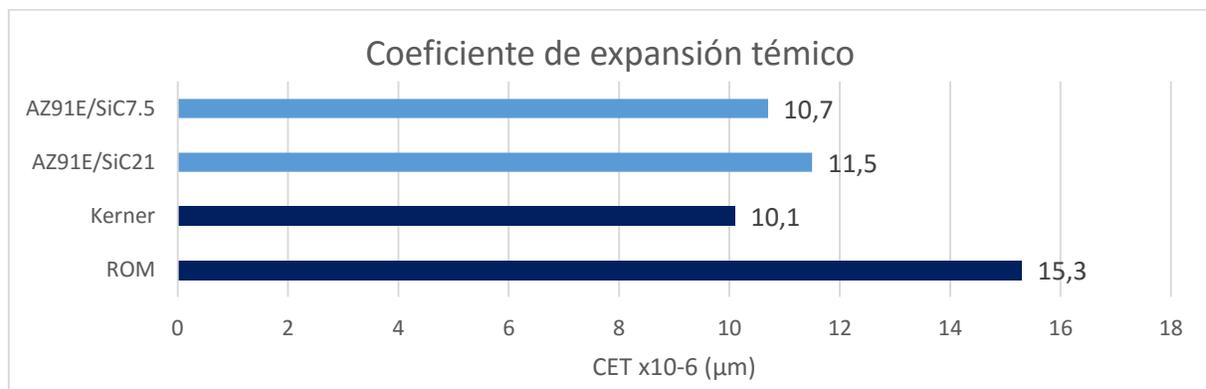


Figura 4.28. Coeficiente de expansión térmica de los compuestos producidos experimentalmente vs modelos teóricos.

4.6.5. Conductividad térmica.

En los compósitos Mg-AZ91E/SiC, los fonones en el SiC producen una conductividad térmica entre 120 - 460 W/mK en el material y los electrones de la matriz de magnesio contribuyen a una conductividad de 71.17 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 4.5 se muestran los resultados promedio de la conductividad térmica de temperatura ambiente hasta 300°C de los compósitos Mg-AZ91E/SiC fabricados por infiltración espontánea por contacto en preformas cerámicas.

La conductividad térmica disminuyó en función del aumento de temperatura para ambos compuestos, este efecto se debe a la disminución de la trayectoria libre media de los fonones y electrones. Cuando la temperatura se incrementa, en el caso de los fonones el movimiento armónico que tienen los átomos pasa a ser inarmónico lo que evita que éstos se propaguen a través del material. De igual forma ocurre con los electrones, los cuales se aceleran a un punto donde los mismos interfieren con su propio movimiento.

Tabla 4.5. Resultados promedio experimentales de conductividad térmica.

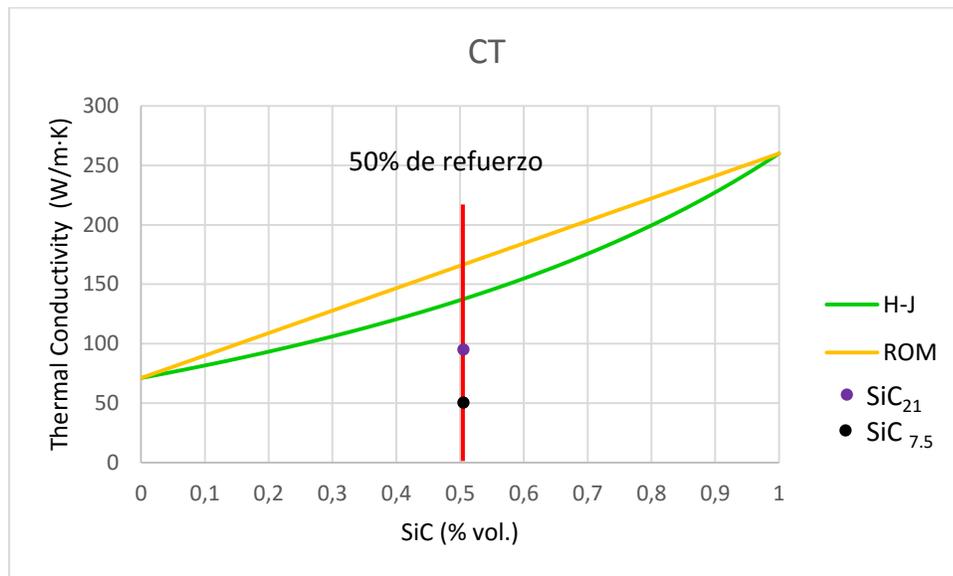
Compósito	25°C	43°C	100°C	150°C	200°C	250°C	300°C
Mg- AZ91E/SiC ₂₁ (J/mK)	92	81	68	61	58	53	54
Mg- AZ91E/SiC _{7.5} (J/mK)	46	41	34	30	27	24	24

Con el propósito de conocer el valor de la conductividad térmica del material compuesto fabricado, se calculó este valor utilizando el modelo matemático de Hasselman and Johnson ecuación 4.15 [52], calculado con el valor de 260 W/mK, arrojando un valor superior al que se obtuvo experimentalmente en esta investigación.

$$K_c = \frac{K_m(2K_m + K_r + 2(K_r - K_m) * V_r)}{2K_m + K_r - (K_r - K_m) * V_r} \quad (4.15)$$

La baja conductividad resultante en los compósitos de Mg-AZ91E/SiC realizados en esta investigación, con respecto al modelo utilizado, se atribuye a varios factores, entre los que se pueden mencionar los siguientes: La cantidad de SiO₂ que se formó al oxidar deliberadamente

los polvos de SiC con la intención de evitar la reacción del carburo de silicio con el aluminio, resultó excesiva y si bien se presume la existencia de la espinela ($MgAl_2O_4$) la cual tiene mejor conductividad térmica que el carburo de aluminio y del dióxido de silicio, también hay un remanente de SiO_2 el cual funciona como barrera térmica y con una conductividad térmica muy baja (1.5 W/mK) Figura 4.29 A).



Con el fin de corroborar que la capa revelada por electrones retrodispersados en la Figura 4.29 B) se muestra un EDS del oxígeno indicando que en la región más brillante se ilumina con la señal del oxígeno. **La muestra la capa** de dióxido de silicio formada durante el periodo de oxidación es demasiado gruesa como se aprecia en la Figura 4.29 C) la cual alcanza valores de más de 300 nm.

Jie Luo [53] indica que, aunque el AlN entre los materiales cerámicos posee una 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 como sucede con el carburo de silicio además de que éste cerámico posee diferentes tipos de fase como alfa, beta, 4C, etc. 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 SiC. Otro factor de la reducción de la conductividad térmica de los nanocompósitos. Generalmente, los materiales 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.

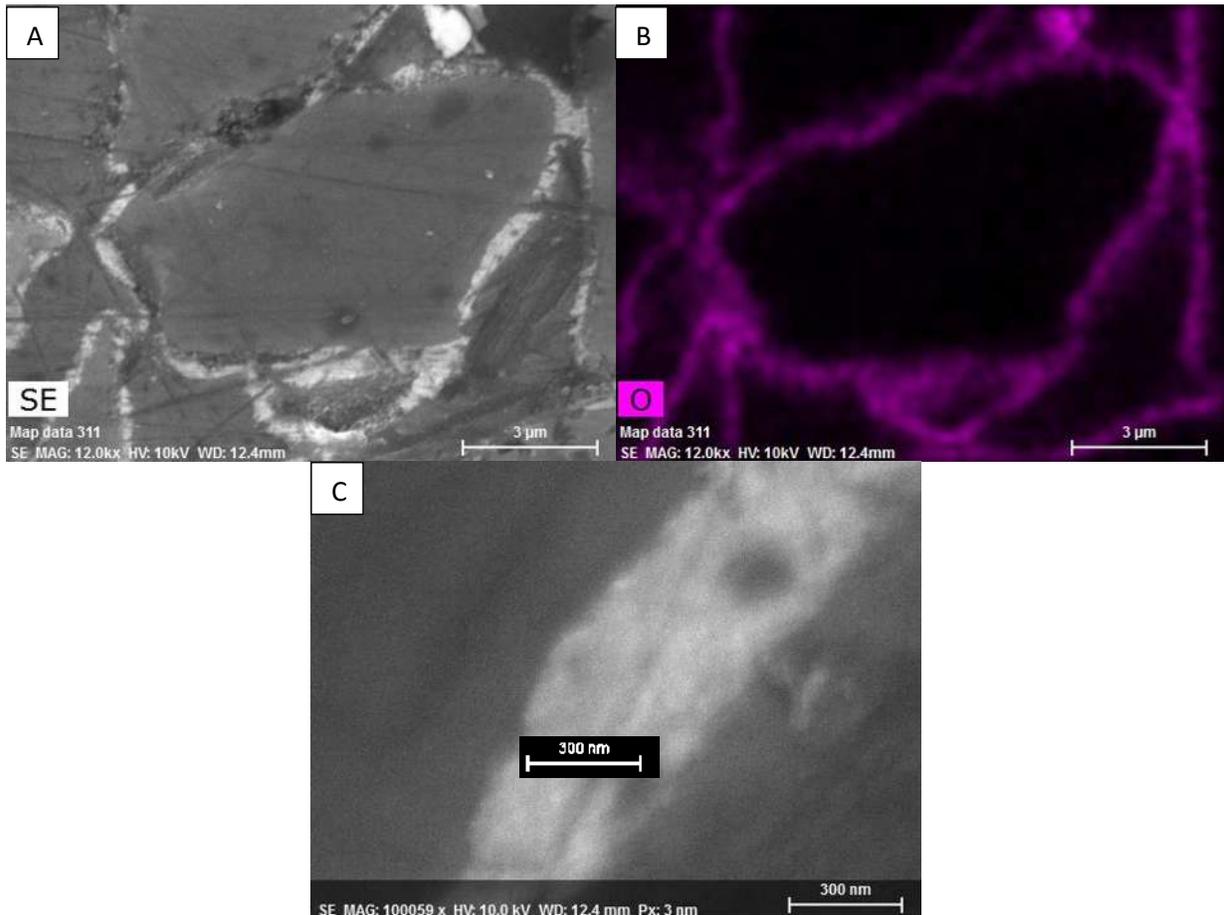


Figura 4.29. Partícula oxidada A) electrones retrodispersados, B) EDS capa de óxido de la partícula y C) espesor de la capa de óxido formada.

Para los compósitos Mg-AZ91E/SiC de 21 μm, los cuales presentan un incremento en la conductividad térmica comparado con los compósitos fabricados a partir de partículas con tamaño de 7.5 μm, el aumento en conductividad térmica se atribuye al tamaño de partículas de refuerzo, puesto que entre mayor es la partícula, el volumen de límites de grano es menor afectando en menor medida la conductividad térmica, también influye que a menor tamaño de

partícula, la oxidación y por ende la formación del SiO_2 se registró en mayor cantidad dicha capa.

Otro de los factores que influyen en gran medida en la reducción de la CT es el hecho de que las partículas de SiC no están interconectadas en su totalidad y como consecuencia la transferencia de calor conducida por los fonones del refuerzo se ve interrumpida. De igual forma la conductividad del calor por medio de los electrones a través de la matriz se ve interrumpida con la dispersión causada por las partículas cerámicas dispersas en todo el material compuesto. Así que entre más pequeña es la partícula mayor es la dispersión de electrones como encontró Y.Q Liu et. al. [12] en su estudio de nanocompositos Al/AlN al ingresar partículas cerámicas de tamaño nanométrico se redujo de manera considerable la conductividad térmica.

Conclusiones

1. Por medio de oxidación en aire se obtuvo la capa de SiO_2 en ambos compuestos, la cual inhibió de manera efectiva la formación del carburo de aluminio a temperaturas de 750°C .
2. Se logró la fabricación de un nuevo material compuesto AZ91E/SiC por el método de infiltración capilar sin presión externa usando una atmósfera de nitrógeno estable a condiciones estándar.
3. El crisol apropiado para la producción del compuesto es el de acero inoxidable.
4. La mejor temperatura para la infiltración es de 750°C ya que a esta temperatura no se favorecen reacciones indeseadas, infiltra de mejor manera la aleación, se obtiene una mayor densidad y una mejor adhesión entre matriz y refuerzo.
5. La densidad del material compuesto AZ91E/SiC es de 2.515gr/cm^3 , convirtiéndolo en un material apropiado para aplicaciones estructurales y en la industria electrónica.
6. La máxima densificación obtenida fue de un 98.89% a 750°C .
7. La dureza de ambos compuestos fue superior respecto a la matriz, en 427% para el polvo grueso y 475% para el polvo fino.
8. El módulo de elasticidad obtenido está dentro de los valores calculados por el modelo de Halpin Tsai y de igual manera que la dureza, el módulo de elasticidad fue superior en el compuesto producido con partículas finas en comparación con el producido con partículas gruesas.
9. El coeficiente de expansión térmica para ambos compuestos disminuyó respecto a la matriz y concuerda con la predicción hecha por el modelo de Kerner.
10. La conductividad térmica en los compuestos fue inferior al valor calculado con el modelo de Hasselman and Johnson. Los compuestos con partículas de mayor tamaño registran una mayor conductividad térmica y ésta propiedad disminuye con el incremento de la temperatura.

5. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.

1. YU H, et al. *Effects of SiC particulates on microstructure and mechanical properties of AZ91 magnesium matrix composites*. **18th international conference on composite materials**. 2011.
2. MORDIKE B L LUKÁČ P. *Interfaces in magnesium-based composites*. **Surface and Interface Analysis**. 31 (7): p. 682-691, 2001.
3. GULERYUZ L F, et al. *An investigation of the microstructure and mechanical properties of B4C reinforced PM magnesium matrix composites*. **Powder Metallurgy and Metal Ceramics**. 51 (7): p. 456-462, 2012.
4. CALLISTER W D, *Introducción a la ciencia e ingeniería de los materiales*. Reverté. 1996.
5. ASKELAND D R PHULÉ P P, *Ciencia e ingeniería de los materiales*. Thomson. 2004.
6. CHAWLA N CHAWLA K K. Introduction. En; Springer New York. New York, NY. 1-4. 2013.
7. KAINER K U. Basics of Metal Matrix Composites. En; Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA. 1-54. 2006.
8. QU X-H, et al. *Review of metal matrix composites with high thermal conductivity for thermal management applications*. **Progress in Natural Science: Materials International**. 21 (3): p. 189-197, 2011.
9. BEDIR F. *Characteristic properties of Al-Cu-SiCp and Al-Cu-B4Cp composites produced by hot pressing method under nitrogen atmosphere*. **Materials & Design**. 28 (4): p. 1238-1244, 2007.
10. LINDROOS V K TALVITIE M J. *Recent advances in metal matrix composites*. **Journal of Materials Processing Technology**. 53 (1-2): p. 273-284, 1995.
11. COSTA C E D, LÓPEZ F VCASTELLÓ J M T, *Materiales compuestos de matriz metálica. I parte. Tipos, propiedades, aplicaciones*. 2000.
12. LIU Y Q, CONG H TCHENG H M. *Thermal properties of nanocrystalline Al composites reinforced by AlN nanoparticles*. **Journal of Materials Research**. 24 (01): p. 24-31, 2009.
13. DAVIS J R COMMITTEE A I H, *Metals Handbook Desk Edition 2nd Edition*. Taylor & Francis. 1998.
14. SHACKELFORD J F ALEXANDER W, *CRC Materials Science and Engineering Handbook, Third Edition*. Taylor & Francis. 2000.
15. LEE K-M, et al. *Thermomechanical properties of AlN-Cu composite materials prepared by solid state processing*. **Journal of Alloys and Compounds**. 434-435: p. 375-377, 2007.
16. CHEN G, et al. *Interfacial microstructure and its effect on thermal conductivity of SiCp/Cu composites*. **Materials & Design**. 63: p. 109-114, 2014.
17. WANG H, et al. *Characterization of a powder metallurgy SiC/Cu-Al composite*. **Journal of Materials Processing Technology**. 197 (1-3): p. 43-48, 2008.
18. YE H LIU X. *Review of recent studies in magnesium matrix composites*. **Journal of Materials Science**. 39 (20): p. 6153-6171, 2004.
19. CONTRERAS A, H. L VE. B. *Mg/TiC composites manufactured by pressureless melt infiltration*. **Scripta Materialia**. 51 (3): p. 249-253, 2004.

20. BRANDES E A BROOK G B. 2 - General physical properties of light metal alloys and pure light metals. En; Butterworth-Heinemann. Oxford. 5-13. 1998.
21. LUO A. *Processing, microstructure, and mechanical behavior of cast magnesium metal matrix composites*. **Metallurgical and Materials Transactions A**. 26 (9): p. 2445-2455, 1995.
22. KALPAKJIAN S, et al., *Manufactura, ingeniería y tecnología*. Pearson Educación. 2002.
23. ANASORI B, CASPI E A NBARSOU M W. *Fabrication and mechanical properties of pressureless melt infiltrated magnesium alloy composites reinforced with TiC and Ti₂AlC particles*. **Materials Science and Engineering: A**. 618: p. 511-522, 2014.
24. DAVIS J R, et al., *Metals Handbook: Properties and Selection : Nonferrous Alloys and Special-purpose Materials*. Volume 2. ASM International. 1990.
25. CONTRERAS A, et al. *Wettability and spreading kinetics of Al and Mg on TiC*. **Scripta Materialia**. 48 (12): p. 1625-1630, 2003.
26. CHAWLA N CHAWLA K K. Interface. En; Springer US. 113-136. 2006.
27. LAURENT V, RADO CEUSTATHOPOULOS N. *Wetting kinetics and bonding of Al and Al alloys on α -SiC*. **Materials Science and Engineering: A**. 205 (1): p. 1-8, 1996.
28. ORTEGA-CELAYA F, et al. *Microstructure and impact behavior of Al/SiCp composites fabricated by pressureless infiltration with different types of SiCp*. **Journal of Materials Processing Technology**. 183 (2–3): p. 368-373, 2007.
29. RODRÍGUEZ-REYES M, et al. *Limiting the development of Al₄C₃ to prevent degradation of Al/SiCp composites processed by pressureless infiltration*. **Composites Science and Technology**. 66 (7–8): p. 1056-1062, 2006.
30. REN S, et al. *Effect of Mg and Si in the aluminum on the thermo-mechanical properties of pressureless infiltrated SiCp/Al composites*. **Composites Science and Technology**. 67 (10): p. 2103-2113, 2007.
31. REN S, et al. *Effect of controlled interfacial reaction on the microstructure and properties of the SiCp/Al composites prepared by pressureless infiltration*. **Journal of Alloys and Compounds**. 455 (1–2): p. 424-431, 2008.
32. SHI Z, et al. *The interfacial characterization of oxidized SiC(p)/2014 Al composites*. **Materials Science and Engineering: A**. 303 (1–2): p. 46-53, 2001.
33. XUE C YU J K. *Enhanced thermal transfer and bending strength of SiC/Al composite with controlled interfacial reaction*. **Materials & Design**. 53: p. 74-78, 2014.
34. LEE J-C, et al. *Control of the interface in SiC/Al composites*. **Scripta materialia**. 41 (8): p. 895-900, 1999.
35. LIU J, et al. *Pressureless infiltration of liquid aluminum alloy into SiC preforms to form near-net-shape SiC/Al composites*. **Journal of Alloys and Compounds**. 465 (1–2): p. 239-243, 2008.
36. UREÑA A, et al. *Oxidation treatments for SiC particles used as reinforcement in aluminium matrix composites*. **Composites Science and Technology**. 64 (12): p. 1843-1854, 2004.
37. ZHANG Q, MA XWU G. *Interfacial microstructure of SiCp/Al composite produced by the pressureless infiltration technique*. **Ceramics International**. 39 (5): p. 4893-4897, 2013.
38. LI S, et al. *Thermophysical properties of SiC/Al composites with three dimensional interpenetrating network structure*. **Ceramics International**. 40 (5): p. 7539-7544, 2014.

39. CHUNG D D L, Applied Materials Science: Applications of Engineering Materials in Structural, Electronics, Thermal, and Other Industries. CRC Press. 2001.
40. ROSE R M, SHEPARD L AWULFF J, Electronic Properties. Wiley. 1966.
41. HOLMAN J P, et al., Transferencia de calor. McGraw-Hill. 1998.
42. SHACKELFORD J F GORDO A G, Introducción a la ciencia de materiales para ingenieros. Pearson Educación. 2010.
43. HULL D CLYNE T W, An Introduction to Composite Materials. Cambridge University Press. 1996.
44. MORDIKE B L EBERT T. *Magnesium: Properties — applications — potential. Materials Science and Engineering: A.* 302 (1): p. 37-45, 2001.
45. S.J. HONG, et al., *THERMAL CONDUCTIVITY AND EXPANSION OF MAGNESIUM ALLOY MATRIX COMPOSITES BY LIQUID PRESSING PROCESS.* 18TH INTERNATIONAL CONFERENCE ON COMPOSITE MATERIALS 2011.
46. KIM Y LEE J-C. *Processing and interfacial bonding strength of 2014 Al matrix composites reinforced with oxidized SiC particles. Materials Science and Engineering: A.* 420 (1–2): p. 8-12, 2006.
47. UREÑA, et al. *Estudio de la reactividad entre aleaciones de aluminio y partículas de SiC. Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio.* 39 (2): p. 8, 2000.
48. WILLIAM C CALLISTER J. *Introducción a la ciencia e ingeniería de los materiales. Reverté.* p. 74, 1995.
49. SRIVATSAN T S, et al., Processing and Fabrication of Advanced Materials IX: Proceedings of a Symposium Organized by ASM International, Materials Park, Ohio, USA, 9-12 October 2000, America's Center, St. Louis, Missouri, USA. ASM International. 2001.
50. BAKHTIYAROV S I, TEODORESCU S GOVERFELT R A. *Electrical Resistivity and Thermal Conductivity of Magnesium Alloy AZ 91 E by Contactless Measurement Technique.* in *Transactions of the American Foundry Society and the One Hundred Seventh Annual Castings Congress.* 2003.
51. WEI Z, et al. *The thermal expansion behaviour of SiCp/Al–20Si composites solidified under high pressures. Materials & Design (1980-2015).* 65: p. 387-394, 2015.
52. MOLINA J M, et al. *The effect of porosity on the thermal conductivity of Al–12 wt.% Si/SiC composites. Scripta Materialia.* 60 (7): p. 582-585, 2009.
53. LUO J, STEVENS RTAYLOR R. *Thermal Diffusivity/Conductivity of Magnesium Oxide/Silicon Carbide Composites. Journal of the American Ceramic Society.* 80 (3): p. 699-704, 1997.