



UNIVERSIDAD MICHOACANA DE SAN NICOLÁS DE HIDALGO

FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA

**“PRODUCCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE UN MATERIAL COMPUESTO
REFORZADO CON PARTICULAS DE AIN EN UNA MATRIZ DE ALEACIÓN DE
MAGNESIO AZ91E.”**

TESIS

Para obtener el Título de:

INGENIERO QUÍMICO

Presenta:

Alejandro Ayala Cortés

Asesor Interno:

**Maestra en Ciencias de los Materiales: Mercedes Gabriela Téllez
Arias**

Asesor Externo:

Doctor en Ciencias de los Materiales: José Lemus Ruiz

Morelia, Michoacán.

Mayo 2015

“Hay hombres que luchan un día y son buenos.

Hay otros que luchan un año y son mejores.

Hay quienes luchan muchos años, y son muy buenos.

Pero hay los que luchan toda la vida, esos son los imprescindibles.”

Bertolt Brecht

AGRADECIMIENTOS

A María Concepción Cortés Franco. *"Acepta las cosas que no puedes cambiar, ten el coraje para cambiar las que puedas, y pide sabiduría para conocer la diferencia"*. Un "gracias" no es suficiente. Gracias por todo, mamá.

Al Dr. José Lemus Ruiz por su apoyo constante, trabajo y buen humor.

A M.C. Mercedes Gabriela Téllez Arias, por el apoyo, enseñanza, amistad y regaños que fueron y serán.

A Carlos Alberto Caballero Cortés y Beatriz Ayala Cortés, por creer que un camino de sorpresas e incertidumbre es mejor que el trillado.

A mi mentor el M.C. Luis Nieto Lemus, por todas sus enseñanzas y por creer que el trabajo duro y la determinación siempre llevan a buenos resultados. Por demostrarme el bello camino de la docencia.

Alejandro Barrera Gallegos por su sinceridad, Baltazar Castro Cedeño por su compañía, José Eduardo Ledesma Avilés por su humor, Paola Mora Briseño por su franqueza, Eduardo Pérez Ayala por su imparcialidad y Arturo Romo Ramos por su tranquilidad, desde el inicio hasta el final.

INDICE

Lista de figuras	6
Lista de tablas	9
Resumen	10
Abstract	11
Capítulo I: INTRODUCCIÓN	12
Justificación	15
Objetivos	16
Hipótesis	17
Capítulo II: MARCO TEÓRICO	18
2.1 Materiales cerámicos	18
2.2 El magnesio y sus aleaciones	19
2.3 Materiales compuestos	22
2.4 Clasificación de los materiales compuestos	23
2.5 Materiales compuestos de matriz metálica y sus aplicaciones	24
2.6 Matrices utilizadas en los compuestos de matriz metálica	27
2.7 Materiales de refuerzo en compuestos de matriz metálica	29
2.8 Procesamiento de los compuestos de matriz metálica	30
2.9 Infiltración en fase líquida para la producción de compuestos de matriz metálica	31
2.10 Mojabilidad	32
2.11 Interfase en compuestos de matriz metálica	34
2.12 Nitruro de aluminio	35
2.13 Mecanismos de transferencia de calor	36
2.14 Conductividad térmica	37
2.15 Módulo de Young	39
CAPITULO III: DESARROLLO EXPERIMENTAL	40
3.1 Procedimiento experimental	41
3.2 Procesamiento de las pastillas en verde	42
3.3 Corte de la aleación	45
3.4 Infiltración de la aleación Mg-AZ91E.	46
3.5 Distribución de tamaño de partícula	49
3.6 Difracción de rayos X	49
3.7 Caracterización estructural	50
3.8 Evaluación del módulo de Young	51
3.9 Dureza	51
3.10 Conductividad térmica	52

CAPITULO IV: ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS	53
4.1 Caracterización de los materiales de inicio	53
4.2 Aleación de magnesio AZ91E	53
4.3 Nitruro de aluminio	54
4.4 Distribución de tamaño de partícula	57
4.5 Difracción de rayos x a los polvos de AlN	61
4.6 Caracterización del compuesto AlN/Mg-AZ91E	62
4.7 Difracción de rayos X de los componentes AlN/Mg-AZ91E	75
4.8 Propiedades físicas y mecánicas	78
4.9 Densidad	78
4.10 Resultados evaluados del módulo de Young	79
4.11 Dureza	81
4.12 Caracterización térmica	82
4.13 Discusión de resultados	88
CAPITULO V: CONCLUSIONES	90
REFERENCIAS	91

LISTA DE FIGURAS

CAPITULO II

Figura 2.1 Distintas aplicaciones de los materiales cerámicos	19
Figura 2.2 Ilustración de un compuesto; matriz y refuerzo	22
Figura 2.3 Clasificación de los materiales compuestos	23
Figura 2.4 Distintas aplicaciones de los compuestos de matriz metálica en la industria aeroespacial y electrónica	25
Figura 2.5 Esquema de diferentes rutas para la infiltración del metal líquido en la preforma porosa	30
Figura 2.6 Métodos de procesamiento de los compuestos de matriz metálica	31
Figura 2.7 Configuraciones de la gota estática para las situaciones en que el líquido moja el sólido	33
Figura 2.8 Aplicaciones del AlN en el sector electrónico	36
Figura 2.9 Mecanismo de transferencia de calor por conducción	36
Figura 2.10 Mecanismo de transferencia de calor por convección	37
Figura 2.11 Mecanismo de transferencia de calor por radiación, conducción y convección	37
Figura 2.12 Esquema que describe el concepto de conductividad térmica con $T_1 > T_2$	38

CAPITULO III

Figura 3.1 Diagrama de flujo de trabajo experimental del compuesto AlN con aleación Mg-AZ91E	40
Figura 3.2 Dado donde se hicieron las pastillas y prensa Truper usada para la compactación	43
Figura 3.3 Cortadora de diamante	45
Figura 3.4 a) Pastillas en verde sobre el crisol de grafito y b) pastillas con la aleación de Mg-AZ91E previa a la infiltración	46
Figura 3.5 Horno Carbolite tipo STF 161180	46
Figura 3.6 Rampa de temperaturas y tiempos de permanencia en la infiltración	47
Figura 3.7 Pastillas infiltradas a) al salir del horno, b) pulidas y sin exceso	48
Figura 3.8 Analizador de distribución de tamaño de partícula LS100Q	49
Figura 3.9 Difractómetro de rayos x marca SIEMENS	50
Figura 3.10 Microscopio electrónico de barrido	51
Figura 3.11 Equipo para medir la conductividad térmica Linsels	52

CAPITULO IV

Figura 4.1 Estructura típica de la aleación AZ91E con la presencia de precipitados $\beta - Mg_{17}Al_{12}$	53
Figura 4.2 Difracción de rayos X por la aleación AZ91E	54
Figura 4.3 Imágenes de los polvos de AlN tomados por microscopía electrónica para los polvos a) A ($<17 \mu m$), b) B (7-10 μm) y c) C ($<10 \mu m$)	56

Figura 4.4 Distribución de diámetro de partícula contra % volumen para la muestra A (<17 μm)	57
Figura 4.5 Distribución de diámetro de partícula contra % volumen para la muestra B (7-10 μm)	58
Figura 4.6 Distribución de diámetro de partícula contra % volumen para la muestra C (<10 μm)	59
Figura 4.7 Resultados obtenidos por el equipo con sus curvas de distribución de tamaño	60
Figura 4.8 Espectro de difracción de rayos X de los polvos de AlN de las muestras a) A (<17 μm), b) B (7-10 μm) y c) C (<10 μm)	61
Figura 4.9 Micrografía por microscopía electrónica del compuesto Mg-AZ91E/AlN para los polvos A (<17 μm) a distintos aumentos	63
Figura 4.10 Micrografía por microscopía electrónica del compuesto Mg-AZ91E/AlN para los polvos B (7-10 μm) a distintos aumentos	64
Figura 4.11 Micrografía por microscopía electrónica del compuesto Mg-AZ91E/AlN para los polvos C (<10 μm) a distintos aumentos	65
Figura 4.12 a) Micrografía del compuesto AZ91E/AlN. Distribución atómica de los elementos químicos correspondientes al b) Magnesio, c) Nitrógeno, d) Aluminio para la muestra A (<17 μm)	68
Figura 4.13 a) Micrografía del compuesto AZ91E/AlN. Distribución atómica de los elementos químicos correspondientes al b) Magnesio, c) Nitrógeno, d) Aluminio para la muestra B (7-10 μm)	69
Figura 4.14 a) Micrografía del compuesto AZ91E/AlN. Distribución atómica de los elementos químicos correspondientes al b) Magnesio, c) Nitrógeno, d) Aluminio para la muestra C (<10 μm)	70
Figura 4.15 Micrografía del compuesto AlN/Mg-AZ91E tipo A (<17 μm)	71
Figura 4.16 Mapeo del compuesto AlN/Mg-AZ91E tipo A (<17 μm)	71
Figura 4.17 Micrografía del compuesto AlN/Mg-AZ91E tipo B (7-10 μm)	72
Figura 4.18 Mapeo del compuesto AlN/Mg-AZ91E tipo B (7-10 μm)	72
Figura 4.19 Análisis en línea del compuesto AlN/Mg-AZ91E tipo B (7-10 μm)	72
Figura 4.20 Micrografía del compuesto AlN/Mg-AZ91E tipo C (<10 μm)	73
Figura 4.21 Mapeo del compuesto AlN/Mg-AZ91E tipo C (<10 μm)	73
Figura 4.22 Análisis en línea del compuesto AlN/Mg-AZ91E tipo C (<10 μm)	73
Figura 4.23 Micrografías y mapeos de los compuestos AlN/Mg-AZ91E a) A (<17 μm), b) B (7-10 μm) y c) C (<10 μm)	74
Figura 4.24 Espectro de difracción de rayos X del compuesto Mg-AZ91E/AlN de la muestra A (<17 μm)	75
Figura 4.25 Espectro de difracción de rayos X del compuesto Mg-AZ91E/AlN de la muestra B (7-10 μm)	76
Figura 4.26 Espectro de difracción de rayos X del compuesto Mg-AZ91E/AlN de la muestra C (<10 μm)	77
Figura 4.27 Comparación de los módulos de Young para los compuestos y la aleación monolítica	80
Figura 4.28 Comparación de la dureza de los compuestos y la aleación monolítica	81

Figura 4.29 Gráfica de difusividad térmica contra temperatura para las muestras A, B y C	86
Figura 4.30 Gráfica de conductividad térmica contra temperatura para las muestras A, B y C	86
Figura 4.31 Gráfica de difusividad térmica a 25°C para las muestras A, B y C	87

LISTA DE TABLAS

CAPITULO II

Tabla 2.1 Propiedades y composiciones de algunas aleaciones de Mg	21
Tabla 2.2 Simbología empleada para aleantes en aleaciones base magnesio	22
Tabla 2.3 Propiedades de algunos materiales ligeros empleados como matriz en compuestos	28
Tabla 2.4 Conductividad térmica y difusividad térmica de distintos materiales	38

CAPITULO III

Tabla 3.1 Composición % en masa de la aleación Mg-AZ91E	41
Tabla 3.2 Nomenclatura de los polvos de AlN y su tamaño de partícula.	41
Tabla 3.3 Propiedades de los materiales Mg-AZ91E y AlN	42

CAPITULO IV

Tabla 4.1 Denominación de los polvos de AlN	55
Tabla 4.2 Promedio del tamaño de partícula de las muestras A, B y C	61
Tabla 4.3 Densidad geométrica, de Arquímedes y porosidad residual de las muestras A (<17 μm), B (7-10 μm) y C (<10 μm)	78
Tabla 4.4 Fracciones finales de refuerzo, poros y aleación de los compuestos A (<17 μm), B (7-10 μm) y C (<10 μm)	79
Tabla 4.5 Variación de la difusividad térmica de la muestra A (<17 μm)	83
Tabla 4.6 Promedios de temperatura, difusividad térmica y calor específico para la muestra A (<17 μm)	83
Tabla 4.7 Variación de la difusividad térmica de la muestra B (7-10 μm)	84
Tabla 4.8 Promedios de temperatura, difusividad térmica y calor específico para la muestra B (7-10 μm)	84
Tabla 4.9 Variación de la difusividad térmica de la muestra C (<10 μm)	85
Tabla 4.10 Promedios de temperatura, difusividad térmica y calor específico para la muestra C (<10 μm)	85

RESUMEN

En el presente trabajo se fabricó y caracterizó un material compuesto reforzado con partículas de nitruro de aluminio (AlN) en una matriz de aleación de magnesio AZ91E, haciendo variar el tamaño de partícula del material de refuerzo AlN en tres distribuciones distintas. El material compuesto se fabricó por el método de infiltración espontánea a una temperatura de 850 °C y un tiempo de infiltración de 12 minutos, similares para tres pastillas. Técnicas de microscopía electrónica de barrido, así como difracción de rayos X, fueron empleadas para caracterizar los compuestos AZ91E/AlN producidos, evaluando la distribución del refuerzo, porosidad y productos de reacción.

Los resultados obtenidos por microscopía electrónica de barrido mostraron una distribución homogénea del refuerzo libre de productos de reacción entre la matriz y el refuerzo, para los tres casos analizados. Resultados de la caracterización mecánica de los compuestos indicaron valores promedio del módulo de elasticidad alrededor de 123 GPa. El coeficiente de expansión térmica lineal oscila en los tres casos alrededor de $-8.96 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ y $9.53 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ entre 25 y 300°C. La conductividad térmica se reduce en el rango de 47 a 33 W/mK para el compuesto fabricado con partículas gruesas (compuesto A), de 53 a 36 W/mK para la partículas de tamaño medio (compuesto B) y de 81 a 45 W/mK con tamaño de partícula fina (compuesto C) al incrementar la temperatura de 25°C a 300°C. La dureza osciló entre el rango de 343 a 407 HV, siendo de 343 HV para la más gruesa A, 407 para la de tamaño medio B y de 385 HV para el compuesto con partículas más finas C.

Palabras clave: Compuestos, AlN, infiltración, aleación AZ91E.

ABSTRACT

This work focuses on processing and characterization of metal matrix composites of magnesium alloy AZ91E reinforced with high amount (~49 vol. %) of aluminium nitride (AlN) by varying the particle size of the reinforcing material in three different distributions of AlN. Fabrication was made by the infiltration technique without external pressure, using AlN preforms. Preforms with porosities around 51 vol. % were infiltrated with molten AZ91E magnesium alloy 850°C during 12 minutes in argon atmosphere. The produced AZ91E/AlN composites were characterized through scanning (SEM) and electron microscopy, as well as X ray diffraction (XRD). Reinforcement distribution, porosity, and reaction products were evaluated. Results of the mechanical characterization of the composites indicated average values of the elastic modulus of 123 GPa. The coefficient of linear thermal expansion ranges in all three cases are from $\approx 9.53 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ to $8.96 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ in the temperature range between 25 °C and 300 °C. Hardness range 343 to 407 HV, it was 343 HV for composite A, 407 for composite B y de 385 HV for composite C.

Keywords: Composites, AlN, infiltration, AZ91E alloy.

CAPITULO I: INTRODUCCIÓN

Los materiales compuestos se obtienen al unir en forma macroscópica dos materiales para conseguir una combinación de propiedades que no es posible obtener en los materiales originales. Están formados por una fase continua llamada matriz, puede ser metálica, cerámica u orgánica, así como una fase de refuerzo dispersa en la matriz y puede ser en forma de fibra o partículas [1]. Generalmente los componentes son distintos en propiedades, siendo uno ligero, rígido y frágil y el otro suele ser tenaz y dúctil. Las combinaciones en materiales compuestos pueden ser metal/metal, metal/cerámico, metal/polímero, cerámico/polímero, cerámico/cerámico o polímero/polímero. La unión de estos materiales disímiles dará lugar a materiales con propiedades poco usuales como: rigidez, resistencia, densidad, resistencia a la corrosión, dureza o conductividad eléctrica y térmica. En el caso de los compuestos de matriz metálica, los tipos de refuerzo se pueden clasificar en tres categorías: fibras, whiskers o partículas. El uso de partículas como refuerzo tiene una mayor acogida en los materiales compuestos de matriz metálica, ya que asocian menores costos y permiten obtener una mayor isotropía de propiedades en el producto. Sin embargo, para tener éxito en el desarrollo de compuestos de matriz metálica se debe tener un control estricto del tamaño y la pureza de las partículas utilizadas. Los refuerzos típicos de mayor uso en forma de partículas son: carburos (TiC , B_4C), óxidos (SiO_2 , TiO_2 , ZrO_2 , MgO) y nitruros (AlN , Si_3N_4). Sin embargo, en los últimos años se han empezado a utilizar partículas de intermetálicos, principalmente de los sistemas Ni-Al y Fe-Al [2,3].

Se ha reportado en la literatura la elaboración de compuestos de matriz metálica usando como refuerzo AlN utilizando diferentes rutas de procesamiento [4-8]. Sin embargo, en estos estudios se ha empleado muy poco el magnesio y sus aleaciones. No obstante, el uso de estas se ha venido incrementando en los últimos años en la industria automotriz debido a su peso ligero. La densidad del Mg es alrededor de $2/3$ de la del Al, $1/4$ de la del Zn y $1/5$ de la del acero. Como resultado las aleaciones de magnesio ofrecen una resistencia específica alta

comparada con las aleaciones convencionales de aluminio, además estas aleaciones tienen buena capacidad de amortiguamiento, excelente colada y muy buena maquinabilidad [1]. Por otro lado, el AlN poli-cristalino tiene una conductividad térmica de 80 a 200 kW/mK, un coeficiente de expansión térmica de $4.4 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ (valor muy cercano al del carburo de silicio $3.2 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$). Estas dos propiedades hacen al AlN un excelente material para circuitos eléctricos de alta densidad comparado con otros sustratos cerámicos que por lo general tienen coeficientes de conductividad térmica bajos y coeficientes de expansión térmica altos. Como resultado, la combinación de las propiedades mecánicas del AlN con las del Mg y sus aleaciones da origen a un compuesto muy atractivo para aplicaciones electrónicas y estructurales.

Las propiedades de los compuestos están determinadas por factores, tales como las propiedades individuales de los materiales que constituyen la matriz y el refuerzo, así como de su interacción interfacial, además de la morfología, orientación y distribución de la fase reforzante y de la técnica de fabricación [10]. La reacción interfacial entre la matriz y el refuerzo requiere de un estudio riguroso, ya que puede cambiar la composición de la matriz y el refuerzo. No obstante, algunas de estas reacciones interfaciales contribuyen al aumento de las propiedades mecánicas, otras lo harán detrimento [11], por lo tanto, su análisis resulta ser de gran importancia. Una interfase adherida fuertemente es un requisito para una buena resistencia en un compuesto. La naturaleza y calidad de la interfase (morfología, composición química, resistencia y adhesión) son determinadas por factores intrínsecos, tanto del material de refuerzo como de la matriz (composición química, cristalografía y contenido de defectos), así como factores extrínsecos (tiempo, temperatura, presión y atmósfera) relacionados con la fabricación del material. En los compuestos de matriz metálica una cantidad moderada de interacciones químicas entre el refuerzo y la matriz mejoran la mojabilidad y la resistencia de la interfase. Tales interacciones frecuentemente resultan en la formación de fases intermedias que no están en equilibrio, debido a que las interfaces son termodinámicamente inestables y las transformaciones morfológicas y estructurales continúan durante todo el proceso de fabricación. Sin

embargo, una reacción química excesiva degrada el refuerzo y la resistencia del compuesto [12,13].

Disminuir el tiempo de procesamiento o utilizar elementos de aleación que reduzcan la extensión de la reacción interfacial. La zona de la interfase es una región de composición química variable, donde tiene lugar la unión entre matriz y el refuerzo, que asegura la transferencia de las cargas aplicadas entre ambos y condiciona las propiedades mecánicas finales de los compuestos. Durante la producción de compuestos de matriz metálica usando una ruta de procesamiento en estado líquido, la matriz líquida está en contacto con los refuerzos sólidos, esto incrementa la interacción interfacial, aunado al contacto prolongado entre ambos componentes del compuesto. Las zonas de reacción usualmente son frágiles y podrían estar fuerte o débilmente unidas al refuerzo. Los materiales metálicos de uso más común en compuestos de matriz metálica son las aleaciones ligeras Al, Ti y Mg. La naturaleza de la técnica en la fabricación de materiales compuestos tiene un efecto marcado sobre las propiedades del material. En el caso de procesamiento en estado líquido para fabricación de materiales compuestos, la mayor dificultad que se presenta es la no mojabilidad de la fase cerámica por los metales líquidos. Por lo tanto, es de gran importancia obtener una buena mojabilidad para lograr una unión fuerte entre matriz y el refuerzo [10]. La infiltración por capilaridad sin presión externa de preformas cerámicas es una técnica atractiva para la fabricación de materiales compuestos, debido a que permite manufacturar materiales con alto contenido de cerámico. Sin embargo, las temperaturas altas que se requieren para fabricar el compuesto por esta técnica, pueden generar una cantidad considerable de productos de reacción en la interfase. El objetivo de este trabajo fue elaborar un material compuesto usando como matriz la aleación de magnesio AZ91E de tres distribuciones de tamaño distintas, utilizando la técnica de infiltración por capilaridad.

JUSTIFICACIÓN

Los materiales compuestos de matriz metálica, de aleaciones de magnesio son objeto de estudio, debido a sus propiedades estructurales y funcionales. Existe una variedad de aleaciones de magnesio entre las cuales destaca el grupo de aleaciones AZ91. En los últimos años, el desarrollo para algunas aplicaciones de estas aleaciones en dispositivos electrónicos es diverso, así como en diferentes aparatos domésticos, maquinaria industrial entre otros. Todo dispositivo está expuesto a un medio que puede resultar agresivo por el contenido de humedad o contaminantes, lo que puede llevar a la falla del material.

En este trabajo se propone usar AlN y una aleación del tipo AZ91E, la cual presenta una baja densidad entre las aleaciones ligeras al ser la densidad del Mg alrededor de $\frac{2}{3}$ de la del Al, $\frac{1}{4}$ de la del Zn y $\frac{1}{5}$ de la del acero. Como resultado las aleaciones de magnesio ofrecen una resistencia específica alta comparada con las aleaciones convencionales de aluminio, además éstas aleaciones tienen buena capacidad de amortiguamiento, excelente colada y muy buena maquinabilidad, dicha aleación de Mg tiene una buena relación resistencia/peso. A pesar de presentar bajas propiedades de conducción térmica y eléctrica comparada con las propiedades de algunos buenos conductores como el cobre y la plata, una de las características principales que presenta esta aleación es la moderada resistencia a la corrosión.

El proceso de infiltración espontánea no sólo permite la producción de compuestos con alto contenido de refuerzo, sino que también permite obtener baja porosidad residual. Sin embargo, en diversas investigaciones se realiza una pre-sinterización a la preforma en verde del cerámico para conducir a una mejor infiltración y reducir la posible fractura de la preforma durante la infiltración del metal líquido. En el presente trabajo la buena mojabilidad de la aleación AZ91E con el cerámico AlN hace posible fabricar el material sin necesidad de presinterizar la preforma, es decir con la pastilla de AlN en verde.

OBJETIVOS

OBJETIVO GENERAL

El objetivo principal del presente trabajo de investigación se enfoca en mejorar microestructural y mecánicamente las propiedades del material compuesto reforzado con partículas de AlN en una matriz de aleación de magnesio AZ91E con diferente distribución de tamaño de partículas del AlN.

OBJETIVOS PARTICULARES

- Producir compuestos metal/cerámico a partir de polvos comerciales de AlN con una matriz de aleación de magnesio AZ91E con tres diferentes distribuciones de tamaño de partículas.
- Realizar la caracterización estructural de los compuestos sintetizados AlN/Mg-AZ91E (porosidad residual, densidad, distribución de la estructura y reacción interfacial).
- Caracterización mecánica, dureza y módulo de Young de los compuestos.
- Evaluar el coeficiente de expansión térmica, de los tres compuestos, así como la conductividad térmica en el intervalo entre 25°C-300°C.

HIPÓTESIS

La incorporación de partículas de AlN en la aleación de magnesio AZ91E, mediante la técnica de infiltración espontánea, permitirá el incremento de las propiedades mecánicas del compuesto Mg-AZ91E/AlN. El uso de tres muestras de polvos de AlN de diferente distribución de tamaño de partícula permitirá obtener preformas con diferentes niveles de empaquetamiento. Por otro lado, haciendo uso del AlN con distribución de tamaño de partícula menor a 10 μm se espera obtener mayor conectividad de la matriz y por consiguiente un incremento en la conductividad térmica, su dureza y módulo de Young.

CAPITULO II: MARCO TEÓRICO

2.1 Materiales Cerámicos

Los materiales cerámicos son compuestos químicos o soluciones complejas, que contienen elementos metálicos y no metálicos. Por ejemplo la alúmina (Al_2O_3) es un cerámico que tiene átomos metálicos y no metálicos. Los materiales cerámicos tienen una amplia gama de propiedades mecánicas y físicas. Las aplicaciones varían desde los productos de alfarería, fabricación de ladrillos y azulejos, utensilios de cocina, tubos de albañal, hasta vidrio, materiales refractarios, imanes, dispositivos eléctricos, fibras y abrasivos. Las losetas que protegen a un transbordador espacial están hechas de sílice, un material cerámico. En la mayoría de las aplicaciones el producto tiene una propiedad esencial o una combinación particular de propiedades que no puede ser obtenida con ningún otro material, siendo esto la base de su elección [7].

Debido a sus enlaces iónicos covalentes, los materiales cerámicos por lo general son duros, frágiles, con un alto punto de fusión, tienen baja conductividad térmica y eléctrica, buena estabilidad química y térmica y elevada resistencia a la compresión. Sin embargo, a veces constituyen un enigma, de hecho son frágiles, algunos compuestos con matriz cerámica tienen valores de tenacidad a la fractura superiores a los de algunos metales e incluso algunos superplásticos. Aunque la mayoría de los productos cerámicos son buenos aislantes eléctricos y térmicos, el SiC y el AlN tienen conductividades térmicas parecidas a las de los metales [7].

Los materiales cerámicos, tanto cristalinos como no cristalinos, son muy frágiles, particularmente a temperaturas bajas. El problema con la fractura frágil de los materiales cerámicos se intensifica por la presencia de imperfecciones como pequeñas grietas, porosidad, inclusiones extrañas, fases cristalinas o un tamaño grande de grano, que típicamente se introducen en el proceso de manufactura. Los defectos varían en tamaño, forma y orientación, tanto dentro de un solo componente, como de un componente a otro [7].



Figura 2.1 Distintas aplicaciones de los materiales cerámicos.

2.2 El Magnesio y sus aleaciones

El magnesio, que a menudo se extrae electrolíticamente del cloruro de magnesio concentrado en el agua de mar es más ligero que el aluminio, con una densidad de 1.74 g/cm^3 y se funde a una temperatura ligeramente por debajo que el aluminio. En muchos entornos, la resistencia a la corrosión del magnesio se aproxima a la del aluminio; sin embargo, la exposición a ambientes salinos, como los próximos al mar, le causan rápido deterioro. Aunque las aleaciones de magnesio no son tan resistentes como las de aluminio, sus resistencias específicas son comparables, por tanto a las de magnesio se utilizan en

aplicaciones aeroespaciales, en maquinaria de alta velocidad, y en equipo de transporte y de manejo de materiales [7].

El magnesio, sin embargo, tiene un bajo módulo de elasticidad (6.5×10^6 psi) además de escasa resistencia a la fatiga, a la termofluencia y al desgaste. Este elemento también representa un riesgo durante la fundición y el maquinado, ya que se combina con facilidad con el oxígeno y arde. Finalmente, su respuesta a los mecanismos de endurecimiento es relativamente pobre.

El magnesio, que tiene una estructura hexagonal compacta, es menos dúctil que el aluminio. Sin embargo, las aleaciones tienen señales de ductibilidad, ya que en ellas se incrementa el número de planos activos de deslizamiento. Con el Mg puro se puede conseguir endurecimiento por deformación a temperatura ambiente, y las aleaciones pueden deformarse con facilidad a temperaturas elevadas. El endurecimiento por deformación produce un efecto relativamente pequeño en el magnesio debido a su bajo coeficiente de endurecimiento por deformación [18].

Igual que en las aleaciones de aluminio, a temperatura ambiente la solubilidad de los elementos de aleación de magnesio es limitada, causando sólo un bajo grado de endurecimiento por solución sólida. Sin embargo, la solubilidad de muchos elementos de aleación se incrementa con la temperatura.

Las aleaciones modernas de magnesio incluyen aquellas con muy bajos niveles de impureza y las que contienen grandes cantidades (>5%) de cerio y otras tierras raras. Todas estas aleaciones forman una película de MgO protectora que mejora la resistencia a la corrosión. El proceso por solidificación rápida permite que se disuelvan cantidades mayores de elementos de aleación en el magnesio, mejorando aún más la resistencia a la corrosión. Esta mejoría, particularmente a altas temperaturas, puede obtenerse introduciendo en el metal partículas cerámicas o fibras, como el carburo de silicio [7].

Tabla 2.1 Propiedades y composiciones de algunas aleaciones de Mg.

Aleación	Composicion	Resistencia a la tensión (psi)	Esfuerzo de cedencia (psi)	% de elongación
Mg puro:				
Recocido		23,000	13,000	3-15
Trabajado en frío		26,000	17,000	2-10
Aleaciones para fundición:				
AM100-T6	10% Al-0.1% Mn	40,000	22,000	1
AZ81A-T4	7.6% Al-0.7% Zn	40,000	12,000	15
ZK61A-T6	6% Zn-0.7% Zr	45,000	28,000	10
Aleaciones para forja:				
AZ80A-T5	8.5% Al-0.5% Zn	55,000	40,000	7
ZK40A-T5	4% Zn-0.45% Zr	40,000	37,000	4
HK31A-H24	3% TH-0.6% Zr	38,000	30,000	8

Las aleaciones donde participa el magnesio son muy fáciles de producir. A temperatura ambiente el magnesio se endurece rápidamente por lo que hay que trabajar con él con gran rapidez. Las aleaciones del magnesio siguen el sistema que estableció la A.S.T.M. (Sociedad Americana para el Ensayo de Materiales), donde se especifican tanto la dureza como la composición química [4]. Las primeras dos letras de la identificación hacen referencia a los elementos con los que se ha aleado, los cuales suelen encontrarse en mayores cantidades. Dichas letras son ordenadas de manera decreciente dependiendo del porcentaje, así como el orden alfabético, en el caso de que los elementos se encuentren en idénticas proporciones. A las letras les siguen los porcentajes respectivos, siempre en números enteros, y, para finalizar aparece la letra final de la serie, la cual indica la posible variación existente en la composición de algún constituyente en la aleación en menor proporción, o también indica alguna impureza presente. Los constituyentes aleantes más comunes, así como sus letras son, entre otros, el aluminio (A), tierras raras (E), torio (H), circonio (K), magnesio (M), silicio (S), zinc (Z), etc. Así, por ejemplo: en una aleación de magnesio con una designación de AZ31B, dichas letras nos indicarán que la aleación se encuentra constituida por un 3% de aluminio y un 1% de zinc y en menor proporción bismuto.

Tabla 2.2 Simbología empleada para aleantes en aleaciones base magnesio

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

2.3 Materiales compuestos

Los materiales compuestos se obtienen al mezclar en forma macroscópica dos materiales para conseguir una combinación de propiedades que no es posible obtener en los materiales originales. Están formados por una fase continua llamada matriz, que puede ser metálica, cerámica o polimérica, así como una fase de refuerzo dispersa en la matriz y que puede ser en forma de fibra o partículas. Generalmente los componentes son significativamente distintos en propiedades, siendo uno ligero, fuerte y frágil (refuerzo), y el otro suele ser tenaz y dúctil (matriz). Como se muestra en la figura 2.2, la ilustración de un compuesto, matriz y refuerzo, de donde la matriz es la parte continua y el refuerzo la parte dispersa [1].

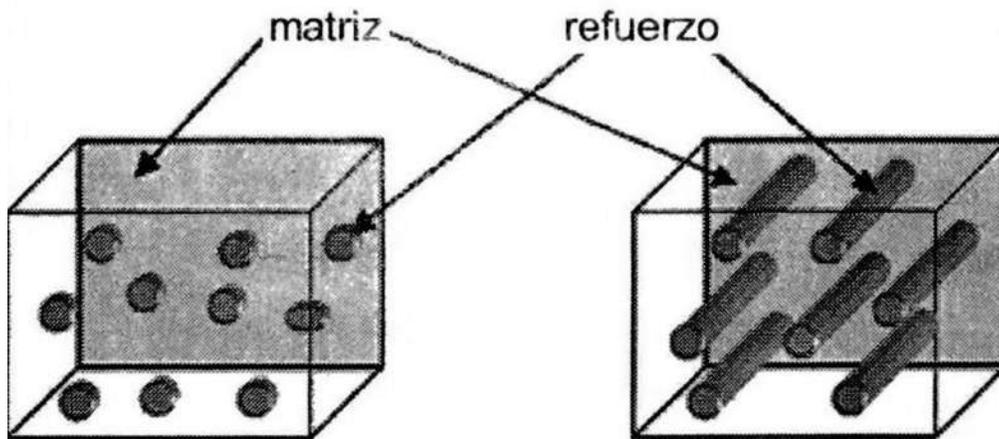


Figura 2.2 Ilustración de un compuesto: matriz y refuerzo.

2.4 Clasificación de los materiales compuestos

Las combinaciones en materiales compuestos pueden ser metal/cerámico, metal/polímero, cerámico/polímero ó cerámico/cerámico. La unión de estos materiales disimiles dará lugar a materiales con propiedades poco usuales, como: rigidez, resistencia, densidad, rendimiento a elevada temperatura, resistencia a la corrosión, dureza, o conductividad eléctrica y térmica. En el caso de los compuestos de matriz metálica, los tipos de refuerzo se pueden clasificar en tres categorías: fibras, whiskers, o partículas.

Algunos de los factores importantes para la fabricación de compuestos son [4]:

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

En la figura 2.3 se presenta un cuadro sinóptico, en donde se clasifican los materiales compuestos, según su matriz y su refuerzo, según la naturaleza de cada una de estas dos partes. Mostrando también cada una de las posibles combinaciones para los materiales compuestos.

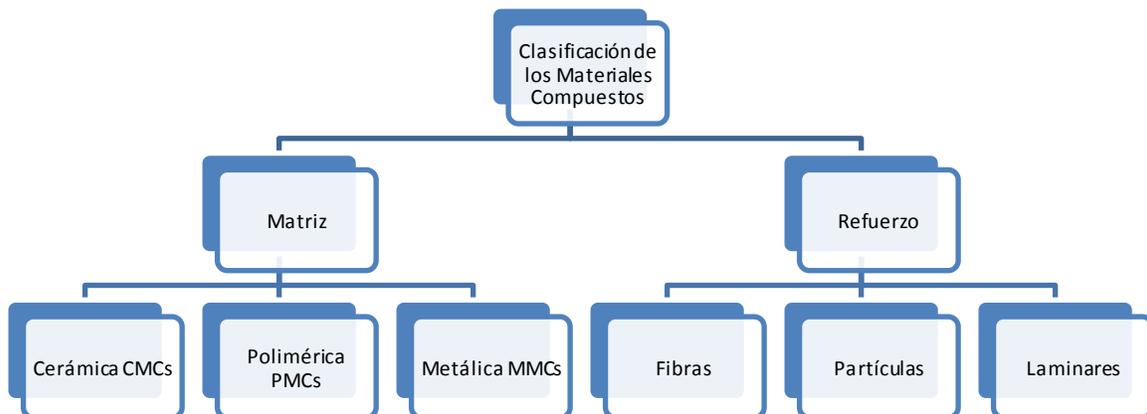


Figura 2.3 Clasificación de los materiales compuestos [2].

2.5 Materiales compuestos de matriz metálica y sus aplicaciones

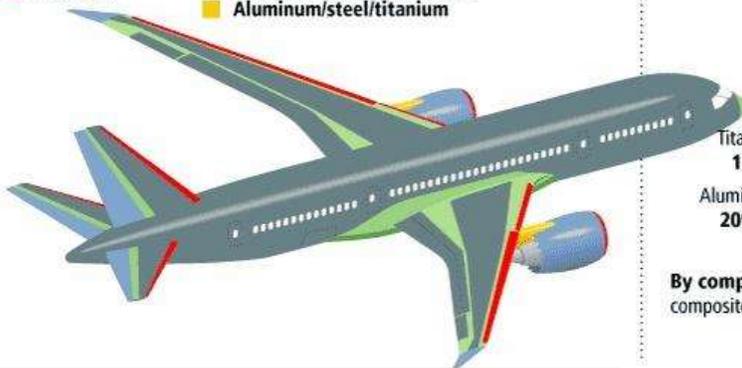
El uso de partículas como refuerzo tiene una mayor acogida en los materiales compuestos de matriz metálica (CMM) ya que asocian menores costos y permiten obtener una mayor isotropía de propiedades en el producto. Sin embargo, para tener éxito en el desarrollo de compuestos de matriz metálica se debe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

El desarrollo de materiales compuestos de matriz metálica se ha aplicado en la industria automotriz, eléctrica y electrónica, debido a que ofrecen mejores características físicas y mecánicas respecto de los materiales en estado monolítico [3].

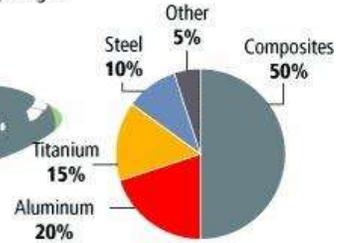
Para el caso de las aplicaciones funcionales en el sector eléctrico y electrónico, el diseño de propiedades termomecánicas y termofísicas con una máxima transferencia de calor, combinada con una mínima distorsión térmica es la clave para que estos materiales sean los candidatos ideales. Los materiales usados en componentes electrónicos proveen protección de los efectos ambientales hostiles y disipan los excesos de calor generados, por lo que deben presentar buenas propiedades mecánicas, físicas y térmicas, entre las cuales se incluye: una alta rigidez, una buena conductividad térmica, bajo coeficiente de expansión térmica y baja densidad [7]. Por otro lado, las propiedades de los compuestos metal/cerámico están determinadas por las propiedades de la matriz, refuerzo, morfología y distribución de la fase reforzante entre otras [3]. En la figura 2.4 se muestran algunas de las aplicaciones de los materiales compuestos de matriz metálica utilizados principalmente en la industria aeroespacial y electrónica.

Materials used in 787 body

- Fiberglass
- Aluminum
- Carbon laminate composite
- Carbon sandwich composite
- Aluminum/steel/titanium



Total materials used
By weight



By comparison, the 777 uses 12 percent composites and 50 percent aluminum.

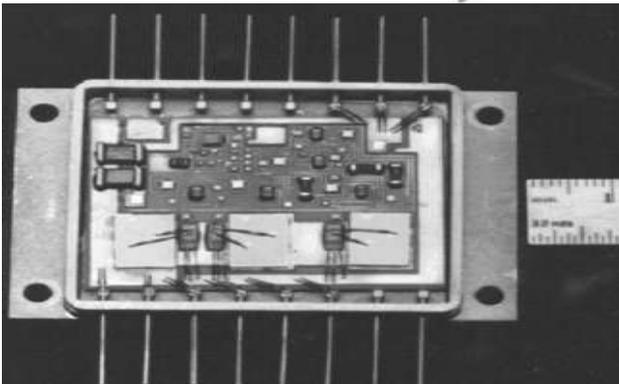


Figura 2.4 Distintas aplicaciones de los compuestos de matriz metálica en la industria aeroespacial y electrónica.

Se ha reportado en la literatura la elaboración de compuestos de matriz metálica usando como refuerzo AlN utilizando diferentes rutas [4-8]. Sin embargo, en estos estudios se ha empleado muy poco el magnesio y sus aleaciones, no obstante que el uso de éstas se ha venido incrementando en los últimos años en la industria automotriz debido a su peso ligero. La densidad del Mg es alrededor de 2/3 de la

del Al, 1/4 de la del Zn y 1/5 de la del acero. Como resultado, las aleaciones de magnesio ofrecen una resistencia específica alta comparada con las aleaciones convencionales de aluminio, además tienen buena capacidad de amortiguamiento, excelente colada y muy buena maquinabilidad [9]. Por otro lado, el AlN policristalino tiene una conductividad térmica de 80 a 200 kW/m.K, un coeficiente de expansión térmica de $4.4 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ (valor muy cercano a la del carburo de silicio $3.2 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$). Estas dos propiedades hacen al AlN un excelente material para circuitos eléctricos de alta densidad comparado con otros sustratos cerámicos que por lo general tienen bajos coeficientes de conductividad térmica y altos coeficientes de expansión térmica. Como resultado, la combinación de las propiedades mecánicas del AlN con las del Mg y sus aleaciones dan origen a un compuesto muy atractivo para aplicaciones electrónicas y estructurales.

Las propiedades de los compuestos están determinadas por factores, tales como las propiedades individuales de los materiales que constituyen la matriz y el refuerzo, así como de su interacción interfacial, además de la morfología, orientación y distribución de la fase reforzante y de la técnica de fabricación [10]. La reacción interfacial entre la matriz y el refuerzo requiere de un riguroso estudio, ya que puede cambiar la composición de la matriz y el refuerzo, no obstante alguna de estas reacciones interfaciales contribuyen al aumento de las propiedades mecánicas, otras lo harán en detrimento [11], por lo tanto su análisis resulta ser de gran importancia. Una interfase adherida fuertemente es un requisito para una buena resistencia en un compuesto. La naturaleza y calidad de la interfase (morfología, composición química, resistencia y adhesión) son determinadas por factores intrínsecos, tanto del material de refuerzo como de la matriz (composición química, cristalografía y contenido de defectos) así como también factores extrínsecos (tiempo, temperatura, presión y atmósfera) relacionados con la fabricación del material. En los compuestos de matriz metálica una cantidad moderada de interacciones químicas entre el refuerzo y la matriz mejoran la mojabilidad y la resistencia de la interfase. Tales interacciones frecuentemente resultan en la formación de fases intermedias que no están en equilibrio, debido a que las interfaces son termodinámicamente inestables y las

transformaciones morfológicas y estructurales continúan durante todo el proceso de fabricación. Sin embargo, excesiva reacción química degrada el refuerzo y la resistencia del compuesto [12, 13].

Disminuir el tiempo de procesamiento o utilizar elementos de aleación puede ser una práctica que reduzca la extensión de la reacción interfacial. La zona de la interfase es una región de composición química variable, donde tiene lugar la unión entre la matriz y el refuerzo, que asegura la transferencia de las cargas aplicadas entre ambos y condiciona las propiedades mecánicas finales de los compuestos. Durante la producción de compuestos de matriz metálica usando una ruta de procesamiento en estado líquido, la matriz líquida está en contacto con los refuerzos sólidos, esto incrementa la interacción interfacial, aunado al contacto prolongado entre ambos componentes del compuesto. Las zonas de reacción usualmente son frágiles y podrían estar fuerte o débilmente unidas al refuerzo. Los materiales metálicos de uso más común en compuestos de matriz metálica son las aleaciones ligeras de Al, Ti y Mg. La naturaleza de la técnica en la fabricación de materiales compuestos tiene un efecto marcado sobre las propiedades del material. En el caso de procesamiento en estado líquido para fabricación de materiales compuestos, la mayor dificultad que se presenta es la no mojabilidad de la fase cerámica por los metales líquidos. Por lo tanto, es de gran importancia obtener una buena mojabilidad para lograr una unión fuerte entre la matriz y el refuerzo [10]. La infiltración por capilaridad sin presión externa de preformas cerámicas es una técnica atractiva para la fabricación de materiales compuestos, debido a que permite manufacturar materiales con alto contenido de cerámico. Sin embargo, las temperaturas altas que se requieren para fabricar el compuesto por esta técnica pueden generar una cantidad considerable de productos de reacción en la interfase.

2.6 Matrices utilizadas en los compuestos de matriz metálica

Debido a la gran diversidad de metales en nuestro planeta resulta complicado nombrar todas aquellas matrices de naturaleza metálica utilizadas. No obstante, las posibilidades se reducen cuando ponemos algunas restricciones como el factor

económico y la abundancia de dicho material. Es decir, los materiales más comúnmente empleados en compuestos de matriz metálica, son las aleaciones ligeras de Al, Ti y Mg, siendo el aluminio el de mayor consumo debido a su bajo costo, buenas propiedades mecánicas y bajo punto de fusión, lo que facilita su fabricación por métodos que involucran fundición. Sin embargo, el avance tecnológico es cada vez más exigente y requiere de otro metal o aleación más ligera que el aluminio mismo, hecho que se ve reflejado en el creciente interés y respecto al uso del magnesio y sus aleaciones como matriz en compuestos de matriz metálica [3].

Entre las ventajas del magnesio y sus aleaciones como matriz en materiales compuestos son, al igual que el aluminio, su bajo punto de fusión, baja densidad, buena maquinabilidad, estabilidad dimensional y bajo consumo de energía para su procesamiento [7].

En la tabla 2.3 se muestran las propiedades de algunos de los metales más usados en los compuestos de matriz metálica, de forma comparativa se observa que energéticamente cuesta casi lo mismo trabajar con Al o Mg. No obstante, la conductividad eléctrica y la densidad juegan un papel muy importante según la aplicación a la que se vaya a destinar la aleación.

Tabla 2.3 Propiedades de materiales ligeros empleados como matriz en compuestos [15].

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

2.7 Materiales de refuerzo en compuestos de matriz metálica

Los tipos de refuerzo se pueden clasificar en tres categorías: fibras, whiskers y partículas. Con el uso de fibras continuas, reforzando en la dirección del esfuerzo aplicado, se puede obtener una mejora de las propiedades mecánicas. En el uso de las fibras metálicas, los problemas de ataque químico por parte de la matriz, los posibles cambios estructurales con la temperatura, la posible disolución de la fibra en la matriz y la fácil oxidación de las fibras de metales refractarios hacen que este tipo de fibras sean poco empleadas. Es decir, esto provoca que el tipo de refuerzo más usado sea el de cerámicos, de donde se cuentan entre sus ventajas que no se disuelven en la matriz, mantienen resistencia a altas temperaturas, tienen alto módulo de elasticidad, no se oxidan y tienen baja densidad [2].

Los refuerzos típicos de mayor uso en forma de partículas son: carburos (TiC, B₄C), óxidos (SiO₂, TiO₂, ZrO₂, MgO) y nitruros (AlN, Si₃N₄). Así, en los últimos años se ha empezado a utilizar partículas de intermetálicos, principalmente de los sistemas Ni-Al y Fe-Al. El uso de partículas cerámicas como refuerzo en los compuestos de matriz de magnesio ha sido más ampliamente investigado [18]. Algunas de las propiedades que incluyen estos refuerzos son: baja densidad y altos niveles de dureza, tensión, módulo de Young y estabilidad térmica. No obstante, también existen algunas limitaciones, como la mojabilidad, ductilidad y compatibilidad con la matriz de magnesio. Entre los refuerzos más usados en compuestos de matriz de base magnesio destaca el SiC, debido a su alta mojabilidad y buena estabilidad. Debido a que la forma es un factor que afecta el efecto de refuerzo, en un compuesto de matriz de magnesio comúnmente se usan fibras cortas/whisker que usualmente muestran mejores propiedades mecánicas que las reforzadas con partículas, aunque presentan un cierto grado de comportamiento anisotrópico [2, 16].

2.8 Procesamiento de los compuestos de matriz metálica

Los métodos de procesamiento de los compuestos de matriz metálica se pueden agrupar en tres categorías que emplean: 1) el metal en estado sólido, 2) el metal en estado líquido y 3) las fases sólido-líquido. La figura 2.5 muestra un esquema de diferentes rutas para la infiltración del metal líquido en la preforma porosa en donde el preformado se puede colocar total o parcialmente en el metal líquido, o bien también se puede dar la infiltración por contacto o capilaridad.

El método en estado sólido ha sido muy exitoso, pero tiene la desventaja de ser muy costoso, comparado con el proceso en estado líquido. Con respecto a la categoría de procesamiento con el metal en estado líquido, el método de infiltración ofrece flexibilidad en cuanto a la forma y operaciones de acabado debido al uso de preformas cerámicas. Por ejemplo, la obtención de formas cuasinetas permite minimizar el proceso de maquinado para el acabado de las piezas fabricadas. Además, mediante el empleo de preformas cerámicas con una porosidad controlada se obtiene una buena distribución de las partículas de reforzamiento dentro del compuesto [7].

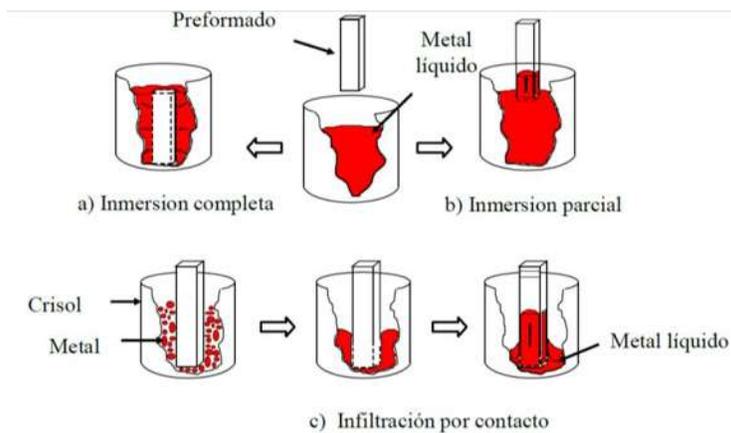


Figura 2.5 Esquema de diferentes rutas para la infiltración del metal líquido en la preforma porosa [15].

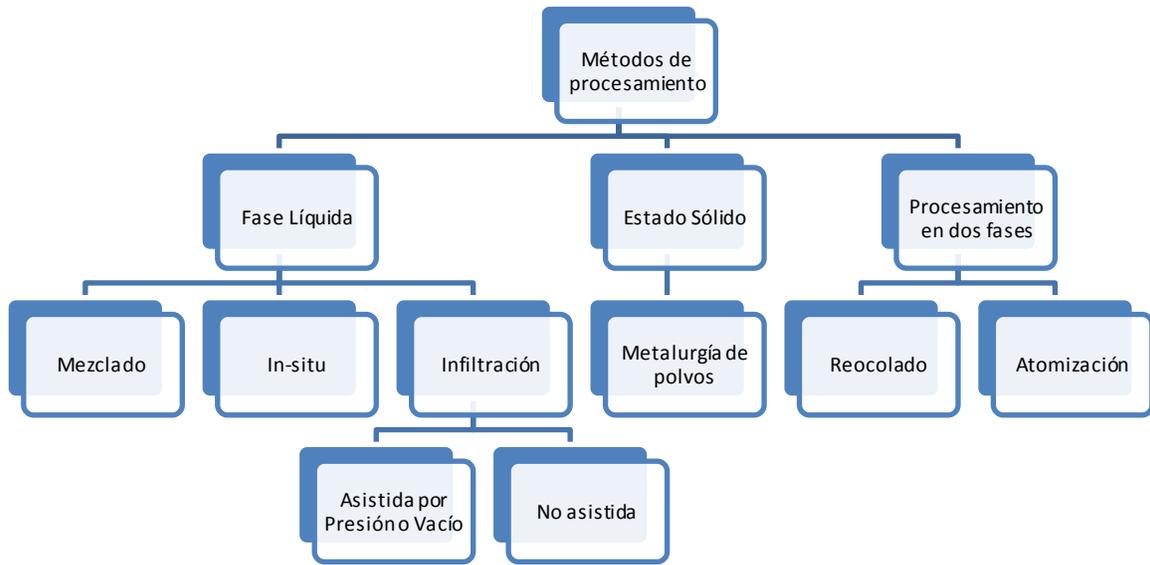


Figura 2.6 Métodos de procesamiento de los compuestos de matriz metálica [4].

2.9 Infiltración en fase líquida para la producción de compuestos de matriz metálica

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

2.10 Mojabilidad

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

La mojabilidad es un término comúnmente utilizado para describir la distribución de un líquido sobre un sólido. Una buena mojabilidad es una condición esencial para la generación de la unión adecuada entre la fase cerámica y la matriz metálica líquida. Una buena mojabilidad es necesaria para producir una resistencia lo suficientemente fuerte en la interfase metal-cerámico para la transferencia y distribución de la carga de la matriz al reforzamiento sin provocar la falla. Además, es deseable que los productos de reacción que se forman en la interfase metal/cerámico sean termodinámicamente estables y mecánicamente resistentes.

Desde el punto de vista práctico, una condición para lograr que una aleación de aluminio se infiltre en una preforma cerámica es que la aleación de aluminio fundido moje la superficie de la preforma de partículas de cerámica y, por lo tanto, se extienda sobre ella.

Cuando un líquido entra en contacto con un sólido se crea una nueva interfase y el líquido puede o no extenderse sobre la superficie. De acuerdo con la termodinámica, el líquido se extenderá sólo si la energía resultante de la nueva interfase sólido-líquido es menor que la correspondiente interfase sólido-vapor. Mayor sea esta diferencia de energía, mayor será la extensión de la superficie de contacto entre el líquido y el sólido. La fuerza que conduce el proceso de mojabilidad está, por lo tanto, relacionada con la diferencia de energía entre las interfases sólido-vapor y sólido-líquido. Sin embargo, debido a que la configuración de energía superficial más baja es una esfera, hay una fuerza adicional que se resiste a la extensión de la superficie del líquido. Este comportamiento se estudia a menudo experimentalmente en función del ángulo Θ , entre la gota del líquido y el sólido tal como se muestra en la ecuación 2.1. La

forma de la gota es una función de tres términos de energía, como lo describe la ecuación de Young:

$$Y_{SV} = Y_{SL} + Y_{LV} \cos \Theta \quad \text{Ec. 2.1}$$

Donde Y_{SV} , Y_{SL} y Y_{LV} son las energías interfaciales de las interfases sólido-vapor, sólido-líquido y líquido-vapor, respectivamente.

Un líquido mojará un sólido ($\Theta < 90^\circ$) cuando la energía neta del sistema disminuya como consecuencia de la formación de la interfase sólido-líquido. Cuanto mayor sea el grado de mojado, más pequeño será el ángulo Θ . Por supuesto, ningún líquido exhibirá el ángulo de contacto máximo de 180° , incluso en el caso de que el líquido no moje al sólido, debido a la influencia distorsionante de la gravedad en la gota del líquido.

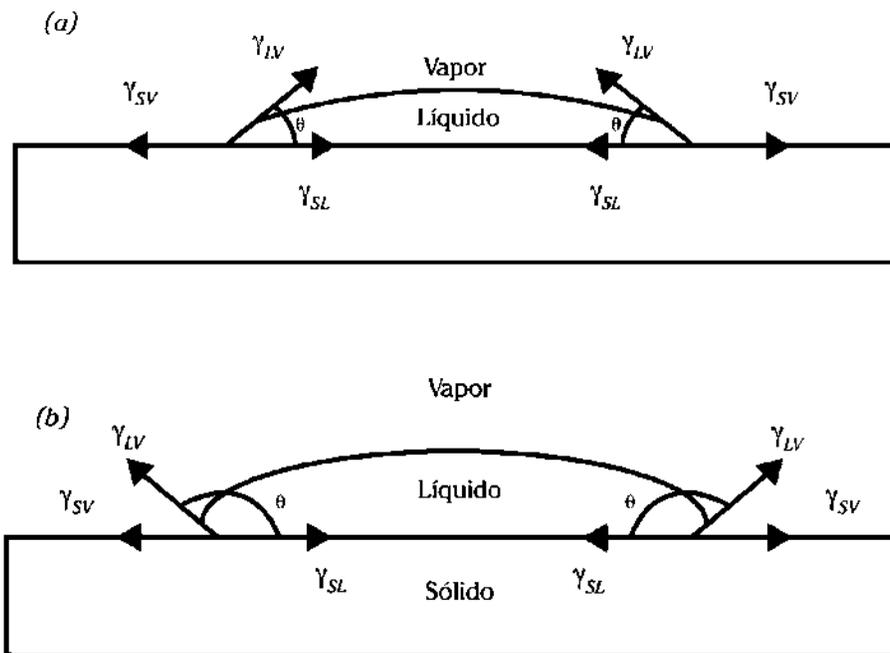


Figura 2.7 Configuraciones de la gota estática para las situaciones en que el líquido moja el sólido, a) y el líquido no moja, b).

El límite entre las condiciones de mojado y no mojado se toma generalmente como $\Theta = 90^\circ$, por lo que se considera que la condición de mojado existe cuando $\Theta < 90^\circ$ y cuando $\Theta > 90^\circ$ la condición de no mojado [4].

En general, la infiltración de un cuerpo poroso por un líquido se lleva a cabo por la aplicación de vacío o una fuerza para promover la penetración del líquido dentro de los poros. Sin embargo, bajo condiciones especiales puede obtenerse la infiltración satisfactoriamente sin la ayuda de fuerzas externas. Esto normalmente se conoce como “infiltración sin presión” o “infiltración espontánea”. El término “infiltración espontánea” puede ser confundido con la de que la infiltración ocurre “instantáneamente”. En realidad, la infiltración espontánea no se refiere a la cinética del proceso, sino a que las condiciones termodinámicas del proceso son tales que la infiltración es autopromovida [4].

La infiltración de un cuerpo poroso por un líquido es más convenientemente modelada aproximando el cuerpo poroso a una multitud de capilares cilíndricos a través de los cuales sube el líquido. Algunos modelos predicen la presión requerida para la infiltración de un cuerpo poroso en términos del tamaño de poro.

2.11 Interfase en compuestos de matriz metálica

La zona de interfase es una región de composición química variable, donde tiene lugar la unión entre la matriz y el refuerzo, que asegura la transferencia de las cargas aplicadas entre ambos y condiciona las propiedades mecánicas finales de los compuestos. Existen algunas cualidades necesarias para garantizar una unión interfacial adecuada entre la matriz y el refuerzo; una buena mojabilidad con el refuerzo por parte de la matriz metálica, que asegure un contacto inicial para luego generar la unión en la interfase con una estabilidad termodinámica apropiada (ya que al interactuar estos materiales, la excesiva reactividad es uno de los mayores inconvenientes encontrados), la existencia de fuerzas de unión suficientes que garanticen la transmisión de esfuerzos de la matriz al refuerzo y que sean además estables en el tiempo bajo temperaturas altas. En el sector eléctrico y electrónico,

se debe tener en cuenta que los coeficiente de expansión térmica de la matriz y el refuerzo deben ser similares para limitar los efectos de los esfuerzos internos a través de la interfase, sobre todo al utilizar el compuesto a elevadas temperaturas.

2.12 Nitruro de Aluminio

El nitruro de aluminio es el único compuesto estable en el sistema binario de Al-N y cristaliza en estructura tipo wurzita hexagonal, no existe naturalmente, por lo que su producción a nivel laboratorio ha sido posible utilizando procesos tales como deposición química de vapor, pirólisis de polímero y métodos de plasma de arco [2]. La densidad teórica del AlN es 3.26 g/cm^3 y se disocia por encima de los $2500 \text{ }^\circ\text{C}$ bajo presión atmosférica de nitrógeno. El AlN puro es incoloro y traslúcido, pero es coloreado por impurezas, por ejemplo, cuando existen impurezas de carbono causan el típico color gris claro en el polvo. Además es susceptible a hidrólisis por agua y la humedad, razón de su característico olor a amoníaco. Puesto que es un material con enlace tipo covalente, la movilidad atómica impide la densificación completa del AlN puro, por lo que requiere una muy alta temperatura de sinterizado ($>1600^\circ\text{C}$). Así las presiones relativamente altas o los aditivos de sinterización son necesarios para ayudar a la densificación. Entre los aditivos utilizados están los óxidos de tierras raras o alcalino-térreos. El papel de los aditivos es formar una fase líquida para reaccionar con la capa de óxido sobre la superficie de las partículas compactas y actuar como desgasificadores de oxígeno para removerlo de la red [2].

El nitruro de aluminio es el nitruro semiconductor con la banda de energía prohibida más amplia (alrededor de 6.2 eV), se caracteriza por su alta temperatura de estabilidad y por ser uno de los pocos sólidos no metálicos que cuenta con alta conductividad térmica.

En la figura 2.8 se muestran algunas de las aplicaciones del AlN, como son algunas partes electrónicas, tuercas y rondanas utilizadas por su estabilidad a alta temperatura y conductividad térmica.



Figura 2.8 Aplicaciones del AIN en el sector electrónico.

2.13 Mecanismos de transferencia de calor

El calor es una forma de energía en tránsito. Siempre que exista una diferencia de temperatura entre dos cuerpos o entre dos porciones de un mismo cuerpo, se dice que el calor fluye en una dirección de mayor a menor temperatura. Hay tres métodos fundamentales mediante los cuales ocurre este intercambio de calor: conducción, convección y radiación [17].

Conducción. Es el proceso en el que la energía térmica se transfiere por colisiones moleculares adyacentes a través del medio material; el medio en sí no se mueve [17].



Figura 2.9 Mecanismo de transferencia de calor por conducción.

Convección. Es el proceso en el cual el calor se transfiere mediante el movimiento real de un fluido [17].



Figura 2.10 Mecanismo de transferencia de calor por convección.

Radiación. Es el proceso por el cual el calor se transfiere en forma de ondas electromagnéticas [17].

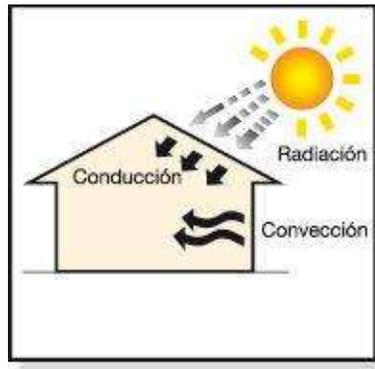


Figura 2.11 Mecanismo de transferencia de calor por radiación, conducción y convección.

2.14 Conductividad térmica

La difusividad térmica (α con unidades mm^2/s) es una propiedad específica de cada material para caracterizar la conducción de calor en condiciones no estacionarias. Este valor describe cuán rápido un material reacciona a un cambio de temperatura.

Tabla 2.4 Conductividad térmica y difusividad térmica de distintos materiales.

Material	Conductividad térmica W/(mK)	Difusividad térmica mm ² /s
Aluminio	237	98.8
Acero	81	22.8
Cobre	399	117
Sílice Fundida	1.4	0.87
Yeso	0.51	0.47
Polietileno	0.35	0.15
Mármol	2.8	1.35

La conductividad térmica (λ con unidades W/(m•K) describe el transporte de energía en forma de calor a través de un cuerpo con masa (m) como resultado de un gradiente de temperatura; en la fig. 2.12 se representa el flujo de calor del extremo caliente de un cuerpo al extremo de menor temperatura. De acuerdo con la segunda ley de la termodinámica, el calor siempre fluye en forma constante en la dirección de la temperatura mayor a la más baja.

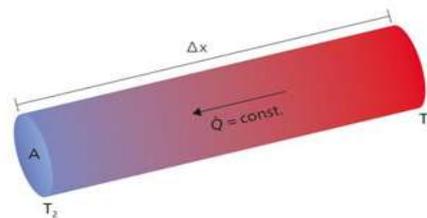


Figura 2.12 Esquema que describe el concepto de conductividad térmica con $T_1 > T_2$

En la tabla 2.4 se presentan los valores de conductividades y de difusividad térmica de algunos materiales [2].

La conductividad térmica es, por consiguiente, una propiedad específica de cada material usada para caracterizar el transporte de calor en ritmo estacionario. Se puede calcular usando la ecuación 2.2:

$$\lambda(T) = \rho(T) * C_p(T) * \alpha(T) \quad \text{Ec. (2.2)}$$

Donde:

$\rho(T)$ = Densidad en función de temperatura, g/cm^3

α = Difusividad térmica, cm^2/s

C_p = Capacidad calorífica específica, J/gK

2.15 Módulo de Young

El módulo de Young o módulo de elasticidad longitudinal es un parámetro que caracteriza el comportamiento de un material elástico, según la dirección en la que se aplica una fuerza [17].

Elasticidad (mecánica de sólidos). En física el término elasticidad designa la propiedad mecánica de ciertos materiales de sufrir deformaciones reversibles cuando se encuentran sujetos a la acción de fuerzas exteriores y de recuperar la forma original si estas fuerzas exteriores se eliminan. Para un material elástico lineal e isótropo, el módulo de Young tiene el mismo valor para una tracción que para una compresión, siendo una constante independiente del esfuerzo siempre que no exceda de un valor máximo denominado límite elástico y es siempre mayor que cero: si se tensiona una barra, aumenta de longitud. Tanto el módulo de Young como el límite elástico son distintos para los diversos materiales. El módulo de elasticidad es una constante elástica que, al igual que el límite elástico, puede encontrarse empíricamente mediante ensayo de tensión del material. Además de este módulo de elasticidad longitudinal, puede definirse el módulo de elasticidad transversal de un material [17].

CAPITULO III. DESARROLLO EXPERIMENTAL

En este capítulo se describe el procedimiento empleado para la fabricación de los compuestos por la técnica de infiltración por contacto sin presión externa, además de las caracterizaciones del cerámico AlN y la aleación Mg-AZ91E. Posteriormente, se muestra la descripción de cada uno de los equipos y técnicas experimentales de caracterización microestructural y sus correspondientes propiedades mecánicas, empleados en el desarrollo del trabajo experimental esquematizando las etapas seguidas en la figura 3.1.

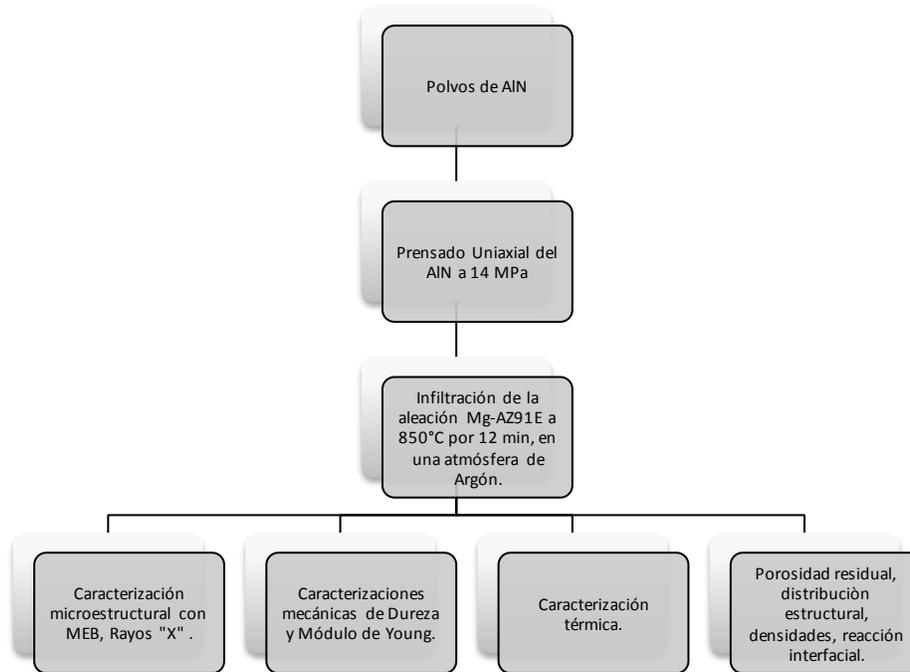


Figura 3.1. Diagrama de flujo de trabajo experimental del compuesto AlN con aleación Mg-AZ91E.

3.1 Procedimiento experimental

Materias Primas

Se utilizó la aleación de magnesio AZ91E comercial producida por *Thomson Aluminium Casting Co.*, como matriz. La composición química de esta aleación AZ91E se muestra en la tabla 3.1.

Tabla 3.1 Composición % en masa de la aleación Mg-AZ91E

Mg	Al	Zn	Mn	Si	Fe	Cu	Ni
90	8.1-9.3	0.4-1	0.17-0.35	0.20 max	0.005 max	0.015 max	0.001 max

Para la preparación de compuestos por el método de infiltración sin presión externa, se utilizaron partículas de AlN con tres distintas distribuciones de tamaño de partícula, como material de refuerzo, adquirido del proveedor *Sigma Aldrich Co.* La especificación técnica del proveedor se muestra en la tabla 3.2. Partiendo del supuesto de acuerdo al proveedor que los tamaños de partícula del AlN están en menor a 17 μm (<17 μm), de entre 7 a 10 μm (7-10 μm) y menor de 10 μm (<10 μm), como se muestra en la tabla 3.2.

Tabla 3.2 Nomenclatura de los polvos de AlN y su respectivo tamaño de partícula.

Polvo	Tamaño
AlN (A)	< 17 μm
AlN (B)	7 a 10 μm
AlN (C)	< 10 μm

Así mismo, en la tabla 3.3 se muestran algunas propiedades físicas y mecánicas de ambos componentes del compuesto cerámico AlN y metal, aleación de magnesio AZ91E.

Tabla 3.3 Propiedades de los materiales Mg-AZ91E y AlN

	AZ91E	AlN
Densidad (g/cm ³)	1.83	3.26
Temperatura de fusión (°C)	595	2200
Módulo de Elásticidad (Gpa)	44-45	330
Resistencia a la tensión	117 (Mpa)	320 (Gpa)

3.2 Procesamiento de las pastillas en verde

Para la compactación de los polvos de AlN y formación de las pastillas, se define que los compactos tendrán 0.5 cm de altura y un diámetro del dado utilizado de 1.5 cm. Antes de hacer las pastillas es importante limpiar el dado con alcohol para que no haya impurezas. Se pesan 1.16 g de AlN de cada uno de los correspondientes tamaños de polvos, y posteriormente se distribuyen uniformemente dentro del dado circular de acero empleando un aglutinante de *polietenol*. Una vez hecho, se aplica una presión de 14 MPa para la compactación, una vez llegada a la presión deseada se mantiene la presión a la compactación deseada. En seguida se retira el preformado en verde para procesos posteriores.

Datos reportados muestran que la mejor presión para llevar a cabo la compactación de los polvos a pastillas es de 14 MPa [15]; de ahí se calculó la fuerza requerida para prensar.

De la pastilla:
$$A = \pi r^2 = \pi (1.25 \text{ cm})^2 = 4.9087 \text{ cm}^2 \quad \text{Ec. (3.1)}$$

$$P = \frac{F}{A} = 14 \text{ MPa}$$

$$F = AP = (4.9087 \times 10^{-4} \text{ m}^2)(14 \text{ MPa}) = 6.87218 \text{ N}$$

Una vez pesada, la muestra de AlN se mezcló con *polietenol* como aglutinante con un 1.04 % masa, se mezcló hasta volver homogénea y se vertió en el dado. Una vez repartida la mezcla dentro del dado, se coloca debajo de la prensa con la fuerza requerida y deja con la misma fuerza deseada por cinco minutos.



Figura 3.2. Dado donde se hicieron las pastillas y prensa Truper usada para la compactación.

La porosidad, la densidad, así como el contenido de aleación necesaria para la infiltración se calcularon por la “regla de las mezclas de fases”, siguiendo el procedimiento siguiente. Considerando que el volumen de las pastillas está dado por la ecuación 3.2.

$$V_{pastilla} = \pi r^2 h = \pi \left(\frac{1.5cm}{2} \right)^2 0.5cm = 0.88357cm^3 \quad Ec. (3.2)$$

$$h = 0.5 \text{ cm}, d = 1.5 \text{ cm}$$

Debemos considerar un factor de ajuste ya que este volumen de 0.88 cm^3 pertenece a un compacto sin porosidad y sabemos que aproximadamente el 50% está ocupado por poros o cavidades formadas entre los contactos de las partículas del cerámico AlN.

Así el volumen de la pastilla sería:

$$V_{\text{Correlacionado con el compuesto}} = \frac{V_{\text{pastilla}}}{2} = \frac{0.88357 \text{ cm}^3}{2} = 0.4417 \text{ cm}^3 \quad \text{Ec. (3.3)}$$

De tal forma, que la densidad del compuesto de acuerdo a la regla de las mezclas está dada por la ecuación 3.3:

$$\rho_{\text{Compuesto}} = \sum f_i \rho_i \quad \text{Ec. (3.4)}$$

Donde:

f_i es la fracción en volumen del componente i

ρ_i es la densidad del componente i

Por otro lado, sabemos también que:

$$\sum f_i = 1 \quad \text{Ec. (3.5)}$$

Por tanto, por nuestro caso:

$$\rho_{\text{Compuesto}} = f_{\text{aleación}} \rho_{\text{aleación}} + f_{\text{cerámico}} \rho_{\text{cerámico}} + f_{\text{poros}} \rho_{\text{poros}} \quad \text{Ec. (3.6)}$$

Considerando la densidad de los poros como cero porque esperamos que todo sea infiltrado por la aleación Mg-AZ91E durante el procesamiento, tenemos la densidad teórica del compuesto:

$$\rho_{\text{Compuesto}} = f_{\text{aleación}} \rho_{\text{aleación}} + f_{\text{cerámico}} \rho_{\text{cerámico}} \quad \text{Ec. (3.7)}$$

$$\rho_{\text{Compuesto}} = 0.5 \left(1.83 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3} \right) + 0.5 \left(\frac{3.26 \text{ g}}{\text{cm}^3} \right) = 2.545 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3} \quad \text{Ec. (3.8)}$$

Calculando la cantidad de masa de aleación necesaria para la infiltración del compacto poroso durante la infiltración.

$$\rho_{\text{Compuesto}} = \frac{W_{\text{compuesto}}}{V_{\text{compuesto}}} \quad \text{Ec. (3.9)}$$

$$W_{\text{compuesto}} = \rho_{\text{Compuesto}} V_{\text{compuesto}} = 2.545 \text{ g/cm}^3 (0.4417 \text{ cm}^3)$$

$$W_{\text{compuesto}} = 0.8059 \text{ g}$$

Para realizar la infiltración en óptimas condiciones se realizó dicha infiltración con un % en masa de 30% de exceso de la aleación de Mg-AZ91E.

3.3 Corte de la aleación

Previamente a la producción en verde de las pastillas, se cortó la aleación Mg-AZ91E con una cortadora de disco de diamante de alta concentración modelo *ISOMET BUEHLER* de baja velocidad, mostrada en la figura 3.3.



Figura 3.3 Cortadora de diamante, de baja velocidad ISOMET.

Así se repite con cada una de las pastillas y cada uno de los polvos. Previamente a la infiltración se colocaron las pastillas en un crisol de grafito recubierto con nitruro de boro, con el objeto que al fundir la aleación de Mg no se adhiera al crisol, y reducir la contaminación con el preformado cerámico. Las piezas correspondientes al Mg-AZ91E se colocan sobre cada pastilla tomando el cuidado necesario para insertar el crisol con las muestras al horno y evitar que se caigan de su posición.

La figura 3.4 muestra este arreglo donde a) se colocan las pastillas y b) con la aleación de Mg-AZ91E.



Figura 3.4 a) Pastillas en verde sobre el crisol de grafito y b) pastillas con la aleación de Mg-AZ91E previa a la infiltración.

3.4 Infiltración de la aleación Mg-AZ91E

La infiltración de la aleación se realizó por medio de la técnica de infiltración por capilaridad sin presión externa. La preforma porosa del refuerzo se colocó, junto con la aleación Mg-AZ91E, en un crisol de grafito dentro de un horno de tubo horizontal, trabajando con una atmósfera de argón a un flujo de gas de 1.18 ml/s con el propósito de disminuir la formación de óxidos u otras fases que eviten la infiltración. Esto se realizó en un horno *Carbolite tipo STF 161180*, colocando la muestra en el interior del tubo, el cual es calentado por resistencias eléctricas y es mostrado en la figura 3.5.

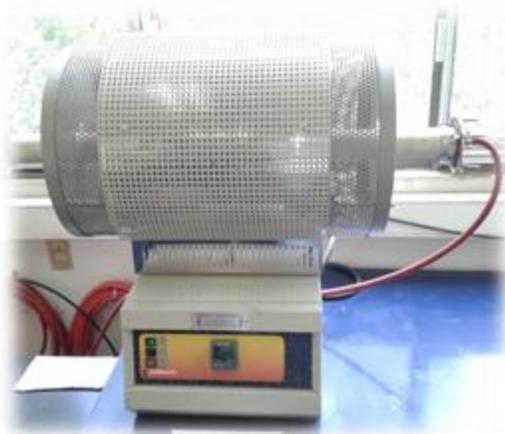


Figura 3.5 Horno Carbolite tipo STF 161180

Las muestras fueron sometidas a la temperatura recomendada para estos materiales [15]. La figura 3.6 presenta el ciclo térmico seguido en la infiltración de la matriz en el preformado poroso de AlN, donde la primera rampa fue de 20 °C/min hasta 800°C con tiempo de permanencia de un minuto y la segunda rampa de 10 °C/min hasta 850°C con una permanencia de 12 min, como se muestra en la figura 3.7.

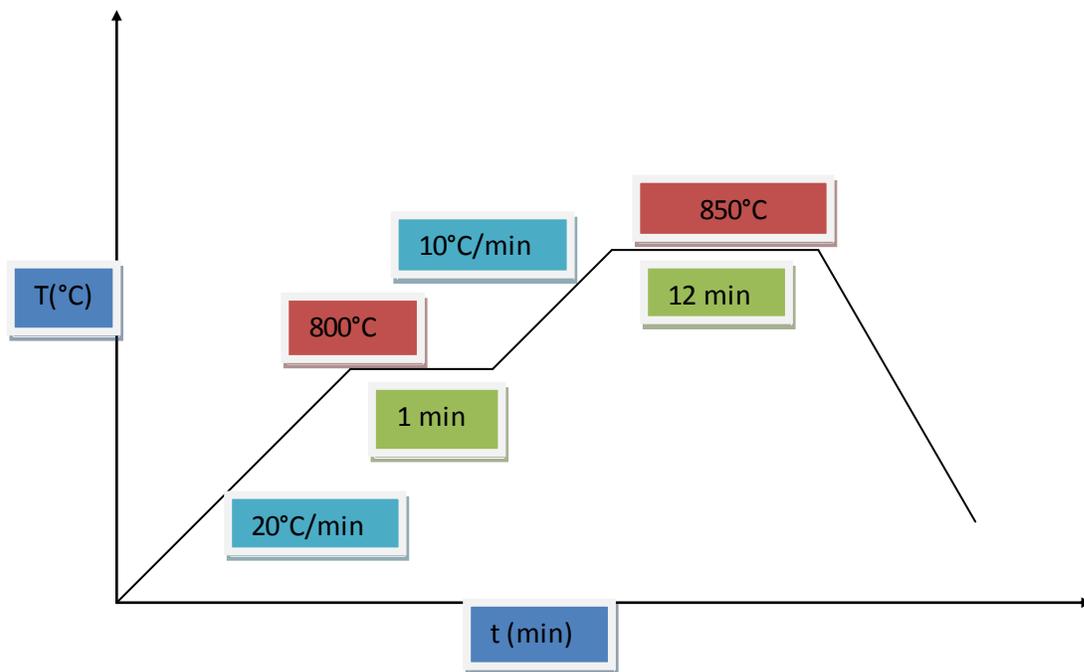


Figura 3.6 Rampa de temperaturas y tiempos de permanencia en la infiltración.

Una vez enfriado el horno y sacadas del mismo, su aspecto fue el que se ilustra en la figura 3.7, donde a) tal como salen del horno y b) removiendo el exceso de aleación.

Cabe resaltar que la infiltración del metal líquido de Mg-AZ91E se realiza en las preformas de AlN en verde donde el buen mojado que existe del metal en el cerámico permite infiltrar las muestras sin fracturarlas. Tradicionalmente, es necesario dar un presinterización a temperatura mayor de 1500°C a la preforma cerámica con el propósito de incrementar la resistencia de la pastilla y que pueda

soportar la presión durante la infiltración del metal. Así, con nuestra técnica podemos aportar la eliminación de esta etapa en el proceso de manufactura de materiales compuestos de matriz metálica.

La figura 3.7 muestra las pastillas a) infiltradas recién salidas del horno y b) pulidas y sin exceso.



Figura 3.7 Pastillas infiltradas a) al salir del horno, b) pulidas y sin exceso.

Para conocer la composición y morfología de cada uno de los compuestos producidos se prepararon metalográficamente con lijas de SiC con malla de 240 hasta 1500, utilizando alúmina en solución de 1μ , 0.3μ y 0.05μ al ser pulidas con paño por cinco minutos con cada solución de alúmina, antes de pasar a la caracterización de los materiales por microscopía electrónica y difracción de rayos X.

3.5 Distribución de tamaño de partícula

El equipo utilizado para conocer la distribución de tamaño de partícula es un modelo LS100Q, marca COULTER, mostrado en la figura 3.8 permitiendo encontrar y clasificar la distribución de tamaño de partícula de los tres polvos de AlN utilizados en la producción de los compactos porosos en verde.



Figura 3.8 Analizador de distribución de tamaño de partícula LS100Q

3.6 Difracción de rayos X

El equipo utilizado para caracterizar los compuestos por difracción de rayos X, fue un difractómetro modelo D5000, marca SIEMENS, en donde se observan tanto las fases cristalográficas de los polvos de AlN iniciales como de los compuestos finales. El equipo es mostrado en la figura 3.9 y es operado con una lámpara de Cu en el rango de barrido de 10 a 90° con un paso de 0.02 grados.



Figura 3.9 Diffractómetro de rayos x marca SIEMENS.

3.7 Caracterización estructural

Se examinó la sección transversal de los compuestos, previa preparación de pulido, el equipo utilizado para conocer la morfología de los polvos y el compuesto fue un microscopio electrónico de barrido de emisión de campo de alta resolución, modelo JMS-6400, marca JEOL, mostrado en la figura 3.10.

Además se realizaron microanálisis por EDS (espectrómetro de dispersión de energía) en el material compuesto con el propósito de identificar la distribución cualitativa y cuantitativa de los elementos presentes en el compuesto, tanto en la matriz como en el refuerzo.

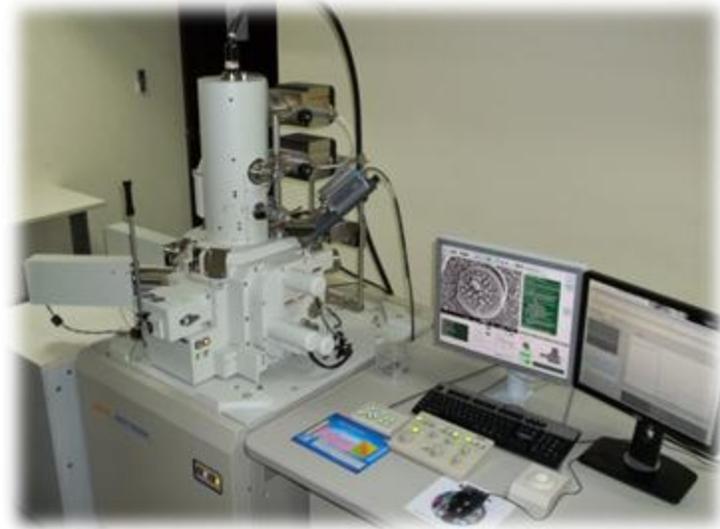


Figura 3.10 Microscopio electrónico de barrido.

3.8 Evaluación del módulo de Young

La prueba mecánica fundamental para determinar la eficiencia de un material en aplicaciones electrónicas o estructurales es su grado de rigidez, el cual fue determinado por medio de una prueba no destructiva de acuerdo a la norma ASTM E1876-97. Las pruebas para determinar el coeficiente de expansión térmica se realizaron en un dilatómetro vertical Linseis L75 en atmósfera de nitrógeno entre 25 y 300°C.

3.9 Dureza

El propósito de la prueba de dureza es medir cuantitativamente la resistencia de un material a la deformación plástica. La prueba de dureza Vickers es común debido a su capacidad de amplio rango de carga. Se hicieron ensayos para determinar la dureza en vickers HV de los compuestos AZ91E/AlN mediante un durómetro en distintas zonas del compuesto con el fin de obtener los suficientes valores para sacar un buen promedio.

3.10 Conductividad térmica

Las muestras a medir fueron seccionadas a un espesor de aproximadamente 5 mm hasta quedar paralelas las dos caras. La conductividad térmica se midió en un equipo Linseis LFA 1000 entre 25 a 300°C.



Figura 3.11 Equipo Linseis para medir la conductividad térmica.

CAPITULO IV ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

Las propiedades de los materiales compuestos están relacionadas con sus características microestructurales, como también de los materiales que lo constituyen. Este capítulo se inicia con la presentación de la caracterización de los materiales de inicio usados en el trabajo. Se presentan los resultados obtenidos mediante la técnica de infiltración por capilaridad sin presión externa, y caracterización de los materiales compuestos producidos empleando tres tipos de polvos de AlN con distinta distribución de tamaño de partícula.

4.1 Caracterización de los materiales de inicio

4.2 Aleación de Magnesio AZ91E

En el presente trabajo se usó como matriz la aleación de magnesio AZ91E para la fabricación de los compuestos. La figura 4.1 muestra la micrografía de la aleación de Mg-AZ91E analizada mediante microscopia electrónica de barrido, en la que se observa la presencia de algunos precipitados correspondientes a la fase $\beta - Mg_{17}Al_{12}$, fase característica de las aleaciones de Mg-Al en la matriz de magnesio, del diagrama de fases Mg-Al.

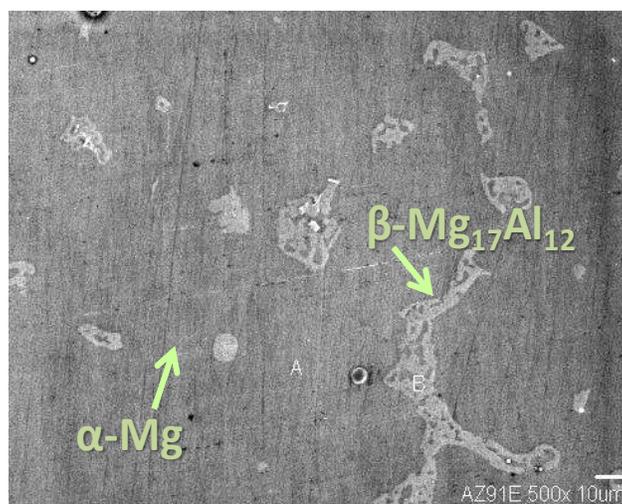


Figura 4.1. Estructura típica de la aleación AZ91E con la presencia de precipitados $\beta - Mg_{17}Al_{12}$

Así mismo en la figura 4.2 se presenta el patrón de difracción de rayos X de esta aleación AZ91E corroborando la fase de los precipitados $\beta - Mg_{17}Al_{12}$

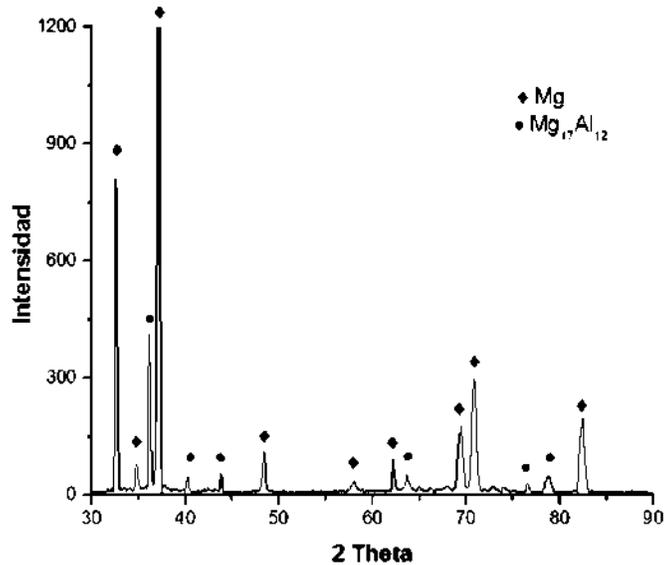


Figura 4.2 Difracción de rayos X por la aleación AZ91E.

4.3 Nitruro de aluminio

La distribución de tamaño de partícula, así como el enlace químico entre los cristales de aluminio y nitrógeno, son factores importantes que influyen en las propiedades mecánicas del material cerámico.

Como se mencionó anteriormente, en el presente trabajo se utilizaron para la fabricación de los compuestos polvos de AlN con tres distintas distribuciones de tamaño de partícula (<17 μm , 7-10 μm y <10 μm) como refuerzo y como matriz de aleación Mg-AZ91E, recordando que para la fabricación del compuesto no se utilizó presinterización antes de la infiltración y contribuyendo a un ahorro energético. En la tabla 4.1 se presenta la denominación de los tres polvos de AlN con distribución de tamaño de partícula diferente y como nos referiremos a ellas en un futuro.

Tabla 4.1 Denominación de los polvos de AlN

Muestra:	A	B	C
Tamaño de partícula (μm):	<17	7-10	<10

La morfología de los polvos de AlN observados en el microscopio electrónico de barrido muestra la presencia de partículas de forma granular, irregulares y sin forma geométrica definida. También es apreciable la distribución irregular en el tamaño de las tres muestras. No obstante, aunque son tres muestras de tres tamaños distintos, sólo la muestra A es la que es fácilmente reconocible debido a que es la más grande. En las muestras B y C esta diferencia de tamaño no es tan apreciable. Las imágenes de la figura 4.3 corresponden a los polvos de AlN para las muestras a) A (<17 μm), b) B (7-10 μm) y c) C (<10 μm).

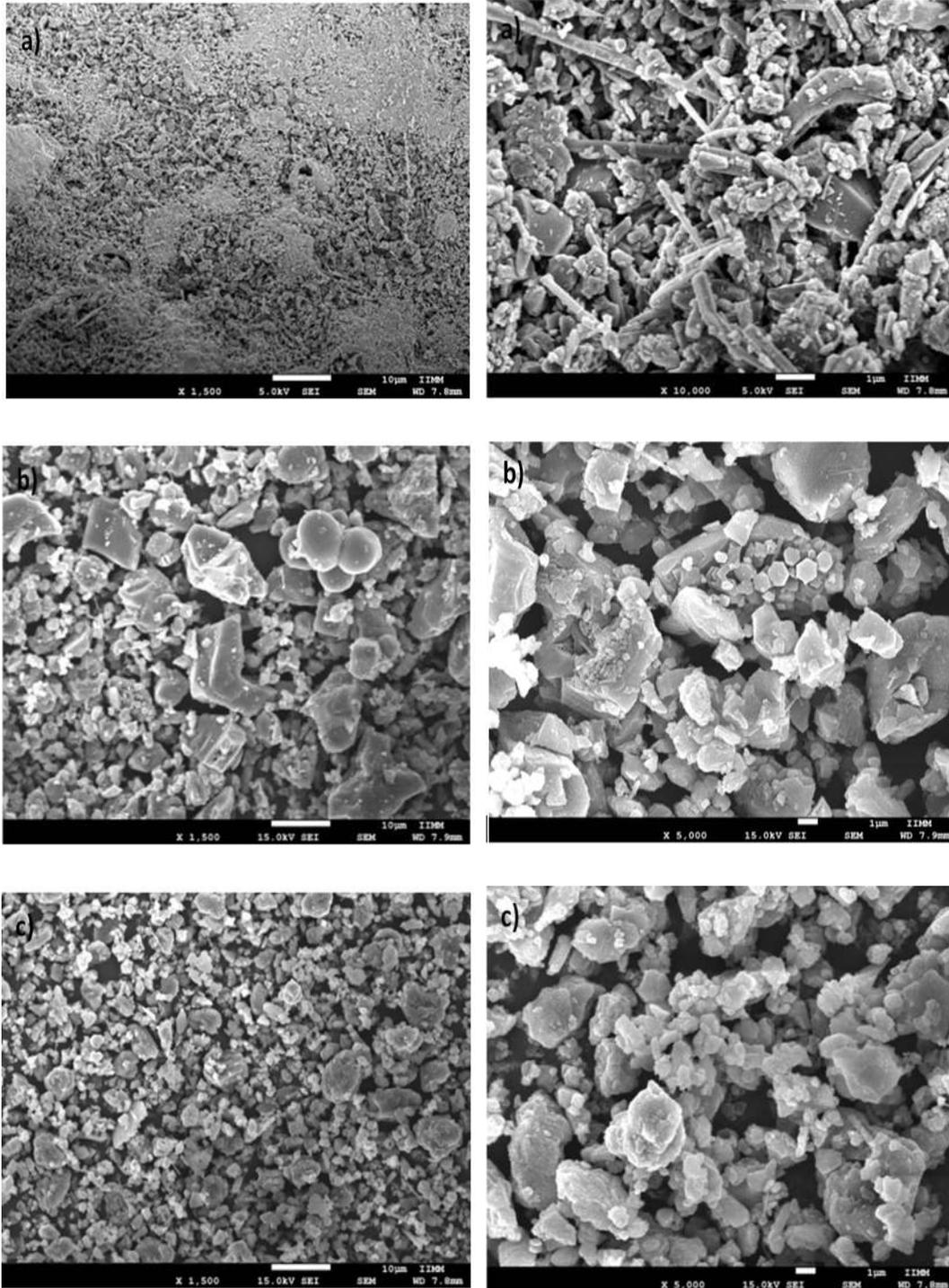


Figura 4.3 Imágenes de los polvos de AlN tomados por microscopía electrónica para los polvos a) A ($<17\ \mu\text{m}$), b) B ($7\text{-}10\ \mu\text{m}$) y c) C ($<10\ \mu\text{m}$).

Como se puede apreciar en las imágenes de la morfología de polvos del AIN, la muestra con el tamaño más grande de partículas es la muestra A, las muestras B y C son similares. Enseguida, se analizaron las gráficas de distribución de tamaño de partícula de las tres muestras.

4.4 Distribución de tamaño de partícula

Con el propósito de corroborar la distribución de tamaño de partícula de los polvos de AIN y comprobar si corresponden a lo especificado por el proveedor, se obtuvo gráficas para los distintos polvos en relación a su diámetro de partícula y su porcentaje volumen.

En la figura 4.4 se reporta la gráfica de diámetro de partícula contra el porcentaje volumen de la muestra A ($<17 \mu\text{m}$), en esta muestra existe una mayor concentración de volumen en partículas, con un diámetro de 8 a 20 μm . También hay presencia de partículas de menor tamaño en menor cantidad hasta llegar a las más pequeñas de 0.04 μm . Lo que muestra una distribución de heterogénea del tamaño de partícula. Sin embargo se tiene mayor cantidad de partículas grandes entre 8 y 20 μm . La muestra aunque de tamaño de partícula grande con respecto de las demás, no es precisamente más grande en su mayoría que 17 μm .

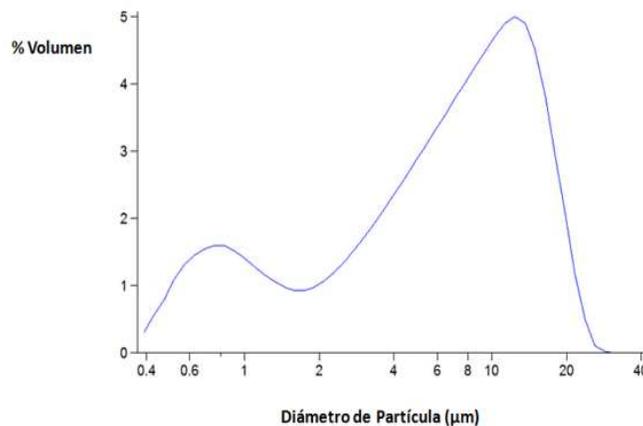


Figura 4.4 Distribución de diámetro de partícula contra % volumen para la muestra A ($<17 \mu\text{m}$)

Por otro lado, en la figura 4.5 se ve la distribución de tamaño de partícula contra el porcentaje volumen de la muestra B (7-10 μm), en la que existe una mayor concentración en volumen de partículas con un diámetro en los intervalos de 0.6 a 1 μm y 4 a 8 μm , donde el pico con mayor % volumen se encuentra en 6 μm . También hay presencia de partículas de menor y mayor tamaño, en menor cantidad, con el límite superior hasta 10 μm al límite inferior de 0.04 μm . Existe una cierta coincidencia con lo especificado por el proveedor, siendo el tamaño en mayor proporción volumétrica de 4 a 8 μm .

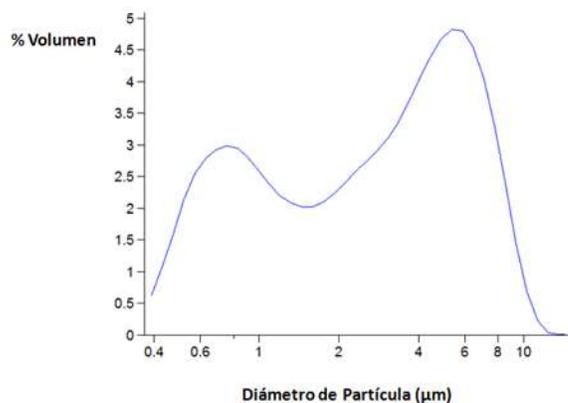


Figura 4.5 Distribución de diámetro de partícula contra % volumen para la muestra B (7-10 μm)

De igual forma, en la figura 4.6 se reporta la gráfica de diámetro de partícula contra el porcentaje volumen de la muestra C (<10 μm); en esta muestra existe una mayor concentración de volumen en partículas, con un diámetro en los intervalos de 0.6 a 1 μm disminuyendo en el intervalo de 4 a 8 μm , donde el pico con mayor % volumen se encuentra en 0.6 μm . También hay presencia de partículas de menor y mayor tamaño, en menor cantidad, con el límite superior hasta 17 μm al límite inferior de 0.04 μm . También existe cierta coincidencia con lo especificado por el proveedor, encontrando que el tamaño en mayor proporción volumétrica está en el intervalo de 0.5 a 1 μm . Por ello, podemos afirmar que la muestra C (<10 μm) es la que contiene el mayor volumen de tamaño de partícula más pequeño.

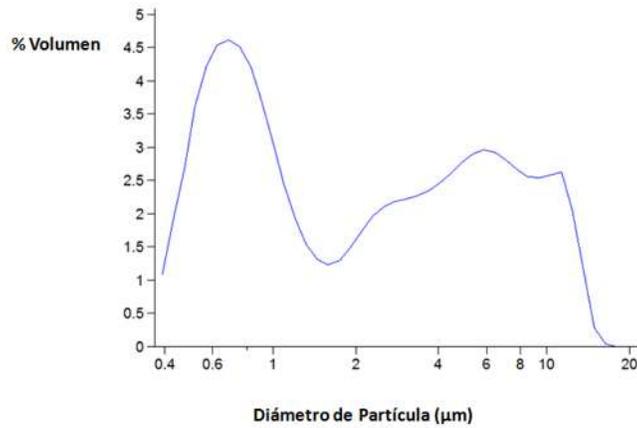
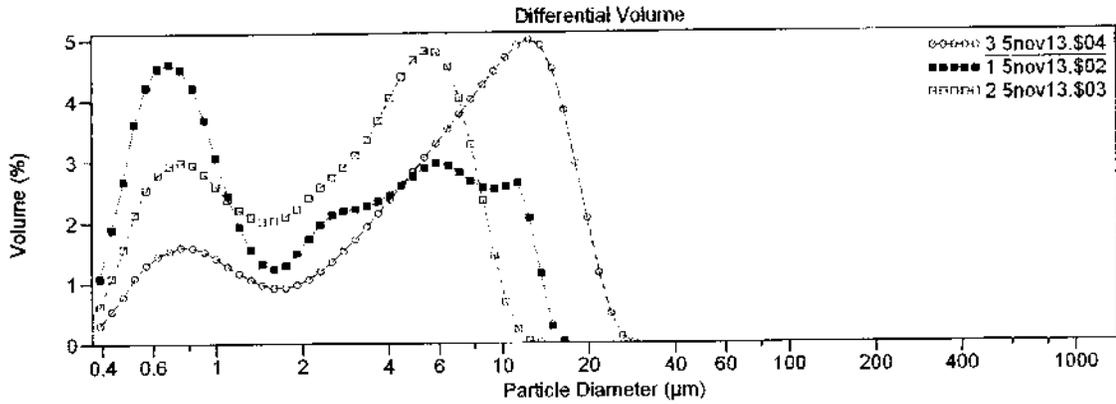


Figura 4.6 Distribución de diámetro de partícula contra % volumen para la muestra A (<10 μm).

Con el propósito de comparar los tres tipos de polvos de AIN en sus distintas distribuciones de tamaño de partícula, se presentan las tres curvas en la figura 4.7 con los resultados obtenidos por el equipo empleado con el reporte proporcionado en el análisis.



Volume Statistics (Arithmetic) 3 nov13.\$04

Calculations from 0.375 µm to 948.3 µm:

Volume:	100%				
Mean:	7.766 µm	S.D.:	5.661 µm		
Median:	6.946 µm	C.V.:	72.9%		
D(3,2):	2.726 µm				
Mode:	12.40 µm				
% <	10	25	50	75	90
µm	0.860	2.835	6.946	11.82	15.88

Volume Statistics (Arithmetic) 1 nov13.\$02

Calculations from 0.375 µm to 948.3 µm:

Volume:	100%				
Mean:	3.595 µm	S.D.:	3.545 µm		
Median:	2.087 µm	C.V.:	98.6%		
D(3,2):	1.281 µm				
Mode:	0.688 µm				
% <	10	25	50	75	90
µm	0.554	0.758	2.087	5.641	9.373

Volume Statistics (Arithmetic) 2 nov13.\$03

Calculations from 0.375 µm to 948.3 µm:

Volume:	100%				
Mean:	3.395 µm	S.D.:	2.523 µm		
Median:	2.868 µm	C.V.:	74.3%		
D(3,2):	1.596 µm				
Mode:	5.354 µm				
% <	10	25	50	75	90
µm	0.641	1.047	2.868	5.235	7.094

Figura 4.7 Resultados obtenidos por el equipo con sus curvas de distribución de tamaño.

Así del LS analizador de tamaño de partícula utilizado podemos obtener la tabla 4.2 con los datos promedio de las distribuciones de tamaño de partícula de las tres muestras.

Tabla 4.2 Promedio del tamaño de partícula de las muestras A, B y C.

Muestra	Tamaño de partícula promedio (μm):
A (<17 μm)	7.766
B (7-10 μm)	3.595
C (<10 μm)	3.395

4.5 Difracción de Rayos x a los polvos de AlN

Las fases presentes en los polvos iniciales se determinaron mediante difracción de rayos-X y los patrones de difracción correspondientes se muestran en la figura 4.8 para los tres tipos de polvos de AlN empleados, de donde también se observa que los picos de las intensidades correspondientes a cada polvo coinciden entre las tres, por ello se muestran los tres polvos en una misma gráfica. De acuerdo con la indexación realizada, se corroboró que las reflexiones principales coinciden en los ángulos e intensidades únicamente del compuesto AlN; ya que no se encontraron picos adicionales, podemos decir que no hay existencia de otra fase, o contaminaciones en los polvos de AlN.

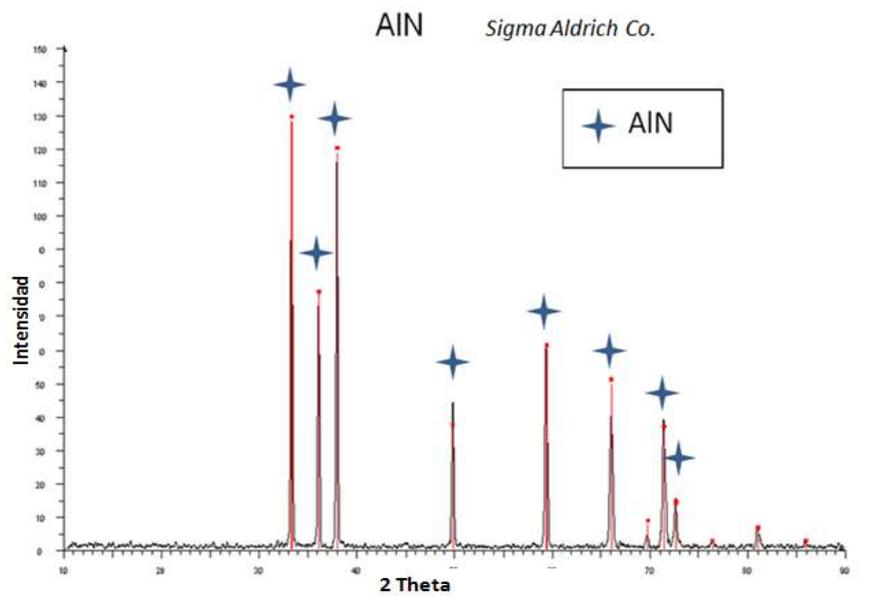


Figura 4.8 Espectro de difracción de rayos X de los polvos de AlN de las muestras A (<17 μm), B (7-10 μm) y C (<10 μm)

4.6 Caracterización del compuesto Mg-AZ91E/AlN

Las propiedades de los materiales compuestos están relacionadas con sus características microestructurales, así como de los materiales que los constituyen. En esta sección se presentan los resultados de la caracterización del compuesto Mg-AZ91E/AlN. Es recomendable observar la distribución de la fase reforzante en la matriz, así como las fases presentes en el material compuesto, ya que de esto dependen algunas propiedades mecánicas, térmicas y eléctricas.

Con el propósito de caracterizar los tres materiales compuestos, se presenta la caracterización microestructural por microscopía electrónica de barrido para observar la morfología, así como un análisis cualitativo por mapeo de elementos y uno cuantitativo por análisis en línea o *"line scan"*, para cada uno de los compuestos y se concluirá con un análisis comparativo entre los tres compuestos.

En la figura 4.9 se observa la distribución del refuerzo AlN en la matriz de Mg-AZ91E para el compuesto infiltrado a 850 °C por 12 minutos, recordando que se emplean los compactos en verde de los polvos de AlN sin una previa presinterización para la denominación en tamaño de A (<17 µm).

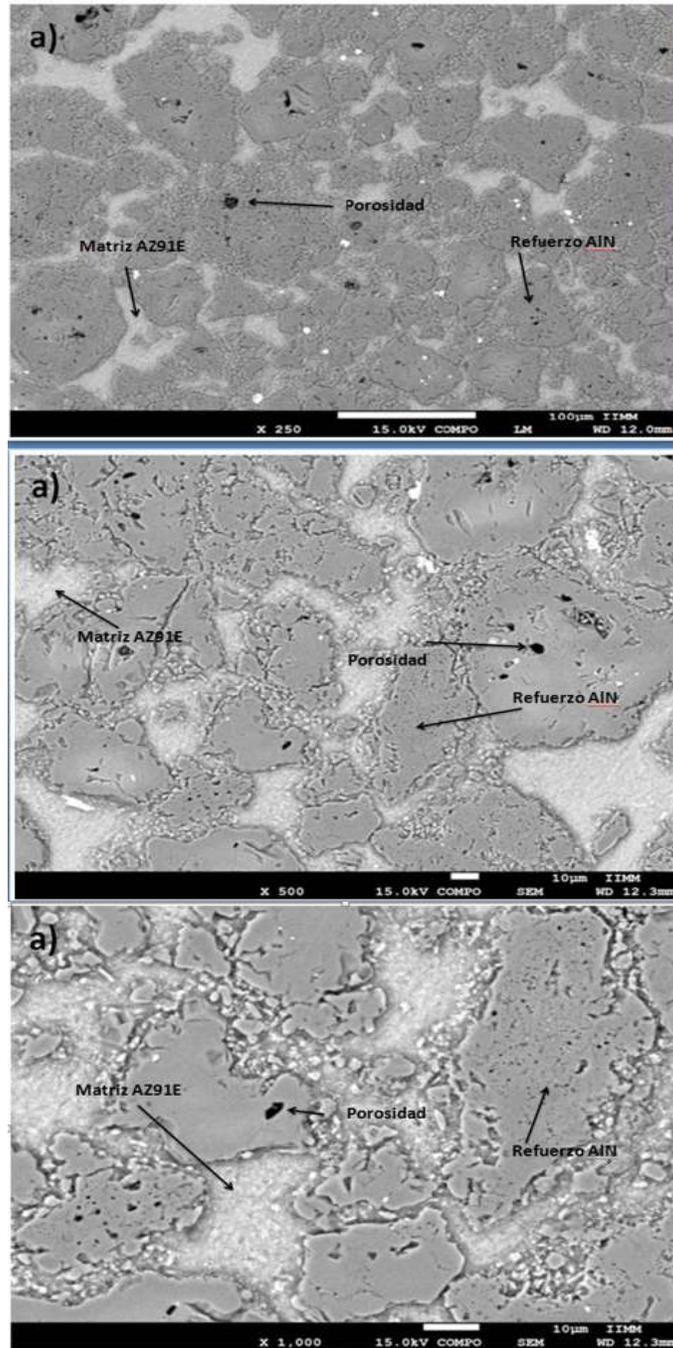


Figura 4.9 Micrografía por microscopía electrónica de barrido del compuesto Mg-AZ91E/AlN para los polvos A (<17 µm) a distintos aumentos.

Por otro lado, en la figura 4.10 presentamos la distribución del refuerzo AlN en la matriz de Mg-AZ91E para el compuesto infiltrado a 850 °C por 12 minutos, recordando que se emplean los compactos en verde de los polvos de AlN sin una previa presinterización para la denominación en tamaño de B (7-10 µm).

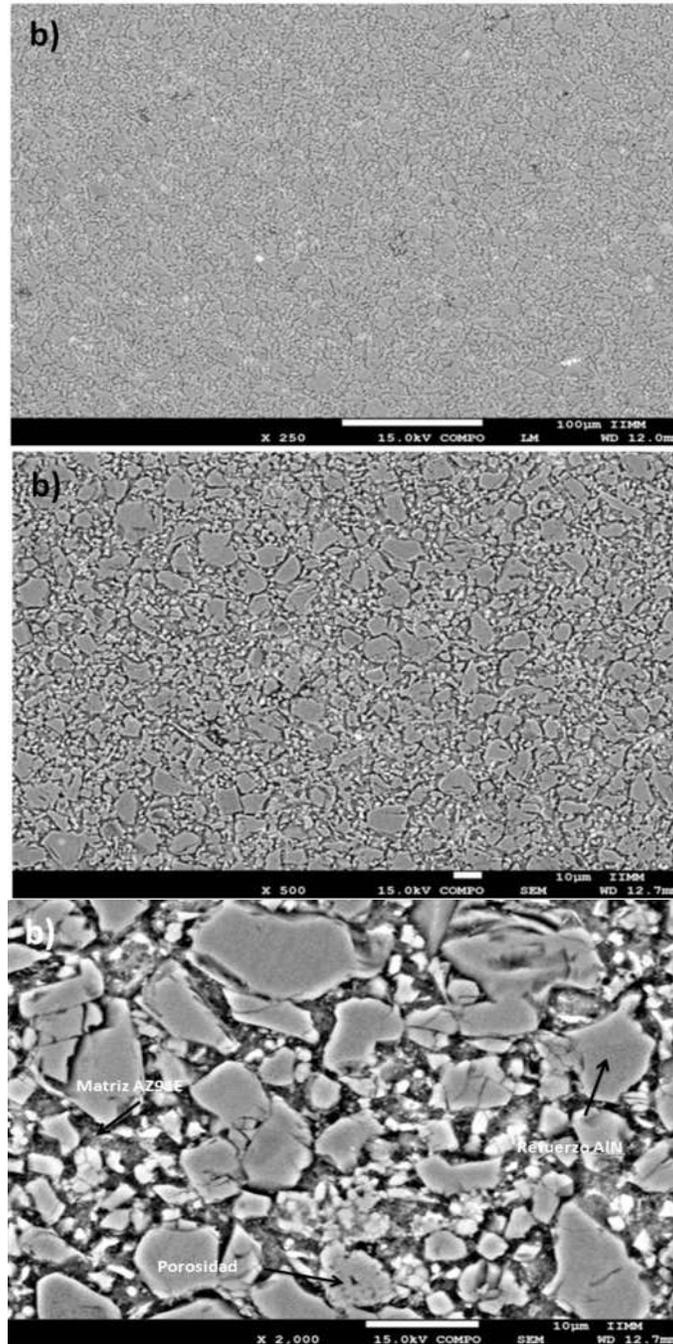


Figura 4.10 Micrografía por microscopía electrónica de barrido del compuesto Mg-AZ91E/AlN para los polvos B (7-10 µm) a distintos aumentos.

Por otra parte, en la figura 4.11 se observa la distribución del refuerzo AlN en la matriz de Mg-AZ91E para el compuesto infiltrado a 850 °C por 12 minutos, recordando que se

emplean los compactos en verde de los polvos de AlN sin una previa presinterización para la denominación en tamaño de C (<10 μm).

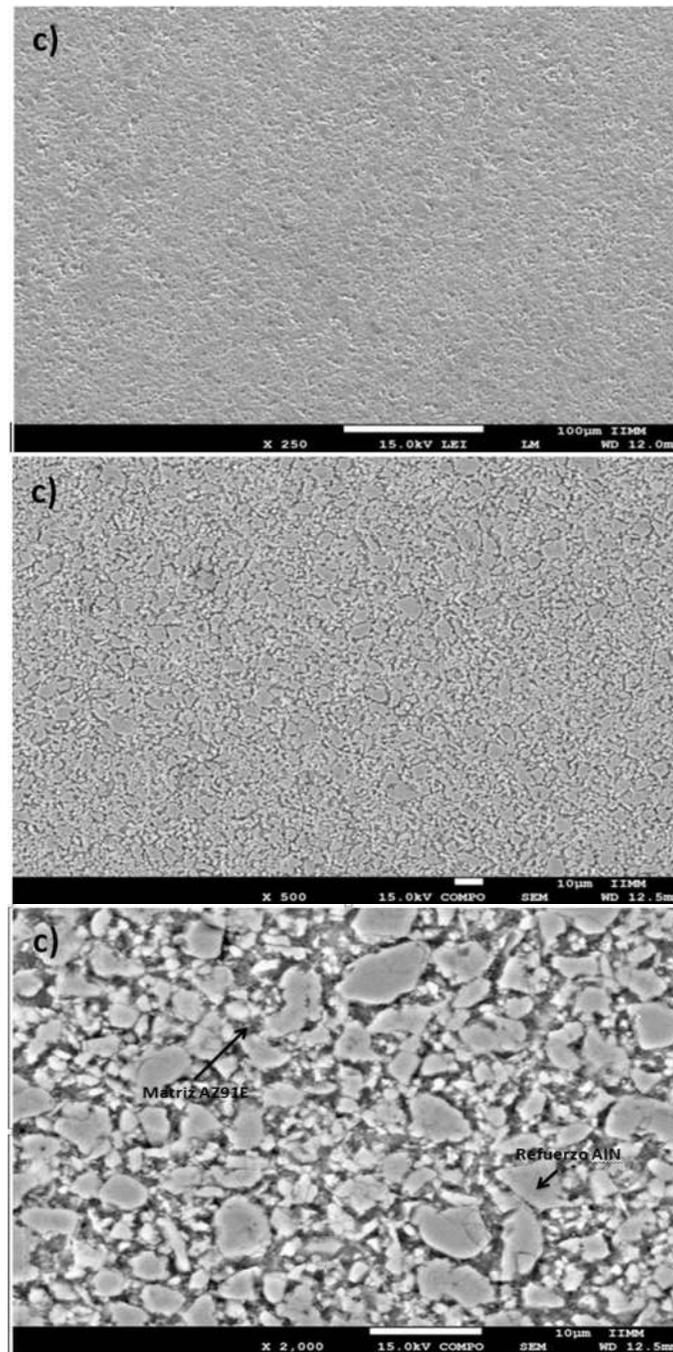


Figura 4.11 Micrografía por microscopía electrónica de barrido del compuesto Mg-AZ91E/AlN para los polvos C (<10 μm) a distintos aumentos.

En las figuras 4.9 a 4.11 se muestran las micrografías del compuesto Mg-AZ91E/AlN, en donde es mucho más perceptible la diferencia de tamaño entre los tres compuestos. En la microestructura óptica de las tres muestras del compuesto infiltrado a 850 °C se observa una distribución homogénea de partículas de AlN en la matriz de Mg-AZ91E, lo que indica que la infiltración, así como su tiempo de residencia y la temperatura, fueron las indicadas.

La dispersión de las partículas (región gris oscura) dentro de la matriz (gris claro) como se muestra dio muy buenos resultados, no obstante, los tres compuestos A, B y C de las figuras 4.9 a 4.11, muestran porosidad en el material. Dicha porosidad se debe a la irregularidad entre las distintas partículas, no existe ninguna homogeneidad respecto al tamaño, lo que provoca la formación de cavidades por arqueamiento cuando se comprime. Y cuando se realiza la infiltración hay espacios en los que la aleación de Mg-AZ91E no le es posible llegar a estas condiciones. Así como también es originada por el desprendimiento de partículas de menor tamaño que quedaron atrapadas en los huecos formados entre partículas de mayor tamaño durante la infiltración y las cuales se desprenden durante la preparación metalográfica, efecto atribuido a la diferencia de dureza que existe entre la aleación de Mg-AZ91E y el AlN, es posible también que en el desbastado cierta cantidad del refuerzo haya sido desprendido de la superficie originando porosidad superficial del compuesto.

En la figura 4.23 es más sencillo notar la diferencia de tamaño entre las muestras B y C, ya que, como se mencionó anteriormente la muestra con mayor tamaño de partícula de AlN es la A, la muestra C es la que tiene el menor tamaño de partícula de AlN y la muestra B la intermedia entre esas dos.

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

Con el propósito de corroborar que la distribución del refuerzo en la matriz de magnesio sea homogénea se realizaron pruebas de análisis químicos elementales a los diferentes compuestos. La figura 4.12 presenta un mapeo de la distribución de los principales elementos, Mg, N y Al de los compuestos Mg-AZ91E/AIN, en el cual es evidente que las partículas de AIN están uniformemente dispersas, por el otro lado se observa que la aleación Mg-AZ91E se distribuye a lo largo del compuesto. El análisis de mapeo de elementos constituye una técnica cualitativa que describe el lugar en la imagen del compuesto donde existe un elemento atómico representado por la brillantez del color hasta las partes oscuras que describen la ausencia total de este componente. Así en la figura 4.12 se puede ver el mapeo para el Mg, Al y N. Se observa la coincidencia en presencia de Al y N, se corrobora la parte de la partícula de AIN y por otro lado se presenta el mapeo de Mg en la parte continua del compuesto y observamos la ausencia (partes oscuras) en la parte de las partículas de AIN.

Además, conforme se observa en las figuras 4.12 a 4.14, existe mayor a menor tamaño la distribución de los elementos Mg, Al y N es cada vez mejor, debido a las cavidades existentes y a una mejor distribución y ordenamiento debido a su menor tamaño de partícula en las muestras B y C.

Por otro lado, buscando la posible presencia de una interacción entre el refuerzo y la matriz como un producto de reacción o interfase, se realizaron análisis químicos cuantitativos por rastreo.

La figura 4.12 muestra los perfiles de composición para los componentes de Al, N y Mg en el compuesto Mg-AZ91E/AIN producido empleando polvos del tipo A (<17 μm).

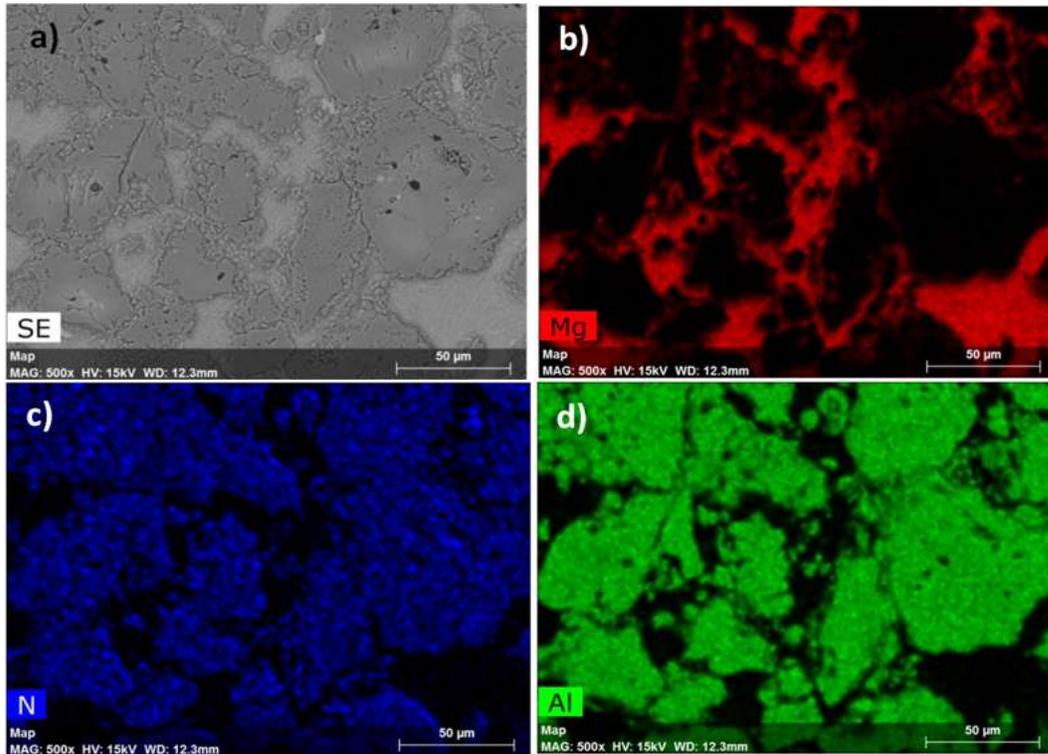


Figura 4.12 a) Micrografía del compuesto AZ91E/AlN. Distribución atómica de los elementos químicos correspondientes al b) Magnesio, c) Nitrógeno, d) Aluminio para la muestra A (<math><17 \mu\text{m}</math>).

La figura 4.13 muestra los perfiles de composición para los componentes de Al, N y Mg en el compuesto Mg-AZ91E/AlN producido empleando polvos del tipo B (7-10 μm).

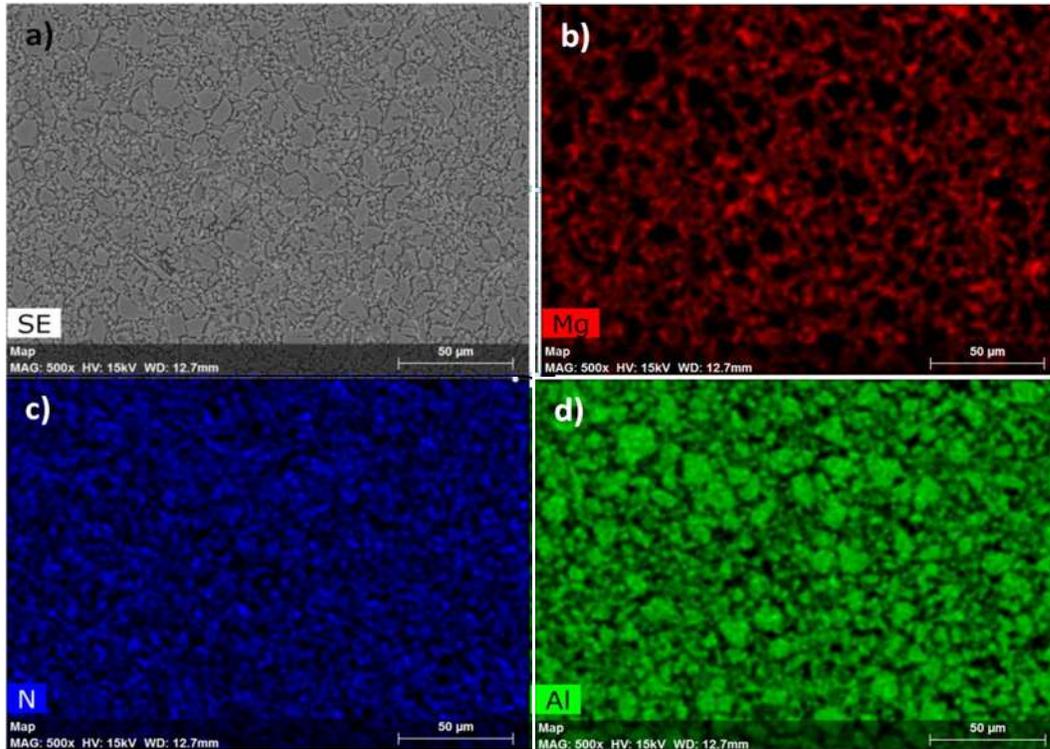


Figura 4.13 a) Micrografía del compuesto AZ91E/AlN. Distribución atómica de los elementos químicos correspondientes al b) Magnesio, c) Nitrógeno, d) Aluminio para la muestra B (7-10 μm).

La figura 4.14 muestra los perfiles de composición para los componentes de Al, N y Mg en el compuesto Mg-AZ91E/AlN producido empleando polvos del tipo C (<10 μm).

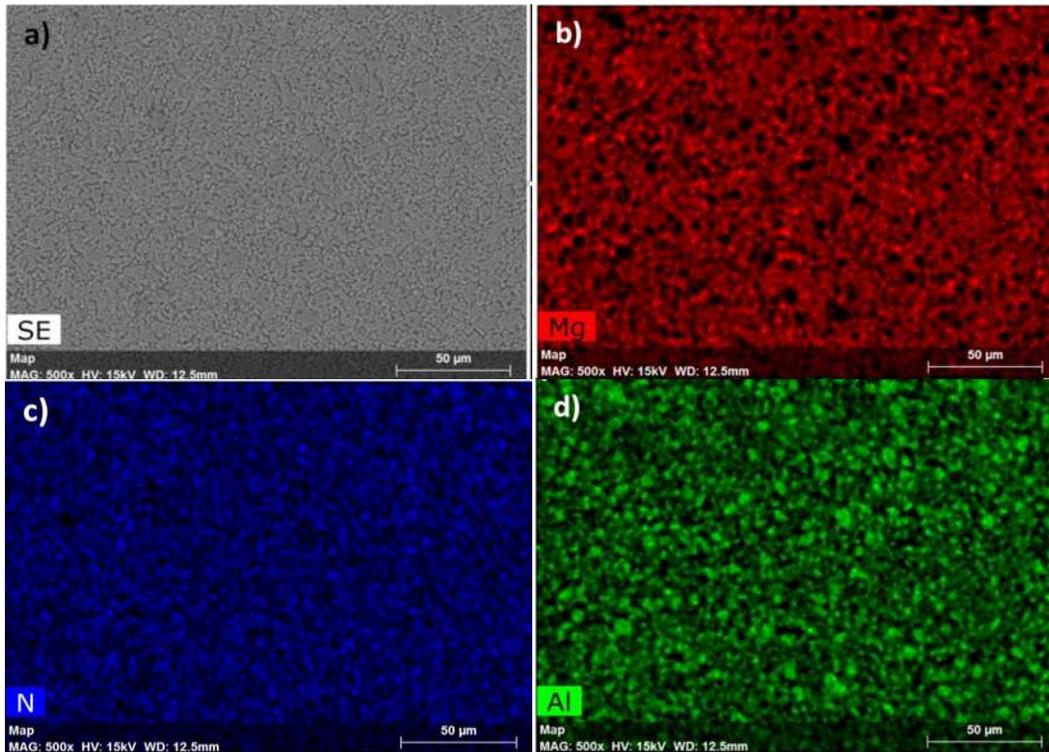


Figura 4.14 a) Micrografía del compuesto AZ91E/AlN. Distribución atómica de los elementos químicos correspondientes al b) Magnesio, c) Nitrógeno, d) Aluminio para la muestra C (<10 μm).

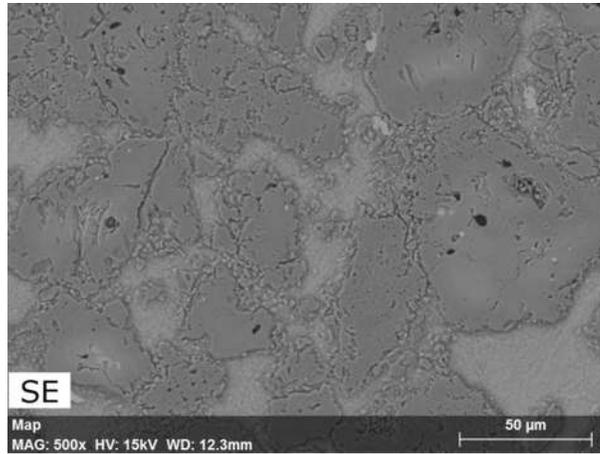


Figura 4.15 Micrografía del compuesto AIN/Mg-AZ91E tipo A (<17 μm)

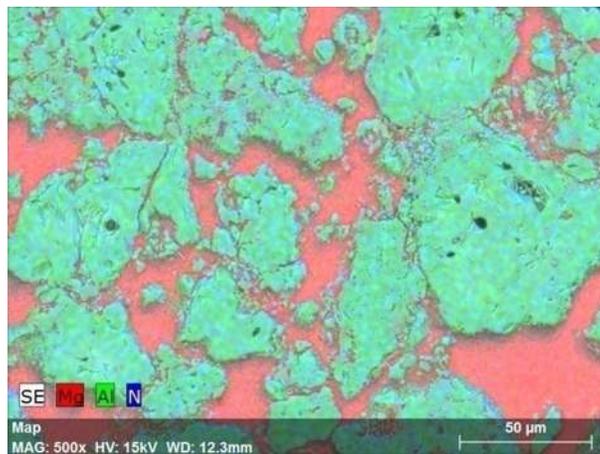


Figura 4.16 Mapeo del compuesto AIN/Mg-AZ91E tipo A (<17 μm)

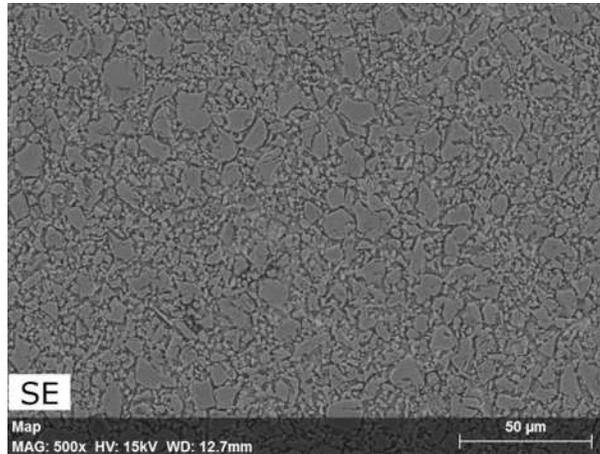


Figura 4.17 Micrografía del compuesto AIN/Mg-AZ91E tipo B (7-10 μm)

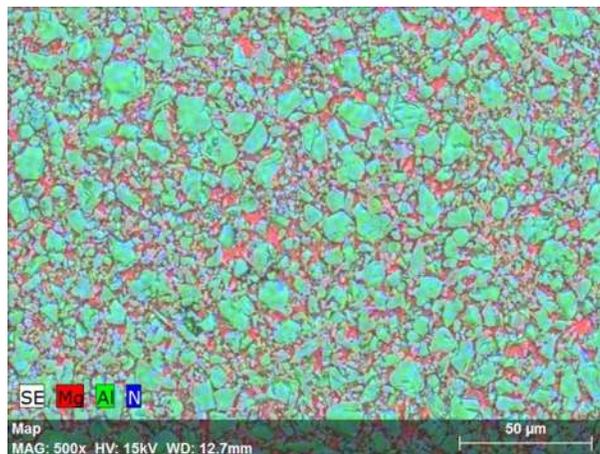


Figura 4.18 Mapeo del compuesto AIN/Mg-AZ91E tipo B (7-10 μm)

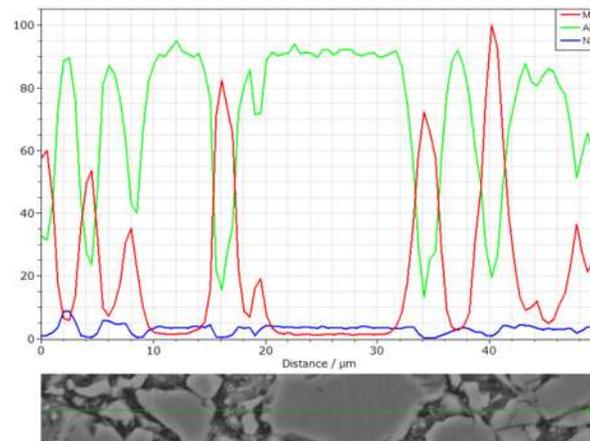


Figura 4.19 Análisis por rastreo del compuesto AIN/Mg-AZ91E tipo B (7-10 μm)

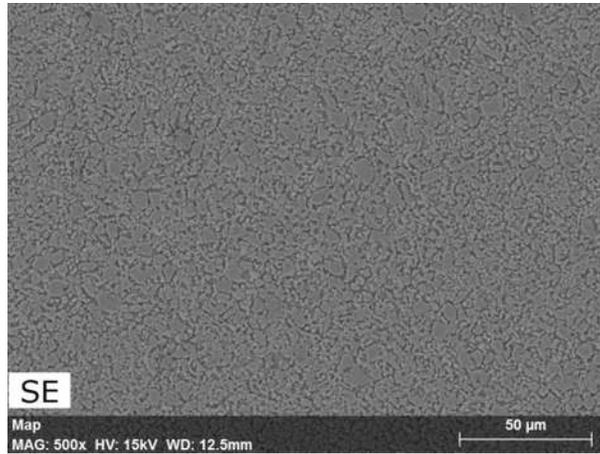


Figura 4.20 Micrografía del compuesto AIN/Mg-AZ91E tipo C (<10 μm)



Figura 4.21 Mapeo del compuesto AIN/Mg-AZ91E tipo C (<10 μm)

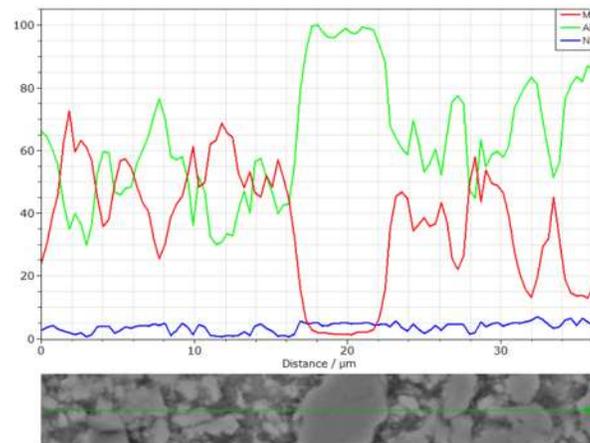


Figura 4.22 Análisis por rastreo del compuesto AIN/Mg-AZ91E tipo C (<10 μm)

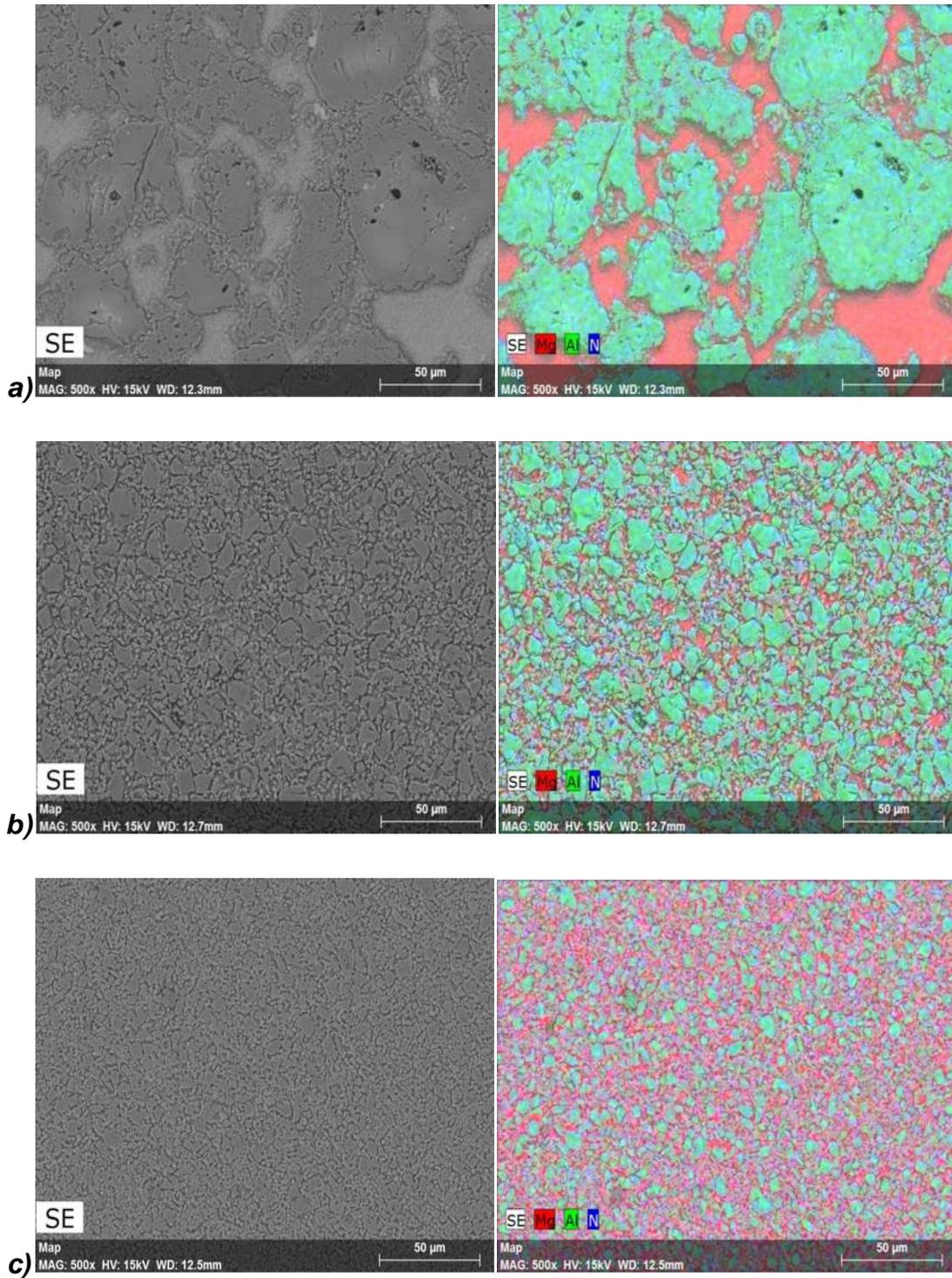


Figura 4.23 Micrografías y mapeos de los compuestos AlN/Mg-AZ91E a) A ($<17\mu\text{m}$), b) B ($7\text{-}10\mu\text{m}$) y c) C ($<10\mu\text{m}$).

4.7 Difracción de rayos X de los componentes AlN/Mg-AZ91E

En la figura 4.24 se observa el patrón de difracción de rayos x para el compuesto AlN/Mg-AZ91E producidos con los polvos tipo A (<17 µm). Se observa que los picos de mayor intensidad corresponden al AlN, además de los picos de AlN. Se observan picos de las fases de los óxidos de magnesio y aluminio y los precipitados típicos de la aleación Mg-AZ91E, que coinciden con los reportados [15].

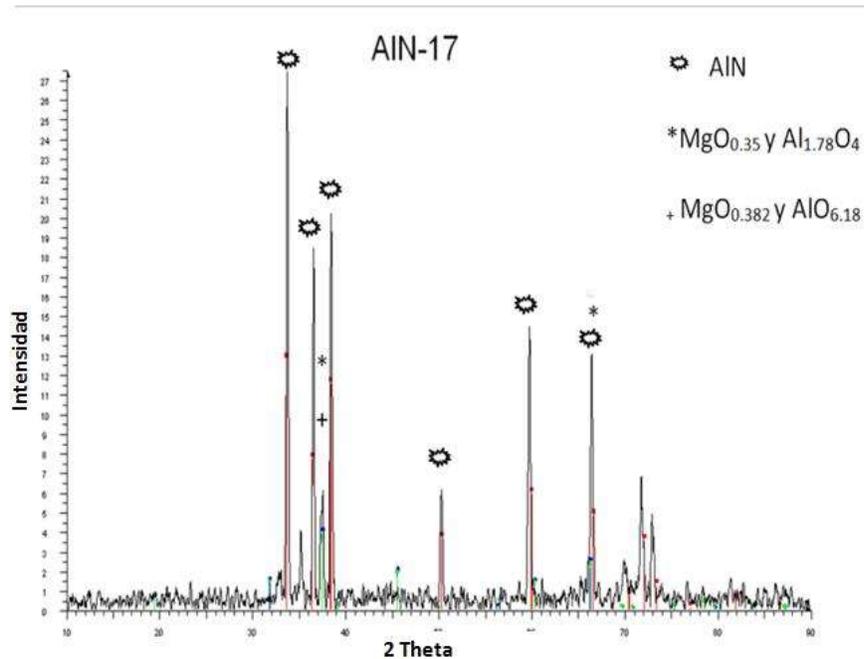


Figura 4.24 Espectro de difracción de rayos X del compuesto Mg-AZ91E/AlN de la muestra A (<17 µm).

En la figura 4.25 se observa el patrón de difracción del compuesto Mg-AZ91E/AlN producidos con los polvos tipo B (7-10 µm). Se nota que los picos de mayor intensidad corresponden al AlN, además de los picos de AlN, así mismo se observan picos de las fases los óxidos de magnesio y en menor cantidad la presencia de zinc y precipitados típicos de la aleación Mg-AZ91E, que coinciden con los reportados [15].

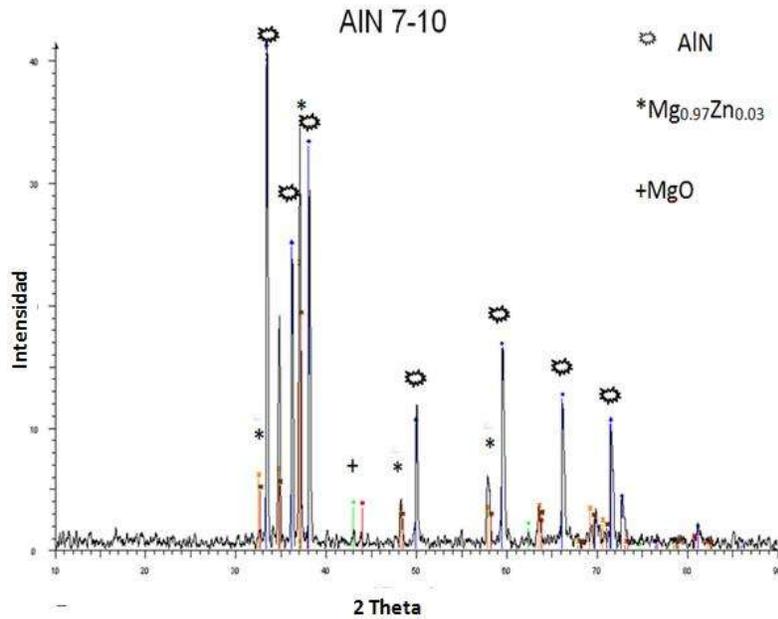


Figura 4.25 Espectro de difracción de rayos X del compuesto Mg-AZ91E/AlN de la muestra B (7-10 μm).

Por último, la figura 4.26 presenta el patrón de difracción en los compuestos Mg-AZ91E/AlN producidos con los polvos tipo C ($<10 \mu\text{m}$). Se observa que los picos de mayor intensidad corresponden al AlN, además de los picos de AlN, así mismo se observan picos de las fases los óxidos de magnesio y aluminio y precipitados típicos de la aleación Mg-AZ91E, que coinciden con los reportados [15].

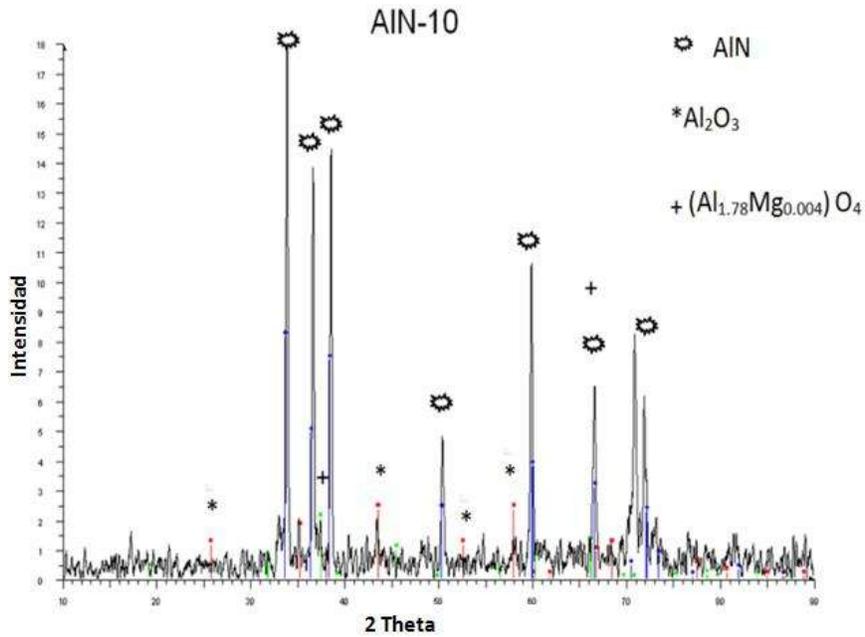


Figura 4.26 Espectro de difracción de rayos X del compuesto Mg-AZ91E/AlN de la muestra C (<10 μm).

De estos estudios de rayos x se puede concluir que no se observa una interacción entre el AlN y la aleación Mg-AZ91E que produzca una interfase. Sin embargo, para poder ser detectada en el equipo se requiere una cantidad mayor al 5 % en masa. Por lo tanto, para poder detectar la posible formación de una interfase es necesario emplear microscopía electrónica de transmisión.

4.8 Propiedades físicas y mecánicas

Al mezclar el cerámico AlN con la aleación Mg-AZ91E, se debe considerar que habrá un balance en las propiedades finales del compuesto, ya que es bien sabido que se pierden y ganan propiedades al compararlos con los materiales iniciales, en este caso se espera que con los altos contenidos de refuerzo cerámico se incrementen las propiedades mecánicas del compuesto en comparación con la aleación de Mg-AZ91E. En las siguientes secciones se comparan las propiedades físicas y mecánicas de los compuestos obtenidos.

4.9 Densidad

Los materiales compuestos de Mg-AZ91E/AlN son relativamente ligeros, a consecuencia de los materiales iniciales, de los que forman parte. Las propiedades mecánicas del nuevo material se ven afectadas por sus materiales precursores. Es decir, la densidad de la aleación es 1.83 g/cm^3 y la del refuerzo AlN es de 3.26 g/cm^3 siendo ocupado el espacio por cada una aproximadamente 50% en volumen del compuesto final. La tabla 4.3 muestra las densidades por la forma geométrica y por el método de Arquímedes.

Como es de esperarse en los resultados de densidades, las densidades geométricas son mayores que las reportadas por el método de Arquímedes, a consecuencia que este método considera la porosidad del material al momento de calcularse la densidad, mientras la densidad geométrica sólo considera el peso de la muestra y el volumen total.

Tabla 4.3 Densidad Geométrica, de Arquímedes y Porosidad Residual de las Muestras A ($<17 \mu\text{m}$), B ($7-10 \mu\text{m}$) y C ($<10 \mu\text{m}$).

Compósito	Muestra A ($<17 \mu\text{m}$)	Muestra B ($7-10 \mu\text{m}$)	Muestra C ($<10 \mu\text{m}$)
Densidad geométrica(g/cm^3)	2.76	2.79	2.84
Densidad Arquímedes(g/cm^3)	2.56	2.58	2.55
Porosidad residual	7.33%	7.58%	10.30%

Con la porosidad residual de cada uno de los tres compuestos se puede calcular la fracción de aleación final en cada compuesto. Por la restricción de sumatoria se sabe que la suma del refuerzo, la matriz y la porosidad es igual a uno. Por lo tanto, tenemos:

Tabla 4.4 Fracciones finales de refuerzo, poros y aleación de los compuestos A (<17 μm), B (7-10 μm) y C (<10 μm).

	f_{AlN}	f_{poros}	f_{AZ91E}
Muestra A	0.49	0.073	0.437
Muestra B	0.49	0.075	0.435
Muestra C	0.49	0.10	0.41

4.10 Resultados evaluados del módulo de Young

La medición del módulo elástico fue realizada en una prueba no destructiva, la cual se basa en la generación de impulsos transversales y longitudinales en la muestra, en donde la adición de la parte cerámica hace que aumente el módulo de Young en los compuestos resultantes, como consecuencia de la fuerza de enlace atómico del AlN (covalente), que proporciona mayor rigidez a la estructura en comparación con el enlace metálico de la matriz. Por ello, dicha propiedad se ve favorecida con el incremento de contenido volumétrico de refuerzo.

En la figura 4.27 se muestra el módulo de Young, obtenido en los tres compuestos AlN/Mg-AZ91E. El resultado muestra valores muy superiores al valor de la matriz de la aleación Mg-AZ91E. La muestra B (7-10 μm) presenta los mejores resultados en esta prueba, seguida por la muestra A (17 μm) y finalmente la C (<10 μm), muy cercanos a los reportados [4].

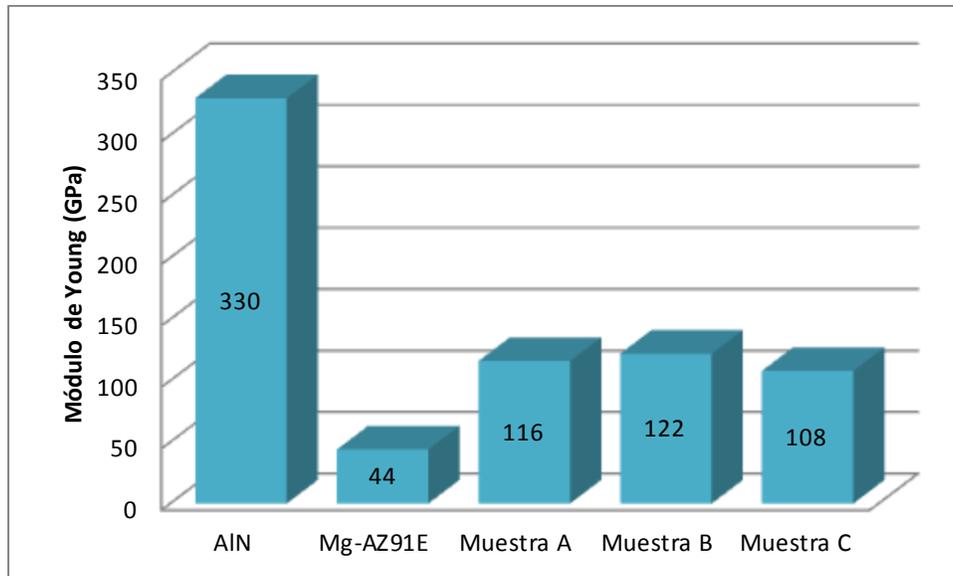


Figura 4.27 Comparación de los módulos de Young para los compuestos y la aleación monolítica.

El valor del módulo de elasticidad obtenido en los compuestos Mg-AZ91E/AlN fabricados en este trabajo es ligeramente menor a los encontrados por Lai y Chung [19], quienes fabricaron un compuesto de Al/AlN con 58% de refuerzo, obteniendo un módulo de elasticidad de 144 GPa. Sin embargo, el porcentaje de refuerzo que ellos usaron fue mayor al que aquí se reporta y el módulo de elasticidad del aluminio es mayor que el de la aleación AZ91E.

4.11 Dureza

La dureza de los compuestos se midió utilizando el ensayo de dureza Vickers. En la figura 4.28 se muestran los valores promedio de dureza de los compuestos Mg-AZ91E/AlN y de la aleación base. Al haber infiltrado la aleación en la fase dura de AlN, aumenta la resistencia a la penetración de la superficie metálica. Este efecto se corrobora al comparar los valores de dureza del compuesto con la aleación de Mg-AZ91E inicial, lo que también permite corroborar que la infiltración y distribución de las partículas de AlN fue homogénea.

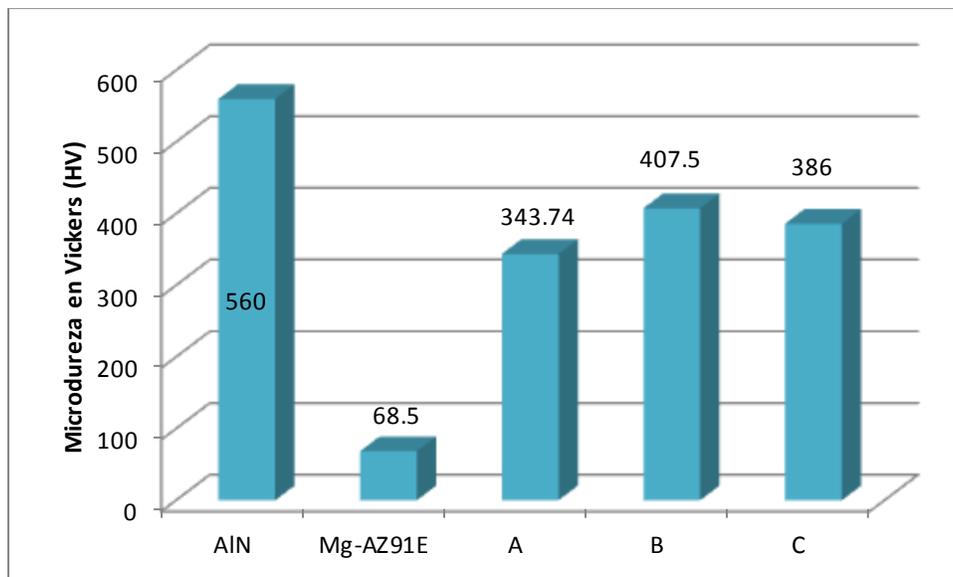


Figura 4.28 Comparación de la dureza de los compuestos y la aleación monolítica.

El endurecimiento por precipitación involucra la formación de partículas finas que interactúan con el movimiento de las dislocaciones, incrementando así la dureza de la matriz y por consiguiente la del compuesto. Es decir, el efecto que pueden introducir las partículas de AlN sobre las propiedades de la matriz es tan importante como el efecto de los precipitados de segunda fase en endurecimiento por precipitación en la aleación metálica [6]. El dato reportado de la aleación coincide con el tabulado en bibliografía. Sin embargo, los valores de los compuestos dependen mucho del lugar donde se lleva a cabo la indentación ya que la huella puede estar directamente en el borde entre la matriz y el refuerzo. La

muestra B (7-10 μm) es la más dura, seguida por la muestra C (<10 μm) y siendo la menos dura la muestra de tamaño de partícula más grande A (<17 μm). Esto soporta lo mencionado anteriormente, ya que al contener los compuestos B (7-10 μm) y C (<10 μm) distribución de tamaño de partícula en un rango más distribuido existe mayor posibilidad de evaluar los límites entre la matriz y el refuerzo.

4.12 Caracterización térmica

De los compuestos de Mg-AZ91E se obtuvo la conductividad térmica de manera indirecta, anteriormente se ha mencionado la dependencia que existe entre dicha conductividad térmica de un material con la capacidad calorífica, densidad y difusividad térmica. Esta última es la que en realidad mide el equipo, para posteriormente obtener la conductividad térmica de la siguiente ecuación 4.1. La capacidad calorífica, C_p , también es medida por el equipo empleado.

$$\lambda(T) = \rho(T) * C_p(T) * \alpha(T) \quad \text{Ec. (4.1)}$$

Donde:

$$\rho(T) = \text{Densidad en función de temperatura, g/cm}^3$$

$$\alpha = \text{Difusividad térmica, cm}^2/\text{s}$$

$$C_p = \text{Capacidad calorífica específica, J/gK}$$

La prueba se realizó a diferentes intervalos de temperatura para las tres muestras, con el propósito de observar de qué manera varía la difusividad térmica del compuesto, posteriormente cada cinco mediciones se obtuvo un promedio de temperatura, difusividad térmica y capacidad calorífica para finalmente calcular su conductividad térmica a las temperaturas de 25 °C, 100 °C, 200 °C y 300 °C. Los resultados son dados en las tablas 4.5, 4.7 y 4.9 para los tres compuestos A (<17 μm), B (7-10 μm) y C (<10 μm), respectivamente.

Tabla 4.5 Variación de la difusividad térmica de la muestra A (<17 μm)

Temperatura (°C)	Densidad (g/cm ³)	Dif. Térmica (cm ² /s)	Cp (J/gK)
23	2,33	0,236	0,815
23	2,33	0,239	0,831
23	2,33	0,233	0,872
23	2,33	0,236	0,833
23	2,33	0,237	0,859
106	2,33	0,205	0,698
106	2,33	0,202	0,719
105	2,33	0,202	0,705
103	2,33	0,203	0,697
100	2,33	0,205	0,683
198	2,33	0,19	0,766
196	2,33	0,191	0,807
195	2,33	0,194	0,77
196	2,33	0,193	0,759
197	2,33	0,194	0,768
305	2,33	0,175	0,805
301	2,33	0,177	0,812
299	2,33	0,177	0,82
298	2,33	0,176	0,844
298	2,33	0,178	0,819

Tabla 4.6 Promedios de temperatura, difusividad térmica y Cp para la muestra A (<17 μm).

Tprom(°C)	Difusividad térmica (cm ² /s)	Cp(J/gK)	Conductividad térmica (W/mK)
23	0.2362	0.842	46.3391
104	0.2034	0.7004	33.1934
196.4	0.1924	0.774	34.6978
300.2	0.1766	0.82	33.7411

Así mismo, en las tablas 4.6, 4.8 y 4.10 se resumen los promedios de las muestras evaluadas para la temperatura, difusividad térmica, Cp y conductividad térmica para los tres compuestos de AlN/Mg-AZ91E A (<17 μm), B (7-10 μm) y C (<10 μm), respectivamente.

Tabla 4.7 Variación de la difusividad térmica de la muestra B (7-10 μm).

Temperatura ($^{\circ}\text{C}$)	Densidad (g/cm^3)	Dif. Térmica (cm^2/s)	C_p (J/gK)
23	2,37	0,269	0,813
23	2,37	0,27	0,831
23	2,37	0,273	0,815
23	2,37	0,268	0,869
23	2,37	0,268	0,828
107	2,37	0,238	0,676
107	2,37	0,235	0,665
106	2,37	0,236	0,668
105	2,37	0,236	0,67
102	2,37	0,235	0,668
201	2,37	0,213	0,733
197	2,37	0,216	0,765
196	2,37	0,217	0,739
196	2,37	0,219	0,744
197	2,37	0,22	0,719
308	2,37	0,192	0,779
303	2,37	0,193	0,775
300	2,37	0,194	0,761
299	2,37	0,195	0,793
299	2,37	0,195	0,816

Tabla 4.8 Promedios de temperatura, difusividad térmica y C_p para la muestra B (7-10 μm).

$T_{\text{prom}}(^{\circ}\text{C})$	Difusividad térmica (cm^2/s)	$C_p(\text{J}/\text{gK})$	Conductividad térmica (W/mK)
23	0.2696	0.8312	53.1096
105.4	0.236	0.6694	37.4408
197.4	0.217	0.74	38.0574
301.8	0.1938	0.7848	36.0463

Tabla 4.9 Variación de la difusividad térmica de la muestra C (<10 μm).

Temperatura (°C)	Densidad (g/cm ³)	Dif. Térmica (cm ² /s)	Cp (J/gK)
23	2,65	0,41	0,737
23	2,65	0,423	0,73
23	2,65	0,396	0,756
23	2,65	0,404	0,774
23	2,65	0,402	0,792
107	2,65	0,312	0,6932
107	2,65	0,311	0,635
105	2,65	0,311	0,645
104	2,65	0,311	0,644
101	2,65	0,313	0,631
200	2,65	0,266	0,685
197	2,65	0,267	0,743
196	2,65	0,269	0,682
196	2,65	0,269	0,715
197	2,65	0,27	0,688
306	2,65	0,231	0,729
302	2,65	0,231	0,718
300	2,65	0,231	0,728
299	2,65	0,234	0,799
298	2,65	0,235	0,753

Tabla 4.10 Promedios de temperatura, difusividad térmica y Cp para la muestra C (<10 μm).

T _{prom} (°C)	Difusividad térmica (cm ² /s)	Cp(J/gK)	Conductividad térmica (W/mK))
23	0.407	0.7578	81.7325
104.8	0.3116	0.64964	53.6433
197.2	0.2682	0.7026	49.9358
301	0.2324	0.7454	45.9062

Finalmente se grafica (figura 4.29) las tres muestras, temperatura contra difusividad térmica (mm²/s), se observa que la muestra B da los comportamientos más altos, en seguida del compuesto hecho a base del AlN más fino y por último la muestra A hecha con los polvos más grandes. Estos datos son relativamente similares a los reportados [4]. Sin embargo, la secuencia de qué muestra tiene la conductividad térmica más alta y la más baja difiere en orden.

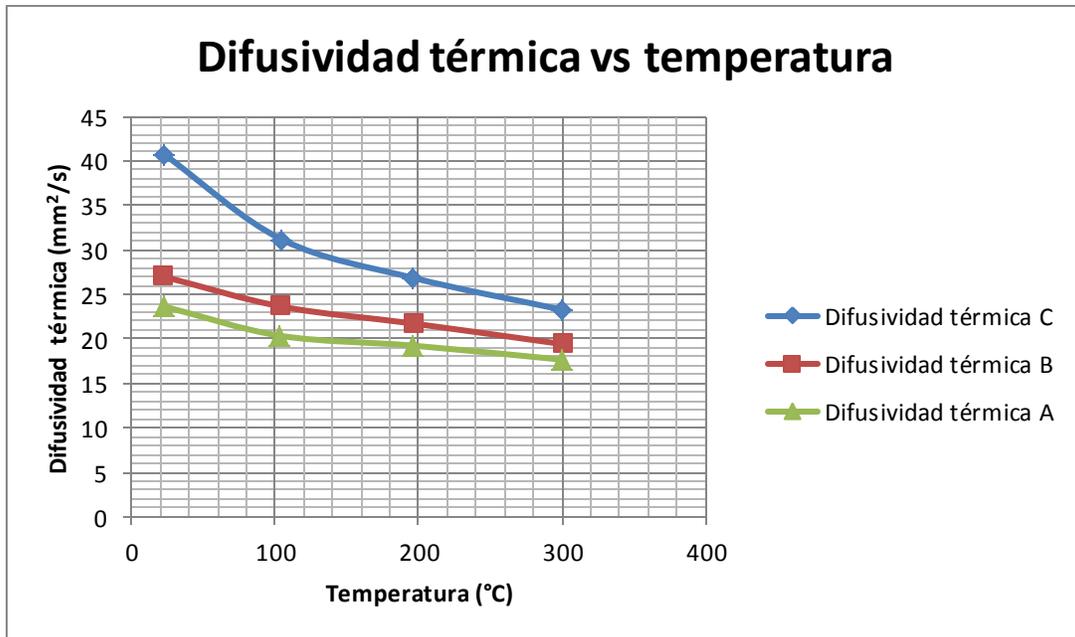


Figura 4.29 Difusividad térmica contra temperatura para las muestras A, B y C.

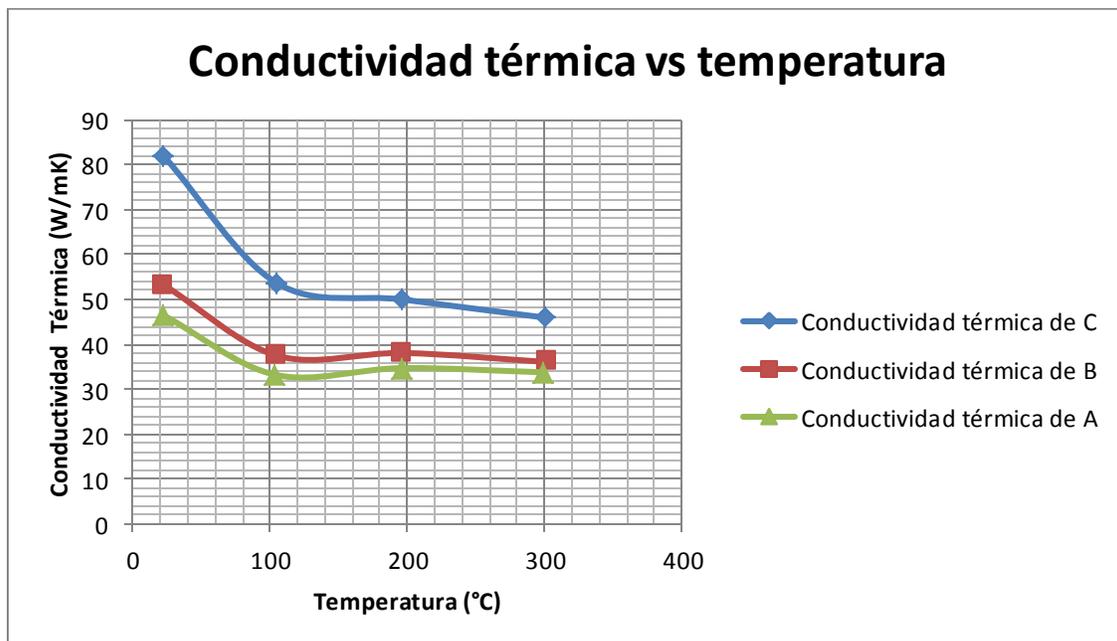


Figura 4.30 Difusividad térmica contra temperatura para las muestras A, B y C.

Los materiales compuestos pueden ser empleados como materiales estructurales o funcionales, dependiendo de las propiedades que presentan. De este modo, el compuesto AZ91E/AIN podría ser utilizado como material de empaquetamiento

electrónico, aplicación que requiere de materiales con coeficientes de expansión térmica baja y conductividad térmica alta, debido a la baja deformación dimensional y elevada disipación del calor generado durante su aplicación.

Los compuestos Mg-AZ91E/AlN fabricados presentan un bajo coeficiente de expansión térmica que varía de $9.61 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ para el compuesto C ($<10 \text{ } \mu\text{m}$), $9.21 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ para el compuesto B ($7\text{-}10 \text{ } \mu\text{m}$) y de $8.963 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ para la A ($<17 \text{ } \mu\text{m}$), entre 25 y $300 \text{ } ^\circ\text{C}$. Zhang y col. [20] reportan valores de $11.2 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ para un compuesto de Al/AlN con 50% de refuerzo, así mismo, Lai y Chung [19] reportan un valor de $10.16 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ para un compuesto de Al/AlN con 54.6% de refuerzo. Así mismo, los resultados para la conductividad térmica media para los tres compuestos fabricados, medida a $25 \text{ } ^\circ\text{C}$ se presentan en la fig. 4.31. La conductividad térmica se incrementa de 47 W/mK para el compuesto fabricado con partículas A ($<17 \text{ } \mu\text{m}$), a 53 W/mK para la partículas de tamaño B ($7\text{-}10 \text{ } \mu\text{m}$) y a 81 W/mK con tamaño de partícula C ($<10 \text{ } \mu\text{m}$), medidos a temperatura de ambiente, $25 \text{ } ^\circ\text{C}$. El cambio en la conductividad térmica puede asociarse a la diferente conectividad de las partículas cerámicas de refuerzo dentro de la matriz de Mg-AZ91E y tener diferente distribución de tamaño de partícula.

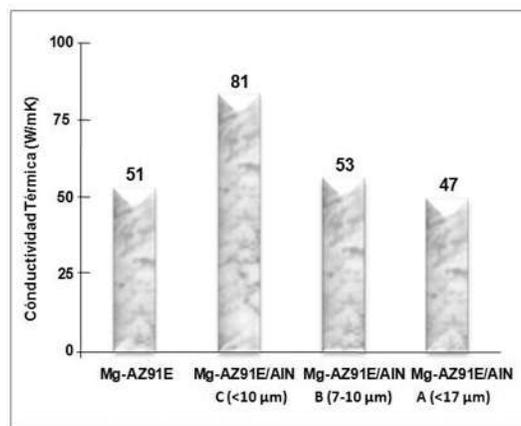


Figura 4.31 Difusividad térmica a $25 \text{ } ^\circ\text{C}$ para las muestras A, B y C.

4.13 Discusión de resultados

Caracterización de materiales de inicio. Se observó en la figura 4.1 que las presentes fases de magnesio α -Mg y β -Mg₁₇Al₁₂ son fases típicas en la aleación Mg-AZ91E, descritas en el diagrama de fases Mg-Al.

En las tres muestras de los tres polvos A (<17 μ m), B (7-10 μ m) y C (<10 μ m) es notoria la diferencia que existe de tamaños con respecto la muestra A y las muestras B y C, diferencia de tamaño que se mostró a razón del porciento de volumen con el diámetro de partícula. Demostrándose que la muestra C es la que tiene la mayor cantidad de partículas con menor tamaño de partícula. Siendo sus tamaños promedios para A (7.76 μ m), B (3.59 μ m) y C (3.39 μ m).

Caracterización del compuesto AlN/AZ91E. Se observó en las figuras 4.9 a 4.11 la homogénea distribución de la matriz en el refuerzo. De donde la muestra A presentó la porosidad superficial más grande. No obstante, los resultados de porosidad residual indicaron que porosidad residual de cada una es A (7.33), B (7.58) y C (10.30). El compuesto con mayor porosidad residual fue el compuesto con menor tamaño de partícula, lo que indica que el camino por el cual la matriz líquida se infiltra es mucho más angosto que en las muestras A y B; permitiendo que se forme más porosidad residual. Hechos que también se comprueban calculando la densidad por el método de Arquímedes, siendo para A (2.56 g/cm³), B (2.58 g/cm³) y C (2.55 g/cm³), siendo C la menos densa.

La porosidad residual de cada uno de los compuestos también permitió conocer la fracción de aleación AZ91E infiltrada para cada compuesto. Debido a que el compuesto C presenta una porosidad mayor, analógicamente también presentó la menor cantidad de aleación infiltrada, aseveración que se confirma en las figuras 4.19 y 4.22, en donde los análisis por rastreo muestran de forma cuantitativa que la presencia del magnesio es menor en el compuesto C que en el B.

Resultados obtenidos del módulo de Young mostraron que los valores oscilan entre 108 y 122 GPa, siendo el compuesto B el que presentó los valores más altos. Datos reportados por Fatima Pamela Lara Castillo en "Síntesis y

caracterización termofísica de materiales compuestos de matriz metálica Mg-AZ91E/AlN” 2013 [4], muestran datos similares. Los datos reportados en este trabajo son ligeramente menor a los encontrados por Lai y Chung [19], quienes fabricaron un compuesto de Al/AlN con 58% de refuerzo, obteniendo un módulo de elasticidad de 144 GPa.

Los resultados para medir la microdureza en vickers oscilaron de 343 a 407 HV, en donde se notó que el compuesto B mostró la dureza más alta, datos reportados por Fatima Pamela Lara Castillo en “Síntesis y caracterización termofísica de materiales compuestos de matriz metálica Mg-AZ91E/AlN” 2013 [4], muestran datos similares. Cabe resaltar que la dureza de cada uno de los compuestos está directamente relacionada al punto en donde se hace la perforación, ya que si toca un punto donde sólo haya refuerzo o donde sólo haya aleación, el resultado saldrá de la media, lo que muestra que debe evaluarse con otro método macroscópico y no microdureza.

Los resultados obtenidos de conductividad térmica muestran que entre más grande es el tamaño de partícula es menor la conductividad, siendo el compuesto con conductividad más alta el compuesto C. Este comportamiento coincide con el reportado por Fatima Pamela Lara Castillo en “Síntesis y caracterización termofísica de materiales compuestos de matriz metálica Mg-AZ91E/AlN” 2013 [4], muestran datos similares.

Los compuestos Mg-AZ91E/AlN fabricados presentan un bajo coeficiente de expansión térmica que varía de $9.61 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ para el compuesto C ($<10 \text{ } \mu\text{m}$), $9.21 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ para el compuesto B ($7\text{-}10 \text{ } \mu\text{m}$) y de $8.963 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ para la A ($<17 \text{ } \mu\text{m}$), entre 25 y $300 \text{ } ^\circ\text{C}$. Zhang y col. [20] reportan valores de $11.2 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ para un compuesto de Al/AlN con 50% de refuerzo, así mismo, Lai y Chung [19] reportan un valor de $10.16 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ para un compuesto de Al/AlN con 54.6% de refuerzo.

CONCLUSIONES

- ✓ La hipótesis se cumple ya que al tener un menor tamaño de partícula, incrementa el área de contacto y la mayoría de las propiedades mecánicas se ven favorecidas. No obstante, la porosidad disminuye las mismas.
- ✓ Los compactos en verde se producen empleando una presión de compactación de 14 MPa para tres diferentes muestras de polvo de AlN de diferente tamaño de partícula, sin observar deformación de la preforma.
- ✓ Los estudios de microscopía electrónica de barrido muestran que el refuerzo y la matriz están homogéneamente distribuidos sin la formación aparente de interfase o bien sin productos de reacción entre la matriz y el refuerzo.
- ✓ Los resultados obtenidos muestran el tamaño promedio de partícula en conjunto con el método de Arquímedes, muestran que un tamaño promedio de partícula de AlN de 3.39 μm , provocan un aumento en la porosidad residual del compuesto.
- ✓ El tamaño de partícula de los compuestos afecta directamente la cantidad de matriz infiltrada. Siendo la muestra C (<10 μm) la que presentó menor aleación de Mg-AZ91E debido a la mayor cantidad de poros que tiene.
- ✓ La dureza al ser dependiente del lugar donde se perfore si es refuerzo o matriz, se recomienda utilizar otro método para medirla que no sea microdureza, sino macrodureza.
- ✓ La conductividad térmica está directamente relacionada con del área de contacto, por lo tanto la muestra con menor tamaño C (<10 μm), presentó los mejores resultados.

REFERENCIAS

- ✓ [1] E. Bedolla y J. Lemus “*Caracterización del compuesto de matriz metálica AZ91E/AIN fabricado por infiltración espontánea*”, Ciencia Nicolaita No. 58, Abril 2013, pág. 39 y 40.
- ✓ [2] Y. Shain, Preparation and some properties of SiC particle reinforced aluminium alloy composites, *Materials and Design*, Vol. 24, 671-679, 2003.
- ✓ [3] C.E. López, F.V., Castello, J.M.T. Materiales Compuestos de matriz metálica: Parte 1. Tipos, propiedades, aplicaciones. *Revista de Metalurgia* 36, 3: 179-192, 2000.
- ✓ [4] F. Lara “*Síntesis y caracterización termofísica de materiales compuestos de matriz metálica Mg-AZ91E/AIN*” Tesis de Maestría, Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales, U.M.S.N.H. 2013.
- ✓ [5] P. Fernández. “*Aplicaciones de los materiales compuestos de matriz metálica en el sector eléctrico y electrónico*”. *Dyna rev. fac.nac.minas* Vol. 73 No. 149 Medellín July 2006.
- ✓ [6] R. Asthana, 1998. Reinforced cast metal part I: Solidification and microstructure. *J. Mater. Sci.* 33, 7: 1679-1698.
- ✓ [7] D.R. Askeland, “*Ciencia e Ingeniería de los Materiales*”. 3ra. Edición Thomson International Thomson. España Pág. 288-291, págs. 366-375, 1998.
- ✓ [8] N. Chawla y K.K. Chawla, *Metal Matrix Composites*, ed. Springer, 2006.
- ✓ [9] Beffort, O., *Metal Matrix Composites (MMCs) Properties, Applications and Machining*, in 6 internationals IWF- Kolloquium, EMPA: Egerkingen, CH, 2002.
- ✓ [10] Xu Zhiwu, et al., *Thermal expansion behavior and performance of VLP diffusion-bonded joints of SiC_p/A356 composites*, *Composites Science and Technology* 65, 1461-1467, 2005.
- ✓ [11] A. Mortensen, *Metal Matrix Composites in Industry: An Overview Proceeding: MMC VIII conference*, London- November, 2001.

- ✓ [12] B. Ralph, Yuen H.C. and Lee W.B., "*The Processing of metal matrix composites: an overview*". Journal of Materials Processing Technology, Vol. 63, 339-353, 1997.
- ✓ [14] Y. Sahin, and M. Acilar, "Production and properties of SiCp-reinforced aluminium alloy composites". Composites: Part A 34: 709-718. 2003.
- ✓ [15] M. Vázquez "Síntesis y comportamiento al desgaste del material compuesto AlN/Mg-AZ91E" Tesis de Maestría, Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales, U.M.S.N.H. 2013.
- ✓ [16] Y. Sahin and M. Acilar, "Production and properties of SiCp-reinforced aluminium alloy composites". Composites: Part B 34, 709-718, 2003.
- ✓ [17] P. E. Tippens "Física, conceptos y aplicaciones", Mc Graw Hill, Edo. De México. Tercera Edición. Pág. 372-381. y 257-258.
- ✓ [19] S.W. Lai, D.D. Chung, "Fabrication of particulate aluminum matrix composites by liquid metal infiltration". J. Mater. Sci. Vol. 29. pp. 3128-3150. 1994.
- ✓ [20] Q. Zhang, G. Chen, G. Wu, Z. Xiu, B. Luan, "Property characteristics of AlN/Al composite fabricated by squeeze casting technology". Mat. Lett. Vol. 57. pp. 1453-1458. 2003.