



**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS**

**CENTRO DE INVESTIGACIÓN EN INGENIERÍA Y CIENCIAS APLICADAS**

**Síntesis de materiales nanocompuestos de matriz  
solución sólida sobresaturada base Al reforzadas con  
partículas de TiC**

**TESIS QUE PARA OBTENER EL GRADO DE:  
DOCTOR EN INGENIERÍA Y CIENCIAS APLICADAS**

**Presenta:**

**ALEJANDRO SEDANO AGUILAR**

**DIRECTOR INTERNO:**

**Dr. ARTURO MOLINA OCAMPO**

**DIRECTOR EXTERNO:**

**Dr. ROBERTO ADEMAR RODRÍGUEZ-DÍAZ**

**NOMBRE DE LOS SINODALES:**

**Dr. SERGIO ALONSO SERNA BARQUERA**

**Dr. JESÚS MARIO COLÍN DE LA CRUZ**

**Dr. ALVARO TORRES ISLAS**

**CUERNAVACA, MORELOS  
NOVIEMBRE, 2019**

## **Agradecimientos**

Primeramente quiero agradecer a mi familia, por su gran apoyo no solo en este momento, sino durante toda mi vida. Me han brindado un soporte y un amor incondicional sin importar las situaciones. Todo lo que he logrado no lo podría haber hecho sin ellos, por lo que mis acciones son solo un pequeño reflejo del hogar que me han brindado. Prometo seguir creciendo para honrarlos como merecen. También quiero extender mis agradecimientos a la familia López Mier, la cual me han hecho sentir siempre como un miembro más de su familia, apoyándome y soportándome siempre que lo he necesitado. Por su puesto, que en el ámbito escolar, no habría logrado desarrollarme sin la ayuda de los excelentes profesores que tuve, siendo ellos los engranes que impulsaron mi interés por la educación y finalmente por la investigación. Siendo de especial mención al Dr. Roberto Ademar Rodríguez Díaz y al Dr. Arturo Molina Ocampo, sin los cuales de hecho no hubiera realizado este trabajo y no estaría escribiendo esto. Su consejo y guía durante la licenciatura y toda la elaboración del presente escrito ha sido indispensable y sumamente útil para el presente y el futuro. Para todos ustedes y los amigos que siempre me acompañaron y compartimos experiencias dulces y a veces amargas.

GRACIAS

## RESUMEN

En el presente trabajo se estudió la síntesis de soluciones sólidas sobresaturadas (SSS) base aluminio (Al) y su posterior refuerzo con partículas de carburo de titanio (TiC) mediante la técnica de aleado mecánico (AM) y molienda mecánica de baja energía (MM). La metodología de diseño de experimentos (DOE) se empleó para determinar las variables óptimas para el estudio del fenómeno y su modelado estadístico mediante R; las cuales gracias a su flexibilidad para el estudio de sistemas multivariados resultaron ser óptimas en el estudio de la técnica de AM y MM.

Las SSS de Al-3%(en peso)Si, Al-3%(en peso)Ni y Al-3%(en peso)Mg fueron obtenidas a una velocidad de 300 rpm y a 500 rpm después de 15h y 20h de molienda respectivamente, las partículas de TiC se dispersaron homogéneamente en la matriz de SSS a partir de las 6h de molienda a 250 rpm. Se realizaron análisis a las muestras finales y a las muestras de 2, 5, 10, 15, 20 y 30h de SSS y 2, 4, 6 y 8 h de SSS con 10 y 15% (en peso) de TiC mediante las técnicas de difracción de rayos X (XRD), microscopía electrónica de barrido (SEM), prueba de microdureza Vickers (VMH) y microscopía electrónica de transmisión (TEM) con la finalidad de estudiar el efecto de las variables empleadas (RPM, tiempo de molienda, sistema elemental y concentración de partículas de refuerzo) en el proceso de síntesis de SSS y síntesis de SSS reforzadas con TiC así como el impacto en sus propiedades mecánicas y microestructurales.

En este trabajo se propone el modelado de superposición de picos de XRD y un análisis semicuantitativo aunado al empleo de la ley de Vegards para la correcta estimación de la solubilidad alcanzada en las SSS por AM.

## **ABSTRACT**

In this work, the synthesis by mechanical alloying (MA) and low-energy mechanical milling (MM) of aluminum-based supersaturated solid solutions (SSS) (Al) and their subsequent reinforcement with titanium carbide (TiC) particles was studied. Design of Experiments methodology (DOE) was utilized to determine the optimal variables for the study of the phenomenon and its statistical modeling by means of R language; which thanks to its inherent flexibility for the study of multivariable systems turned out to be optimal for the study of the AM and MM technique.

The SSS of Al-3% (wt.) Si, Al-3% (wt.) Ni and Al-3% (wt.) Mg were obtained at 300 rpm and at 500 rpm after 15h and 20h of milling, respectively. TiC particles were dispersed homogeneously in the SSS matrix after 6h of grinding at 250 rpm. Analyzes were performed to the final samples and those of 2, 5, 10, 15, 20 and 30h of SSS and 2, 4, 6 and 8 h of SSS with 10 and 15% (wt.) of TiC by the techniques of X-Ray Diffraction (XRD), Scanning Electron Microscopy (SEM), Vickers Microhardness Test (VMH) and Electronic Transmission Microscopy (TEM) in order to study the effect of the variables used (RPM, grinding time, system elemental and reinforcement concentration) in the process of synthesis of the base material (SSS) and the synthesis of SSS reinforced with TiC as well as the impact on its mechanical and microstructural properties.

In this work we propose the modeling of superposition of XRD peaks and a semiquantitative analysis together with the use of the Vegard's law for the correct estimation of the solubility reached in the SSS by MA.

# ÍNDICE

## **CAPÍTULO 1**

<b>ANTECEDENTES.....</b>	<b>1</b>
1.1 ESTADO DEL ARTE .....	1
1.1.1 Evolución histórica.....	1
1.1.2 Limitantes de la técnica de aleado mecánico .....	6
1.1.3 Revisión bibliográfica.....	7
1.2 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA.....	10
1.3 JUSTIFICACIÓN.....	11
1.4 HIPÓTESIS .....	12
1.5 OBJETIVOS .....	13
1.6 ALCANCES .....	13

## **CAPÍTULO 2**

<b>MARCO TEÓRICO .....</b>	<b>15</b>
2.1 ALEADO MECÁNICO .....	15
2.1.1 Proceso de aleado mecánico .....	15
2.1.2 Ventajas de la técnica de aleado mecánico. ....	17
2.1.3 Equipo para el aleado mecánico .....	18
2.1.4 Control de proceso .....	19
2.1.5 Factores que afectan el proceso de la aleación mecánica .....	20
2.1.6 Atmósfera de molienda.....	21
2.1.7 Tiempo de molienda .....	22
2.2 TECNOLOGÍA DE POLVOS .....	22
2.3 ALUMINIO .....	24
2.4 EXTENSIÓN DE SOLUBILIDAD SÓLIDA .....	25
2.5 DISEÑO DE EXPERIMENTOS .....	29

## **CAPÍTULO 3**

<b>PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.....</b>	<b>30</b>
3.1 MATERIALES EMPLEADOS.....	30

3.2 PREPARACIÓN DE LA MEZCLA DE POLVOS ELEMENTALES PREVIO AL PROCESO DE ALEADO MECÁNICO.....	31
3.3 EQUIPO EMPLEADO.....	32
3.4 SOFTWARE EMPLEADO.....	33
3.4.1 Wolfram Mathematica.....	33
3.4.2 Origin Pro.....	34
3.4.3 Lenguaje R.....	35
3.4.4 Image J.....	36
3.5 NORMAS EMPLEADAS.....	37
3.6 DESCRIPCIÓN DE PROCEDIMIENTO.....	39
3.7 PROCEDIMIENTO EMPLEADO PARA ENCAPSULAR LOS POLVOS ELEMENTALES EN LOS VIALES EN ATMÓSFERA DE ARGÓN.....	40
3.8 PROCESO DE COMPACTACIÓN EN FRÍO Y SINTERIZACIÓN.....	42
3.9 VARIABLES DE MUESTRAS.....	43
3.10 CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL.....	44
3.10.1 Microscopía electrónica de barrido (MEB).....	44
3.10.2 Técnica de difracción de rayos X.....	46
3.11 CARACTERIZACIÓN MECÁNICA.....	48
3.11.1 Prueba de Microdureza Vickers.....	48
<b>CAPITULO 4</b>	
<b>DISCUSIÓN DE RESULTADOS.....</b>	<b>49</b>
4.1 SOLUCIONES SÓLIDAS SUPERSATURADAS.....	49
4.1.1 Caracterización Microestructural Mediante MEB de las SSS.....	49
4.1.2 Caracterización estructural mediante difracción de rayos x de las muestras de SSS.....	57
4.1.3 Caracterización de Muestras Sinterizadas de SSS.....	71
4.2 CARACTERIZACIÓN ESTRUCTURAL MEDIANTE DIFRACCIÓN DE RAYOS X DE LAS MUESTRAS DE SSS REFORZADAS CON TIC.....	75
<b>CAPITULO 5</b>	
<b>CONCLUSIONES FINALES.....</b>	<b>79</b>
<b>ANEXOS</b>	

ANEXO 1 .....	83
ANEXO 2 .....	89
ANEXO 3 .....	91
ANEXO 4 .....	93
ANEXO 5 .....	95
ANEXO 6 .....	97
<b>BIBLIOGRAFÍA .....</b>	<b>99</b>

# CAPÍTULO 1

## ANTECEDENTES

### 1.1 ESTADO DEL ARTE

#### 1.1.1 Evolución histórica

El primer uso que se conoce de la tecnología de polvos se remonta al año 3000 A.C. en Egipto y 800 A.C. en Grecia con la fabricación del hierro esponja <sup>[1,2]</sup>. La técnica empleada sigue siendo en términos generales muy similar a la vigente; ésta consistía en un proceso de pirólisis de óxido de hierro con carbono para la eliminación del oxígeno y su posterior forjado para la fabricación de armas y herramientas. A pesar de la antigüedad de la técnica, ésta solamente se siguió utilizando como un método económico para obtener hierro y algunas piezas decorativas, lo anterior cambio cuando surgió un aumento en el interés científico y tecnológico al utilizarse para desarrollar piezas metálicas reforzadas con materiales cerámicos (1830-1930) <sup>[3]</sup>, logrando así obtener herramientas con un mayor desempeño y balance de propiedades mecánicas <sup>[4]</sup>.

Inicialmente la industria automotriz y eléctrica serían los principales promotores de la metalurgia de polvos <sup>[4]</sup>, pero posteriormente la industria aeroespacial, militar, nuclear y alimenticia adoptarían esta tecnología gracias

---

<sup>[1]</sup> Fridman, G. L. (1971). History of iron powder manufacture. Soviet Powder Metallurgy and Metal Ceramics ", 758-761.

<sup>[2]</sup> Ramakrishnan, P. (1989). HISTORY OF POWDER METALLURGY. Indian Journal of History of Science, 109-114.

<sup>[3]</sup> Plotkin SY, F. G. (1974). History of powder metallurgy and its literature. Soviet Powder Metallurgy and Metal Ceramics, 1026-1029.

<sup>[4]</sup> GS, U. (1997). Powder metallurgy technology. Cambridge Int Science Publishing.



al desarrollo de materiales como: aleaciones de titanio, elementos combustibles para reactores nucleares, súperaleaciones, materiales nanocristalinos, materiales compuestos y otros materiales difíciles o incluso imposibles de obtener por otros métodos. De esta manera el último cuarto del siglo XX posicionaría a la metalurgia de polvos como una de las técnicas más versátiles de procesamiento de materiales.

Los desarrollos tecnológicos que impulsarían y mejorarían la metalurgia de polvos son la atomización, el aleado mecánico (AM), proceso de solidificación rápida (RSP por sus siglas en inglés), la compactación isostática en frío y en caliente <sup>[5]</sup>. Gracias al desarrollo de estos avances, la metalurgia de polvos es capaz de procesar materiales como aleaciones convencionales, sistemas inmiscibles, materiales cerámicos avanzados, materiales con alto punto de fusión, materiales frágiles y duros (difíciles de conformar mediante técnicas convencionales) y materiales compuestos avanzados <sup>[6]</sup>.

En la actualidad a nivel industrial, la metalurgia de polvos es uno de los principales métodos de manufactura, gracias a las ventajas económicas que otorga al no desperdiciar material, poder reciclar desperdicios de materia prima de otros procesos, al requerir una menor temperatura comparado con otros métodos convencionales y al obtener piezas “Near Net Shape” (NNS), las cuales cuentan con dimensiones cercanas a la pieza final y por lo cual requieren un menor maquinado para su acabado final <sup>[7]</sup>. De tal manera que

---

<sup>[5]</sup> P. C. ANGELO, R. S. (2008). POWDER METALLURGY: SCIENCE, TECHNOLOGY AND APPLICATIONS. PHI Learning.

<sup>[6]</sup> Benjamin, J. (1976). Mechanical alloying. Scientific America, 40-46.

<sup>[7]</sup> Hiroaki, M., Ko, H., & Hideto, Y. (2006). Powder Technology Handbook. CRC Press.

se considera que actualmente el mercado de las piezas de metalurgia de polvos puede tener un valor aproximado de 7.8 billones de dólares <sup>[8]</sup>.

A pesar de que el aleado mecánico (término acuñado por E.C. MacQueen a finales de 1960) se haya originado en 1966 por John Benjamin (con el nombre de Molienda/Mezcla) <sup>[1,2,9]</sup> para la fabricación de materiales para turbinas resistentes a la corrosión y con mayor resistencia (utilizando la dispersión de óxidos), su impacto en la metalurgia de polvos se convirtió evidente hasta la actualidad. Siendo capaz de obtener materiales novedosos y de interés científico y comercial, el aleado mecánico es una de las técnicas de metalurgia de polvos con mayor demanda de investigación en la actualidad.

Los antecedentes históricos del aleado mecánico, se encuentran ligados con el desarrollo de la mecanoquímica <sup>[10]</sup>, la cual estudió en 1930 la transformación de fases de minerales y compuestos inorgánicos inducido por molienda, pero jamás logró despertar un interés científico en este periodo, por lo que no se realizaron programas para el estudio de estos fenómenos. Aunque el aleado mecánico y la mecanoquímica coexistieron como ramas de estudio individuales por mucho tiempo a pesar de que utilizaban los mismos equipos e inclusive estudiaban y explicaban fenómenos similares, su relación fue finalmente aceptada hasta 1990, y hoy en día ambas disciplinas se entrelazan <sup>[11]</sup>.

---

<sup>[8]</sup> ResearchAndMarkets. (2018). Powder Metallurgy - A Global Market Overview. ResearchAndMarkets.

<sup>9</sup> Neikov, O. D., Yefimov, N. V., & Naboychenko, S. (2009). Handbook of Non-Ferrous Metal Powders: Technologies and Applications. Elsevier.

<sup>10</sup> Takacs, L. (2013). The historical development of mechanochemistry. Chemical Society Reviews, 7649-7659.

<sup>11</sup> Boldyrev, V. V., & Tkáčová, K. (2000). Mechanochemistry of solids: past, present, and prospects. Journal of materials synthesis and processing, 121-132.

En sus inicios (1965-1973) el aleado mecánico solo era utilizado para estudiar y desarrollar aleaciones mejoradas mediante dispersión de óxidos [1,2,5]. Utilizando equipos y procesos a escala pequeña para el desarrollo de materiales para turbinas de alta temperatura.

En los últimos 30 años de la técnica de aleado mecánico, el enfoque de estudio ha cambiado para pasar a estudiar materiales con estructuras cristalinas deseadas (amorphas, nanocristalinas, cristalinas y policristalinas), nuevas fases y compuestos inducidos por molienda reactiva. Debido a lo anterior, en la actualidad existen aleaciones o compuestos utilizados en componentes, difíciles o incluso imposibles de obtener por métodos convencionales.

En sus inicios la optimización del proceso del aleado mecánico era completamente empírica. Debido a la dificultad que presentan las variables del proceso de aleado mecánico la relación entre las variables y el material obtenido se realizaba basándose en prueba y error para determinar las condiciones óptimas para la síntesis de los materiales.

Para que la metalurgia de polvos cumpla con su objetivo final, que es la fabricación de piezas, es necesario compactar y sinterizar los polvos. El interés científico del proceso de sinterizado empezó a crecer en 1940 y maduró a mediados de 1980. El término de sinterización se homologó después de terminada la segunda guerra mundial para referirse al calentamiento de partículas para la producción de componentes [1,2].

Al igual que el aleado mecánico, la historia de la sinterización ha estado dominada por la experimentación empírica [12] (debido a la sensibilidad a los

---

<sup>12</sup> Soni, P. R. (2000). Mechanical Alloying: Fundamentals and Applications. Cambridge Int Science Publishing.

factores que tienen los experimentos), y son estos experimentos los que han provisto de mayor desarrollo en ambas ramas.

La historia de las soluciones sólidas supersaturadas, se remonta a los trabajos de W.C. Devereux para producir aleaciones de aluminio con la intención de utilizarlas en turbinas de aviones <sup>[13]</sup>. Debido a lo anterior, la historia de las soluciones sólidas supersaturadas se encuentra ligada con el desarrollo de materiales aeroespaciales y el aluminio. Los primeros experimentos que dieron como resultado materiales en no-equilibrio de soluciones sólidas supersaturadas fueron mediante la solubilización de átomos de cobre en aluminio al calentar la aleación (Duraluminio [Al-4%Cu]) cerca del punto de fusión, y posteriormente enfriarlo súbitamente para mantener la red cristalina deformada por la presencia de los átomos del soluto (Cobre) <sup>[14, 15]</sup>.

Los beneficios que conllevan la fabricación de soluciones sólidas supersaturadas va más allá de lo que éstas pueden otorgar; Un incremento de dureza y ligera mejora de la resistencia del material (debido a la presencia de átomos del soluto en la solución sólida que impiden el movimiento de dislocaciones) <sup>[16]</sup>, ya que éstas permiten realizar tratamientos térmicos para

---

<sup>13</sup> McNeil, I. (2002). *An Encyclopedia of the History of Technology*. Routledge.

<sup>14</sup> Rawlings, R., Alexander, J., Anderson, J., & Leaver, K. (2013). *Materials Science*. Springer.

<sup>15</sup> Simcoe, C. R., & Richards, F. (2018). *The History of Metals in America*. ASM International

<sup>16</sup> Davis, J. R., Associates, J. R., & Committee, A. S. (1993). *Aluminum and Aluminum Alloys*. ASM International.

la precipitación de segundas fases que refinan el tamaño de grano del material final <sup>[17]</sup>.

Por su parte la metalurgia de polvo ha permitido que se desarrollen materiales compuestos avanzados, los cuales son utilizados comúnmente en aplicaciones aeroespaciales y de alta tecnología tales como CERMETS (matriz cerámica-refuerzo metálico), OMS (matriz orgánica), MMX (matriz metálica), FRC (materiales refuerzos por fibra), PRC (materiales refuerzos por partículas) y GMC (matriz vítrea) <sup>[18]</sup>.

### **1.1.2 Limitantes de la técnica de aleado mecánico**

Algunos de los inconvenientes presentes en la técnica del aleado mecánico son:

- Posible contaminación del material producido producto de dos factores principales:
  - La adición de partículas muy finas a las paredes de los viales después de llevar acabo cada molienda.
  - La contaminación proveniente del desprendimiento de material de los viales y los balines.
- El estudio de las condiciones ideales:
  - Debido a que el proceso del aleado mecánico cuenta con múltiples variables que afectan significativamente el proceso, la determinación de las condiciones ideales para la síntesis de materiales se vuelve muy compleja.

---

<sup>17</sup> Smallman, R. E., & Bishop, R. J. (1999). Modern Physical Metallurgy and Materials Engineering. Elsevier Science.

<sup>18</sup> Singh, H., & Dhindaw, B. K. (2011). Metal Matrix Composites: Aluminum. Wiley Encyclopedia of Composites, 1-18.

- La naturaleza estadística del proceso:
  - Al depender el aleado mecánico de la ocurrencia (número y frecuencia) de impactos por parte de los balines a los polvos, el polvo resultante del proceso cuenta con una distribución estadística de propiedades, las cuales conforme se aumenta el tiempo de molienda se homogenizan, mas sin embargo jamás serán completamente iguales.
- Las temperaturas locales dentro del vial:
  - Debido a la energía impartida durante los impactos la temperatura dentro de los viales incrementa, éste incremento de temperatura puede ser deseable o no dependiendo del materiales que se pretende obtener, el incremento de temperatura conlleva recristalización y producción de reacciones químicas entre el polvo-polvo y polvo-ambiente (gas, líquido o ambos).

Distintas formas de sobreponerse a las limitaciones de la técnica se han desarrollado durante la existencia del aleado mecánico, algunas de éstas son el recubrimiento de viales con material del producto final que se desea, el uso de recipientes y balines fabricados con materiales inmiscibles en el sistema y sistemas de refrigeración para los viales.

### **1.1.3 Revisión bibliográfica**

En la actualidad se han realizado estudios prometedores de materiales nano-compuestos con base Al obtenidos mediante molienda mecánica [<sup>19</sup>,<sup>20</sup>,<sup>21</sup>], como los de:

---

<sup>19</sup> Ajayan, P. M. (2003, 8). Bulk Metal and Ceramics Nanocomposites. In P. M. Ajayan, L. S. Schadler, & P. V. Braun (Eds.), Nanocomposite Science and Technology (pp. 1-75).

- Jian Gu<sup>22</sup> et al, quienes estudiaron la microestructura y propiedades mecánicas de un material compuesto base aluminio, reforzado por partículas con forma de aguja de Al<sub>13</sub>Fe<sub>4</sub>, obtenido por medio del proceso de aleado mecánico (AM), debido a sus aplicaciones potenciales como aleaciones de alta resistencia y bajo peso, producto de su estabilidad microestructural y excelente resistencia a altas temperaturas. La dureza obtenida de las muestras incrementó en relación con el contenido de Fe debido al aumento de la fracción volumétrica del intermetálico Al<sub>13</sub>Fe<sub>4</sub>. La muestra con mayor resistencia última a la fractura fue la de Al-10%Fe con 1130 MPa pero con un desempeño pobre de deformación plástica debido a la falta de una fase suave de Al.
- H. Abdoli<sup>23</sup> et al, cuyo interés en los compuestos base aluminio, se debe a las buenas propiedades mecánicas como resistencia, rigidez, resistencia al desgaste y a sus comportamientos físicos, incluyendo bajo peso, y conductividad térmica y eléctrica. Por lo que sinterizaron un compuesto nanoestructurado de Al-10%vol de AlN empleando un molino planetario de alta energía. El análisis en los picos del difractograma de rayos x de Al revela una disminución de tamaño de cristalita, siendo mayor en aquellos con AlN, mostrando un efecto del AlN como agente acelerador del proceso de molienda mecánica. De

---

<sup>20</sup> Amir Khanlou, S., Ketabchi, M., & Parvin, N. (2012, 11). Nanocrystalline/nanoparticle ZnO synthesized by high energy ball milling process. *Materials Letters*, 86, 122-124.

<sup>21</sup> Chawla, N., Williams, J. J., & Saha, R. (2002, 11). Mechanical behavior and microstructure characterization of sinter-forged SiC particle reinforced aluminum matrix composites. *Journal of Light Metals*, 2, 215-227.

<sup>22</sup> Gu, J., Gu, S., Xue, L., Wu, S., & Yan, Y. (2012, 12). Microstructure and mechanical properties of in-situ Al<sub>13</sub>Fe<sub>4</sub>/Al composites prepared by mechanical alloying and spark plasma sintering. *Materials Science and Engineering: A*, 558, 684-691

<sup>23</sup> Abdoli, H., Salahi, E., Farnoush, H., & Pourazrang, K. (2008, 8). Evolutions during synthesis of Al-AlN-nanostructured composite powder by mechanical alloying. *Journal of Alloys and Compounds*, 461, 166-172.

igual manera, la dureza de las muestras con AlN fue superior a las de Al puro.

Pero, sin embargo, solamente existe un estudio del proceso de molienda mecánica en donde se pretende obtener materiales compuestos base solución sólida sobresaturada de Al reforzados con partículas cerámicas:

- Ehsan Mostaed<sup>24</sup> et al. realizaron una investigación sobre la obtención de polvos nano-compuestos de Al-4.5%Cu reforzado con 0, 4 y 8 %vol. de SiC. Analizaron muestras a 0, 5 y 10 h. de molienda en un molino de alta energía a 300 rpm, con un relación de balines-polvo de 10:1 y 20:1 en una atmósfera de Ar y con 1% w. de ácido estérico como agente de control. La formación de fases AlCu<sub>3</sub>, Al<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub> y AlCu después del tratamiento de envejecido, indican que la distribución no es uniforme. Mediante microscopia electrónica de transmisión (MET) pudieron mostrar la formación de partículas nanométricas de SiC y la formación de la matriz Al-4.5% Cu durante el proceso de MA.

Lamentablemente durante este estudio, la metodología experimental no fue la mejor, ya que llevaron a cabo la molienda de los polvos elementales de Al, Cu y TiC al mismo tiempo, lo cual dio como resultado la presencia de fases de AlCu<sub>3</sub>, Al<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub> y AlCu, detectadas mediante difracción de rayos x, y debido a que la sensibilidad de la técnica de difracción de rayos x ronda el 3%, se puede concluir que su matriz de solución sólida de cobre en aluminio cuenta como mínimo con un 9% de contaminación por la presencia de las otras fases.

---

<sup>24</sup> Mostaed, E., Saghafian, H., Mostaed, A., Shokuhfar, A., & Rezaie, H. R. (2012, 5). Investigation on preparation of Al-4.5%Cu/SiCp nanocomposite powder via mechanical milling. Powder Technology, 221, 278-283.



De esta manera, queda por estudiar la disminución de contaminación al realizar primero la molienda mecánica de solo los polvos elementales para la formación de la solución sólida sobresaturada, y una vez formada, proseguir con la molienda agregando las partículas de refuerzo. Además, existen estudios que muestran que las partículas de refuerzo mejoran más las propiedades mecánicas de los materiales entre menor sean<sup>25</sup>, pero también, al aumentar el área de contacto, son más susceptibles a reaccionar químicamente<sup>26</sup>, por lo cual, también es de interés, realizar la molienda del TiC por separado a altas revoluciones para obtener nanopartículas de TiC y entonces proceder con la molienda del material nano-compuesto.

También queda por estudiar la diferencia en la evolución durante la síntesis mediante aleado mecánico de soluciones sólidas sobresaturadas distintas a las del Cu en Al, y la reacción que tenga con las partículas cerámicas.

En la tabla contenida en el anexo 1 se muestran algunas de las investigaciones más recientes de materiales compuestos de matriz base Al y las variables críticas empleadas durante el experimento.

## **1.2 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA**

Debido a las características innatas del proceso de aleado mecánico, ha sido imposible mediante la metodología del proceso utilizada en la literatura obtener materiales compuestos de matriz de solución sólida sobresaturada reforzados con partículas cerámicas, sin embargo otras técnicas como torsión bajo alta presión (HPT) y solidificación rápida han sido empleados

---

<sup>25</sup> Casati, R., & Vedani, M. (2014). Metal Matrix Composites Reinforced by Nano-Particles: A Review. *Metals*, 4(1), 65–83.

<sup>26</sup> Bobet, J.-L., Akiba, E., Nakamura, Y., & Darriet, B. (2000). Study of Mg-M (M=Co, Ni and Fe) mixture elaborated by reactive mechanical alloying—Hydrogen sorption properties. *International Journal of Hydrogen Energy*, 25(10), 987-996.

para obtener materiales similares. Por lo que el presente trabajo pretende determinar las condiciones (y el protocolo experimental) para obtener dichos materiales.

Además de lo expresado en el párrafo anterior, existe limitada literatura acerca de la extensión de los límites de solubilidad en Al de Ni, Mg y Si, y la bibliografía disponible usualmente no cuentan con modelados del proceso de aleado mecánico, por lo que la intención de estas investigaciones suelen no contemplar la optimización del proceso.

Los materiales que se pretenden obtener, debido a sus características teóricas se consideran que pueden ser empleados en campos de alta tecnología como militar o aeroespacial, debido a que al ser materiales compuestos base Al, contarán con muy bajo peso pero con una mayor resistencia y dureza. De esta manera se pretende ampliar las opciones disponibles para estas áreas que requieren materiales con esas características.

### **1.3 JUSTIFICACIÓN**

Actualmente existe poca información sobre las características de materiales de matriz de aluminio reforzado con partículas de TiC, por lo que el presente trabajo pretende ampliar la información sobre estos materiales nanocompuestos además de emplear una técnica muy versátil como es el aleado mecánico a diferencia de las empleadas con anterioridad para determinar las condiciones de síntesis del material.

## 1.4 HIPÓTESIS

- El proceso de molienda mecánica permite la formación de materiales metaestables, y se ha comprobado que permite extender el límite de solubilidad, por lo que debe de ser posible obtener soluciones sólidas sobresaturadas de Ni, Si y Mg en Al después de 30 h de molienda a 300 y 500 rpm.
- Las revoluciones en el proceso de aleado mecánico determinan la cantidad de energía impartida en el sistema y consecuentemente la temperatura local dentro de los viales, por lo que se obtendrá la solución sólida sobresaturada en menos tiempo en las muestras molidas a 500 rpm que en las de 300 rpm
- El Ni al ser más dúctil que el Si y el Mg tardará más tiempo en homogenizarse, presentará una mayor cantidad de aglomerados y posiblemente tardará más tiempo en formar la solución sólida sobresaturada
- El parámetro de red de las soluciones sólidas sobresaturadas se podrá aproximar mediante la ley de Vegards, y dependerá de su composición. Para la solución sólida sobresaturada de Si en Al, el parámetro de red será mayor que el del Al, mientras que para la solución sólida sobresaturada de Ni en Al, el parámetro de red será menor. Pero existe la posibilidad que el tipo de defectos presentes, provoqué que el parámetro de red no se ajuste a la ley de Vegards.
- Al emplear partículas de TiC previamente molidas se generan más áreas de contacto, las reacciones químicas deberán de aumentar, y aunque aumente la homogenización del TiC en la matriz, se presentará una mayor cantidad de fases secundarias.
- Si se minimiza la contaminación y la energía impartida al sistema, es de esperarse la formación de la solución sólida sobresaturada y una

fase más se precipite y mejore las propiedades mecánicas del material.

## **1.5 OBJETIVOS**

### **Objetivo general**

- Determinar las condiciones de molienda mecánica necesarias para la obtención de materiales nano-compuestos de matriz base SSS de Al reforzadas con TiC, empleando un molino planetario de baja energía.

### **Objetivos específicos**

- Realizar la síntesis de las aleaciones base Al adicionadas con Ni, Si y Mg respectivamente a partir de polvos elementales mediante AM.
- Producir los materiales compuestos de matriz base Al-Ni, Al-Si y Al-Mg reforzados con partículas de TiC mediante molienda mecánica.
- Estudiar el efecto de la adición del Ni, Si, Mg y TiC en la microestructura de los materiales obtenidos.
- Estudiar el efecto de distintos porcentajes de TiC en la evolución durante la síntesis del material nano-compuesto.

## **1.6 ALCANCES**

El presente proyecto de investigación, tiene como alcances:

- Conocer el efecto de las variables establecidas en el proceso de aleación mecánica para poder establecer las condiciones idóneas sobre la síntesis de las soluciones sólidas sobresaturadas de Ni en Al, Si en Al y Mg en Al.

- Caracterizar la microestructura y/o comportamiento mecánico de los materiales producidos.
- Comparar las condiciones de obtención de las soluciones sólidas sobresaturadas de Ni en Al, Si en Al y Mg en Al, así como sus propiedades mecánicas, y su evolución durante el proceso de molienda mecánica.
- Comparar la evolución de los materiales nano-compuestos durante el proceso de molienda mecánica.
- Estudiar el efecto que tiene en sus propiedades mecánicas y en la síntesis, distintas concentraciones de partículas de refuerzo de TiC, para determinar la cantidad idónea en ambos materiales.

## **CAPÍTULO 2**

### **MARCO TEÓRICO**

En el presente capítulo se describe tanto el proceso del aleado mecánico de manera detallada, así como sus ventajas, desventajas, características, factores que afectan el procesamiento y variables a tomar en cuenta además se presenta información sobre el sistema de aleación binario Al-Cu

---

#### **2.1 ALEADO MECÁNICO**

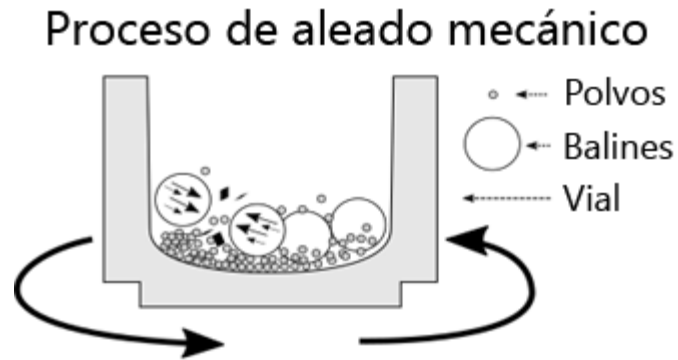
##### **2.1.1 Proceso de aleado mecánico**

El aleado mecánico es una técnica de procesamiento de polvos que destaca por su versatilidad, ya que permite obtener una gran variedad de materiales que inclusive serían imposibles o complejos de producir por métodos convencionales; algunos de los materiales que permite obtener la técnica del aleado mecánico son:

- Materiales policristalinos;
- Materiales nanocristalinos;
- Materiales amorfos;
- Materiales compuestos;
- Soluciones sólidas;
- Soluciones sólidas sobresaturadas;
- Materiales metaestables.

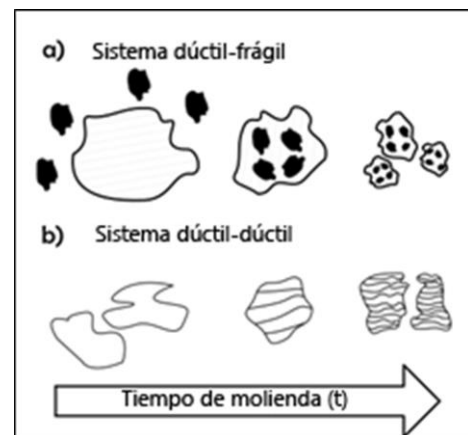
El principio fundamental del proceso del aleado mecánico consiste en la acumulación de defectos debido a impactos impartidos por unos balines sobre los polvos, lo que provoca que se generen soldaduras entre las interfaces de contacto de los polvos y fractura de las partículas tras la

fragilización por trabajo en frío. Siendo de esta manera un proceso en donde la soldadura y fractura de los materiales son pieza clave durante la fabricación del material.



**Fig.2.1** Diagrama del proceso de Aleado Mecánico en donde se observa la sección transversal de un vial de un molino planetario.

Dependiendo de la naturaleza de las propiedades mecánicas de los materiales iniciales, el proceso se inclinara más hacia la soldadura o la fractura; cuando el proceso es dominado por la soldadura se produce el aglomeramiento de partículas, lo anterior ocurre cuando se utilizan materiales dúctiles (Fig. 2.2b), pero cuando se emplean materiales duros, es la fractura la que domina el proceso, y finalmente



**Fig.2.2** Evolución del sistema Dúctil-Frágil (a) y Dúctil-Dúctil (b)

cuando se utilizan materiales dúctiles y duros (como es el caso para la fabricación de materiales compuestos), se crean soldaduras entre el material dúctiles y las partículas duras quedan incrustadas en los aglomerados (Fig. 2.2a).

Conforme transcurre el tiempo de molienda la tasa de soldadura y fractura se equilibran en el sistema, sin embargo debido a que el proceso del aleado mecánico por su naturaleza afecta solo a las partículas que son colisionadas en cada instante, siempre existe una diferencia entre las partículas dentro del sistema ya que algunas reciben más impactos que otras, por lo que se obtiene una distribución de tamaño de partículas, de tal manera que son las partículas que se encuentran en el equilibrio de soldadura y fractura las que conforman la mayoría de los polvos finales.

En contraste cuando el proceso se realiza a baja energía, la energía de los impactos disminuye, por lo que la difusión atómica y la soldadura también, es de esta manera que la acumulación de defectos sea la que domine el proceso, provocando principalmente la fractura y refinamiento de las partículas, minimizando así la interacción elemental de los polvos. A pesar de lo anterior, es menester mencionar que una vez que las partículas han alcanzado tamaños menores a un micrómetro, la energía necesaria para que ocurra difusión atómica entre las partículas disminuye, por lo que nuevamente se crea un sistema con balance de soldadura y fractura.

### **2.1.2 Ventajas de la técnica de aleado mecánico.**

Dentro de las ventajas que otorga el proceso de aleado mecánico destacan el hecho de que éste es capaz de procesar todo tipo de materiales, además de que la modificación de los parámetros del proceso (RPM, tiempo de molienda, atmósfera, geometría, temperatura, pausas, etc.) permite modificar las propiedades cristalinas y microestructurales del material que se obtenga.

Dentro de las ventajas que ofrece el aleado mecánico a nivel industrial se encuentran la economización debido a que puede utilizar desperdicio industrial como material inicial, la homogenización de la composición química de los polvos obtenidos al final del proceso, el ahorro energético ya que el



proceso no requiere de hornos de alta temperatura para fundir el material, la fabricación de materiales imposibles que serían complejos mediante otras técnicas, la facilidad de manejo del polvo final y la ausencia de generación de desperdicios durante el proceso.

### **2.1.3 Equipo para el aleado mecánico**

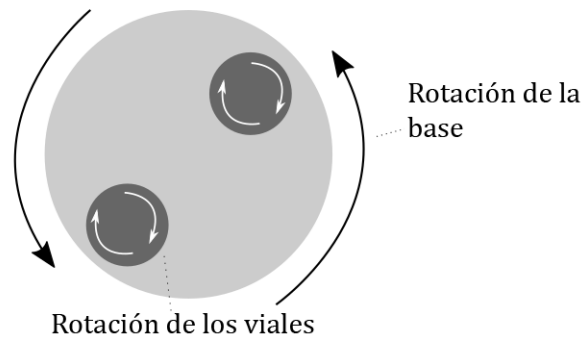
Los equipos disponibles para llevar a cabo el proceso de aleado mecánico varían mucho entre sí, ya que solamente se necesita que se generen colisiones de alta energía entre los balines y los polvos en el sistema. Dentro de la gran variedad de molinos algunas de las variantes son la orientación de los viales (de acuerdo el eje de rotación), el tamaño de los viales o contenedores, la rotación que puede ser simple, planetaria o de doble rotación, la posición de los polvos, el empleo de campos magnéticos, el mecanismo de impartición de energía cinética a los balines, las velocidades alcanzadas por los equipos, etc<sup>27</sup>.

El molino empleado en la presente tesis, fue el molino planetario, el cual se caracteriza por una placa con movimiento rotacional y los viales a su vez sobre la placa con movimiento rotacional propio. Las ventajas de este tipo de molino yacen en que al ser de baja energía, es óptimo para estudiar de manera controlada la evolución de los polvos y obtener así fases metaestables con un procedimiento controlado y favorable para su repetición, lo cual lo hace idóneo para la investigación científica.

---

<sup>27</sup> Suryanarayana, C., Ivanov, E., & Boldyrev, V. V. (2001, 5). The science and technology of mechanical alloying. *Materials Science and Engineering: A*, 304-306, 151-158.

### Cinemática de molinos planetarios



**Fig.2.3** Diagrama del movimiento cinemático de un molino planetario. Se observa la rotación inversa de los viales al disco.

#### 2.1.4 Control de proceso

Es crítico establecer un equilibrio entre la fractura y soldadura en frío para alejar mecánicamente de manera satisfactoria. Desarrollar este equilibrio puede requerir diferentes modificaciones del proceso dependiendo del sistema de aleación involucrado.

Una forma de disminuir la aleación en frío y aumentar la fractura consiste en modificar la superficie de las partículas en deformación agregando un agente (PCA) que impide el contacto limpio metal-metal necesario para la soldadura en frío.

Otra forma consiste en modificar la forma de deformación de las partículas de polvo para que se fracturen antes de deformarse. Esto puede ser logrado a través de la molienda criogénica.

La distribución de tamaño de partícula de los polvos aleados mecánicamente se encuentra en un rango de 10 a 500 micrómetros en diámetro con un tamaño promedio de 50 a 200 micrómetros; lo cual está en función del tamaño de inicio del polvo y su distribución y composición. Los polvos que

fácilmente sueldan en frío como el aluminio, crecen rápidamente en tamaño, el tamaño promedio del diámetro de la partícula a la cual se estabiliza la distribución del tamaño del polvo depende del tipo y cantidad del agente PCA. En muchos casos después de largos periodos de procesamiento, el PCA se alea con las partículas de polvo y en este punto ya no provendrán de la soldadura en frío excesiva. La flexibilidad de la aleación mecánica es tal que se puede alterar la distribución del tamaño de polvo al procesarlo más allá de su punto de homogeneidad con o sin la adición de agentes extras de control del proceso.

### **2.1.5 Factores que afectan el proceso de la aleación mecánica**

Se ha reportado que los parámetros que repercuten durante la molienda son:

- Energía de impacto:

Depende del molino en específico, la densidad y tamaño de bolas. Se ha observado que la microdureza desarrollada en las microestructuras de aleaciones mecánicas es dependiente de la energía de impacto. También se ha observado que en molinos de alta energía el grado de cristalización aumenta, mientras que en molinos de baja energía la amorfolización ocurre.

- Tamaño de la bola de molienda:

El tamaño de bola afecta el tamaño, morfología, temperatura de recristalización y entalpia del polvo producido. Los eventos de soldadura/fractura pueden ser aumentados usando un rango de tamaño de bolas diferentes en lugar de usar bolas del mismo tamaño.

- Relación bolas-polvo:

El aumento de la relación bolas polvo reduce el movimiento libre lo cual reduce la frecuencia de las colisiones. En general se ha encontrado que la relación bolas-polvo óptima se encuentra en un rango de 5 -30 a 1, y para casos de amorfolización se utiliza un valor acercándose a 100 a 1.

- Velocidad:

La velocidad del molino es una de las variables más importantes a considerar. Velocidades de rotación muy bajas, con llevan a períodos muy largos de molienda y una baja homogeneidad en la aleación debido a su entrada inadecuada de energía cinética. Pero en casos de muy altas velocidades conlleva al calentamiento excesivo y alto desgaste de las bolas causando contaminación por parte del medio de molienda y los viales.

### **2.1.6 Atmósfera de molienda**

Es necesario controlar el medio atmosférico en el que se realiza el aleado mecánico, debido a que se han demostrado notables niveles de contaminación con solo pequeñas cantidades de O<sub>2</sub> o H<sub>2</sub>O, los cuales pueden afectar de manera muy notable el producto final. Es por esto que el proceso de aleado mecánico suele ser realizado en atmósferas inertes.

Debido a que los polvos producidos por aleado mecánico, son muy finos, estos presentan áreas superficiales muy grandes, por lo cual, los polvos son muy reactivos, siendo capaces de reaccionar con otros gases además del oxígeno, como son el hidrógeno y nitrógeno. Sus efectos se ven reflejados en contaminación, cinética de aleación e incluso en la constitución de las

fases finales. Esto conlleva a tomar en cuenta a la atmósfera como uno de los factores más importantes en el proceso.

El nitrógeno es un gas muy estable e inerte cuando se calienta a altas temperaturas. Pero en el caso de la aleación mecánica se muestra inestable debido a que reacciona con la mayoría de los elementos, resultando en la formación de nitruros. Es por esto que el argón es uno de los gases más empleados en el proceso de aleado mecánico para prevenir la oxidación y contaminación de los polvos.

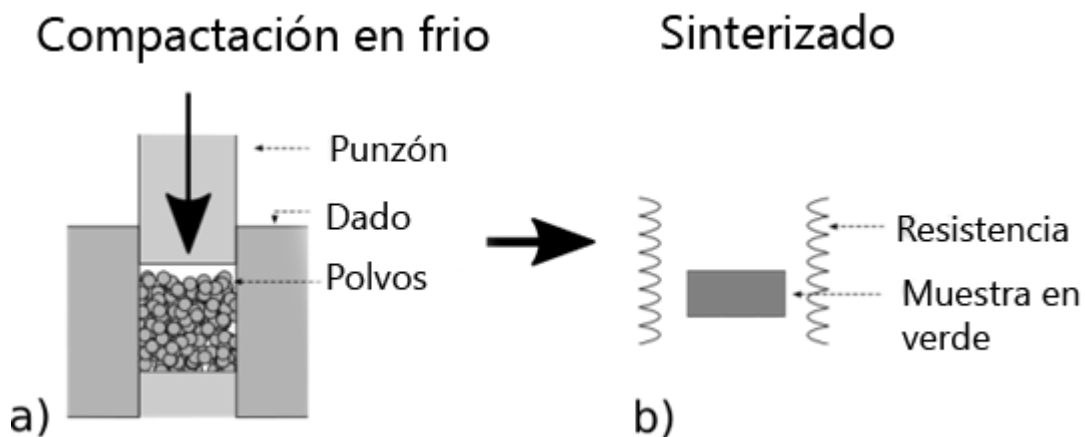
### **2.1.7 Tiempo de molienda**

El tiempo de molienda es uno de los parámetros más importantes en la molienda de los polvos. El tiempo requerido varía dependiendo del tipo de molino, velocidad, relación bolas-polvo y temperatura. Por lo cual el tiempo necesario debe de decidirse para las combinaciones de los parámetros anteriores y para el sistema de polvo en particular. Como sea, también debe de tenerse presente que los niveles de contaminación aumentan además de que algunas fases indeseables se forman si el polvo se muele más tiempo del requerido.

## **2.2 TECNOLOGÍA DE POLVOS**

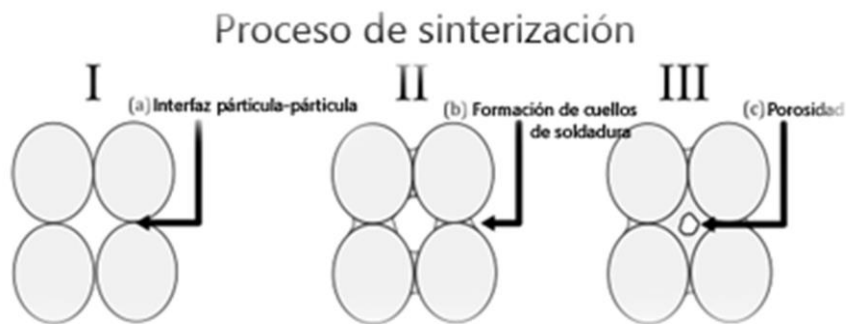
La tecnología de polvos estudia el desarrollo de técnicas relacionadas con la síntesis de polvos y la consolidación de piezas sólidas. Uno de sus objetivos principales es el de obtener productos con características microestructurales y composiciones difíciles o imposibles de obtener por métodos convencionales. Debido a esto, la tecnología de polvos es una rama de la ciencia que trabaja con materiales que se suelen utilizar en aplicaciones que requieren materiales de alto desempeño.

Las técnicas más comunes para la densificación de polvos consisten en aplicar una alta presión y una temperatura menor a la del punto de fusión de los polvos. Este proceso se conoce como sinterización y tiene dos vertientes principales, la primera y más común en donde la compactación se realiza por separado del proceso de calentamiento (Compactación en frío) y la segunda, la cual realiza al mismo tiempo la compactación y el calentamiento de la muestra (Compactación en caliente).



**Fig.2.4** Proceso de sinterizado convencional en dos pasos, primero se realiza la compactación en frío (a) y posteriormente se procede a sinterizar la pastilla en verde (b)

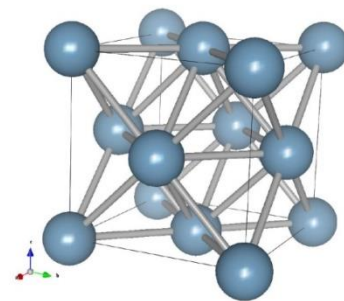
El proceso de sinterización requiere presiones mayores al límite de cedencia de los polvos para que de esta manera exista contacto entre las interfaces de las partículas. Posteriormente, el incremento en temperatura provoca que se propicie la difusión atómica entre las partículas, lo que origina la formación de cuellos de soldadura entre las partículas, los cuales al continuar con el proceso crecen y dan lugar a la formación de poros.



**Fig. 2.5** Representación del proceso de sinterización, el cual se caracteriza por la presencia de la interface partícula-partícula (a) en la etapa I, la formación de cuellos de soldadura (b) en la etapa II y la aparición de porosidades (c) tras el crecimiento de los cuellos de soldadura en la etapa II.

### 2.3 ALUMINIO

La importancia del aluminio yace en sus propiedades de bajo peso (debido a su densidad de 2.73 g/cm<sup>3</sup>), alta reflectividad de luz, calor y radiación electromagnética, su fácil reciclaje, durabilidad, formabilidad y su resistencia a la corrosión. Sin embargo, es imposible utilizarlo como elemento puro para cuestiones estructurales debido a que su módulo de Young es de 70 GPa, y su módulo de rigidez es de 25 GPa (casi una tercera parte de la del acero). Aunado a lo anterior, su resistencia máxima a la tensión es baja, de tan solo 37 MPa, y cuenta con un límite de fluencia de 32.5 MPa y una dureza de 15 HB haciéndolo un metal blando, y susceptible a la fractura por fatiga.



**Figura 2.6** Estructura cristalina tipo FCC del aluminio.

Cuenta con un radio atómico de 143 pm, una estructura cristalina FCC con un parámetro de red de 4.050 Å (figura 2.1) y una temperatura de fusión de 933.47 K.

## 2.4 EXTENSIÓN DE SOLUBILIDAD SÓLIDA

Las aleaciones de soluciones sólidas han demostrado tener propiedades deseables como un incremento en la resistencia y módulo de elasticidad, cambios en densidad y eliminación de concentraciones gruesas de segundas fases. Dando a lugar a una precipitación uniforme de partículas finas de segunda fase en la matriz, incrementando su resistencia y dureza por precipitación.

Hume-Rothery ha proveído algunas reglas empíricas para la formación de una solución sólida total en sistemas binarios, las cuales consisten en:

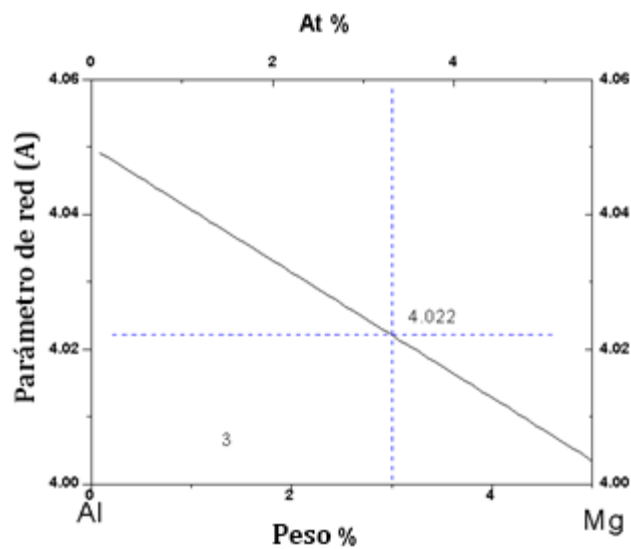
- Si la diferencia de tamaño atómico del soluto es menor al 14 % del solvente, la extensión de solubilidad es favorable y puede llegar a ser ilimitada.
- Si la diferencia de electronegatividades es grande, la formación de soluciones sólidas será pequeña.
- Un metal de mayor valencia es más probable que se disuelva en uno de menor valencia, de tal manera que si ambos tienen igual número de valencia, se esperaría una completa solubilidad sólida
- La formación de soluciones sólidas continuas es posible solo cuando ambos componentes tiene la misma estructura cristalina.

Si bien se cree que las reglas de Hume Rothery son necesarias, no son suficientes para predecir si un sistema podrá tener una extensión de solubilidad.

Los procesos de no equilibrio como la solidificación rápida, depositación de vapores, plasma y procesamiento laser han sido capaces de generar extensión de solubilidad. Por su parte el aleado mecánico ha demostrado ser capaz de generar fases sobresaturadas estables y metaestables en sistemas binarios y de mayor orden.



Debido a que el parámetro de red de una solución sólida es muy sensible al contenido de soluto en la solución sólida, la medición de parámetros de red ha sido el método más efectivo para evaluar los límites de la solubilidad sólida. Si los átomos de soluto son mayores que el solvente, conforme transcurre el tiempo de molienda, el parámetro de red incrementará hasta llegar al límite de saturación, mientras que si los átomos del soluto son menores, el parámetro de red disminuirá, tal y como se observa en la figura 2.7.



**Figura 2.7** Disminución del parámetro de red de una aleación en función del contenido del soluto en el solvente mediante la Ley de Vegard para el sistema Al-Mg

La ley de Vegard es una regla empírica que predice aproximadamente el parámetro de red final que tendrá una aleación, para esto se emplean las constantes de parámetro de red de los componentes elementales. El parámetro se calcula mediante la siguiente ecuación (Ecuación 2.1):

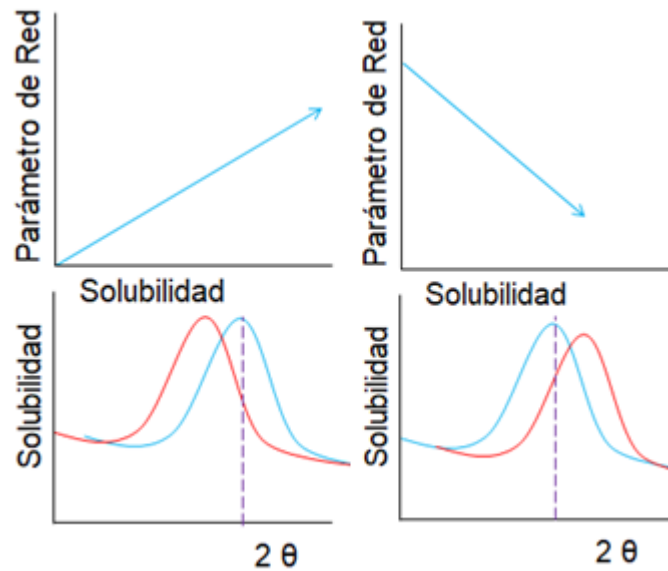
$$a_{\text{aleación}} = X_A a_A + X_B a_B \quad (2.1)$$

**Ecuación 2.1** Cálculo del parámetro de red mediante la Ley de Vegard, en donde  $a_{\text{aleación}}$  es el parámetro de red de la aleación,  $X_A$  y  $X_B$  son la fracción atómica del elemento A y B respectivamente y  $a_A$  y  $a_B$  son el parámetro de red del elemento A y B.

En donde  $a_A$  y  $a_B$  son los parámetros de red de los componentes iniciales y  $X_A$  y  $X_B$  su fracción atómica en la aleación, de tal manera que existe una relación lineal entre el parámetro de red de una aleación y la concentración de sus elementos constituyentes. Empleando esta fórmula se pueden generar gráficas que aproximan el valor esperado del parámetro de red en una aleación dependiendo de la concentración de los elementos aleantes.

Sin embargo, las extrapolaciones pueden ser erróneas, sobretodo en condiciones de poco equilibrio o metaestables, y la asunción de la aplicabilidad de la ley de Vegards no siempre es válida, ya que se ha mostrado una desviación considerable de la linealidad del parámetro de red.

En la práctica existen muchas dificultades para evaluar acertadamente el límite de solubilidad de las aleaciones. Usualmente la ausencia de picos de DRX del soluto se suele tomar como evidencia de una completa disolución del soluto en el solvente, sin embargo, análisis de las mismas muestras, han mostrado la existencia de partículas nanométricas del soluto, por lo que no se ha logrado una disolución completa. Además el refinamiento del polvo y los esfuerzos en la red cristalina debido al proceso del aleado mecánico, provocan un ensanchamiento de picos y por consiguiente una disminución de intensidad, dificultando la localización de los picos y cálculos de los parámetros de red. También la sensibilidad del equipo de DRX y la dificultad de determinar la homogeneidad de la muestra, son factores que influyen en las mediciones del equipo.

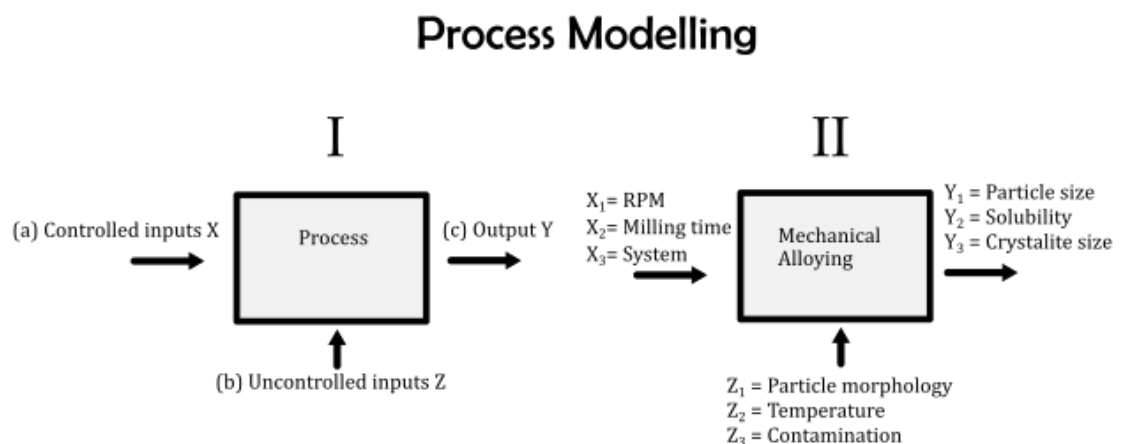


**Figura 2.8** Efecto del incremento (izquierda) y disminución (derecha) del parámetro de red conforme se solubiliza el elemento aleante en el desfase del pico de los picos de Difracción de Rayos X del solvente.

Como muestra de la dificultad de caracterizar los límites de solubilidad, Huang et al [135] analizó la información de las aleaciones de 10 sistemas y reportó la desaparición de picos de los elementos de menor número atómico, puesto que estos tienen una menor intensidad de picos, mientras los otros con mayor intensidad persistieron, de tal manera que a estos resultados se les puede atribuir, el refinamiento de las partículas y disminución de tamaño de cristalita ya que al ensanchar los picos y disminuir su intensidad, pueden parecer ausentes si la cantidad del segundo componente en el soluto es pequeña.

## 2.5 DISEÑO DE EXPERIMENTOS

El diseño de experimentos se basa en considerar los procesos como si se tratasen de un sistema desconocido (“caja negra”) con un número de entradas y salidas (también llamadas respuestas). Estos sistemas se modelan tal como se observa en la figura 2.9; Al cambiar las entradas del sistema arrojará salidas distintas, las cuales previamente se deberán de cuantificar según cuan deseable sean. Estos resultados servirán para determinar las condiciones necesarias para la optimización de las respuestas, así como también la sensibilidad de la respuesta con respecto a las entradas.



**Figura 2.9** Diagrama del modelado del proceso (I) y su aplicación al proceso del aleado mecánico (II). En donde X son las entradas controladas (a), Z las entradas sin controlar (b) y Y las salidas del sistema (c); Para el proceso del Aleado mecánico, las variables controladas son las RPM( $X_1$ ), el tiempo de molienda( $X_2$ ) y el sistema empleado( $X_3$ ), mientras que las variables sin controlar son la morfología de las partículas( $Z_1$ ), la contaminación( $Z_3$ ) y la temperatura( $Z_2$ ) y finalmente las salidas son el tamaño de partícula( $Y_1$ ), la solubilidad( $Y_2$ ) y el tamaño de cristalita( $Y_3$ ).

## CAPÍTULO 3

### PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

En este capítulo se describe de manera detallada, los materiales, equipo y procedimiento empleado en la síntesis de las soluciones sólidas sobresaturadas de Ni, Si y Mg (Al), así como las diferentes condiciones experimentales empleadas para la realización de los objetivos planteados en el presente trabajo. En subcapítulos posteriores se hace una descripción de las condiciones empleadas en las técnicas utilizadas (difracción de rayos X (DRX), microscopía electrónica de barrido (MEB) y prueba de microdureza Vickers en la caracterización microestructural y mecánica de los especímenes sujetos a distintos tiempos de molienda mecánica.

---

#### 3.1 MATERIALES EMPLEADOS

Los polvos elementales empleados para elaborar las soluciones sólidas sobresaturadas de Si, Ni y Mg en aluminio reforzadas con TiC consistieron en TiC de alta pureza (99.9 %), Si, Ni, Mg y Al grado reactivo (>99.5%).

Las características morfológicas de los polvos iniciales empleados se describen en la siguiente tabla (Tabla 3.1):

**Tabla 3.1** Características morfológicas de los polvos iniciales empleados en el presente trabajo de investigación

Polvo elemental	Morfología	Tamaño de partícula
Al	Partículas hojeladas	< 50 micras
Si	Partículas equiaxiales	< 50micras
Ni	Partículas equiaxiales	< 50 micras
Mg	Partículas irregulares	< 50 micras
TiC	Partículas equiaxiales	≈ 20 micras

Previo al proceso de aleación mecánica, a la mezcla de polvos metálicos se les adicionó un desaglomerante (alcohol metílico y ácido esteárico) con el fin de evitar la aglomeración de polvos y permitir que existiera un mayor contacto entre las interfaces limpias de las partículas para así promover el proceso de difusión atómica a medida que el tiempo transcurría durante el proceso de la molienda mecánica.

Para disminuir la reacción de los polvos elementales con el oxígeno durante el proceso de aleado mecánico, éstos se encapsularon en los viales bajo una atmósfera de argón. Previo a la introducción del gas argón, se removió todo el oxígeno presente en la cámara de vacío y se procedió a saturarla de argón, tras lo cual los viales fueron cerrados herméticamente.

### **3.2 PREPARACIÓN DE LA MEZCLA DE POLVOS ELEMENTALES PREVIO AL PROCESO DE ALEADO MECÁNICO.**

A continuación se describe el procedimiento para calcular las distintas cantidades de TiC%vol para reforzar las soluciones sólidas sobresaturadas; para llevar a cabo esto fue necesario determinar la densidad de las SSS obtenidas, para esto se empleó la regla de las mezclas, en dónde:

Se procedió en primera instancia a convertir esta composición a fracción volumétrica, cuyo procedimiento se explica a continuación.

$$Fv = \frac{(\%Peso\ de\ A)/(Densidad\ de\ A)}{(\%Peso\ de\ A)/(Densidad\ de\ A) + (\%Peso\ de\ B)/(Densidad\ de\ B)} \quad (3.1)$$

**Ecuación 3.1** Obtención de la fracción volumétrica (Fv) a partir de la densidad y % en peso de los materiales A y B.

La regla de las mezclas dice que:

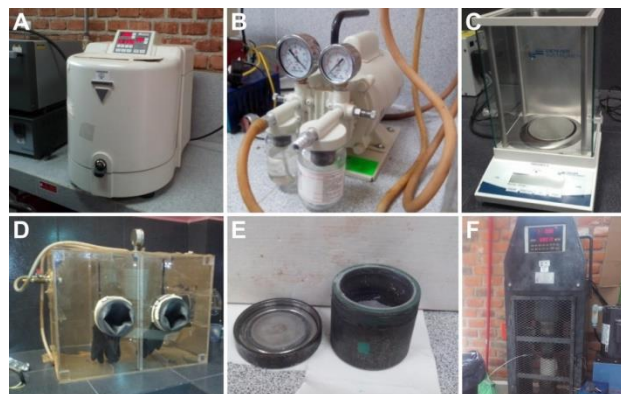
$$\rho_{total} = (Fv * \rho_1) + \{(1 - Fv) * \rho_2\} \quad (3.2)$$

**Ecuación 3.2** Densidad total ( $\rho_{total}$ ) del material compuesto a partir de las fracciones volumétricas ( $Fv$ ) y su densidad ( $\rho_1$  y  $\rho_2$ )

Una vez obtenida la densidad de las soluciones sólidas sobresaturadas en aluminio, se calculó el porcentaje en peso de TiC a partir del porcentaje volumétrico (5,1 0 y 15% de carburo de titanio).

### 3.3 EQUIPO EMPLEADO

Para la obtención de las soluciones sólidas sobresaturadas, se empleó en este trabajo un molino planetario de baja energía marca Rietsch (modelo: *Pulverisette7*), el cual se observa en la figura 3.1A. Entre las características más importantes de este molino se enlistan su capacidad de trabajo continuo máximo de 10h y una relación de rotación igual a 1/2 (rotación de plato/rotación de viales) con capacidad de realizar giro inverso y pausas automáticas. Los viales empleados (Fig. 3.1 E), los cuales fueron fabricados de un acero grado herramienta tipo D1 y fueron endurecidos mediante tratamiento térmico. A su vez, se utilizó una bomba de vacío (Fig. 3.1B) y una cámara (Fig. 3.1D) junto con el tanque de gas Argón (suministrado por la empresa INFRA con una pureza del 99.5%) para encapsular los polvos en los viales junto con los balines de acero endurecido.



**Figura 3.1** Equipo empleado para la síntesis de las soluciones solidas sobresaturadas y los materiales compuestos.

### 3.4 SOFTWARE EMPLEADO

En este subcapítulo se da una breve revisión al software que se utilizó para analizar las muestras y se desarrolla una revisión de las funciones utilizadas y las ventajas del software.

#### 3.4.1 Wolfram Mathematica

Wolfram Mathematica es un sistema de álgebra computacional el cual permite trabajar fácilmente con ecuaciones y expresiones matemáticas. La usabilidad del programa permite que uno implemente modificadores a las variables fácilmente, además es capaz de emplear algoritmos genéticos, de redes neuronales o similares para aproximarse iterativamente a un resultado.

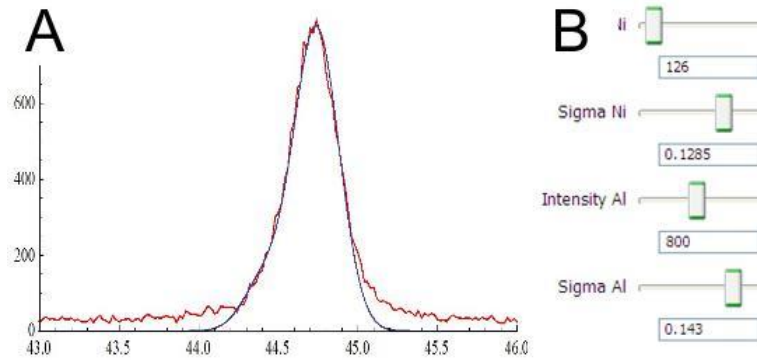
En este trabajo se empleó el programa para generar un programa en base a la siguiente función matemática (Ecuación 3.3), la cual presenta la sumatoria de intensidades de dos picos gaussianos, esto con el fin de obtener una aproximación a los valores de los picos correspondientes a cada fase, que debido al ángulo  $2\theta$  en que se ubican presentan superposición.

$$I_{\text{total}} = \sum_{i=1}^n I_i \cdot \exp\left(-\frac{(x - 2\theta_i)^2}{(2\sigma^2)}\right) \quad (3.3)$$

**Ecuación 3.3** Sumatoria de picos Gaussianos para la obtención de la intensidad observada ( $I_{\text{total}}$ ) del patrón de difracción de rayos X



El programa es controlado manualmente variando la posición 2 teta, la intensidad y el ancho de pico de las funciones gaussianas (Fig. 3.2).



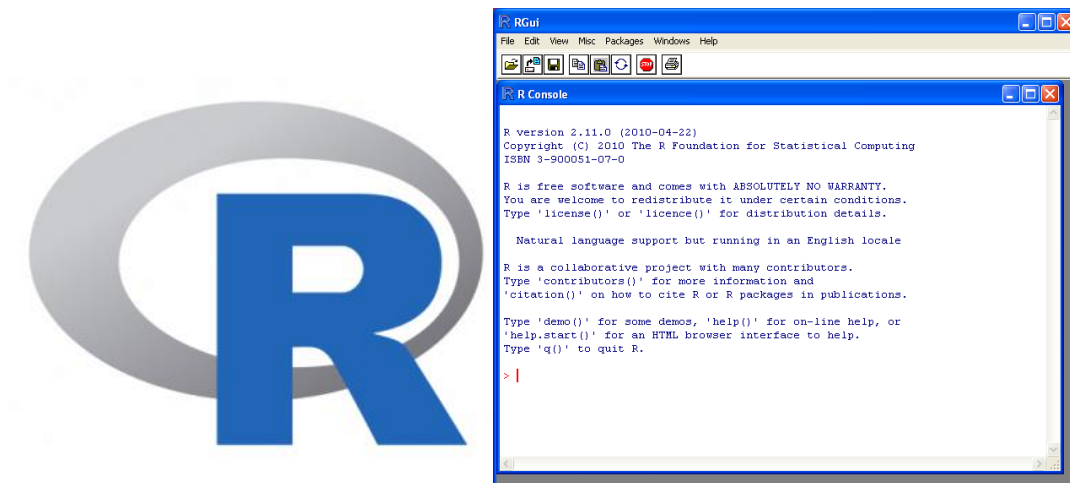
**Figura 3.2** Deconvolución de picos de patrones de Difracción de Rayos X mediante un ajuste del patrón simulado (línea azul) y el patrón observado (línea roja) controlando los parámetros de Int3ensidad y ancho de pico (B)

### 3.4.2 Origin Pro

El software Origin Pro fue empleado para analizar los patrones de difracción de rayos x, ya que la resolución máxima del programa permite identificar fácilmente y con exactitud los picos máximos y su posición 2 teta. Además de lo anterior, cuenta con funciones para eliminar el ruido y realizar regresiones o ajustes de funciones, convirtiéndolo en un programa de análisis de datos muy sencillo pero flexible de utilizar.

### 3.4.3 Lenguaje R

El lenguaje R es un lenguaje de programación desarrollado para el análisis estadístico de datos que permite estudiar el ajuste de modelos propuestos para encontrar los parámetros que mejor ajusten los datos simulados a los datos experimentales (Fig. 3.3).



**Figura 3.3** Pantalla de programación del lenguaje R.

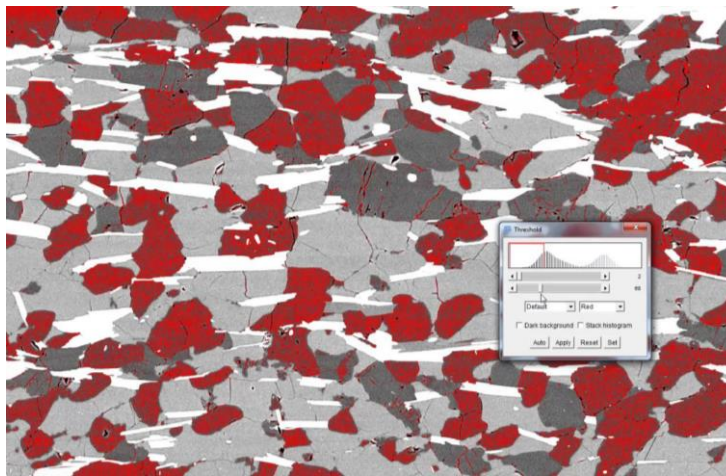
En el presente proyecto se utilizó el Lenguaje R para realizar los ajustes de curva de las funciones que mejor se aproximan a los comportamientos de:

- Evolución de tamaño de partícula.
- Solubilización del elemento aleante.
- Evolución del tamaño de cristalita.
- Evolución del parámetro de red.

Lo anterior apoyado en la metodología de diseño de experimentos para encontrar las funciones más adecuadas que modelen el fenómeno en el sistema del aleado mecánico.

### 3.4.4 Image J

Image J es un software abierto diseñado específicamente para el análisis dimensional de imágenes, desarrollado para su uso en distintas ramas de ámbito científico e industrial. El software permite realizar análisis sobre los píxeles de la imagen y su valor RGB para de esta manera determinar áreas continuas y los bordes de las figuras en la imagen, tal como se observa en la figura 3.4.



**Figura 3.4** Captura de pantalla del análisis de mediciones del tamaño de grano mediante Image J.

En este estudio se utilizó para determinar la distribución del tamaño de partícula y morfología en las muestras de los polvos, el tamaño de granos en las muestras sinterizadas y la identificación de la presencia partículas de refuerzo.

### 3.5 NORMAS EMPLEADAS

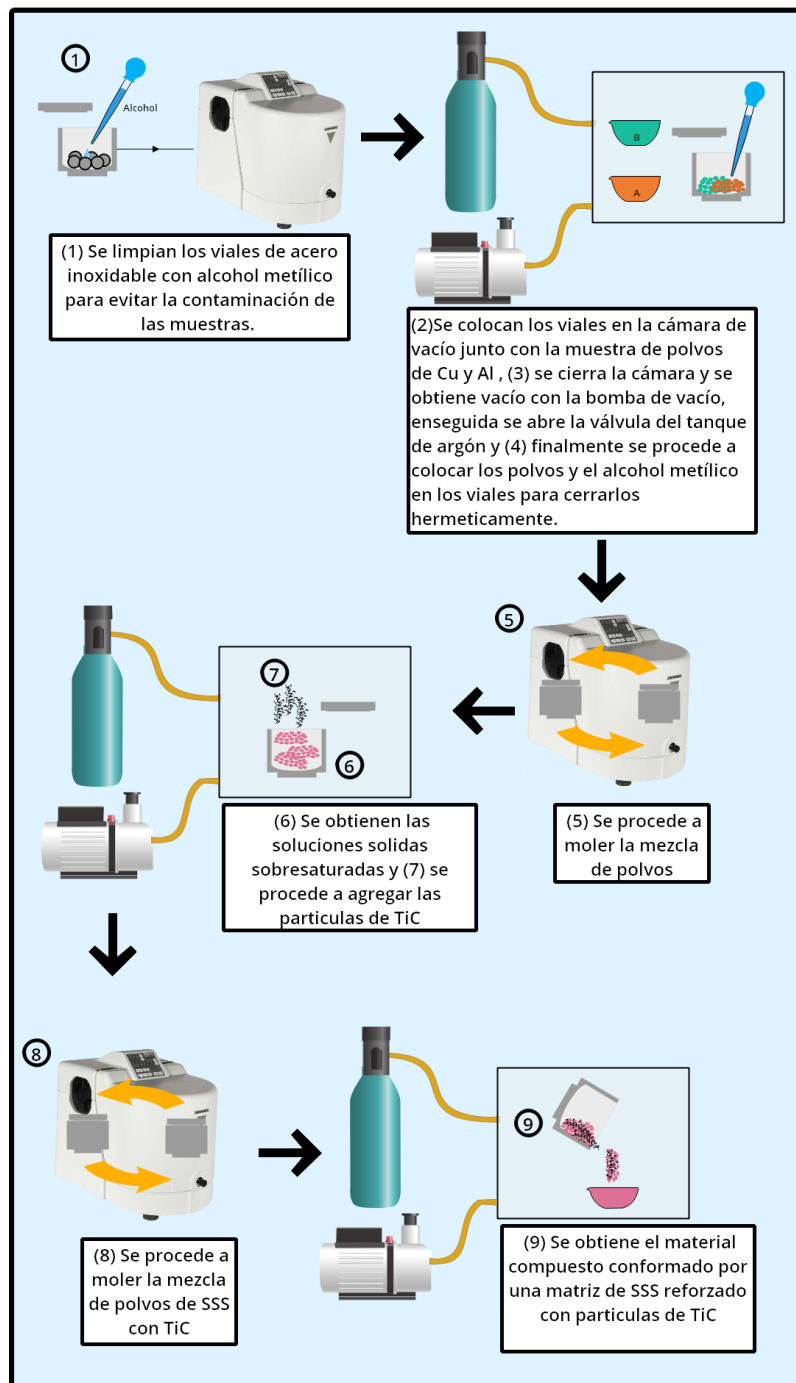
Las normas consultadas para la elaboración de las pruebas son las siguientes:

- ASTM B 214 – 99 Standard Test Method for Sieve Analysis of Metal Powders (Método de Prueba Estándar de Análisis de Criba);
- ASTM B 243 – 00 a 04 Standard Terminology of Powder Metallurgy (Terminología Estándar de Metalurgia de Polvos);
- ASTM B 276 – 91 Standard Test Method for Apparent Porosity in Cemented Carbides (Método de Prueba Estándar para la Porosidad Aparente en Carburos Añadidos);
- ASTM B 294 – 92 Standard Test Method for Hardness Testing of Cemented Carbides (Método de Prueba de Dureza Estándar para Carburos Añadidos);
- ASTM B 721 – 91 (Reapproved 1999) Standard Test Method for Microhardness and Case Depth of Powder Metallurgy (P/M) ((Método de Prueba Estándar para Microdureza y Profundidad de Metalurgia de Polvos);
- ASTM B 311 – 93 Test Method for Density Determination for Powder Metallurgy (P/M) Materials Containing Less Than Two Percent Porosity ((Método de Prueba Estándar para la Determinación de Densidad en Metalurgia de Polvos para muestras con porosidades menores al dos por ciento);
- ASTM B 312 – 96 Standard Test Method for Green Strength for Compacted Metal Powder Specimens (Método de Prueba Estándar Resistencia en Verde de Muestras de Polvos Metálicos);
- ASTM B 331 – 95 Standard Test Method for Compressibility of Metal Powders in Uniaxial Compaction (Método de Prueba Estándar para la compresibilidad de Polvos Metálicos en Compresión Uniaxial);

- ASTM B 528 – 99 Standard Test Method for Transverse Rupture Strength of Metal Powder Specimens (Método de Prueba Estándar para la Resistencia a la Ruptura Transversal de Muestras de Polvos Metálicos);
- ASTM B 610 – 00 Standard Test Method for Measuring Dimensional Changes of Metal Powder Specimens (Método de Prueba Estándar para Medir Cambios Dimensionales en las Muestras de Polvos Metálicos);
- ASTM B 611 – 85 Standard Test Method for Abrasive Wear Resistance of Cemented Carbides (Método de Prueba Estándar para la Resistencia al Desgaste de Carburos Incrustados); y
- ASTM B 859 – 95 Standard Practice for De-Agglomeration of Refractory Metal Powders and Their Compounds Prior to Particle Size Analysis ((Método de Práctica Estándar para Eliminación de Aglomerados en Polvos Refractarios Metálicos y sus Compuestos Previo al Análisis de Partícula).

### 3.6 DESCRIPCIÓN DE PROCEDIMIENTO

En la figura 3.5 se muestra el procedimiento empleado para la fabricación de las soluciones sólidas sobresaturadas y los materiales compuestos de matriz de solución sólida sobresaturada.



**Figura 3.5** Diagrama del procedimiento empleado para la obtención de las muestras de solución sólida sobresaturadas(1-6) y de los materiales compuestos (7-9).

### **3.7 PROCEDIMIENTO EMPLEADO PARA ENCAPSULAR LOS POLVOS ELEMENTALES EN LOS VIALES EN ATMÓSFERA DE ARGÓN.**

(a) Limpieza de los equipos de molienda.

Previo al proceso de la aleación mecánica primero se limpiaron los viales que se muestran en la figura 3.1 E, los cuáles alojarán la mezcla de polvos elementales (Al-3%Ni, Al-3%Si y Al-3%Mg) y los balines que estarán en contacto con las partículas de los polvos, esto se llevó a cabo primero mediante la molienda de los viales y balines con alcohol metílico y finalmente con una limpieza con puro alcohol y franelas para evitar que se hayan quedado partículas de los polvos previamente molidos que además de contaminar la muestra pueden causar la fractura del vial.

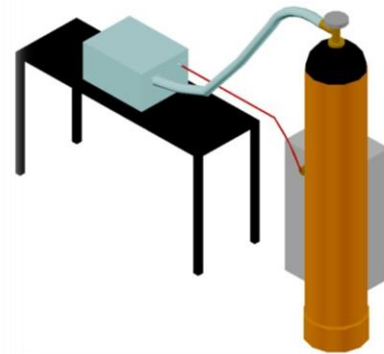
(b) Pesado de los polvos

El pesado de los polvos se realizó en una báscula electrónica de alta precisión debido a la poca cantidad de material que se empleó, se cuidó que la báscula estuviera limpia y tarada mientras se vertían los polvos en uno de los contenedores de papel aluminio que al obtener la cantidad deseada se vació en un contenedor de plástico y se procedió a limpiar el material, la báscula y el contenedor de papel aluminio para pesar el resto del polvo necesario para las muestras de la aleación.

(c) Realización de vació y encapsulado en atmosfera de Argón de los polvos metálicos precursores.

La carga constituida por la mezcla de polvos (Al-3%Mg, Al-3%Si y al-3%Ni) es colocada en un recipiente y junto con los viales y una jeringa con el dispersante en su interior fueron introducirlos a la cámara de vació.

Posteriormente se cerró la cámara de vacío con los aditamentos de molienda en su interior y se procedió a realizar vacío con una bomba de vacío (figura 3.6). Una vez realizado el vacío en la cámara se procedió a suministrar una atmósfera de Ar al interior de la cámara para proceder a inyectar el agente desaglomerante a la mezcla de polvos junto con los balines alojados en el interior del vial y así poder cerrar el vial con su tapa. Una vez cerrado el vial con la mezcla de precursora de polvos elementales, se procedió a sacarlos en su conjunto de la cámara de vacío para pasar a la siguiente etapa de AM.



**Figura 3.6** Arreglo de la cámara de vacío, el tanque de argón y la bomba de vacío.



### 3.8 PROCESO DE COMPACTACIÓN EN FRÍO Y SINTERIZACIÓN

Los polvos fueron densificados mediante compactación en frío bajo una presión de 500 MPa, obteniendo así pastillas en verde de las muestras sintetizadas con un peso aproximado de 2g las. Posteriormente estas pastillas en verde fueron colocadas en crisoles de cuarzo y colocados dentro de una mufla. El proceso de sinterizado utilizó la curva de calentamiento que se muestra en la figura 3.7, para que de esta manera el coeficiente de expansión térmica de las partículas de Al y la evaporación de los productos utilizados en la industria como aditivos para evitar la oxidación del polvo de Al interfieran en la cohesión de las partículas durante el proceso de sinterizado. Mediante este proceso se obtuvieron las muestras observadas en la figura 3.8.



**Figura 3.7** Protocolo de sinterización empleado



**Figura 3.8** Fotografías de muestras obtenidas mediante el protocolo descrito en la figura 3.7

### 3.9 VARIABLES DE MUESTRAS

Durante el proceso de molienda se decidieron seleccionar como variables de estudio:

- La velocidad de molienda
  - 300 y 500 rpm para las SSS
  - 250 rpm para el material compuesto
  
- El porcentaje volumétrico de TiC en el material compuesto.
  - 5, 10 y 15% de TiC (Vol.)
  
- Composición de la aleación
  - Al-3%Si, Al-3%Ni y Al-3%Mg
  
- Tiempo de molienda
  - 2, 5, 7.5, 10, 15, 20 y 20 h para las SSS.
  - 2, 4, 6 y 8 h para el material compuesto.

Como constantes se mantuvieron la cantidad que se utilizó como agente de control de proceso (0.3%), el protocolo de sinterización (figura 3.7), la presión negativa empleada (-10mmHg) y la atmosfera de Ar.

### 3.10 CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL.

A continuación se hace una descripción de manera general y breve de cada una de las técnicas que se emplearon para la caracterización estructural y microestructural de las aleaciones producidas y procesadas en el presente trabajo. Así mismo se describe en breve, las condiciones y parámetros empleados en cada técnica de caracterización en particular.

#### 3.10.1 Microscopía electrónica de barrido (MEB).

Se utilizó esta técnica con la finalidad de observar morfología y tamaño de partículas; así mismo, para realizar análisis químico cualitativo y cuantitativo de los elementos presentes en las aleaciones, y para realizar mapeos de composición química.

La caracterización se efectuó en un microscopio electrónico (fig. 3.9) de barrido marca JEOL VP1450 conectado a un detector Bruker Quantax 200 EDS de acoplado a un software de espectroscopia de dispersión de energía (EDS), para realizar microanálisis químico.



**Figura 3.9** Microscopio electrónico de barrido marca JEOL, modelo VP 1450.

Las muestras fueron preparadas metalográficamente para su análisis y posteriormente, debido a la porosidad de las muestras, se limpiaron en vasos precipitados con alcohol en un limpiador ultrasónico (fig. 3.10), para remover cualquier residuo del proceso de pulido metalográfico.

Se obtuvieron imágenes de las muestras a distintos aumentos empleando tanto electrones secundarios como electrones retrodispersados, los primeros para obtener una mejor imagen de las características morfológicas de los polvos y los segundos para identificar con mayor facilidad la presencia de distintas fases en las muestras estudiadas, esto a su vez auxiliado con el uso de los mapeos químicos y análisis puntuales de EDS.

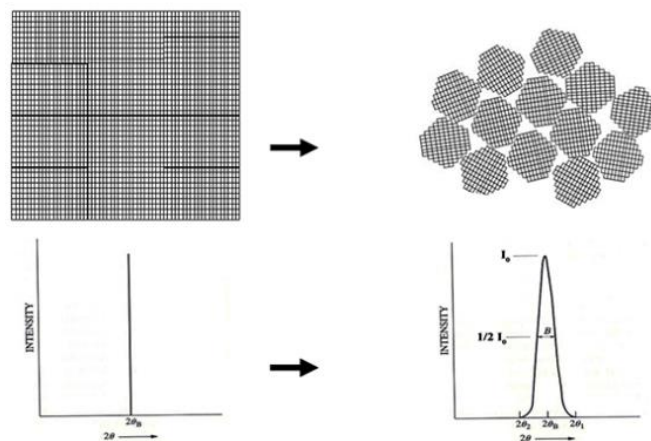


**Figura 3.10** Fotografía del proceso de sonicado para la eliminación de residuos en las microporosidades de las muestras obtenidas.

### 3.10.2 Técnica de difracción de rayos X.

Con el propósito de analizar mediante difracción de rayos X las muestras sin moler y sometidas a distintos tiempos de molienda, se pegaron los polvos sobre una cinta adhesiva de grafito.

Se empleó esta técnica de análisis con el propósito de caracterizar la evolución estructural a medida que la mezcla inicial de polvos (Al-3%Ni, Al-3%Si y Al-3%Mg) se sometía a molienda mecánica durante distintos tiempos. Mediante esta técnica de DRX se determinó la evolución de las fases presentes, cambios en parámetros de red y tamaño de cristalita para los distintos tiempos de molienda empleados.



**Figura 3.11** Efecto del tamaño de cristalita en los picos de Difracción de Rayos X

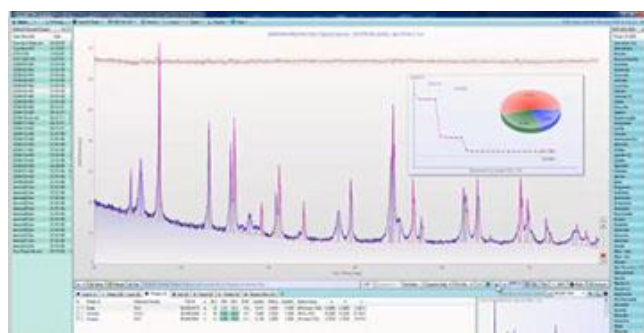
Para realizar dicho análisis se utilizó un Difractómetro Siemens D500 con 30kv y 20 mA, ver figura 3.12 los especímenes fueron barridos con un filtro de radiación  $\text{CuK}\alpha$  con una longitud de onda  $\lambda=1.5418 \text{ \AA}$  empleando un paso de  $0.020 \theta/0.6 \text{ seg.}$ , en un rango de  $20$  a  $130 \theta$



**Figura 3.12** Difractómetro de rayos x marca Siemens D500 con 30kv y 20 mA.

El parámetro de red de las aleaciones se obtuvo a partir de los patrones de difracción de rayos X mediante el método de ajuste por mínimos cuadrados. Los tamaños de grano o cristalita se determinaron a partir de los anchos de pico a la mitad de sus alturas mediante la fórmula de Scherrer y posteriormente mediante la técnica de Williamson-Hall.

Los resultados obtenidos fueron verificados mediante refinamiento Rietveld utilizando el software MDI Jade 6.0 (fig. 3.13) y las tarjetas de referencia del Al, Si, Mg, Ni y TiC que se incluyen en el anexo 2, 3, 4, 5 y 6 del presente trabajo (páginas 89, 91, 93, 95 y 97 respectivamente)



**Figura 3.13** Captura de pantalla del análisis de patrones de difracción de rayos X utilizando el software MDI Jade 6.0

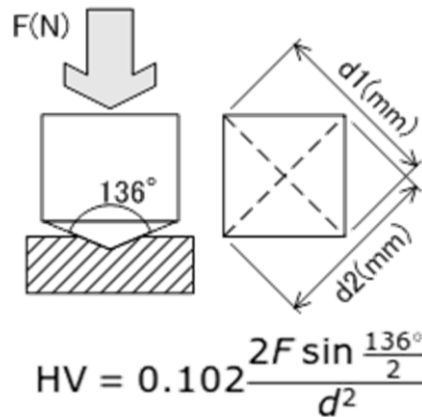
### 3.11 CARACTERIZACIÓN MECÁNICA

#### 3.11.1 Prueba de Microdureza Vickers

Se utilizó un microdurómetro Vickers marca Future-Tech Corp modelo FM-700 (fig. 3.14) para determinar la dureza de las muestras sinterizadas mediante su indentación y posterior medición de la huella (fig. 3.15).



**Figura 3.14** Microdurómetro FM-700 de la marca Future-Tech Corp



**Figura 3.15** Patrón de la huella de indentación y cálculo de la microdureza Vickers

## **CAPITULO 4**

### **DISCUSIÓN DE RESULTADOS**

En el presente capítulo se presentan los resultados de la caracterización microestructural de las aleaciones y materiales compuestos producidos mediante la técnica de aleado mecánico.

---

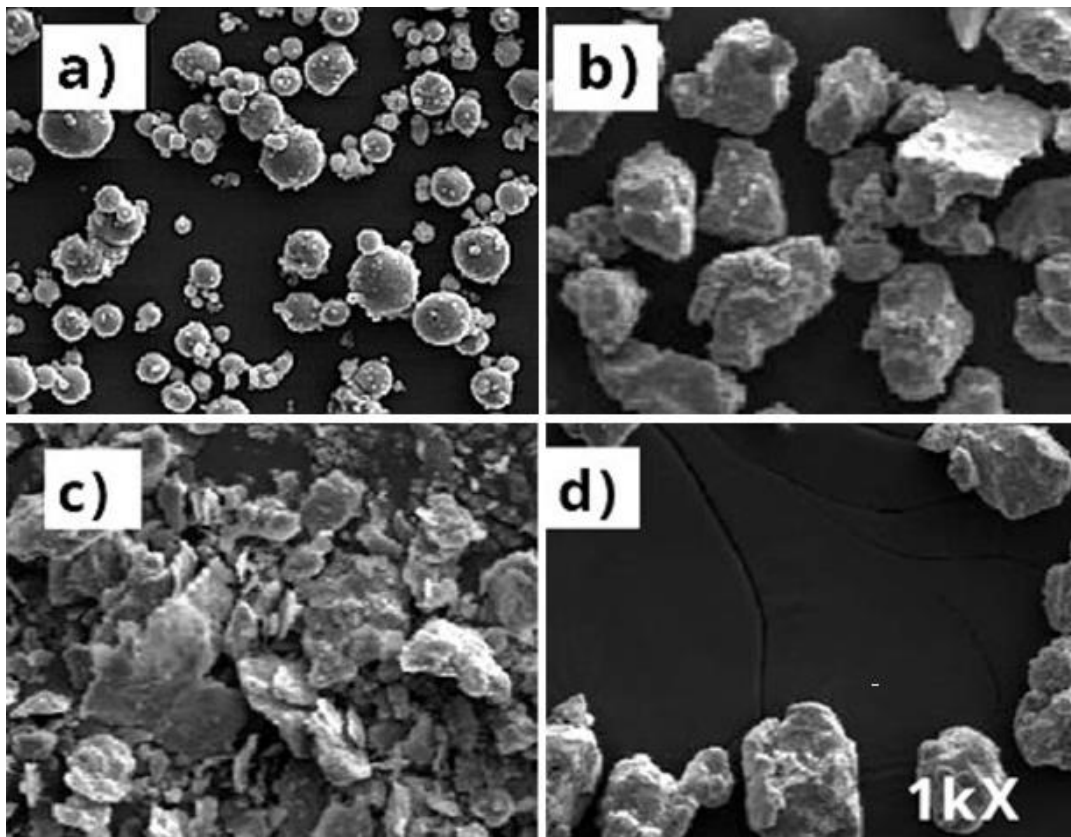
#### **4.1 SOLUCIONES SÓLIDAS SUPERSATURADAS**

##### **4.1.1 Caracterización Microestructural Mediante MEB de las SSS**

###### **Polvos iniciales de Al, Si, Ni y Mg**

En la figura 3.1 se muestran los polvos elementales de Al (4.1 a), Ni (4.1b), Si (4.1 c) y Mg (4.1 d). Se puede observar una morfología esférica para el aluminio, irregular equiaxial para el Ni, amorfa para el Si e irregular para el magnesio (altamente deformada); las distintas morfologías presentes en los polvos se relacionan con la técnica mediante la cual fueron producidos, siendo el de atomización para los polvos de Al, maquinado para el Si y Ni y mediante molienda mecánica para el Mg. Es importante mencionar que los análisis de EDS demostraron para todos los polvos empleados una pureza mayor al 99%.



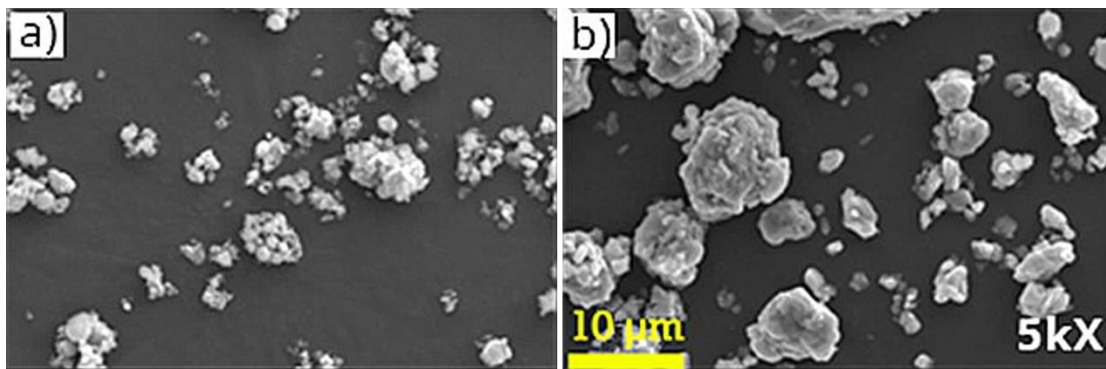


**Figura 4.1** Micrografía mediante MEB para los polvos iniciales de Al (a), Ni (b), Si (c) y Mg (d).

### **Mezcla de polvos de Al-3% Si a 300 y 500 rpm**

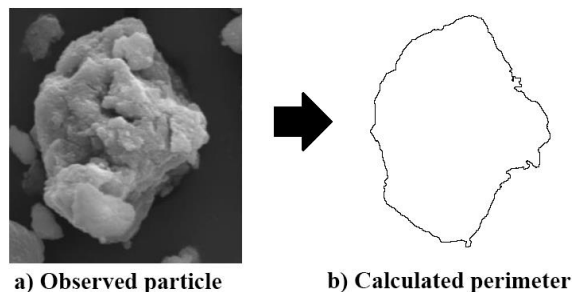
Se muestra una micrografía de la mezcla de polvos de Al-3%Si después de 30 horas de molienda a 500 rpm (figura 4.2 a) y 300 rpm (figura 4.2 b); en ésta se puede observar que después de 30 horas de molienda en ambas muestras se ha reducido el tamaño de las partículas, siendo esto más notable en la muestra a 500 rpm, en la cual además de esto se puede apreciar una menor presencia de aglomerados, esto debido a que conforme transcurre el proceso de aleado mecánico y los materiales son sometidos a trabajo en frío y por consiguiente los defectos microestructurales se acumulan, se alcanza un punto en el proceso en el que aumenta el número de fracturas por colisión, hasta que existe un equilibrio de los mecanismos de

soldadura-fractura. Debido a lo anterior las partículas son refinadas y presentan una morfología altamente deformada. Mientras tanto, en la muestra de 300 rpm se observa que el fenómeno predominante en el proceso de AM para este sistema sigue siendo el de soldadura a pesar de haber transcurrido 30 h de molienda. En ambas muestras no se observa la presencia de segundas fases, lo cual indicaría que el proceso de AM ha solubilizado eficientemente el soluto (Si) en la fase de Al, obteniendo de esta manera una sola fase homogénea de solución sólida de Mg en Al.



**Figura 4.2** Micrografía mediante MEB para los polvos Al-3% Si después de 30 h. de molienda a 500(a) y 300(b) rpm

Los cálculos de tamaño de partícula se realizaron mediante la medición del perímetro de las partículas (Figura 4.3) para la obtención del diámetro del perímetro equivalente mediante la ecuación 4.1, en donde  $P_p$  es perímetro de la partícula y  $D_q$  es el diámetro del perímetro equivalente.

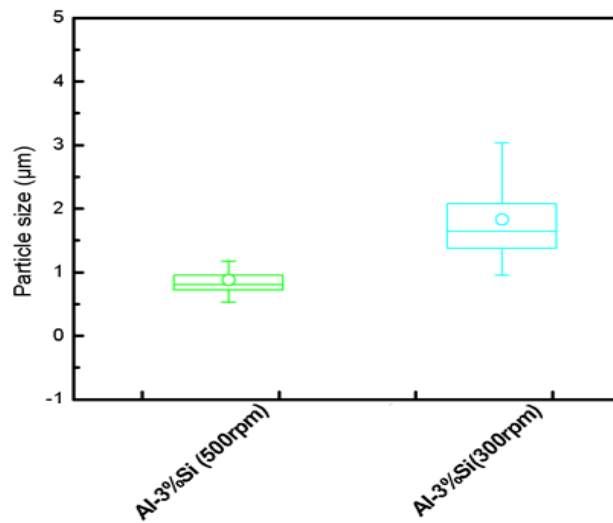


**Figura 4.3** Ilustración del proceso de obtención a partir de (a) la partícula observada del (b) perímetro de la partícula

$$D_q = \frac{P_p}{\pi} \quad (4.1)$$

**Ecuación 4.1.** Ecuación para la obtención del perímetro equivalente

La gráfica 4.1 muestra la distribución del tamaño de partícula de ambas muestras, en esta se observa que la muestra de 500 rpm tiene una distribución más estrecha, inclusive los máximos y mínimos fuera del cuartil 1 y 3 se encuentran más cercanos entre sí que la muestra a 300 rpm. El tamaño promedio de los polvos obtenidos fue de 0.84 y 1.62 micras respectivamente para la muestra a 500 y 300 rpm. Si bien la diferencia en tamaño no es tan drástica, esto se debe a que después de cierto punto el aleado mecánico no permite refinar más allá el tamaño de partícula. Esta diferencia en la distribución del tamaño de partículas demuestra que el incremento en la energía suministrada al sistema se traduce en un incremento de colisiones que conllevan una acumulación de defectos y por consiguiente la fractura de los aglomerados con posteriores colisiones, logrando así refinar el tamaño de partícula al mismo tiempo que se reduce la variancia del tamaño de las partículas. Este fenómeno es característico de los sistemas ductiles-ductiles en donde en etapas iniciales del proceso del aleado mecánico existe una fuerte predominancia del fenómeno de soldadura en frío y ha sido tema de estudio en el sistema Al-Si debido a que las condiciones de molienda afectan fácilmente a este sistema debido a las bajas temperaturas de fusión y ductilidad del Al y Mg.

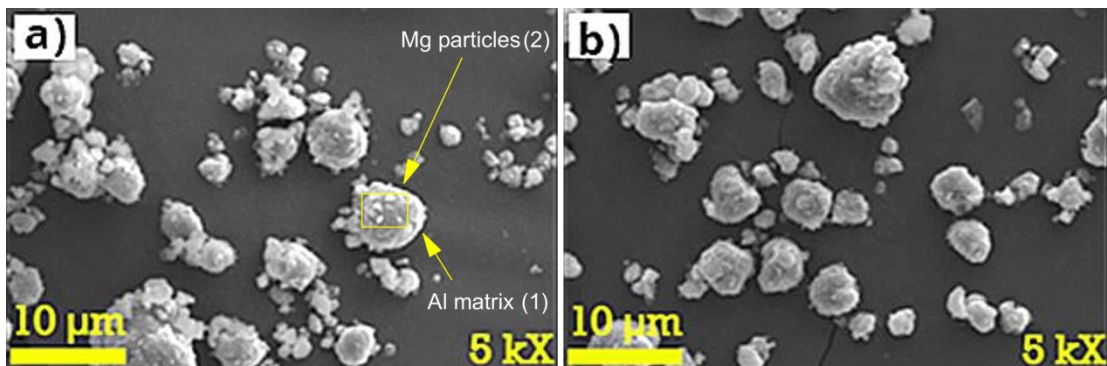


**Gráfica 4.1** Distribución del tamaño de partícula de los polvos de Al-3%Si después de 30 h de molienda.

### Mezcla de polvos de Al-3% Mg a 300 y 500 rpm

Las muestras de Al-3% Mg (figura 4.3) muestran una menor presencia de aglomerados que las muestras de Al-3% Si, lo cual se debe a que el Mg exhibe una mayor fragilidad que el silicio, por lo que en un inicio el sistema es dominado por la fractura de partículas. La morfología de las partículas es más esférica y regular, esto debido a que el Mg se fractura y se incrusta en las partículas esféricas del aluminio. Debido a que a 500 rpm se suministra más energía al sistema, se puede observar como los fenómenos de soldadura en frío y fractura ocurren al mismo tiempo, mientras que en la muestra a 300 rpm solo se observa el fenómeno de soldadura en frío, por lo que en la muestra a 500 rpm se observan partículas que han sido sometidas a un proceso mayor de deformación así como también una mayor presencia de aglomerados que en la muestra a 300 rpm. Para el caso específico de la muestra a 500 rpm se puede observar en la superficie de algunas partículas la presencia de pequeñas partículas de Mg, por lo que se determinó que este sistema aún cuenta con la presencia de la fase de Mg así como la del Al, sin embargo este fenómeno es más obvio en la muestra a 500 rpm que en la

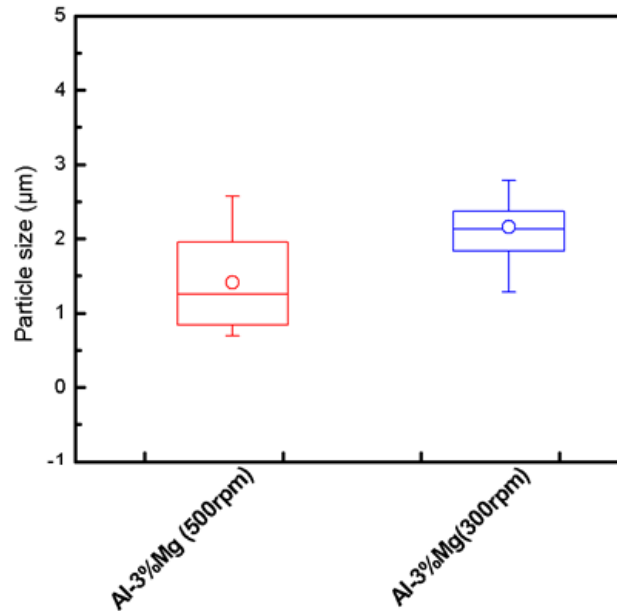
muestra a 300 rpm ya que en esta última no se observan fácilmente las segundas fases debido al proceso predominante de soldadura en frío. Estos resultados son congruentes con estudios anteriores que han demostrado que la técnica de AM tiene la capacidad para obtener soluciones solidas de Mg en Al de hasta el 23% (en el sistema Al60Mg40) pero sin embargo las condiciones de molienda necesarias para obtener una sola fase de solución solida de Mg en Al siguen siendo motivo de estudio en la actualidad, ya que los resultados han demostrado solo una solubilidad parcial del Mg como soluto y han concluido que esta solubilidad varia de manera directamente proporcional con el contenido de Mg usado en el sistema (mayores concentraciones de Mg logran obtener mayor solubilidad).



**Figura 4.3** Micrografía mediante MEB para los polvos Al-3% Mg después de 30 h de molienda a 500(a) y 300(b) rpm

Cabe resaltar que la distribución de partículas (gráfica 4.2) de la muestra a 300 rpm presenta una mayor homogeneidad (distribución más estrecha de tamaño) que la muestra a 500 rpm, esto se puede explicar debido a que como se mencionó anteriormente, la muestra a 500 rpm presenta un mayor fenómeno de soldadura que de fractura, ya que el sistema no ha alcanzado el equilibrio entre estos procesos, mientras que en la muestra a 300 rpm se observa que el proceso principal que ocurre es la aglomeración. Debido a esto la muestra a 500 rpm cuenta con un tamaño promedio menor ( $1.38 \mu\text{m}$ ) que la muestra a 300 rpm ( $2.25 \mu\text{m}$ ), ya que las partículas de Mg se han refinado considerablemente por el fenómeno de la fractura y aunque el

sistema no ha alcanzado el equilibrio entre los fenómenos de soldadura en frío y fractura, estas pequeñas partículas de magnesio aceleran el refinamiento del sistema ya que actúan como un medio de atrición.

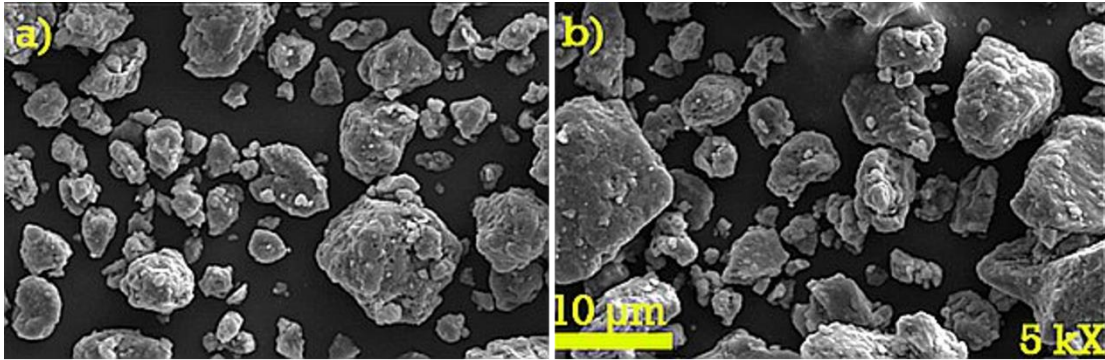


**Gráfica 4.2** Distribución del tamaño de partícula de los polvos de Al-3%Mg después de 30 h. de molienda.

### **Mezcla de polvos de Al-3% Ni a 300 y 500 rpm**

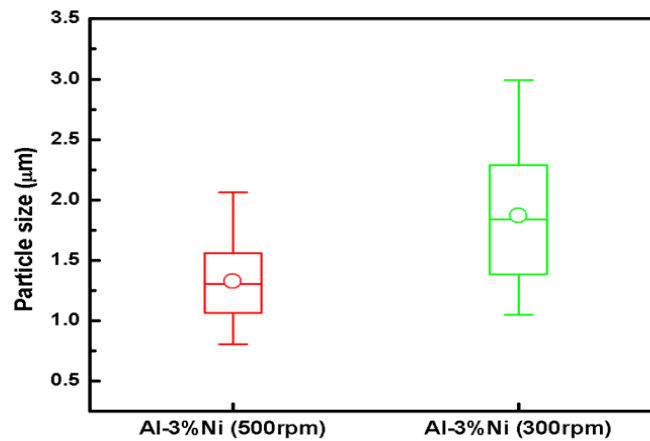
Debido a que el níquel tiene una tasa de endurecimiento por trabajo baja, el fenómeno principal que se observa tanto en la muestra después de 30 h de molienda a 300 (figura 4.4 b) y 500 rpm (figura 4.4 a) es la soldadura y no la fractura, dando como resultado un mayor número de aglomerados que en las muestras de los sistemas anteriores, además de contar con partículas más amorfas debido a la deformación por la energía impartida de la fase dura del Ni. La muestra de 500 rpm cuenta con aglomerados de partículas más pequeñas que la de 300 rpm, esto debido a que las partículas han sufrido una mayor cantidad de fracturas, sin embargo al permanecer dúctil el resto del material, éstas se sueldan entre si y forman aglomerados en lugar de fracturarse por la acumulación de trabajo en frío. Debido a esto las imágenes de MEB muestran que no se ha formado una sola fase de solución sólida de

Ni en Al, pero sin embargo es evidente que la molienda a refinado las partículas y aumentado el área superficial, lo que permite se lleven a cabo los mecanismos de difusión atómica relacionados con la solubilidad en la síntesis de soluciones sólidas sobresaturadas mediante AM.



**Figura 4.4** Micrografía mediante MEB para los polvos Al-3% Ni después de 30 h. de molienda a 500(a) y 300(b) rpm

La distribución de tamaño de partículas (gráfica 4.3) muestra que existe una mayor homogeneidad en la muestra a 500 rpm que en la de 300 rpm, sin embargo la distribución no es muy estrecha debido a la predominancia del fenómeno de soldadura. El tamaño promedio alcanzado para la muestra a 500 rpm es de 1.28 µm mientras que la de la muestra a 300 rpm es de 1.83 µm, de todas las muestras anteriores, éstas son la que presentan una menor diferencia en tamaño promedio, siendo una diferencia del 42% comparado con un 63 % para las muestras de Al- 3% Mg y un 92% para las muestras de Al-3% Si, por lo que como resultado de esto se determinó que en este sistema el efecto del incremento de 300 a 500 rpm no tiene un efecto considerable en la predominancia del fenómeno de soldadura en frío para este sistema, por lo que para que se balancearan los fenómenos de soldadura en frío y fractura se requieren mayores tiempos de molienda.

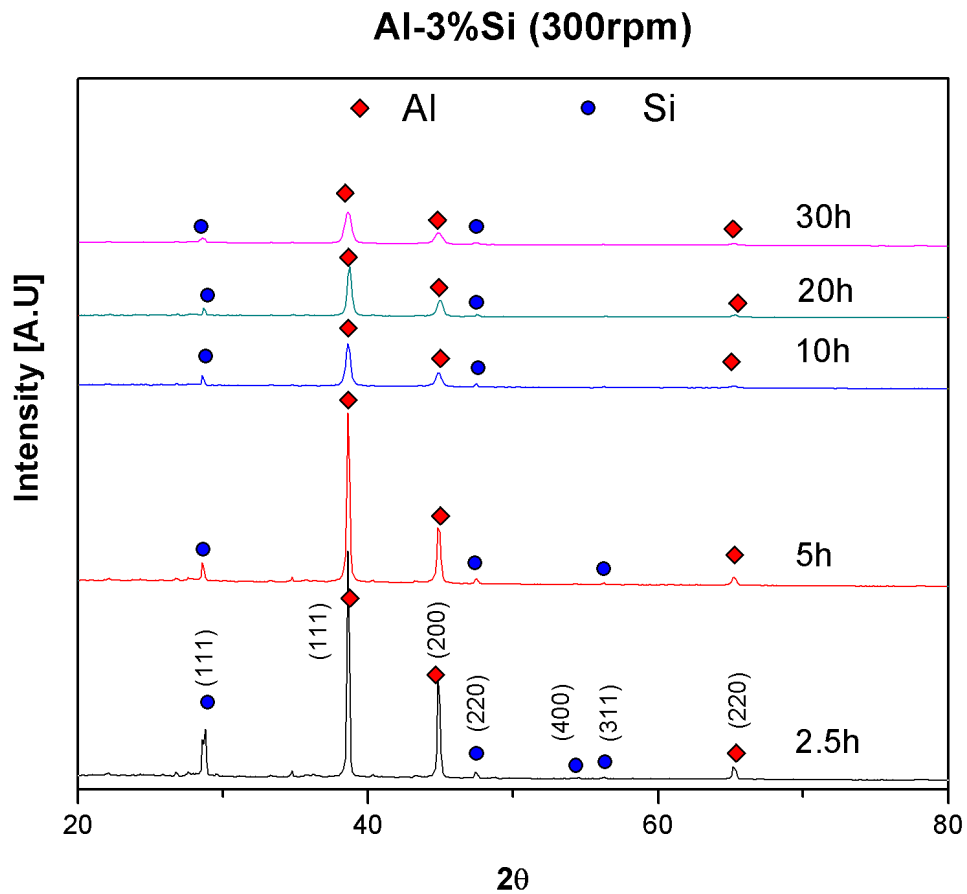


**Gráfica 4.3** Distribución del tamaño de partícula de los polvos de Al-3%Ni después de 30 h. de molienda.

#### 4.1.2 Caracterización estructural mediante difracción de rayos x de las muestras de SSS

En la figura 4.5 se muestra la recopilación de los difractogramas de rayos x de las muestras de Al-3% Si después de 2.5, 5, 10 ,20 y 30 h de molienda a 300 rpm. Se puede observar que a partir de 5 h de molienda el pico correspondiente a las reflexiones (400) de la fase de Si ha desaparecido, seguido a 10 h por el pico de las reflexiones (311) y finalmente después de 30 h los picos de difracción restantes del Si son apenas perceptibles. Por lo que se deduce que se ha solubilizado la mayor parte del Si en la matriz de Al. Conforme transcurre el tiempo de molienda se observa que el proceso de aleado mecánico ocasiona que el tamaño de grano se reduzca, esto se observa en ensanchamiento y reducción de intensidad (incremento de la anchura a mitad del pico) de los picos de la fase de Al, esto se encuentra expresado en la ecuación de Scherrer (ecuación 4.1).





**Figura 4.5** Patrones de XRD de las muestras de Al-3%Si a 300 rpm obtenidos a 2.5, 5, 10, 20 y 30 h de molienda. En donde se observan los picos correspondientes a la fase de Al  $\blacklozenge$  v Si  $\bullet$ .

$$\tau = \frac{K\lambda}{\beta \cos\Theta} \quad (4.1)$$

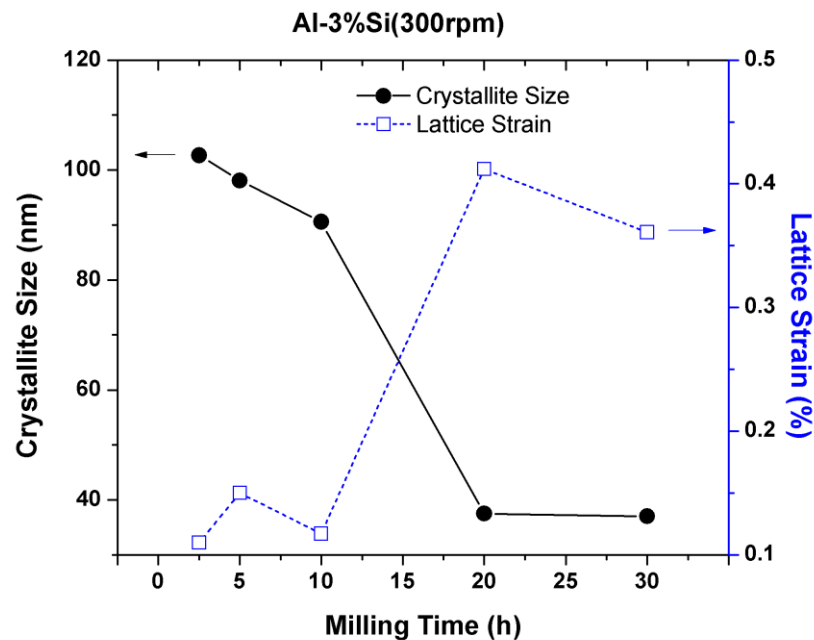
**Ecuación 4.1.** Ecuación de Scherrer, en donde  $\beta$  y  $\tau$  son el ancho a mitad de pico y el tamaño de cristalita. Mientras que  $K$  es una constante correspondientes a la estructura cristalina,  $\lambda$  la longitud de onda empleada y  $\theta$  el ángulo de difracción.

En la gráfica 4.4 se observa el tamaño de cristalita y la deformación de la red cristalina con respecto al tiempo de molienda, estos datos se calcularon mediante una gráfica de Williamson-Hall y muestran que conforme transcurre

el tiempo de molienda el tamaño de cristalita se reduce mientras que la deformación aumenta, pero en el intervalo de 10 a 20h de molienda existe un proceso de relajación de la red cristalina (disminución de la deformación de la red cristalina) y no se presenta un cambio significativo en el tamaño de cristalita.

$$\beta \cos\Theta = C\varepsilon \sin\Theta + \frac{K\lambda}{L} \quad (2)$$

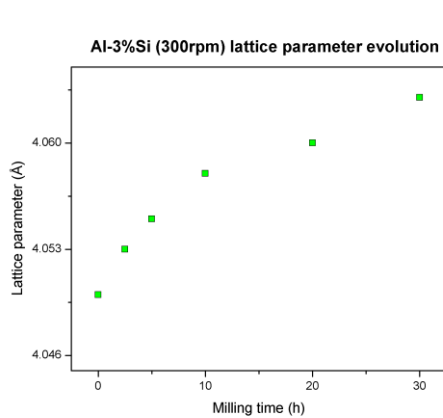
**Ecuación 4. 2** Ecuación empleada en el método de Williamson-Hall en donde  $C\varepsilon$  es el componente relacionado con la deformación de la red cristalina y  $L$  es el tamaño promedio de cristalita.



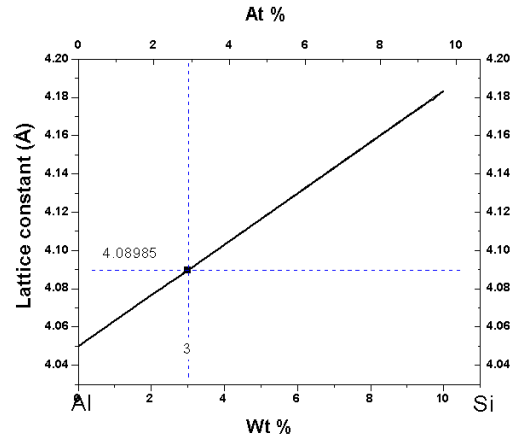
**Gráfica 4.4** Tamaño de cristalita (●) y deformación de la red cristalina (□) en función del tiempo de molienda para las muestras de Al-3%Si a 300 rpm.

En la gráfica 4.5 se muestra la evolución del parámetro de red en función del tiempo de molienda, se observa que el parámetro de red aumentó inicialmente de manera lineal pero a partir de las 20h de molienda la tasa de cambio disminuye; si se compara el parámetro de red final con el calculado

por la Ley de Vegards para la SSS de Al-3%Si (grafica 4.6) se observa que los valores experimentales son muy cercanos a los tercios, de tal manera que si se utiliza la Ley de Vegards para determinar la solubilidad alcanzada, esta correspondería a un 1.5% del Si solubilizado.

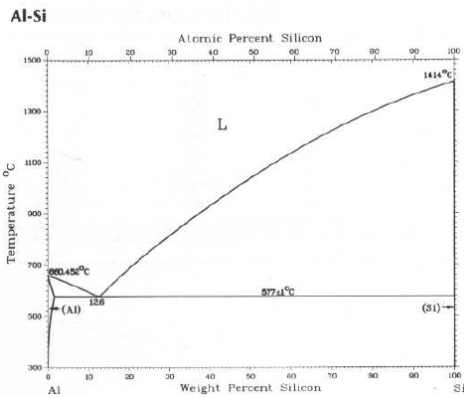


**Gráfica 4.5** Parámetro de red en función del tiempo de molienda para las muestras de Al-3%Si a 300 rpm.

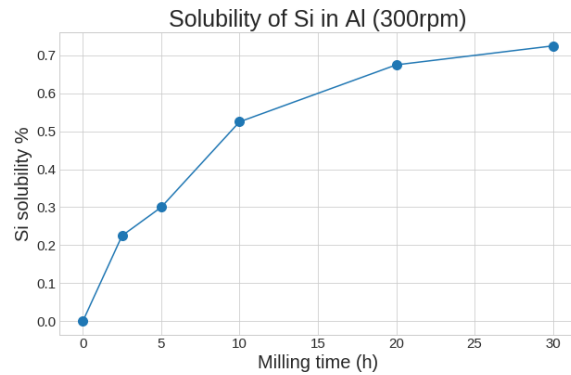


**Gráfica 4.6** Ley de Vegard para las soluciones sólidas de Si en Al.

El diagrama de fase de Al-Si (fig. 4.6) muestra que el Si tiene una solubilidad máxima a 660°C de 1.15% y 0% a temperatura ambiente de Si en el Al, por lo que tomando en cuenta la solubilidad calculada a partir de la ley de Vegards, se demuestra que efectivamente se ha obtenido una solución sólida sobresaturada de Si en Al mediante la técnica de AM. En la gráfica 4.7 se obtuvo mediante la Ley de Vegards la solubilidad del sistema Al-Si, en la cual se observa que conforme transcurre el tiempo de molienda, la tasa con la que se solubiliza el Si en la matriz de Al disminuye, esto es congruente con la limitante que cuenta el proceso de aleado mecánico de no poder refinar más de cierto punto los materiales, y ya que el área superficial de las partículas está fuertemente relacionado con la difusión atómica en el proceso del AM, esto provoca que tenga un comportamiento asintótico.

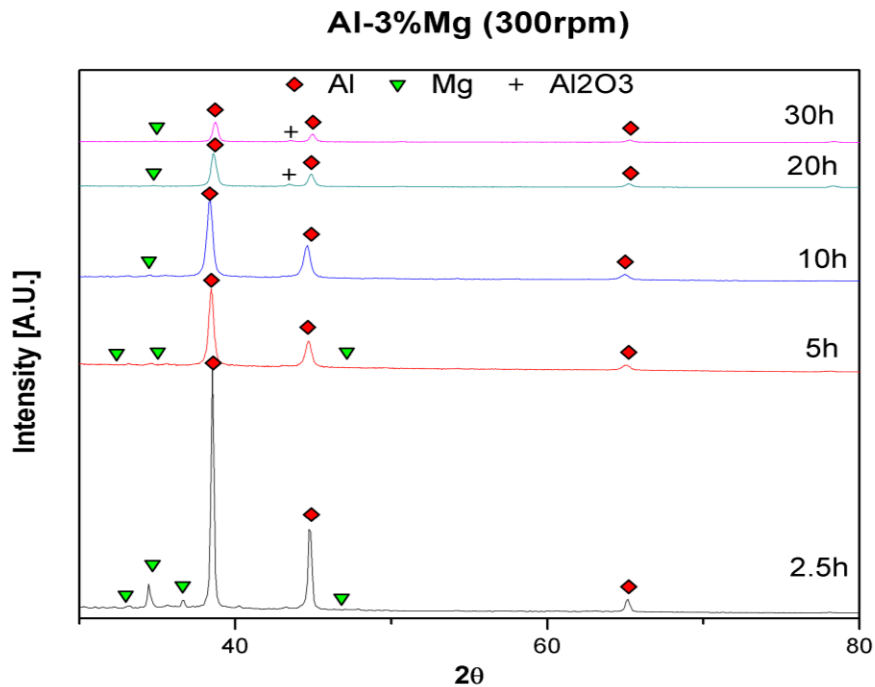


**Figura 4.6** Diagrama de fases del sistema Al-Si.



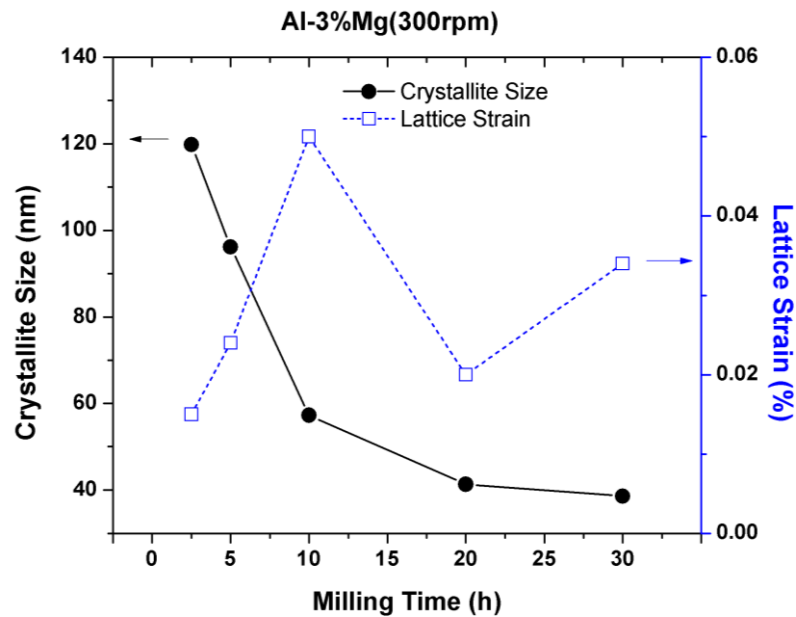
**Gráfica 4.7** Solubilidad del Si calculada mediante la ley de Vegards en función del tiempo de molienda.

Con respecto al sistema Al-Mg, se observa en la figura 4.7 que a partir de 10 h de molienda solo uno de los picos de Mg es perceptible en los difractogramas de rayos x, desapareciendo casi en su totalidad, también es importante destacar la formación de la fase  $Al_2O_3$  después de 20 h de molienda y el notable ensanchamiento y disminución de intensidad de los picos de Al, correspondiente al proceso de refinamiento de partículas y por consiguiente del tamaño de grano.



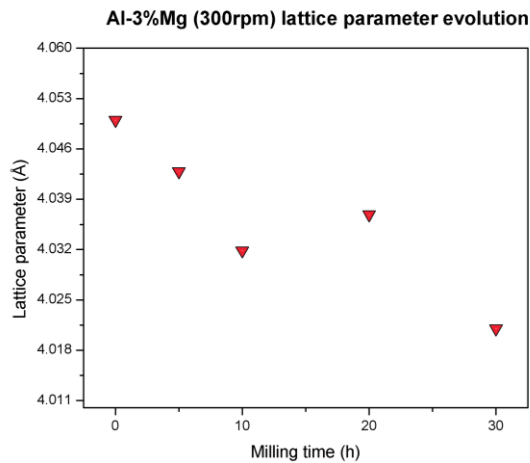
**Figura 4.7** Patrones de XRD de las muestras de Al-3%Mg a 300 rpm obtenidos a 2.5, 5, 10, 20 y 30h de molienda. Se observa la presencia de las fases de Al (◆), Mg (▼) y Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (+).

Mediante la técnica de Williamson-Hall se obtuvo la gráfica 4.8 en donde se observa la disminución del tamaño de cristalita y el aumento en la deformación de la red cristalina. Se observa también un máximo en la deformación de la red cristalina después de 10 h de molienda, proseguido por una relajación de ésta y una disminución en la tasa de cambio del tamaño de cristalita, ya que es imposible para la técnica de AM refinar más allá de este punto las partículas del sistema Al-Mg bajo las condiciones de molienda empleadas en este trabajo de investigación .

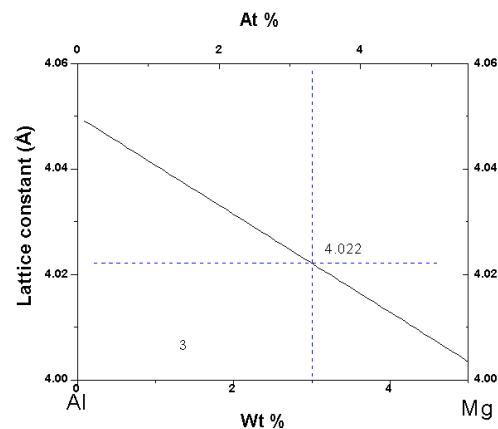


**Gráfica 4.8** Tamaño de cristalita y deformación de la red cristalina en función del tiempo de molienda para las muestras de Al-3%Mg a 300 rpm.

Es importante destacar que la evolución del parámetro de red (gráfica 4.9) aunque presenta la tendencia esperada de disminuir con respecto a lo señalado por la Ley de Vegards, presenta una desviación negativa (gráfica 4.10), ya que el parámetro de red calculado correspondería a un 3.2 % de Mg solubilizado en la red cristalina del Al. Por lo que se concluye que la sensibilidad de la Ley de Vegards para el sistema Al-Mg no es lo suficientemente fiable.

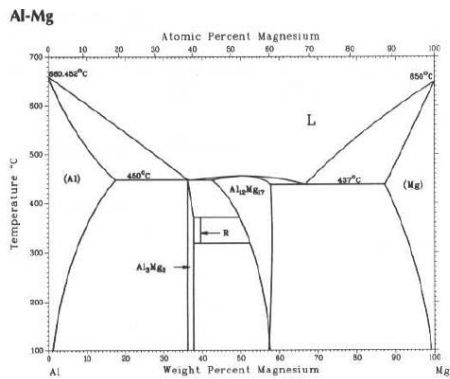


**Gráfica 4.9** Parámetro de red en función del tiempo de molienda para las muestras de Al-3%Mg a 300 rpm.

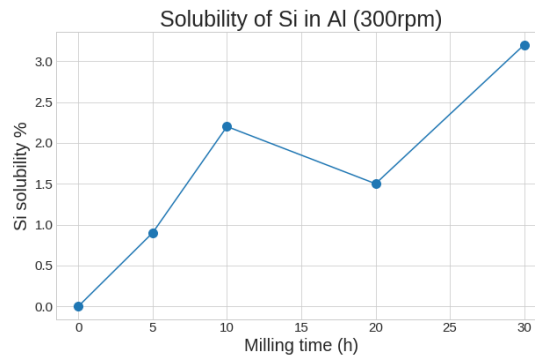


**Gráfica 4.10** Ley de Vegard para las soluciones sólidas de Mg en Al.

Con respecto a la solubilidad alcanzada, se puede observar en el diagrama de fases del sistema Al-Mg (fig. 4.8), que a 100°C el Mg tiene una solubilidad máxima de 1.2%, por lo que a partir de las 10 h de molienda en adelante de acuerdo con la gráfica 4.11 se ha logrado sintetizar los polvos de solución sólida sobresaturada de Mg en Al. Un punto importante a destacar es el hecho de que a diferencia del sistema Al-Mg, la gráfica de solubilidad calculada mediante la ley de Vegards no muestra un comportamiento asintótico, esto se puede deber al hecho de que incrementa considerablemente la solubilidad en el sistema Al-Mg conforme se incrementa la temperatura, por lo cual, aunque el proceso de AM se considere un proceso de no equilibrio, existe un proceso de calentamiento, siendo el máximo medido en investigaciones previas igual a 215°C, aunque el rango más común corresponde entre 100 y 120°C. y precisamente este calentamiento de los viales es posible que sea uno de los principales causantes de que no se aprecie un comportamiento asintótico ya que actúa auxiliando el proceso de solubilidad debido a la susceptibilidad que cuenta el sistema Al-Mg al incremento de temperatura.

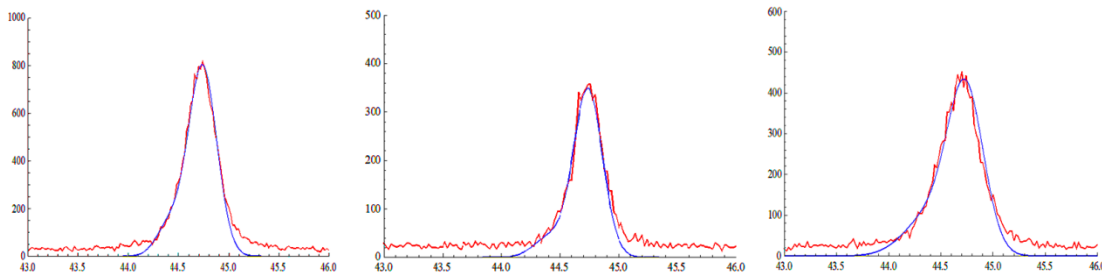


**Figura 4.8** Diagrama de fases del sistema Al-Mg.



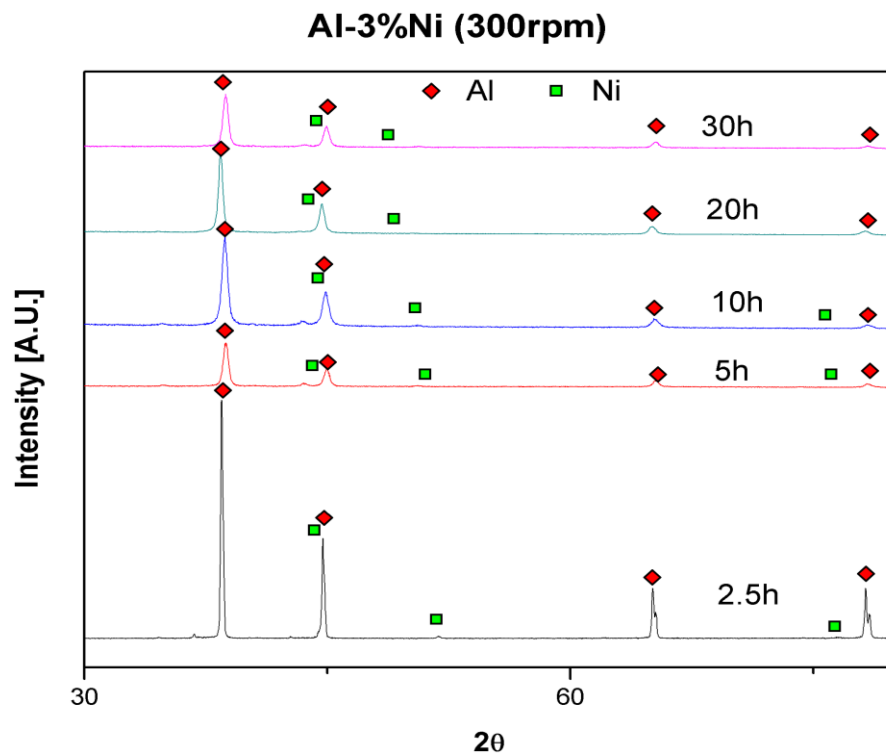
**Gráfica 4.11** Solubilidad del Mg calculada mediante la ley de Vegards en función del tiempo de molienda.

Los difractogramas de rayos x de las muestras de Al-3%Ni a 300 rpm (figura 4.7) presentan una gran dificultad, ya que existe la superposición del pico más intenso del Ni (111) a 44.4° con el segundo pico más intenso del aluminio (200) a 44.7° y debido a esto fue necesario llevar a cabo la desconvolución del pico observado en la superposición de los picos de Al y Ni para su correcta determinación de FWHM e intensidad (figura 4.8),



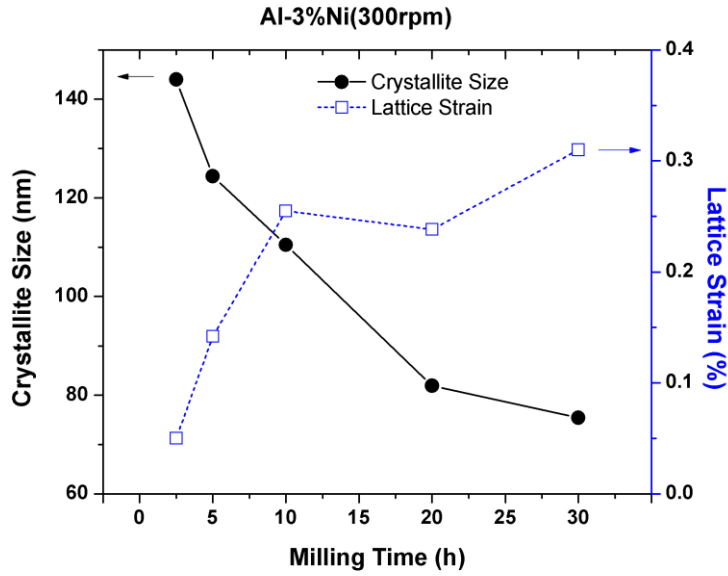
**Figura 4.9** Deconvolución de picos de difracción de rayos X en el sistema Al-Ni mediante simulación





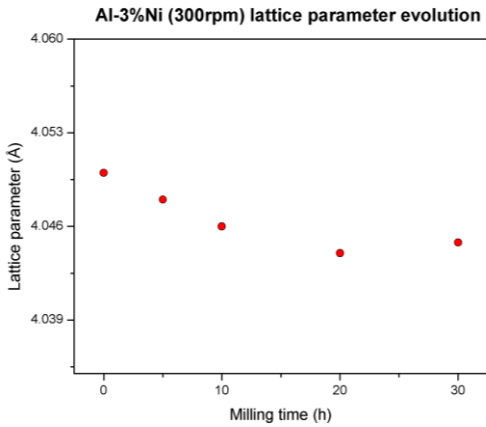
**Figura 4.10** Patrones de XRD de las muestras de Al-3%Ni a 300 rpm.

Se puede observar en la gráfica comparativa de tamaño de cristalita y deformación de la red cristalina con respecto al tiempo de molienda, que el tamaño de cristalita disminuyó con una tasa casi constante durante el tiempo de molienda, pero la deformación de la red cristalina se comportó de manera asintótica sin variar notablemente a partir de las 15h de molienda.

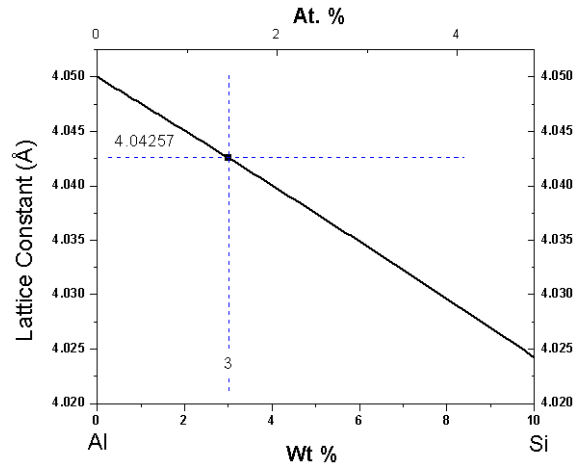


**Gráfica 4.10** Tamaño de cristalita y deformación de la red cristalina en función del tiempo de molienda para las muestras de Al-3%Ni a 300 rpm.

En la gráfica 4.12 se observa un cambio de parámetro de red muy sutil el cual no alcanza al valor calculado mediante la Ley de Vegards pero sin embargo correspondería alrededor de un 2% del Ni solubilizado.

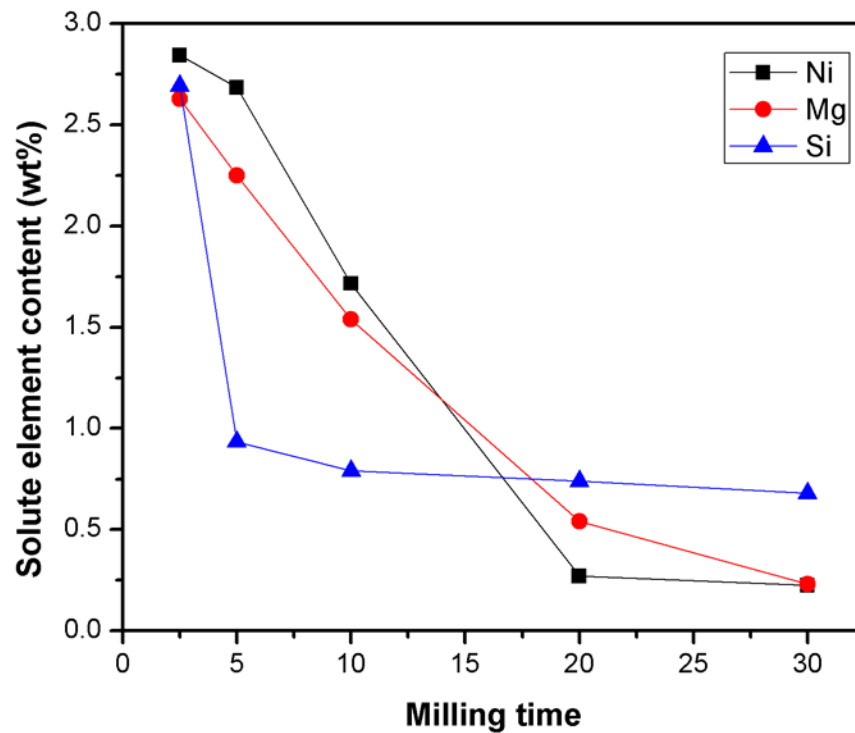


**Gráfica 4.12** Parámetro de red en función del tiempo de molienda para las muestras de Al-3%Ni a 300 rpm.



**Gráfica 4.13** Ley de Vegard para las soluciones sólidas de Ni en Al.

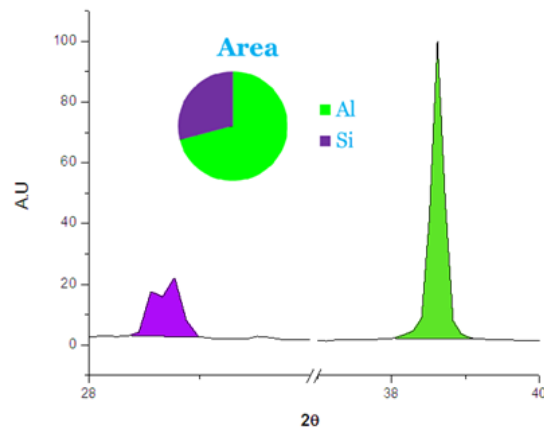
A continuación se presentan los análisis elementales semicuantitativos a partir de los patrones de difracción de rayos x para servir como una referencia con respecto a la solubilización alcanzada en el proceso de aleado mecánico para las muestras de Al-3%Si, Al-3% Mg y Al-3% Ni. El cálculo se realizó mediante la ecuación XX, en donde se cuantificó el área bajo la curva de los picos correspondientes al elemento aleante, tal como se muestra en la figura xx.



**Gráfica 4.14** Contenido de Si, Mg y Ni presente en los patrones de XRD mediante análisis semicuantitativo.

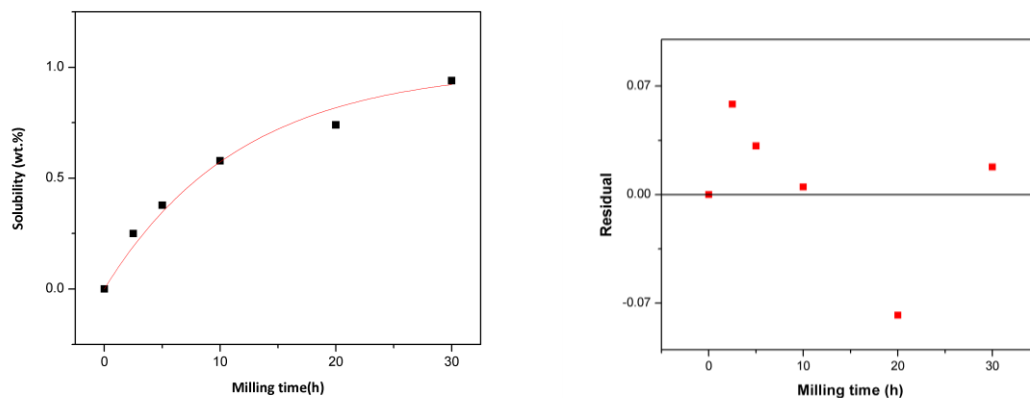
$$\frac{I_a}{I_b} = \frac{x_a (I / I_c)_a}{x_b (I / I_c)_b}$$

**Ecuación 2.** Ecuación para el cálculo semicuantitativo mediante difracción de rayos X, en donde  $I/I_c$  es una constante de la intensidad del elemento con respecto al corindón,  $I_x$  es la intensidad observada del pico más intenso del elemento y  $X_x$  es la fracción en peso del elemento.



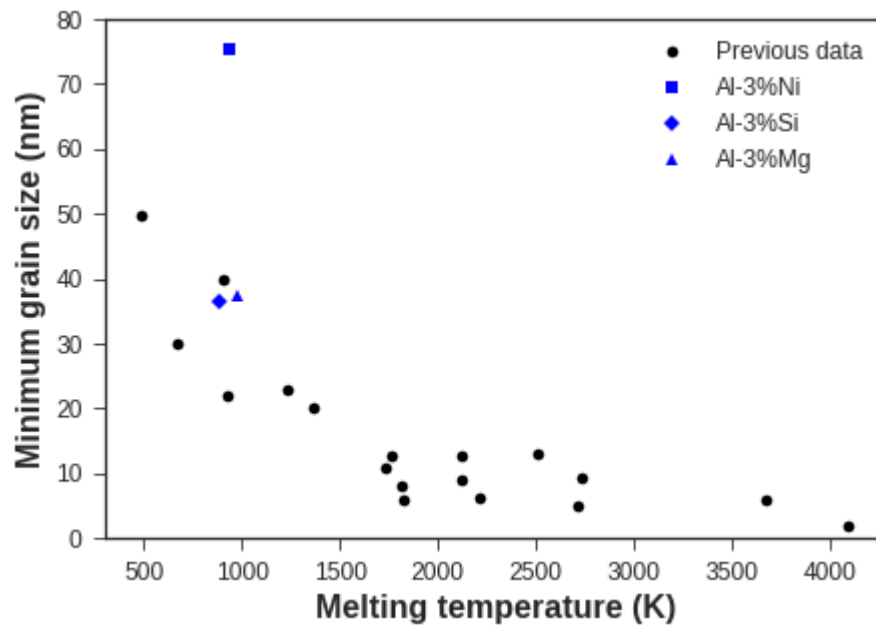
**Gráfica 4.14** Contenido de Si, Mg y Ni presente en los patrones de XRD mediante análisis semicuantitativo.

Por otro lado, mediante la herramienta del lenguaje R, se presenta el modelado estadístico de la solubilización en función del tiempo de molienda del Si en Al a 300 rpm (gráfica 4.15a), el cual arrojó una función de recuperación exponencial del tiempo (ecuación 4.1) y una constante ( $A=0.08511$ ) con un error estándar de 0.00645. En la gráfica 4.15b se muestra la gráfica de residuos obtenida la cual muestra una tendencia de tener los datos al centro y contar con un patrón al azar, lo cual es muestra de un modelo confiable.



**Gráfica 4.15** (a) Modelado estadístico y (b) gráfica de residuos de la solubilidad del Si en Al a 300 rpm.

Los resultados de tamaño de cristalita obtenidos mediante el método de Williamson-Hall se procedieron se observan en una gráfica propuesta por Koch C. en 1993, en donde se observa el tamaño de cristalita mínimo obtenido experimentalmente en función de la temperatura de fusión de la aleación. Se puede observar como los valores obtenidos de los sistemas Al-Si y Al-Mg se encuentran muy cercanos a los valores mínimos de tamaño cristalita esperados, lo cual nos indica un proceso eficiente de refinamiento del polvo, mientras que para el sistema Al-Ni podemos observar que es considerablemente mayor, pero en total congruencia con los valores esperados de acuerdo a la literatura previa disponible.



### 4.1.3 Caracterización de Muestras Sinterizadas de SSS

En la figura 4.8 se muestran los patrones de difracción de las muestras sinterizadas de Al-3% Si a 300 (a) y 500 rpm (b), Al-3% Mg a 300 (c) y 500 rpm (d) y de Al-3% Ni a 300 (e) y 500 rpm (f). En estas se observa que después del proceso de sinterización existe un proceso de precipitación de las fases de Si, Mg y Ni, siendo este fenómeno más notable en las muestras de 300 rpm que en las muestras de 500 rpm, ya que estas últimas cuentan previo al proceso de sinterización con un tamaño menor de cristalita. A pesar del proceso de compactación en frío, se observa que en todas las muestras (incluyendo las del Ni tras realizar la desconvolución de la superposición de los picos de Ni y Mg) no existe presencia de que haya existido una orientación cristalográfica preferencial, ya que la intensidad relativa entre los picos de la fase de Al en las muestras concuerdan con el estándar de la ficha XXXX. Este fenómeno es descrito por la ecuación del coeficiente de textura en donde TC es el coeficiente de textura, I es la intensidad observada, I<sub>0</sub> es la intensidad correspondiente a las tarjetas estándar (orientación al azar de los granos) y N es el número de picos estudiados.

$$TC_{(hkl)} = \left( \frac{I_{(hkl)}}{I_{0(hkl)}} \right) / \left[ \frac{1}{N} \sum_n \frac{I_{(hkl)}}{I_{0(hkl)}} \right] \quad (3)$$

**Ecuación 2.** Ecuación empleada en el método de Williamson-Hall en donde C<sub>ε</sub> es el componente relacionado con la deformación de la red cristalina y L es el tamaño promedio de cristalita.

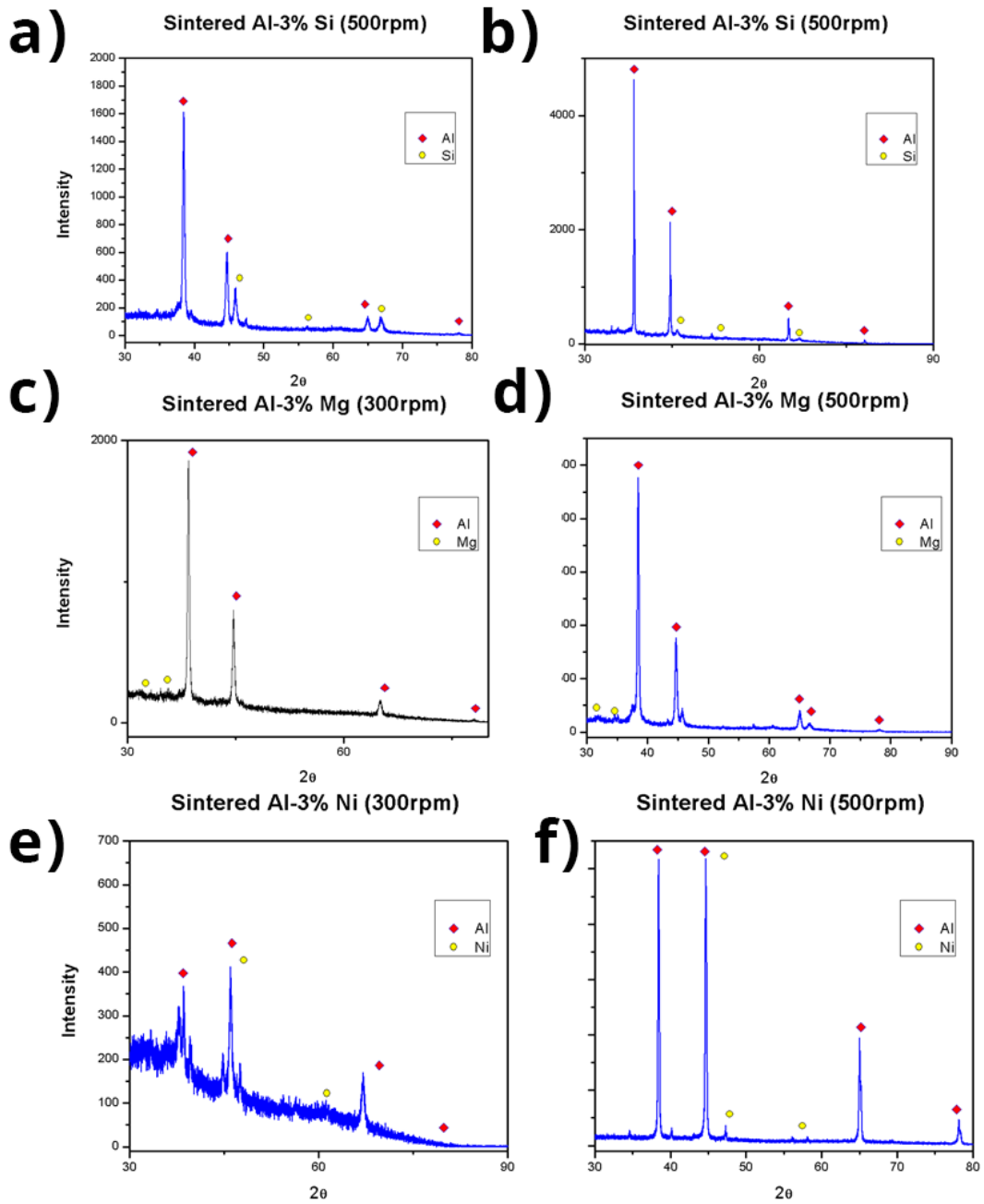
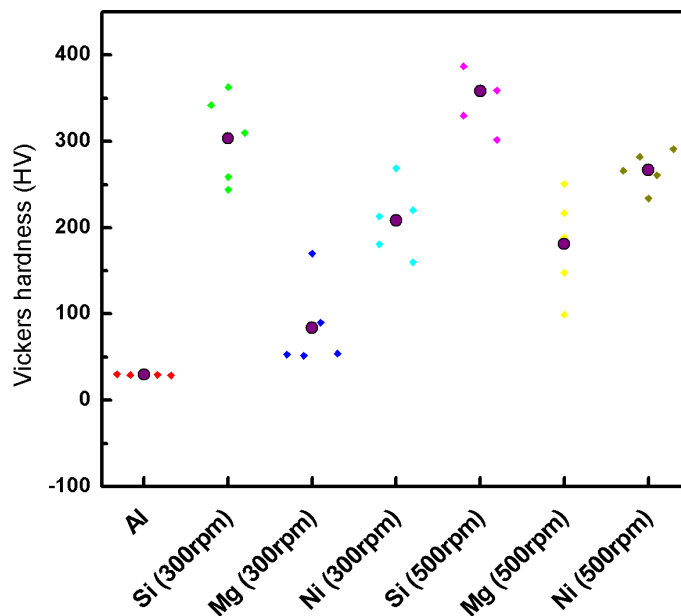


Figura 4.8: Patrones de XRD de las muestras sinterizadas de Al-3% Si a 300 (a) y 500 rpm (b), Al-3% Mg a 300 (c) y 500 rpm (d) y Al-3% Ni a 300 (e) y 500 rpm (f)

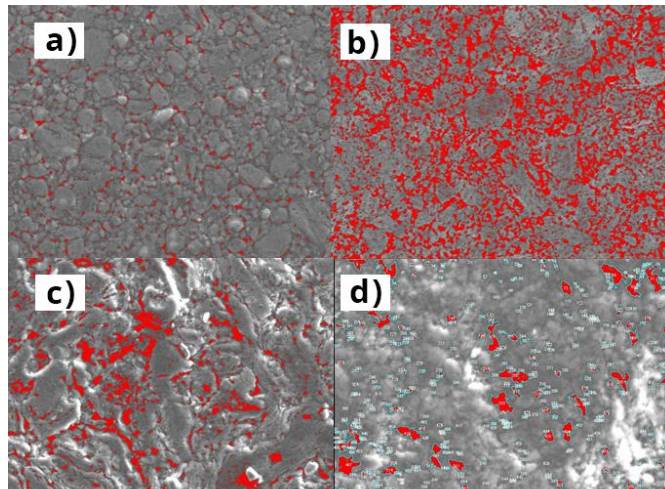
Los resultados de la prueba de Microdureza Vickers se resumen en la gráfica 4.16, en donde se comparó también el valor de una muestra de polvo de aluminio sinterizada. La muestra con un mejor desempeño fue la de Al-3%Si a 500 rpm, y se muestra que para todos los sistemas la muestra obtenida a 500 rpm cuenta con una mayor microdureza, lo cual se debe a la combinación del refinamiento del tamaño de grano, el efecto que tienen los átomos del soluto en la red cristalina al impedir las dislocaciones y al menor porcentaje de porosidad en las muestras.



**Gráfica 4.16:** Distribución de valores obtenidos en la prueba de Microdureza Vickers

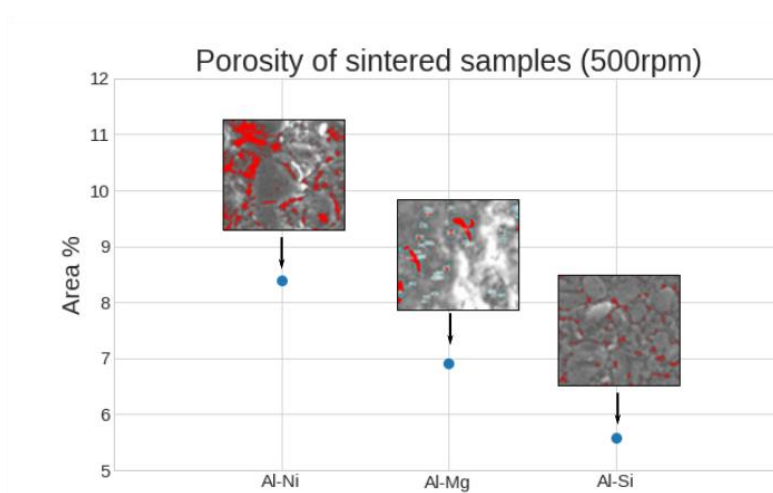
A continuación se muestran los análisis de porosidad realizados mediante el software Image J y las micrografías obtenidas mediante SEM (figura 4.9). En estas se observa que la muestra de Al-3% Si a 500 rpm fue la de menor porosidad y de manera general se aprecia que las muestras a 500 rpm tienen un menor porcentaje de porosidad que las de 300 rpm, lo cual se debe a que entre más pequeña sea la partícula al compactarse, se obtiene una mejor distribución con una menor cantidad de espacios libres.





**Figura 4.9:** Análisis de porosidad mediante Image J en micrografías de Al-3%Si a 500rpm (a), Al-3%Ni a 500 rpm (b), Al-3%Mg a 300 rpm (c) y Al-3%Mg a 500 rpm (d).

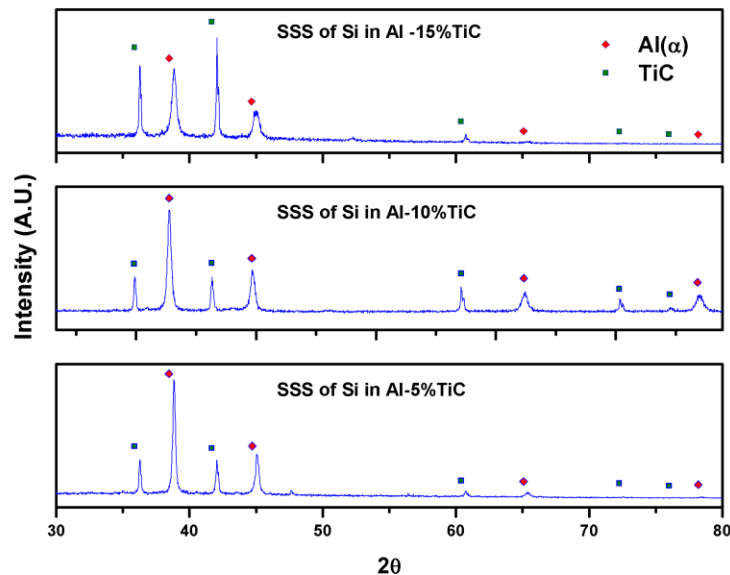
En la gráfica se puede observar como el tamaño de partícula promedio así como el refinamiento del tamaño de grano se ven relacionados con la porosidad de las muestras, ya que la unión de estas partículas dan a lugar a la formación de los granos y por consiguiente de los poros, estos resultados son similares a los trabajos realizados con respecto al efecto del tamaño de partícula en la porosidad de lo materiales sinterizados.



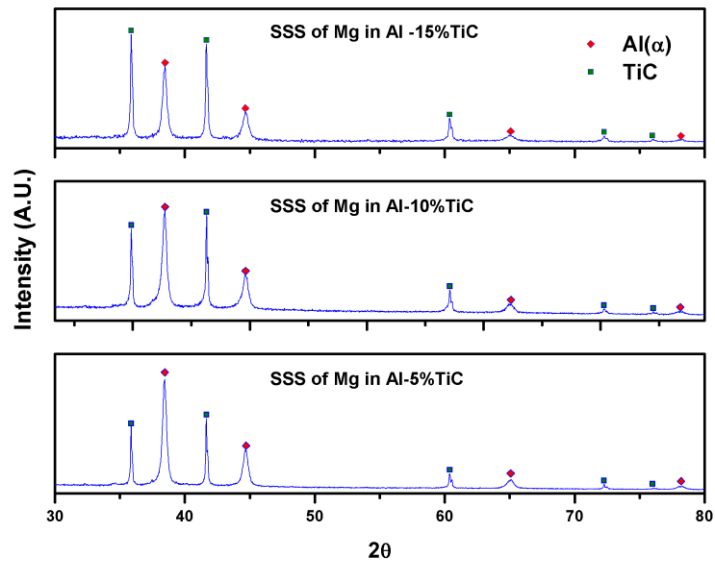
**Gráfica 4.17:** Porcentaje de área de porosidad en función del sistema para las muestras sinterizadas obtenidas a 300rpm.

## 4.2 CARACTERIZACIÓN ESTRUCTURAL MEDIANTE DIFRACCIÓN DE RAYOS X DE LAS MUESTRAS DE SSS REFORZADAS CON TiC

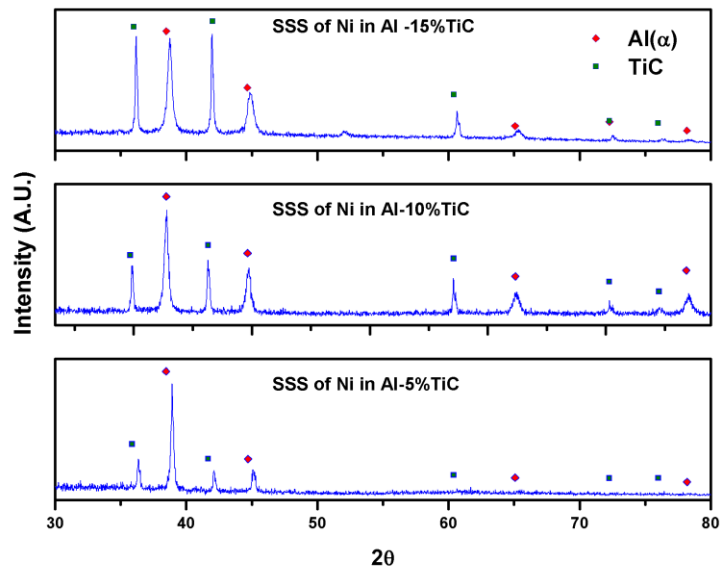
Se puede observar en los difractogramas de rayos x para los materiales compuestos de matriz de SSS después de 8 horas de molienda a 250 rpm que no se aprecia la presencia de picos de Si (figura 4.10), Mg (figura 4.11) o Ni (figura 4.12) y tampoco se identifica la presencia de segundas fases en los difractogramas que nos hagan pensar que hubo alguna reacción entre las partículas de refuerzo y la matriz. También es importante destacar que conforme aumenta el contenido de partículas de refuerzo, los picos de  $\alpha$ Al se ensanchan más, lo cual se relaciona con el hecho de que las partículas de TiC al ser muy duras actúan como elementos de atrición en el proceso, logrando de esta manera refinar más el tamaño de cristalita y tamaño promedio de partícula.



**Figura 4.10:** Patrones de XRD para las muestras de SSS de Si en Al -15, 10 y 5 % TiC después de 8h. de molienda

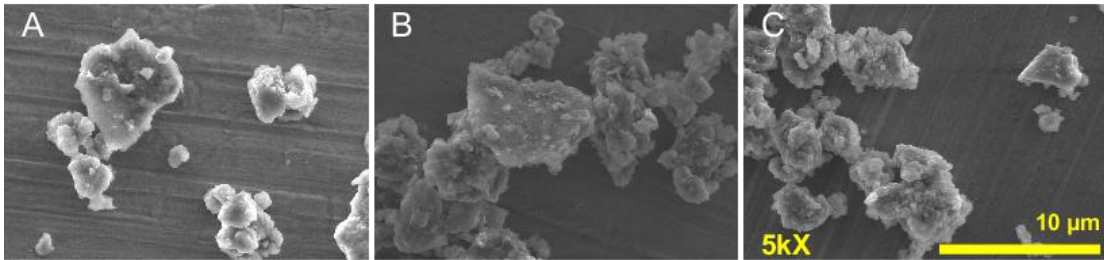


**Figura 4.11** Patrones de XRD para las muestras de SSS de Mg en Al -15, 10 y 5 % TiC después de 8h. de molienda en donde se muestran las fases Al ( $\alpha$ )  $\blacklozenge$  y



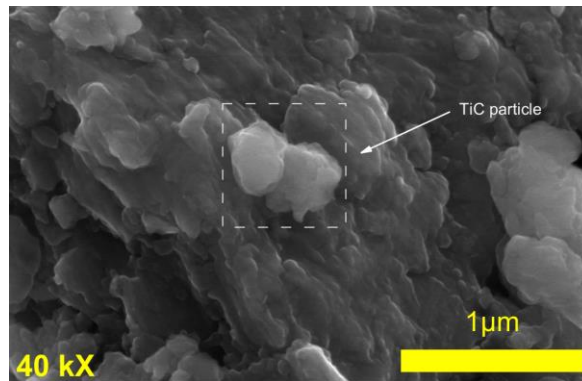
**Figura 4.12** Patrones de XRD para las muestras de SSS de Ni en Al -15, 10 y 5 % TiC después de 8h de molienda en donde se muestran las fases Al ( $\alpha$ )  $\blacklozenge$  y TiC  $\blacksquare$

Las micrográficas de MEB de las muestras de SSS del sistema Mg-Al reforzadas con 15, 10 y 5% de TiC (Fig A, B y C respectivamente) muestran que conforme se aumentó el contenido de TiC el refinamiento de las partículas se incrementó, por lo que se puede observar que las muestras con 15% de TiC tienen un promedio de partícula menor debido a que incrementaron los eventos de fractura en el proceso. Cabe destacar que en las tres muestras del sistema Mg-Al se observa claramente la presencia de solamente 2 fases, en contraste claro se observan las partículas de TiC incrustadas en la superficie de las partículas de solución sólida sobresaturada del sistema Mg-Al. Por lo que efectivamente se logró obtener un material compuesto con una matriz de solución sólida sobresaturada con dispersión de partículas de TiC.



**Figura 4.13** Micrográficas mediante MEB de las polvos de solución sólida sobresaturada de Mg en Al reforzados con 15% (A), 10% (B) y 5% (C) de TiC.

Se puede observar que partículas de TiC también sufrieron un refinamiento durante el aleado mecánico, y debido a su alta dureza, estas se fracturaron por lo que se observa que la muestra con 5% de TiC cuenta con partículas de mayor tamaño que las de 10 y 15 % de TiC. Sin embargo en todas las muestras las muestras se observaron partículas de TiC con medidas inferiores a 1 micra, tal como se observa en la figura 4.13.



**Figura 4.14** Micrografías mediante MEB de las polvos de solución sólida sobresaturada de Mg en Al reforzados con 15% (A), 10% (B) y 5% (C) de TiC.

## CAPITULO 5

### CONCLUSIONES FINALES

En el presente trabajo de investigación se demostró la capacidad del proceso de AM de sintetizar soluciones sólidas sobresaturadas de Ni, Si y Mg en Al. Los patrones obtenidos de las pruebas de Difracción de Rayos X y los cálculos de solubilidad arrojados por la Ley de Vegards junto con los parámetros de red calculados con la Ley de Bragg y comprobados por refinamiento Retvield demuestran de manera concluyente que el proceso fuera de equilibrio de la técnica del AM en condiciones de baja energía es capaz de extender el límite de solubilidad más allá de los obtenido por los sistemas de Al-Si, Al-Mg y Al-Ni en condiciones de equilibrio.

Los sistemas Al-Si, Al-Mg y Al-Ni demostraron comportamientos diferentes de solubilización durante el proceso del AM. Las gráficas de solubilidad del elemento aleante en función del tiempo de molienda presentadas en este trabajo mostraron un comportamiento asintótico para los sistemas Al-Ni y Al-S mientras que para el sistema Al-Mg se observó un comportamiento cercano a la linealidad, este comportamiento se puede atribuir a que en este estudio se utilizaron concentraciones muy cercanas a los límites de solubilidad junto con el hecho de que la solubilidad del sistema Al-Mg muestra una mayor sensibilidad al incremento de temperatura que el de los sistemas Al-Ni y Al-Si. Por lo tanto se demostró una relación entre el comportamiento de la solubilización empleando la técnica de AM y el incremento de la solubilidad máxima en función de la temperatura.

El cálculo de la Ley de Vegard dió un aproximado del parámetro de red a pesar de utilizarse la técnica de refinamiento Rietveld de patrones de Difracción de Rayos X. Esto se muestra debido a que para el sistema Al-Mg, la fase de Al se caracterizó por tener un comportamiento desviación negativa

de la Ley de Vegards. Por lo que se concluye que la Ley de Vegard aplicada en sistemas con bajas concentraciones del soluto (Mg) en Al permite obtener aproximaciones dentro de un rango de error considerable.

Incluso en pequeñas concentraciones del elemento aleante la evolución morfológica de las muestras varió considerablemente en función de las propiedades mecánicas. Los sistemas Al-Mg y Al-Ni no lograron alcanzar un equilibrio entre los procesos de soldadura y fractura a diferencia del sistema Al-Si. Por lo tanto en el sistema Al-Si se observó un mayor refinamiento de las partículas (tamaño de cristalita y tamaño promedio de partícula). Lo que demuestra que bajo las mismas condiciones de molienda, el soluto y el solvente son factores que afectan considerablemente el proceso de molienda.

Debido a que el proceso del AM se ve afectado considerablemente por el soluto y solvente empleado, y debido a que su solubilidad varía a su vez con respecto a la concentración utilizada ya que en los tres sistemas utilizados no se observó una completa solubilidad del elemento aleante, futuros trabajos que pretendan investigar y modelar la extensión de solubilidad deberán de no solo utilizar diferentes condiciones de molienda, sino también concentraciones de soluto y solvente.

Se demostró en este trabajo la viabilidad de utilizar un análisis semicuantitativo de Difracción de Rayos X así como también la Ley de Vegard para determinar la solubilidad alcanzada en soluciones sólidas sobresaturadas obtenidas mediante AM. Esta metodología puede utilizar a su vez la simulación de patrones de Difracción de Rayos X en los cuales se tome en cuenta la intensidad de dispersión coherente mediante la ecuación de Debye. Ya que de esta manera se toma en cuenta el efecto que tiene en la intensidad la solubilización de los elementos aleantes en la matriz al emplear el factor de dispersión atómica correspondiente al soluto y solvente.

Futuros trabajos a realizar con respecto a la extensión del límite de solubilidad deberán de controlar el proceso de calentamiento durante el AM para poder modelar el proceso sin tener como variante el incremento de solubilidad auxiliado por la temperatura (como se observó en el sistema Al-Mg), por lo que se recomienda utilizar la molienda criogénica para el estudio y modelado de extensiones de solubilidad mediante AM.

Las muestras sinterizadas mostraron que el fenómeno de recristalización varía con el tamaño de cristalita de las pastillas en verde. Las muestras obtenidas a 500 rpm previo al proceso de sinterización y posteriormente, mostraron mantener un menor tamaño de cristalita que las obtenidas a 300 rpm. Lo anterior descrito muestra que el tamaño de cristalita previo al proceso de sinterizado afecta el tamaño de cristalita obtenido posteriormente.

Para las soluciones sólidas sobresaturadas de los sistemas Si-Al, Mg-Al y Ni-Al no se observa que el proceso de compactación en frío utilizado en este trabajo, tenga un efecto en la orientación preferencial de granos de las muestras sinterizadas.

Las micrografías de MEB de las muestras sinterizadas y de los polvos después de 30 h de molienda demuestran que existe una relación proporcionalmente directa entre el tamaño de partícula y la porosidad obtenida. Por lo que al sinterizar muestras con partículas muy finas se puede obtener materiales microporosos. Este fenómeno se relaciona con la unión de las interfases entre las partículas y el flujo del material que da como resultado la formación de porosidades.

Con respecto a la microdureza obtenida de las muestras sinterizadas, se observa que tanto el soluto como la porosidad de la muestra y el tamaño de cristalita afectan la microdureza de la muestra sinterizada. Debido a que distintos elementos de soluto en la red cristalina del Al requieren de distintas energías para provocar que la distorsión que generan en la red cristalina se



reacomode en un estado de menor energía mediante el desplazamiento de dislocaciones.

Los patrones de Difracción de Rayos X de las muestras de solución sólida sobresaturada reforzadas con TiC y molidas por 8h a 250 rpm demuestran que es posible sintetizar materiales compuestos de matriz de solución sólida sobresaturada en los sistemas Al-Ni, Al-Mg y Al-Si, ya que las condiciones de molienda de baja energía empleadas en este proceso permitieron conservar la matriz de solución sólida sobresaturada al mismo tiempo que se dispersaron las partículas de TiC.

Las micrografías mediante MEB de los materiales compuestos de matriz de solución sólida sobresaturada de Al-Mg muestran que el incremento en TiC ocasiono un mayor refinamiento tanto de la matriz como de las partículas de TiC, las cuales se observan embebidas en la matriz de solución sólida sobresaturada.

El proceso de AM demostró ser una técnica eficiente para la síntesis de materiales compuestos de matriz de solución sólida sobresaturada de los sistemas Al-Ni, Al-Mg y Al-Si reforzadas con TiC que no presenta mayor complicación que obtener primero las soluciones sólidas sobresaturadas y posteriormente seleccionar parámetros de baja energía que permitan la dispersión del material de refuerzo durante el proceso de síntesis del material compuesto.

## ANEXOS

### ANEXO 1

**Tabla comparativa de investigaciones recientes de aleado mecánico de materiales compuestos base Al.**

<b>Material compuesto</b>	<b>Condiciones de molienda</b>	<b>Resultados destacables</b>
Al-4.5%Cu reforzado con partículas de SiC <sup>28</sup> .	Tiempos de molienda: 0 h, 5 h y 10 h Velocidad de Molienda: 300 rpm Relación de peso bolas/muestra: 10:1 y 20:1 Concentración de refuerzo: 4% y 8%	Se obtuvo un tamaño de partículas menor 100 nm después de 5 hrs de molienda y con un rango de tamaño de cristalita de 39 a 21 nm. y la solubilidad del cobre en el aluminio aumentó hasta un 50% atómico.
Al-4.4%Cu reforzado con partículas de ZrC. <sup>29</sup>	Tiempos de molienda: 1.5 h, 2 h , 2.5 h y 3 h Velocidad de Molienda: 1725 rpm Relación de peso bolas/muestra: 7:1 Concentración de refuerzo: 0% y 4%	La introducción de partículas de ZnC provoco un aumento en la dureza siendo mayor con partículas de 8 micras y a 210 minutos de molienda. Las muestras con partículas de 157 micras exhibieron mayor resistencia al desgaste que aquellas con partículas iniciales de 8 micras.

<sup>28</sup> Ehsan Mostaed et al. Investigation on preparation of Al-4.5%Cu/SiCp nanocomposite powder via mechanical milling

<sup>29</sup> Hülya Kaftelen et al. ZrC particle reinforced Al-4 wt.% Cu alloy composites fabricated by mechanical alloying and vacuum hot pressing: Microstructural evaluation and mechanical properties

<p>Al-1050 reforzado con partículas de <math>B_4C^{30}</math>.</p>	<p>Tiempos de molienda: 0 h, 2 h, 5 , 20 h y 40 h Velocidad de Molienda: 600 rpm Relación de peso bolas/muestra: 10:1 Concentración de refuerzo: 5 10% y 15%</p>	<p>La resistencia y microdureza aumentaron con el contenido de refuerzo, pero la ductilidad disminuyó.</p>
<p>Al-4.5%Cu reforzado con partículas de <math>TiC^{31}</math>.</p>	<p>Tiempos de molienda: 70h Velocidad de Molienda: 270 rpm Relación de peso bolas/muestra: 12:1 Concentración de refuerzo: 0%, 0.5%, 1%, 3%, 5% y 7%</p>	<p>La dureza y resistencia al desgaste del material compuesto incremento en función de la concentración del refuerzo hasta el 5% debido a la aglomeración de partículas.</p>

<sup>30</sup> Mohammad Sharifi, E., Karimzadeh, F., & Enayati, M. H. (2011). Fabrication and evaluation of mechanical and tribological properties of boron carbide reinforced aluminum matrix nanocomposites. *Materials & Design*, 32(6), 3263–3271.

<sup>31</sup> Nemati, N., Khosroshahi, R., Emamy, M., & Zolriasatein, A. (2011). Investigation of microstructure, hardness and wear properties of Al-4.5wt.% Cu-TiC nanocomposites produced by mechanical milling. *Materials & Design*, 32(7), 3718–3729.

Al reforzado con precipitados de TiB <sub>2</sub> . <sup>32</sup>	Tiempos de molienda: 40h Velocidad de Molienda: 360 rpm Relación de peso bolas/muestra: 10:1 Concentración de refuerzo: 20%	Al moler inicialmente una baja concentración de Al con Ti y B (Al-62%Ti-28%B) y posteriormente agregar Al, fue posible producir nanocompuestos Al-TiB <sub>2</sub> . El nano compuesto Al-20%TiB <sub>2</sub> mostró una buena estabilidad térmica contra el crecimiento de grano. Se obtuvo un esfuerzo de cedencia de 280 Mpa y una resistencia a la tensión de 540 Mpa.
Al reforzado con partículas de SiC <sup>33</sup> .	Tiempos de molienda: 0.5h Velocidad de Molienda: 250 rpm Relación de peso bolas/muestra: 10:1 Concentración de refuerzo: 1, 3, 5, 7 y 10 %	Mayores concentraciones de SiC produjeron un refinamiento mayor y más acelerado del tamaño de cristalita, pero afectó negativamente el proceso de densificación.

<sup>32</sup> Sadeghian, Z., Enayati, M. H., & Beiss, P. (2011). Characterisation of in situ Al-TiB<sub>2</sub> nanocomposite powder synthesised by mechanical alloying. *Powder Metallurgy*, 54(1), 46-49.

<sup>33</sup> Kamrani, S., Riedel, R., Seyed Reihani, S. M., & Kleebe, H. J. (2010). Effect of Reinforcement Volume Fraction on the Mechanical Properties of Al-SiC Nanocomposites Produced by Mechanical Alloying and Consolidation. *Journal of Composite Materials*, 44(3), 313-326.

Al, Al-5%Mg, Al-10%Mg y Al-15%Mg reforzado con partículas de $Al_2O_3$ <sup>34</sup> .	Tiempos de molienda: 0.5h Velocidad de Molienda: 250 rpm Relación de peso bolas/muestra: 10:1 Concentración de refuerzo: 10 %	La formación de la solución sólida sobresaturada de Mg en Al ocurrió después de 20 h de molienda, así como también se aceleró el proceso de refinamiento y dispersión de partículas de refuerzo.
Al(Ti) reforzado con precipitados de $Al_3Ti$ <sup>35</sup>	Tiempos de molienda: 5 h, 10 h, 15 h y 20 h Velocidad de Molienda: 300 rpm Relación de peso bolas/muestra: 10:1 Concentración de refuerzo: 0.12, 0.34, 0.52 y 0.85%	Se formó una solución sólida supersaturada para todas las concentraciones (Al-5%Ti, Al-10%Ti, Al-15%Ti y Al-20%Ti) después de 20 h de molienda. La presencia de $Al_3Ti$ nanocristalino dispersado y el refinamiento de grano son los principales causantes del aumento considerable en resistencia del material.

<sup>34</sup> Fathy, A., Wagih, A., Abd El-Hamid, M., & Hassan, A. A. (2014). The effect of Mg add on morphology and mechanical properties of Al-xMg/10Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanocomposite produced by mechanical alloying. *Advanced Powder Technology*, 25(4), 1345–1350.

<sup>35</sup> Nayak, S. S., Pabi, S. K., & Murty, B. S. (2010). Al-(L12)Al<sub>3</sub>Ti nanocomposites prepared by mechanical alloying: Synthesis and mechanical properties. *Journal of Alloys and Compounds*, 492(1), 128–133.

Al reforzado con precipitados de $\text{AlB}_2$ <sup>36</sup> .	Tiempos de molienda: 5 minutos Velocidad de Molienda: 1000 rpm Relación de peso bolas/muestra: 10:1 Concentración de refuerzo: 7 y 12%	Las propiedades mecánicas fueron afectadas negativamente al excederse de concentración de $\text{AlB}_2$ (Al-12% $\text{AlB}_2$ ). La resistencia al desgaste fue la propiedad mecánica mayor favorecida por el reforzamiento.
Al-4%Cu reforzado con partículas de $\text{SiC}$ <sup>37</sup>	Tiempos de molienda: 8h, 12h, 16h y 32 h Velocidad de Molienda: 250 rpm Relación de peso bolas/muestra: 10:1 Concentración de refuerzo: 5, 10 y 15%	El incremento en concentración de $\text{SiC}$ produjo una mayor disminución de tamaño de partícula, refinamiento de cristalita, aumento de la resistencia máxima a la compresión y un aumento en la microdureza Vickers.

<sup>36</sup> Yuan, L., Han, J., Liu, J., & Jiang, Z. (2016). Mechanical properties and tribological behavior of aluminum matrix composites reinforced with in-situ  $\text{AlB}_2$  particles. *Tribology International*, 98, 41–47.

<sup>37</sup> Keneshloo, M., Paidar, M., & Taheri, M. (2017). Role of  $\text{SiC}$  ceramic particles on the physical and mechanical properties of Al-4%Cu metal matrix composite fabricated via mechanical alloying. *Journal of Composite Materials*, 51(9), 1285–1298.

Al reforzado con partículas de Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> <sup>38</sup>	Tiempos de molienda: 1 h Velocidad de Molienda: 250 rpm Relación de peso bolas/muestra: 10:1 Concentración de refuerzo: 2, 8, 14 y 23%	El proceso de sinterización por microondas dio como resultado pastillas con mejor densificación.
Al reforzado con partículas de Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <sup>39</sup>	Tiempos de molienda: 25 h Velocidad de Molienda: 250 rpm Relación de peso bolas/muestra: 20:1 Concentración de refuerzo: 0, 2.5, 5 y 10%	La adición de la fase de Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> disminuyó el tiempo requerido para alcanzar el equilibrio del proceso de fractura-soldadura, y aumentó el refinamiento de las partículas y la deformación de la red cristalina.

<sup>38</sup> E. Bayraktar, D. Katundi, (2010). Development of a new aluminium matrix composite reinforced with iron oxide (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>), Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering 38(1) 7-14.

<sup>39</sup> Wagih, A. (2016). Synthesis of Nanocrystalline Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Reinforced Al Nanocomposites by High-Energy Mechanical Alloying: Microstructural Evolution and Mechanical Properties. Transactions of the Indian Institute of Metals, 69(4), 851–857.

**Tarjeta de referencia del aluminio****Nombre y Formula**

Código de referencia:	01-085-1327
Nombre del mineral:	Aluminio
Nombre del ICSD:	Aluminio
Fórmula empírica:	Al
Fórmula química:	Al

**Parámetros cristalográficos**

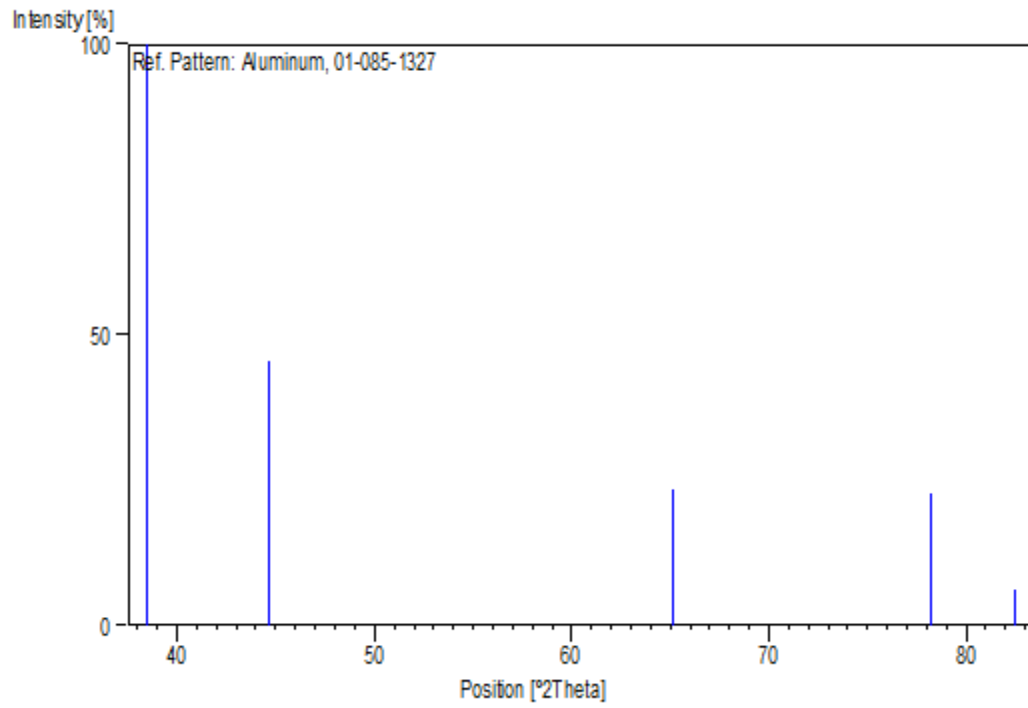
Sistema cristalino:	Cúbico
Grupo espacial:	Fm-3m
Número del grupo espacial:	225
a (Å):	4.0494
b (Å):	4.0494
c (Å):	4.0494
Alpha (°):	90.0000
Beta (°):	90.0000
Gamma (°):	90.0000
Densidad calculada (g/cm <sup>3</sup> ):	2.70
Densidad medida (g/cm <sup>3</sup> ):	2.70
Vol. de la celda (10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ):	66.40
Z:	4.00
RIR:	4.10

**Lista de los picos**

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	1	1	2.33792	38.475	100.0
2	2	0	0	2.02470	44.723	45.5
3	2	2	0	1.43168	65.101	23.3
4	3	1	1	1.22094	78.234	22.8
5	2	2	2	1.16896	82.441	6.3



## Patrón de barras



**Tarjeta de referencia del silicio****Nombre y Formula**

Código de referencia: 00-027-1402  
 Nombre del mineral: Silicio  
 Nombre del ICSD: Silicio  
 Fórmula empírica: Si  
 Fórmula química: Si

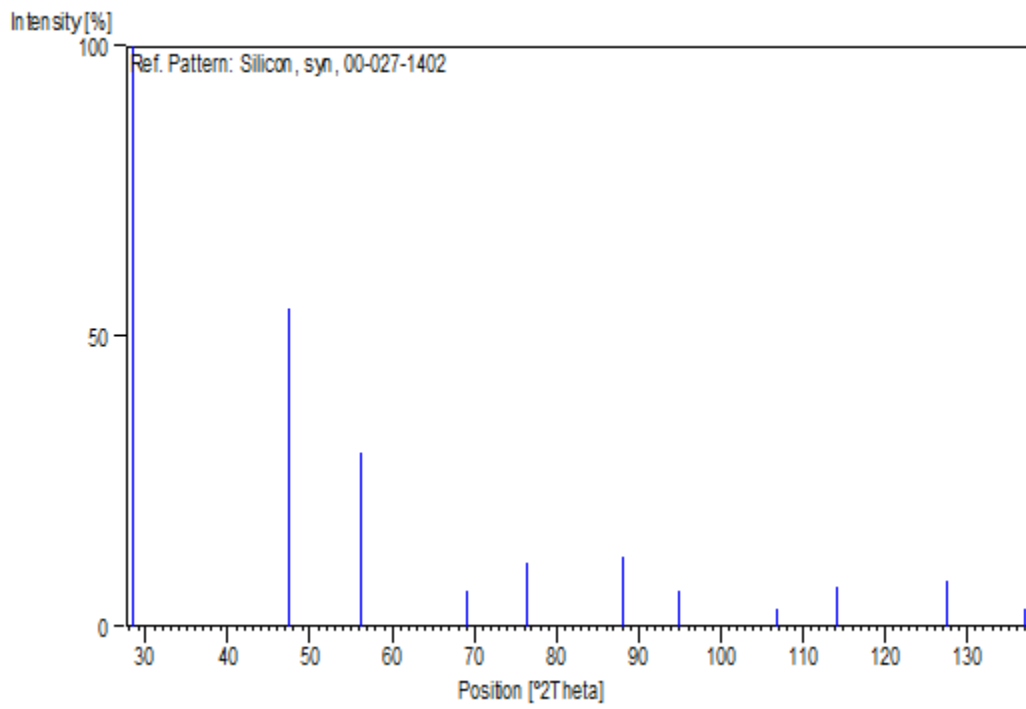
**Parámetros cristalográficos**

Sistema cristalino: Cúbico  
 Grupo espacial: Fd-3m  
 Número del grupo espacial: 227  
 a (Å): 5.4309  
 b (Å): 5.4309  
 c (Å): 5.4309  
 Alpha (°): 90.0000  
 Beta (°): 90.0000  
 Gamma (°): 90.0000  
 Densidad calculada (g/cm<sup>3</sup>): 2.33  
 Vol. de la celda (10<sup>6</sup> pm<sup>3</sup>): 160.18  
 Z: 8.00  
 RIR: 4.70

**Lista de los picos**

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	1	1	3.13550	28.443	100.0
2	2	2	0	1.92010	47.304	55.0
3	3	1	1	1.63750	56.122	30.0
4	4	0	0	1.35770	69.132	6.0
5	3	3	1	1.24590	76.380	11.0
6	4	2	2	1.10860	88.029	12.0
7	5	1	1	1.04520	94.951	6.0
8	4	4	0	0.96000	106.719	3.0
9	5	3	1	0.91800	114.092	7.0
10	6	2	0	0.85870	127.547	8.0
11	5	3	3	0.82820	136.898	3.0

## Patrón de barras



**Tarjeta de referencia del magnesio****Nombre y Formula**

Código de referencia:	00-004-0770
Nombre del ICSD:	Magnesium
Fórmula empírica:	Mg
Fórmula química:	Mg

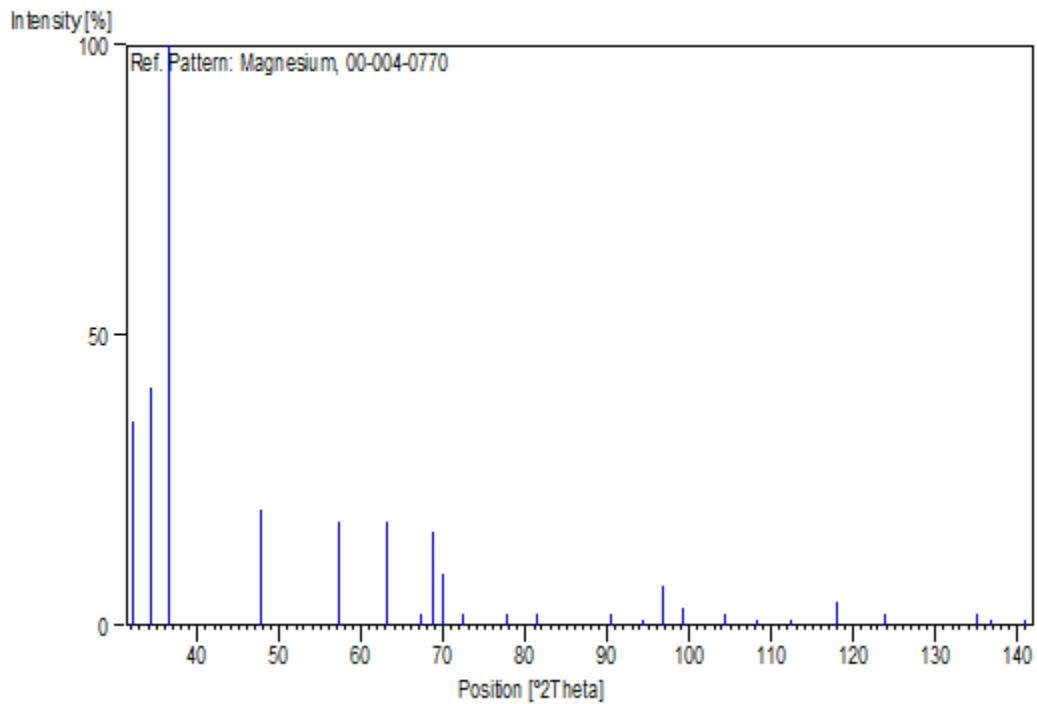
**Parámetros cristalográficos**

Sistema cristalino:	Hexagonal
Grupo espacial:	P63/mmc
Número del grupo espacial:	194
a (Å):	3.2095
b (Å):	3.2095
c (Å):	5.2104
Alpha (°):	90.0000
Beta (°):	90.0000
Gamma (°):	120.0000
Vol. de la celda (10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ):	46.48
Z:	2.00
RIR:	2.00

### Lista de los picos

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	0	0	2.78000	32.173	35.0
2	0	0	2	2.60600	34.385	41.0
3	1	0	1	2.45300	36.604	100.0
4	1	0	2	1.90100	47.808	20.0
5	1	1	0	1.60500	57.363	18.0
6	1	0	3	1.47300	63.060	18.0
7	2	0	0	1.38900	67.362	2.0
8	1	1	2	1.36600	68.653	16.0
9	2	0	1	1.34300	69.999	9.0
10	0	0	4	1.30300	72.481	2.0
11	2	0	2	1.22700	77.775	2.0
12	1	0	4	1.17950	81.547	2.0
13	2	0	3	1.08510	90.452	2.0
14	2	1	0	1.05060	94.311	1.0
15	2	1	1	1.02960	96.862	7.0
16	1	1	4	1.01120	99.241	3.0
17	1	0	5	0.97570	104.275	2.0
18	2	0	4	0.95050	108.273	1.0
19	3	0	0	0.92650	112.487	1.0
20	2	1	3	0.89880	117.970	4.0
21	3	0	2	0.87290	123.881	2.0
22	2	0	5	0.83370	135.022	2.0
23	1	0	6	0.82880	136.688	1.0
24	2	1	4	0.81770	140.791	1.0

### Patrón de barras



## Tarjeta de referencia del níquel

### Nombre y Formula

Código de referencia: 00-001-1260  
 Nombre del ICSD: Níquel  
 Fórmula empírica: Ni  
 Fórmula química: Ni

### Parámetros cristalográficos

Sistema cristalino: Cúbico  
 Grupo espacial: Fm-3m  
 Número del grupo espacial: 225

a (Å): 3.5175  
 b (Å): 3.5175  
 c (Å): 3.5175  
 Alpha (°): 90.0000  
 Beta (°): 90.0000  
 Gamma (°): 90.0000

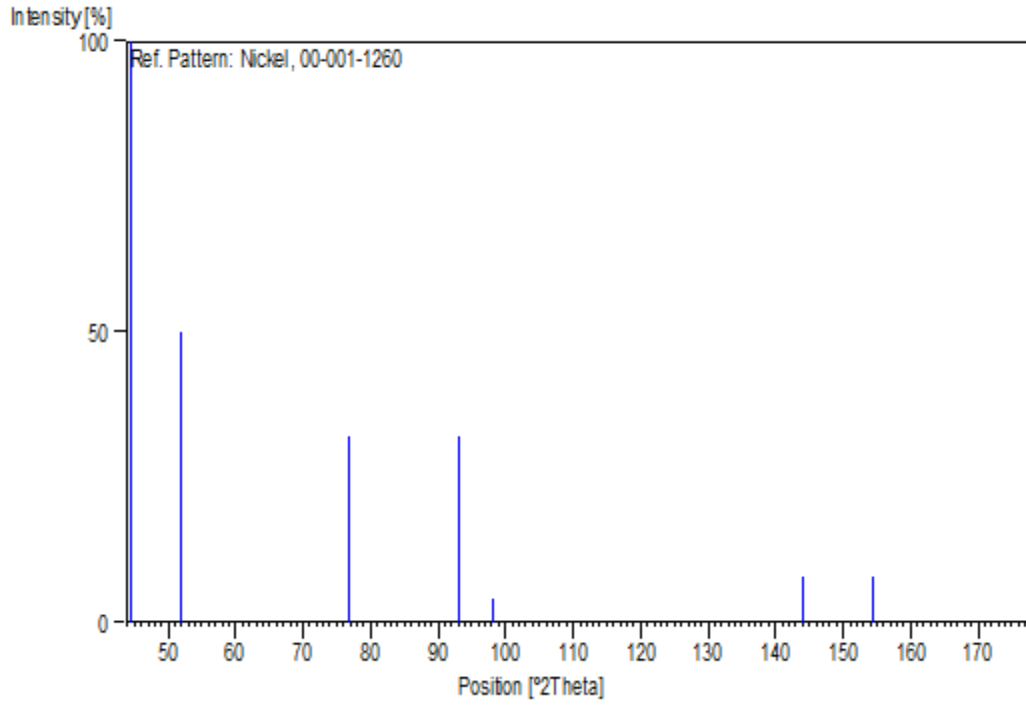
Densidad medida (g/cm<sup>3</sup>): 8.90  
 Vol. de la celda (10<sup>6</sup> pm<sup>3</sup>): 43.52  
 Z: 4.00

RIR: -

### Lista de los picos

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	1	1	2.03000	44.600	100.0
2	2	0	0	1.76000	51.911	50.0
3	2	2	0	1.24000	76.809	32.0
4	3	1	1	1.06000	93.221	32.0
5	2	2	2	1.02000	98.085	4.0
6	3	3	1	0.81000	143.974	8.0
7	4	2	0	0.79000	154.356	8.0
8	4	2	2	0.72000		8.0
9	5	1	1	0.68000		8.0

## Patrón de barras



## Tarjeta de referencia del carburo de titanio

### Nombre y Formula

Código de referencia:	03-065-2920
Nombre del ICSD:	Carburo de Titanio
Fórmula empírica:	CTI
Fórmula química:	TIC

### Parámetros cristalográficos

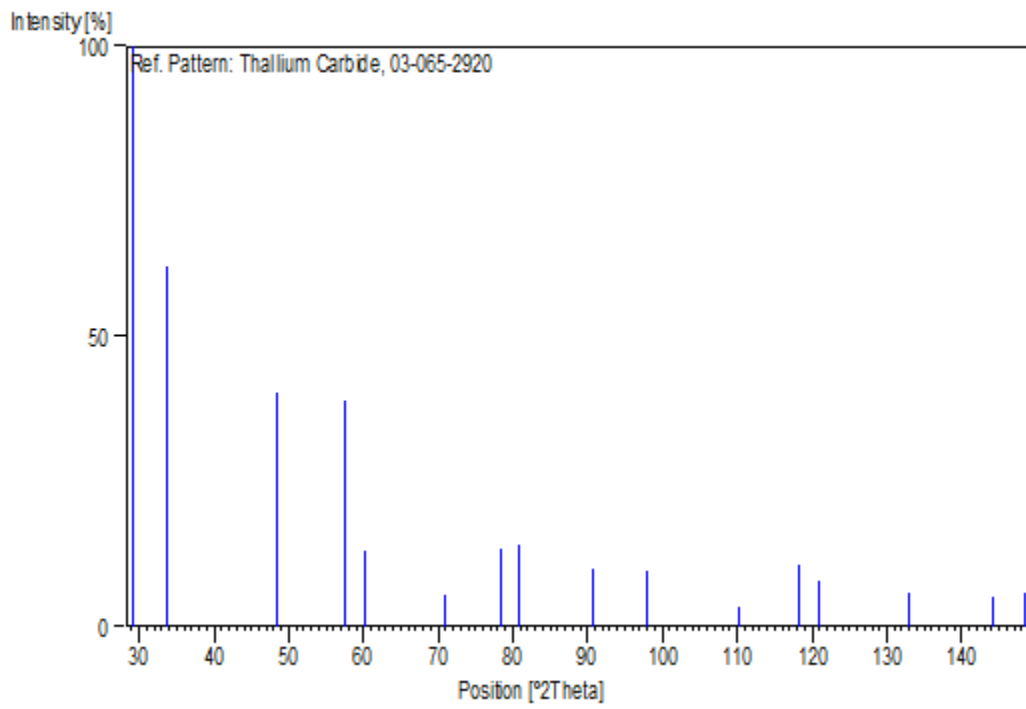
Sistema cristalino:	Cúbico
Grupo espacial:	Fm-3m
Número del grupo espacial:	225
a (Å):	5.3100
b (Å):	5.3100
c (Å):	5.3100
Alpha (°):	90.0000
Beta (°):	90.0000
Gamma (°):	90.0000
Vol. de la celda (10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ):	149.72
Z:	4.00
RIR:	21.19

### Lista de los picos

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	1	1	3.06573	29.104	100.0
2	2	0	0	2.65500	33.732	62.3
3	2	2	0	1.87737	48.448	40.2
4	3	1	1	1.60103	57.518	39.0
5	2	2	2	1.53286	60.334	12.9
6	4	0	0	1.32750	70.938	5.5
7	3	3	1	1.21820	78.444	13.4
8	4	2	0	1.18735	80.896	14.2
9	4	2	2	1.08390	90.580	10.1
10	5	1	1	1.02191	97.839	9.7
11	4	4	0	0.93868	110.293	3.3
12	5	3	1	0.89755	118.235	10.8
13	4	4	2	0.88500	121.009	7.7
14	6	2	0	0.83959	133.120	5.9
15	5	3	3	0.80977	144.076	5.0
16	6	2	2	0.80051	148.417	5.8



## Patrón de barras



## BIBLIOGRAFÍA

- 13th International Conference on Aluminum Alloys Icaa 13.* (2012). John Wiley & Sons Inc.
- Sintering: from Empirical Observations to Scientific Principles.* (2014). Elsevier.
- Abdoli, H., Asgharzadeh, H., & Salahi, E. (2009, 4). Sintering behavior of Al–AlN-nanostructured composite powder synthesized by high-energy ball milling. *Journal of Alloys and Compounds*, 473, 116-122.
- Abdoli, H., Salahi, E., Farnoush, H., & Pourazrang, K. (2008, 8). Evolutions during synthesis of Al–AlN-nanostructured composite powder by mechanical alloying. *Journal of Alloys and Compounds*, 461, 166-172.
- Aguilar, C., Castro, F., Martínez, V., Guzmán, D., Cuevas, F., Lozada, L., et al. (2012, 6). Structural study of nanocrystalline solid solution of Cu–Mo obtained by mechanical alloying. *Materials Science and Engineering: A*, 548, 189-194.
- Ajayan, P. M. (2003, 8). Bulk Metal and Ceramics Nanocomposites. In P. M. Ajayan, L. S. Schadler, & P. V. Braun (Eds.), *Nanocomposite Science and Technology* (pp. 1-75). Weinheim, FRG: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA.
- Allazadeh, M. R., & Balazsi, C. (2015, 7). Application of Milling in Synthesizing Nanostructured Metal Matrix Composite Powder. In M. Aliofkhazraei (Ed.), *Handbook of Mechanical Nanostructuring* (pp. 449-470). Weinheim, Germany: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA.
- Alleg, S., Souilah, S., & Joseph, J. (2013, 1). Thermal Stability of the Nanostructured Powder Mixtures Prepared by Mechanical Alloying. In A. A. Elkordy (Ed.), *Applications of Calorimetry in a Wide Context - Differential Scanning Calorimetry, Isothermal Titration Calorimetry and Microcalorimetry*. InTech.
- Amirkhanlou, S., Ketabchi, M., & Parvin, N. (2012, 11). Nanocrystalline/nanoparticle ZnO synthesized by high energy ball milling process. *Materials Letters*, 86, 122-124.
- Ashby, M. F., & Jones, D. R. (2012). *Engineering materials 1: an introduction to properties, applications, and design* (4th ed ed.). Amsterdam ; Boston: Butterworth-Heinemann.
- Azzaza, S., & Bououdina, M. (2015, 7). Synthesis and Properties of Nanostructured Powders by Milling Process. In M. Aliofkhazraei (Ed.), *Handbook of Mechanical Nanostructuring* (pp. 471-492). Weinheim, Germany: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA.

- Batraev, I., Chaitanya, S., Cheng, X., Dudina, D. V., Krishnaraj, V., Kumar, R., y otros. (2014). *Metal matrix composites: materials, manufacturing and engineering* (Vol. 3). Walter de Gruyter GmbH & Co KG.
- Beiss, P., Behrens, V., Landolt, H., Börnstein, R., Martienssen, W., & Madelung, O. (Eds.). (2003). *Numerical data and functional relationships in science and technology: new series. Group 8 Vol. 2 Subvol. a Pt. 1: Advanced materials and technologies Materials Powder metallurgy data Metals and magnets*. Berlin: Springer.
- Benjamin, J. S. (1976). Mechanical alloying. *Scientific American*, 234, 40-49.
- Boldyrev, V. V., & Tkáčová, K. (2000). Mechanochemistry of solids: past, present, and prospects. *Journal of materials synthesis and processing*, 121-132.
- Bryman, A. (2003, 9). *Quantitative Data Analysis with Minitab: A Guide for Social Scientists* (1 ed.). Routledge.
- Chaira, D., & Karak, S. K. (2015, 7). Fabrication of Nanostructured Materials by Mechanical Milling. In M. Aliofkhazraei (Ed.), *Handbook of Mechanical Nanostructuring* (pp. 379-416). Weinheim, Germany: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA.
- Chawla, N., Williams, J. J., & Saha, R. (2002, 11). Mechanical behavior and microstructure characterization of sinter-forged SiC particle reinforced aluminum matrix composites. *Journal of Light Metals*, 2, 215-227.
- Cheng, H., Liu, X., Tang, Q., Wang, W., Yan, X., & Dai, P. (2019, 2). Microstructure and mechanical properties of FeCoCrNiMnAl<sub>x</sub> high-entropy alloys prepared by mechanical alloying and hot-pressed sintering. *Journal of Alloys and Compounds*, 775, 742-751.
- Cintas, P. G., Almagro, L. M., & Llabrés, X. T.-M. (2012, 9). *Industrial Statistics with Minitab: Tort-Martorell Llabrés/Industrial Statistics with Minitab*. Chichester, UK: John Wiley & Sons, Ltd.
- Darling, K. A., Roberts, A. J., Catalano, J. E., Tschopp, M. A., & Kecskes, L. J. (2015, 2). Effect of Processing Parameters on the Microstructure of Mechanically Alloyed Nanostructured Al-Mn Alloys. In T. Sano, & T. S. Srivatsan (Eds.), *Advanced Composites for Aerospace, Marine, and Land Applications II* (pp. 1-11). Hoboken, NJ, USA: John Wiley & Sons, Inc.
- Davis, J. R., Associates, J. R., & Committee, A. S. (1993). *Aluminum and Aluminum Alloys*. ASM International.

- Delaey, L., & Tas, H. (Eds.). (1994). *Hot isostatic pressing '93: proceedings of the International Conference on Hot Isostatic Pressing--HIP '93, Antwerp, Belgium, 21-23 April, 1993*. Amsterdam, Netherlands ; New York: Elsevier.
- Delogu, F. (2012, 3). Formation of a Al<sub>50</sub>Fe<sub>50</sub> solid solution by mechanical alloying. *Materials Chemistry and Physics*, *133*, 500-506.
- Dreizin, E. L., & Schoenitz, M. (2014, 4). Reactive and Metastable Nanomaterials Prepared by Mechanical Milling. In A. Gromov, & U. Teipel (Eds.), *Metal Nanopowders* (pp. 227-278). Weinheim, Germany: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA.
- Du, J., Ding, D., Zhang, W., Xu, Z., Gao, Y., Chen, G., et al. (2018, 8). Effect of Ce addition on the microstructure and properties of Al-Cu-Mn-Mg-Fe lithium battery shell alloy. *Materials Characterization*, *142*, 252-260.
- El-Eskandarany, M. S. (2001). *Mechanical alloying for fabrication of advanced engineering materials*. Norwich, N.Y: Noyes Publications.
- Enayati, M. H. (2015). Formation of Nanoscale Layered Structures and Subsequent Transformations during Mechanical Alloying of Ni<sub>60</sub>Nb<sub>40</sub> Powder Mixture in a Low Energy Ball Mill. *KONA Powder and Particle Journal*, *32*, 196-206.
- Ericsson, K. A., Charness, N., Feltovich, P. J., & Hoffman, R. R. (n.d.). The Cambridge Handbook of Expertise and Expert Performance. 919.
- Ewsuk, K., Nogi, K., Reiterer, M., Tomsia, A., Glass, S. J., Waesche, R., et al. (Eds.). (2006, 3). *Characterization & Control of Interfaces for High Quality Advanced Materials: Ewsuk/Characterization*. Hoboken, NJ, USA: John Wiley & Sons, Inc.
- Fedorchenko, I. M., & Skorokhod, V. V. (1967, 10). Theory and practice of sintering. *Soviet Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, *6*, 790-805.
- Flumerfelt, J. F. (1999, 2). *Aluminum powder metallurgy processing*. Tech. rep.
- Fridman, G. L. (1971). History of iron powder manufacture. *Soviet Powder Metallurgy and Metal Ceramics* ", 758-761.
- Garroni, S., Delogu, F., Mulas, G., & Cocco, G. (2007, 11). Mechanistic inferences on the synthesis of Co<sub>50</sub>Fe<sub>50</sub> solid solution by mechanical alloying. *Scripta Materialia*, *57*, 964-967.
- Gessinger, G. H. (1984). *Powder metallurgy of superalloys*. London ; Boston: Butterworths.

- Gu, J., Gu, S., Xue, L., Wu, S., & Yan, Y. (2012, 12). Microstructure and mechanical properties of in-situ Al<sub>13</sub>Fe<sub>4</sub>/Al composites prepared by mechanical alloying and spark plasma sintering. *Materials Science and Engineering: A*, 558, 684-691.
- Hadef, F., & Otmani, A. (2015, 7). Mechanical Alloying/Milling. In M. Aliofkhaezrai (Ed.), *Handbook of Mechanical Nanostructuring* (pp. 263-276). Weinheim, Germany: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA.
- Hausner, H. H. (2013). *Modern Developments in Powder Metallurgy: Volume 2 Applications*. Springer Science & Business Media.
- Hesabi, Z. R., Simchi, A., & Reihani, S. M. (2006, 7). Structural evolution during mechanical milling of nanometric and micrometric Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> reinforced Al matrix composites. *Materials Science and Engineering: A*, 428, 159-168.
- Higgins, R. A., & Higgins, R. A. (1993). *Applied physical metallurgy* (6th ed ed.). London: E. Arnold.
- Hiroaki, M., Ko, H., & Hideto, Y. (2006). *Powder Technology Handbook*. CRC Press.
- Hort, N., & Kainer, K. U. (2006, 6). Powder Metallurgically Manufactured Metal Matrix Composites. In K. U. Kainer (Ed.), *Metal Matrix Composites* (pp. 243-276). Weinheim, FRG: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA.
- Huang, J. Y., Wu, Y. K., & Ye, H. Q. (1998, 1). Microstructure investigations of ball milled materials. *Microscopy Research and Technique*, 40, 101-121.
- Hubbard, C. R., Evans, E. H., & Smith, D. K. (1976, 4). The reference intensity ratio,  $I/I_0$ , for computer simulated powder patterns. *Journal of Applied Crystallography*, 9, 169-174.
- Huo, Y., Wu, J., & Lee, C. C. (2018, 6). Solid solution softening and enhanced ductility in concentrated FCC silver solid solution alloys. *Materials Science and Engineering: A*, 729, 208-218.
- Kang, S.-J. L. (2005). *Sintering: densification, grain growth, and microstructure*. Amsterdam: Elsevier.
- Khan, R. M. (2013, 2). *Problem Solving and Data Analysis using Minitab: A clear and easy guide to Six Sigma methodology*. Chichester, UK: John Wiley & Sons, Ltd.
- Koizumi, M., Isostatic Pressing, J. R., & Processing (Eds.). (1992). *Hot isostatic pressing: theory and applications: proceedings of the third international conference, Osaka, Japan, 10-14 June 1991*. London ; New York: Elsevier Applied Science.

- Krasnowski, M., Grabias, A., Ferenc, J., & Kulik, T. (2019, 3). Structure, thermal stability and magnetic properties of mechanically alloyed (Fe-Al)-30vol%B powders. *Journal of Alloys and Compounds*, 776, 215-223.
- Kuhn, H. A., Lawley, A., & Dieter, G. E. (Eds.). (1978). *Powder metallurgy processing: new techniques and analyses*. New York: Academic Press.
- Kuzumaki, T., Miyazawa, K., Ichinose, H., & Ito, K. (1998, 9). Processing of Carbon Nanotube Reinforced Aluminum Composite. *Journal of Materials Research*, 13, 2445-2449.
- Kwon, H., Lee, G.-G., Leparoux, M., & Kawasaki, A. (2013, 3). Functionally Graded Dual-Nanoparticulate-Reinforced Aluminum Matrix Composite Materials. *Journal of Physics: Conference Series*, 419, 012004.
- Kwon, H., Saarna, M., Yoon, S., Weidenkaff, A., & Leparoux, M. (2014, 1). Effect of milling time on dual-nanoparticulate-reinforced aluminum alloy matrix composite materials. *Materials Science and Engineering: A*, 590, 338-345.
- Lei, R., Wang, M., Wang, H., & Xu, S. (2016, 8). New insights on the formation of supersaturated Cu-Nb solid solution prepared by mechanical alloying. *Materials Characterization*, 118, 324-331.
- Li, J. C. (Ed.). (2011). *Mechanical properties of nanocrystalline materials*. Singapore: Pan Stanford Pub.
- Loginov, P. A., Levashov, E. A., Kurbatkina, V. V., Zaitsev, A. A., & Sidorenko, D. A. (2015, 5). Evolution of the microstructure of Cu-Fe-Co-Ni powder mixtures upon mechanical alloying. *Powder Technology*, 276, 166-174.
- Lü, L., & Lai, M. O. (1998). *Mechanical alloying*. Boston: Kluwer Academic Publishers.
- Maity, S., Sinha, A., & Bera, S. (2018, 10). A novel study on mechanically alloyed Al-Mg system by X-ray diffraction technique. *Nano-Structures & Nano-Objects*, 16, 63-68.
- Martin, J. W., Martin, J. W., Doherty, R. D., & Cantor, B. (1997). *Stability of Microstructure in Metallic Systems*. Cambridge University Press.
- Martínez, C., Aguilar, C., Briones, F., Guzmán, D., Zelaya, E., Troncoso, L., et al. (2018, 10). Effects of Zr on the amorphization of Cu-Ni-Zr alloys prepared by mechanical alloying. *Journal of Alloys and Compounds*, 765, 771-781.
- Mathews, P. G. (2005). *Design of experiments with MINITAB*. Milwaukee, Wis: ASQ Quality Press.
- McNeil, I. (2002). *An Encyclopedia of the History of Technology*. Routledge.

- McPherson, D., Pye, L. D., Fréchet, V. D., & Tong, S. (1984, 9). Microstructure of natural glasses. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 67, 61-79.
- Mehrizi, M. Z., Saidi, A., & Shamanian, M. (2011, 7). Fe<sub>3</sub>Al/TiC nanocomposite produced by mechanical alloying. *Powder Metallurgy*, 54, 408-411.
- Michailidis, N., & Stergioudi, F. (2011, 3). Establishment of process parameters for producing Al-foam by dissolution and powder sintering method. *Materials & Design*, 32, 1559-1564.
- Mitchell, B. S. (2004). *An introduction to materials engineering and science for chemical and materials engineers*. Hoboken, NJ: John Wiley.
- Mondolfo, L. F. (1979). *Aluminum alloys: structure and properties*. London: Butterworths.
- Mostaed, A., Mostaed, E., Shokuhfar, A., Saghafian, H., & Rezaie, H. R. (2009, 3). The Influence of Milling Time and Impact Force on the Mutual Diffusion of Al and Cu during Synthesis of Al-4.5wt%Cu Alloy via Mechanical Alloying. *Defect and Diffusion Forum*, 283-286, 494-498.
- Mostaed, E., Saghafian, H., Mostaed, A., Shokuhfar, A., & Rezaie, H. R. (2012, 5). Investigation on preparation of Al-4.5%Cu/SiCp nanocomposite powder via mechanical milling. *Powder Technology*, 221, 278-283.
- Musu, E., Mura, G., Ligios, G., & Delogu, F. (2013, 11). Formation of metastable solid solutions by mechanical alloying of immiscible Ag and Bi. *Journal of Alloys and Compounds*, 576, 80-85.
- Nayak, S. S., Pabi, S. K., & Murty, B. S. (2010, 3). Al-(L12)Al<sub>3</sub>Ti nanocomposites prepared by mechanical alloying: Synthesis and mechanical properties. *Journal of Alloys and Compounds*, 492, 128-133.
- Neikov, O. D., Yefimov, N. V., & Naboychenko, S. (2009). *Handbook of Non-Ferrous Metal Powders: Technologies and Applications*. Elsevier.
- Nemati, N., Khosroshahi, R., Emamy, M., & Zolriasatein, A. (2011, 8). Investigation of microstructure, hardness and wear properties of Al-4.5wt.% Cu-TiC nanocomposites produced by mechanical milling. *Materials & Design*, 32, 3718-3729.
- Ogel, B., & Gurbuz, R. (2001, 3). Microstructural characterization and tensile properties of hot pressed Al-SiC composites prepared from pure Al and Cu powders. *Materials Science and Engineering: A*, 301, 213-220.

- Ozdemir, I., Ahrens, S., Mücklich, S., & Wielage, B. (2008, 8). Nanocrystalline Al–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>p and SiCp composites produced by high-energy ball milling. *Journal of Materials Processing Technology*, 205, 111-118.
- P. C. ANGELO, R. S. (2008). *POWDER METALLURGY: SCIENCE, TECHNOLOGY AND APPLICATIONS*. PHI Learning.
- Plotkin SY, F. G. (1974). History of powder metallurgy and its literature. *Soviet Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, 1026-1029.
- Ramakrishnan, P. (1989). HISTORY OF POWDER METALLURGY. *Indian Journal of History of Science*, 109-114.
- Rangaiah, G. P., & Bonilla-Petriciolet, A. (Eds.). (2013). *Multi-objective optimization in chemical engineering: developments and applications*. Chichester, West Sussex, United Kingdom: Wiley, A John Wiley & Sons, Ltd., Publication.
- Rawlings, R., Alexander, J., Anderson, J., & Leaver, K. (2013). *Materials Science*. Springer.
- Razavi Tousi, S. S., Yazdani Rad, R., Salahi, E., Mobasherpour, I., & Razavi, M. (2009, 6). Production of Al–20 wt.% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite powder using high energy milling. *Powder Technology*, 192, 346-351.
- Rebelo, Q. H., Cotta, E. A., Souza, S. M., Trichês, D. M., Machado, K. D., Lima, J. C., et al. (2013, 10). Structural and vibrational investigations on Ge<sub>34</sub>Sb<sub>66</sub> solid solutions produced by mechanical alloying. *Journal of Alloys and Compounds*, 575, 80-85.
- ResearchAndMarkets. (2018). *Powder Metallurgy - A Global Market Overview*. ResearchAndMarkets.
- Roy, D. (2015, 7). Consolidation of Mechanically Alloyed Products/Powders. In M. Aliofkhazraei (Ed.), *Handbook of Mechanical Nanostructuring* (pp. 681-700). Weinheim, Germany: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA.
- Rozmus, M., Blicharski, M., & Dymek, S. (2006, 10). Scanning and transmission electron microscopy microstructure characterization of mechanically alloyed Nb?Ti?Al alloys. *Journal of Microscopy*, 224, 58-61.
- Ryen, Ø., Holmedal, B., Nijs, O., Nes, E., Sjölander, E., & Ekström, H.-E. (2006, 6). Strengthening mechanisms in solid solution aluminum alloys. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 37, 1999-2006.
- Sadeghian, Z., Lotfi, B., Enayati, M. H., & Beiss, P. (2011, 7). Microstructural and mechanical evaluation of Al–TiB<sub>2</sub> nanostructured composite fabricated by mechanical alloying. *Journal of Alloys and Compounds*, 509, 7758-7763.



- Sardela, M. (Ed.). (2014). *Practical materials characterization*. New, York, NY: Springer.
- Sheibani, S., Heshmati-Manesh, S., & Ataie, A. (2010, 4). Structural investigation on nanocrystalline Cu–Cr supersaturated solid solution prepared by mechanical alloying. *Journal of Alloys and Compounds*, 495, 59-62.
- Simcoe, C. R., & Richards, F. (2018). *The History of Metals in America*. ASM International.
- Singh, H., & Dhindaw, B. K. (2011). Metal Matrix Composites: Aluminum. *Wiley Encyclopedia of Composites*, 1-18.
- Smallman, R. E., & Bishop, R. J. (1999). *Modern Physical Metallurgy and Materials Engineering*. Elsevier Science.
- Soni, P. R. (2000). *Mechanical Alloying: Fundamentals and Applications*. Cambridge Int Science Publishing.
- Suryanarayana, C. (2001). Mechanical alloying and milling. *Progress in Materials Science*, 184.
- Suryanarayana, C., Ivanov, E., & Boldyrev, V. V. (2001, 5). The science and technology of mechanical alloying. *Materials Science and Engineering: A*, 304-306, 151-158.
- Takacs, L. (2013). The historical development of mechanochemistry. *Chemical Society Reviews*, 7649-7659.
- Teisanu, C. (2012). *Liquid Phase Sintering of Fe-Cu-Sn-Pb System for Tribological Applications*. INTECH Open Access Publisher.
- Tien, J. K., & Ansell, G. S. (Eds.). (1976). *Alloy and microstructural design*. New York: Academic Press.
- Upadhyaya, S. G. (1997). *Powder metallurgy technology*. Cambridge Int Science Publishing.
- Varalakshmi, S., Kamaraj, M., & Murty, B. S. (2008, 7). Synthesis and characterization of nanocrystalline AlFeTiCrZnCu high entropy solid solution by mechanical alloying. *Journal of Alloys and Compounds*, 460, 253-257.
- Varol, T., & Canakci, A. (2013, 6). Synthesis and characterization of nanocrystalline Al 2024–B<sub>4</sub>C composite powders by mechanical alloying. *Philosophical Magazine Letters*, 93, 339-345.
- Weiland, H., Rollett, A. D., & Cassada, W. A. (Edits.). (2016). *ICAA13 Pittsburgh*. Springer International Publishing.

- Wu, J. M., & Li, Z. Z. (2000, 3). Nanostructured composite obtained by mechanically driven reduction reaction of CuO and Al powder mixture. *Journal of Alloys and Compounds*, 299, 9-16.
- Wu, Z. F., Wu, J., Zhang, L., Liu, C., & Wu, R. (2018, 1). Solid solubility extension of copper-tin immiscible system during mechanical alloying: ö ö - . *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, 49, 54-60.
- Wu, Z., Troparevsky, M. C., Gao, Y. F., Morris, J. R., Stocks, G. M., & Bei, H. (2017, 10). Phase stability, physical properties and strengthening mechanisms of concentrated solid solution alloys. *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, 21, 267-284.
- Xia, Z. P., Shen, J. J., Shen, Y. Q., & Li, Z. Q. (2008, 1). W–Sn solid solution synthesized by mechanical alloying at room temperature. *Journal of Alloys and Compounds*, 448, 210-214.
- Yadav, D., Bauri, R., & Chawake, N. (2018, 2). Fabrication of Al-Zn solid solution via friction stir processing. *Materials Characterization*, 136, 221-228.
- Yang, P. (Ed.). (2003). *The chemistry of nanostructured materials*. New Jersey: World Scientific.
- Youssef, K. M., Scattergood, R. O., Murty, K. L., & Koch, C. C. (2006, 1). Nanocrystalline Al–Mg alloy with ultrahigh strength and good ductility. *Scripta Materialia*, 54, 251-256.
- Zacks, S., Kenett, R., & Amberti, D. (n.d.). *Modern Industrial Statistics*. 587.
- Zebarjad, S. M., & Sajjadi, S. A. (2006, 1). Microstructure evaluation of Al–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite produced by mechanical alloying method. *Materials & Design*, 27, 684-688.



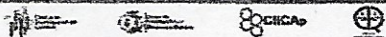
UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL  
ESTADO DE MORELOS



Instituto de  
Investigación en  
Ciencias  
Básicas y  
Aplicadas

INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN CIENCIAS BÁSICAS Y APLICADAS

Defensoría de Posgrado en Ingeniería y Ciencias Aplicadas



"1919-2019: en memoria del General Emiliano Zapata Salazar"

Cuernavaca, Morelos, a 01 de octubre de 2019.

**DR. ROSENBERG JAVIER ROMERO DOMÍNGUEZ**  
**COORDINADOR DEL POSGRADO EN**  
**INGENIERÍA Y CIENCIAS APLICADAS**  
**P R E S E N T E**

Atendiendo a la solicitud para emitir DICTAMEN sobre la revisión de la TESIS "Síntesis de materiales nanocompuestos de matriz solución sólida sobresaturada base Al reforzadas con partículas de TiC" que presenta el alumno ALEJANDRO SEDANO AGUILAR, para obtener el título de DOCTORADO EN INGENIERÍA Y CIENCIAS APLICADAS con opción terminal en TECNOLOGÍA DE MATERIALES.

Nos permitimos informarle que nuestro voto es:

NOMBRE	DICTAMEN	FIRMA
DR. JOSÉ GONZALO GONZÁLEZ RODRÍGUEZ	Aprobatorio	
DR. RENÉ GUARDIÁN TAPIA	Aprobatorio	
DR. SERGIO ALONSO SERNA BARQUERA	Aprobatorio	
DRA. MARISOL GÜIZADO RODRÍGUEZ	Aprobatorio	
DR. JESÚS MARIO COLÍN DE LA CRUZ (FCQel-UAEM)	Aprobatorio	
DR. ÁLVARO TORRES ISLAS (FCQel-UAEM)	Aprobatorio	
DR. ARTURO MOLINA OCAMPO	Aprobatorio	

**PLAZO PARA LA REVISIÓN 20 DÍAS HÁBILES (A PARTIR DE LA FECHA DE RECEPCIÓN DEL DOCUMENTO)**

**NOTA. POR CUESTION DE REGLAMENTACIÓN LE SOLICITAMOS NO EXCEDER EL PLAZO SEÑALADO, DE LO CONTRARIO LE AGRADECEMOS SU ATENCIÓN Y NUESTRA INVITACIÓN SERÁ CANCELADA.**