



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL
ESTADO DE MORELOS

**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS
INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN CIENCIAS BÁSICAS Y APLICADAS**

CENTRO DE INVESTIGACIÓN EN INGENIERÍA Y CIENCIAS APLICADAS

**Síntesis y caracterización de aluminio reforzado con
partículas intermetálicas (Ni,Cu)₃Al por aleado
mecánico**

**TESIS PARA OBTENER EL GRADO DE: DOCTORADO EN INGENIERÍA Y
CIENCIAS APLICADAS CON OPCION TERMINAL EN: TECNOLOGÍA
MECANICA**

PRESENTA:

M.I.C.A. HERIBERTO VILLANUEVA PLIEGO

DIRECTORES DE TESIS:

Dr. SERGIO ALONSO SERNA BARQUERA

Dr. JESÚS MARIO COLÍN DE LA CRUZ

SINODALES:

Dr. JOSÉ GONZALO GONZÁLEZ RODRÍGUEZ

Dr. ÁLVARO TORRES ISLAS

Dr. MIGUEL ÁNGEL BASURTO PENSADO

Dr. ARTURO MOLINA OCAMPO

Dr. RENE GUARDIÁN TAPIA

CUERNAVACA, MOR.








Febrero 2019

Cuernavaca, Morelos, a 28 de agosto de 2018.

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 y caracterización de aluminio reforzado con partículas intermetálicas (Ni,Cu)₃Al por aleado mecánico" que presenta el alumno HERIBERTO VILLANUEVA PLIEGO, para obtener el título de DOCTORADO EN INGENIERÍA Y CIENCIAS APLICADAS con opción terminal en TECNOLOGÍA MECÁNICA.

Nos permitimos informarle que nuestro voto es:

NOMBRE	DICTAMEN	FIRMA
DR. JOSÉ GONZALO GONZÁLEZ RODRÍGUEZ	Aprobado	
DR. ÁLVARO TORRES ISLAS	Aprobado	
DR. MIGUEL ÁNGEL BASURTO PENSADO	Aprobado	
DR. ARTURO MOLINA OCAMPO	Aprobado	
DR. RENÉ GUARDIÁN TAPIA	Aprobado	
DR. JESÚS MARIO COLÍN DE LA CRUZ	Aprobado	
DR. SERGIO ALONSO SERNA BARQUERA	Aprobado	

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.

AGRADECIMIENTOS

Institucional

- UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS
- Instituto de Ciencias Físicas-UNAM
- (CONACyT) número de beca: 384950
- Centro de Investigación en Ingeniería y Ciencias Aplicadas (CIICAp)
- Facultad de Ciencias Químicas e Ingeniería (FCQeI)

Tutores:

- Dr. Sergio Alonso Serna Barquera
- Dr. Jesús Mario Colín de la Cruz

Contribuciones:

- Dr. Bernardo Campillo Illanes

Ing. Iván puente

Revisión:

- Dr. Sergio Alonso Serna Barquera,
- Dr. Jesús Mario Colín de la Cruz
- Dr. Miguel Basurto Pensado
- Dr. Arturo Molina Ocampo
- Dr. Álvaro torres Islas
- Dr. Rene Guardián Tapia
- Dr. José Gonzalo González Rodríguez

Agradecimientos

Agradezco de manera infinita al Dr. Sergio Alonso Serna Barquera y al Dr. Jesús Mario Colín de la Cruz por la oportunidad permitida para realizar esta investigación bajo sus tutorías con resultados extraordinarios en el campo de la metalurgia de polvos. Su valiosa guía me permitió desarrollar el sentido crítico requerido para realizar las nuevas aportaciones a nuestro campo de estudio.

Agradezco al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) el apoyo por la beca otorgada para permanecer durante el periodo de cuatro años en el Programa de Maestría y Doctorado en el CIICAp.

Con gran alegría quiero agradecer las recomendaciones realizadas a mi tesis por el Dr. Bernardo Fabián campillo, Dr. Rene Guardián Tapia, MICA Alejandro sedano, MICA Adrián del pozo, MICA Sergio Gonzaga.

Contenido

LISTA DE TABLAS	6
LISTA DE FIGURAS	6
RESUMEN	9
ABSTRACT	10
CAPÍTULO 1	11
ANTECEDENTES	11
1.1 ESTADO DEL ARTE	11
1.2 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	13
1.3 JUSTIFICACIÓN	13
1.4 HIPÓTESIS	14
1.5 OBJETIVO GENERAL Y OBJETIVOS ESPECÍFICOS	14
CAPÍTULO 2	15
MARCO TEÓRICO	15
2.1 ALEADO MECÁNICO	15
2.2 COMPUESTOS INTERMETÁLICOS	17
2.3 INTERMETÁLICO Ni ₃ Al	19
2.4 ALUMINIO REFORZADO CON PARTÍCULAS	20
CAPÍTULO 3	23
DESARROLLO EXPERIMENTAL	23
3.1 EQUIPO	23
3.1.1 PRENSA HIDRÁULICA	23
3.1.2 MOLINO PLANETARIO	25
3.1.3 CÁMARA DE VACÍO	27
3.1.4 HORNO DE ATMOSFERA CONTROLADA	29
3.1.5 MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO (MEB)	30
3.1.6 DIFRACTOMETRO DE RAYOS X	34
3.1.7 MICROINDENTADOR	38
3.1.8 MÁQUINA DE PRUEBAS DE TENSIÓN-COMPRESIÓN (INSTRON)	41

3.2 MATERIALES.....	44
3.3 HERRAMIENTAS COMPUTACIONALES	48
3.3.1 ORIGIN.....	48
3.3.2 IMAGEJ	50
3.3.3 COREL DRAW	51
3.3.4 SOLID WORKS	52
3.3.5 X'PERT HIGHSORE PLUS.....	54
3.4 METODOLOGÍA EXPERIMENTAL	55
3.4.1 SÍNTESIS DEL INTERMETÁLICO (NI,CU) ₃ AL POR METALURGIA DE POLVOS	55
3.4.2 DISPERSIÓN DE PARTÍCULAS INTERMETÁLICAS (NI,CU) ₃ AL Y SINTERIZADO DEL COMPUESTO	61
3.4.3 DISEÑO DE DADOS Y PUNZONES.....	63
3.4.4 COMPACTACIÓN EN FRIO.....	66
3.4.5 SINTERIZADO EN ATMOSFERA CONTROLADA	67
CAPÍTULO 4.....	69
4 RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	69
4.1 SÍNTESIS DEL INTERMETÁLICO (NI,CU) ₃ AL POR METALURGIA DE POLVOS.....	69
4.1.1 DIFRACCIÓN DE RAYOS X	69
4.1.2 TRATAMIENTO TÉRMICO	75
4.1.3 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO	76
4.2 ANÁLISIS DE INTERMETÁLICO SINTETIZADO POR FUNDICIÓN	82
4.3 RESULTADOS DE DISPERSIÓN	86
4.3.1 ANÁLISIS DE RAYOS X EN DISPERSIÓN.....	87
4.3.2 ANÁLISIS DE POROSIDAD	90
4.3.3 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO DEL ALUMINIO CON PARTÍCULAS INTERMETÁLICAS	93
4.3.4 PRUEBAS DE MICRODUREZA.....	99
4.3.5 PRUEBAS DE COMPRESIÓN	101

4.3.6 ANÁLISIS DE FRACTURA.....	103
CAPÍTULO 5.....	105
5.1 CONCLUSIONES.....	105
5.2 RECOMENDACIONES Y TRABAJOS A FUTURO.....	106
REFERENCIAS	107
CAPÍTULO 6.....	112
APÉNDICE.....	112
ANEXOS	121

LISTA DE TABLAS

Tabla 1 Especificaciones de Instron 4206.....	42
Tabla 2 Picos característicos del Níquel.	47
Tabla 3 Picos característicos del Aluminio.....	48
Tabla 4 Picos característicos del Cobre.....	48
Tabla 5 Concentración de los elementos para la síntesis del intermetálico. .	58
Tabla 6 Concentración de intermetálico en la matriz de Aluminio.....	62
Tabla 7 Tamaño de cristalita del Al más intermetálico sintetizado por fundición.....	89
Tabla 8 Tamaño de cristalita del Al más intermetálico sintetizado por metalurgia de polvos.....	90
Tabla 9 Resultados para aluminio más intermetálico hecho por fundición.	103
Tabla 10 Resultados para aluminio más intermetálico hecho por metalurgia de polvos.....	103

LISTA DE FIGURAS

Fig. 1 Balines fracturando partículas metálicas.....	15
Fig. 2 Algunas aplicaciones pasadas y presentes de intermetálicos. [7]	18
Fig. 3 Estructura cristalina de Ni ₃ Al.....	19
Fig. 4 a) Prensa hidráulica b) Controlador POISE CR 2K.	25
Fig. 5 Molino de bolas Fritsch.	26
Fig. 6 Cámara de vacío utilizada para la extracción de polvos.	28
Fig. 7 Reacción del aluminio después de 4 horas de molienda.	29
Fig. 8 Horno con atmosfera controlada.....	30
Fig. 9 Partes principales del MEB, la columna de electrones y la consola electrónica.....	31
Fig. 10 Dibujo esquemático de la columna de electrones que muestra el cañón de electrones, las lentes, el sistema de deflexión y el detector de electrones.	32
Fig. 11 Microscopio electrónico de barrido.....	33
Fig. 12 Difracción de rayos X por un cristal.....	35
Fig. 13 Difractometro de rayos X.	37
Fig. 14 Penetración del indentador en la muestra. A representa la muestra antes de la indentación, b al penetrar el indentador y c después de la carga aplicada.....	39
Fig. 15 Imagen de la huella realizada por el Microindentador.....	39
Fig. 16 Distintos comportamientos del material analizado.	41

Fig. 17 Maquina universal de pruebas de tensión-compresión con el aditamento para realizar una prueba de compresión.....	43
Fig. 18 Grafica Esfuerzo-Deformación.....	44
Fig. 19 a) Partículas de Níquel con forma redondeada. b) Partículas de cobre en forma dendrítica.	45
Fig. 20 Aluminio puro en hojuela.....	46
Fig. 21 a) Intermetálico (Ni,Cu) ₃ Al sintetizado por fundición b) Intermetálico sintetizado por metalurgia de polvos.....	46
Fig. 22 Difracción de rayos x de la materia prima.	47
Fig. 23 Ventana principal de OriginPro 8.	50
Fig. 24 Ventana principal de ImageJ.....	51
Fig. 25 Corel Draw x8.	52
Fig. 26 Diseño en 3D y simulación de una pieza en SolidWorks.	53
Fig. 27 Ventana principal de X'Pert HighScore Plus.	55
Fig. 28 Balines antes y después de su limpieza.	56
Fig. 29 Balanza Ohaus scout pro.....	57
Fig. 30 Cámara de vacío.....	58
Fig. 31 Colocación de viales en el molino.....	59
Fig. 32 Oxidación de polvo después de la molienda.....	60
Fig. 33 Proceso de sinterizado.....	61
Fig. 34 Molino de baja energía FRITSCH modelo Pulverisette 7.....	62
Fig. 35 Aglomerados después de tamizar los polvos.	63
Fig. 36 Corte transversal y medidas (mm) del diseño de dados para compactación.....	65
Fig. 37 a) Prensa hidráulica b) dado y punzón.....	66
Fig. 38 Horno con atmosfera controlada.....	68
Fig. 39 Grafica de aumento en la temperatura de sinterizado.	68
Fig. 40 Diagrama de fase de los materiales Ni-Al-Cu. [32]	70
Fig. 41 Difracción de rayos x del intermetálico Ni ₃ Al. [33].....	70
Fig. 42 X-Ray Ni-Al-Cu 400rpm.	72
Fig. 43 X-Ray Ni-Al-Cu 450rpm.	73
Fig. 44 X-Ray Ni-Al-Cu 500rpm	74
Fig. 45 a) Intermetálico des pues de la molienda b) Intermetálico con tratamiento térmico.	75
Fig. 46 Estructura cristalina y estructura amorfa.....	76
Fig. 47 SEM 400 rpm a) 8hrs b) 16hrs c) 20hrs d) 32hrs de molienda.	77
Fig. 48 SEM-EDS NiAlCu 400rpm 20hrs.....	78
Fig. 49 SEM 450 rpm a) 8hrs b) 16hrs c) 24hrs d) 30hrs.....	79
Fig. 50 SEM-EDS NiAlCu 450rpm.	80
Fig. 51 MEB intermetálico sintetizado a 500 rpm a) 4 hrs b) 8 hrs.c) 12 hrs. 81	

Fig. 52 Mapeo de intermetálico después de 8 hrs de molienda.	82
Fig. 53 Difracción de Rayos X de Intermetálico NiAlCu sintetizado por fundición.....	83
Fig. 54 Aluminio con partículas intermetálicas hechas por fundición.	84
Fig. 55 Análisis puntual del interior de la partícula.....	84
Fig. 56 Análisis puntual del exterior de la partícula.....	85
Fig. 57 Mapeo de partículas dispersas en Aluminio.....	86
Fig. 58 Imagen hecha por microscopio óptico de aluminio con 5% de intermetálico.....	87
Fig. 59 Aluminio más (intermetálico sintetizado por fundición) a) Rango de 20 a 80° b) rango de 39 a 49.	89
Fig. 60 Aluminio más (intermetálico sintetizado por metalurgia de polvos)...	90
Fig. 61 Porosidad de la matriz de Al con respecto a la concentración de intermetálico hecho por fundición.	92
Fig. 62 Porosidad de la matriz de Al con respecto a la concentración de intermetálico hecho por metalurgia de polvos.....	93
Fig. 63 a) MEB aluminio en polvo b) MEB intermetálico sintetizado por fundición.....	94
Fig. 64 Matriz de aluminio sinterizada.....	94
Fig. 65 Mapeo de aluminio más intermetálico 1) Matriz de aluminio 2) Intermetálico (Ni,Cu) ₃ Al.....	95
Fig. 66 a) Al-intermetálico 3% b) Al-intermetálico 5% c) Al-intermetálico 8% d) Al-intermetálico 10% 1) Matriz de aluminio 2) Intermetálico (Ni,Cu) ₃ Al.....	96
Fig. 67 Intermetálico sintetizado por metalurgia de polvos a 500rpm con tratamiento térmico de 4 horas.	97
Fig. 68 Mapeo de aluminio mas (intermetálico sintetizado por metalurgia de polvos).	98
Fig. 69 a) Al + intermetálico 3% b) Al +intermetálico 5% c) Al + intermetálico 8% d) Al + intermetálico 10%.....	99
Fig. 70 MEB de una micro indentación en la matriz de aluminio con 8 % de intermetálico.....	100
Fig. 71 Resultados de las pruebas de microindentación de la matriz con el refuerzo.1) Aluminio con intermetálico hecho por fundición, 2) Aluminio con intermetálico hecho por metalurgia de polvos.....	101
Fig. 72 Resultados de compresión a) Al + (intermetálico sintetizado por fundición) b) Al+ intermetálico sintetizado por metalurgia de polvos.....	102
Fig. 73 Fracturas después de las pruebas de compresión.....	104

RESUMEN

En el presente trabajo, la técnica de aleación mecánica se usó en diferentes condiciones para obtener con éxito el $(\text{Ni}, \text{Cu})_3\text{Al}$ de polvos de una mezcla inicial de níquel aluminio y polvos de cobre molidos en un molino de bolas planetario con una concentración de 50, 25 y 25, en una atmósfera controlada de nitrógeno. El estudio de las aleaciones de NiAlCu se llevó a cabo para determinar la influencia de las adiciones en la microestructura y las propiedades mecánicas de una solución sólida intermetálica de Ni_3Al con átomos sustitutivos de cobre. El compuesto obtenido se caracterizó por difracción de rayos X y microscopía electrónica de barrido. Los resultados muestran que, durante el proceso de aleación mecánica, se forma una nueva fase intermetálica después de 8 horas a 500 rpm con un tamaño promedio de 12 micras y después de 28 horas a 450 rpm con un tamaño promedio de 6 micras, mientras que, a 400 rpm, la fase intermetálica no se forma, aunque los polvos se refinan a un tamaño promedio de 5 micras. Posteriormente se realizó la dispersión de partículas intermetálicas $(\text{Ni}, \text{Cu})_3\text{Al}$ en una matriz de aluminio a través de la molienda mecánica de baja energía como una alternativa a la fundición por agitación convencional. Los polvos precursores consistieron en $(\text{Ni}, \text{Cu})_3\text{Al}$ y partículas de Al de grado reactivo con un tamaño promedio de 15 y 3 micras respectivamente. Las concentraciones utilizadas fueron 3, 5, 8 y 10% en peso de los polvos intermetálicos. Después de 4 h de molienda, los polvos obtenidos se compactaron en una prensa unidireccional con una presión de 930 MPa y los compactos en verde obtenidos se sinterizaron a 500°C en un horno de atmósfera controlada durante 2 horas. los resultados fueron materiales compuestos con nuevas propiedades con un aumento microdureza Vickers, así como un aumento de la resistencia a la compresión y la rigidez a medida que aumentaba el porcentaje de partículas dispersas.

ABSTRACT

In this work, the mechanical alloying technique was used under different conditions to successfully obtain the $(\text{Ni,Cu})_3\text{Al}$ at. % powders from an initial mixture of nickel aluminum and copper powders milled in a planetary ball mills with a concentration of 50, 25 and 25, in a controlled atmosphere of nitrogen. The study of NiAlCu alloys was carried out to determine the influence copper additions on the microstructure and mechanical properties of a Ni_3Al intermetallic solid solution with copper substitutional atoms. The obtained compound was characterized by x-ray diffraction and scanning electron microscopy. The results show that during the mechanical alloying process a new intermetallic phase is formed after 8 hours at 500 rpm with an average size of 12 microns and after 28 hours at 450 rpm with an average size of 6 microns, meanwhile when the milling revolutions decrease to 400 rpm, the intermetallic phase does not form although the powders are refined to an average size 5 microns.

Subsequently, the dispersion of $(\text{Ni,Cu})_3\text{Al}$ intermetallic particles in an aluminum matrix via low energy Mechanical Milling was carried out as an alternative to conventional stir casting. The precursor powders consisted in $(\text{Ni,Cu})_3\text{Al}$ and reactive grade Al particles with an average size of 15 and 3 microns respectively. The concentrations used were 3, 5, 8 and 10 wt.% of the intermetallic powders. After 4h of milling the obtained powders were compacted in a unidirectional press with a pressure of 930 MPa and the obtained green compacts were sintered at 500 ° C in a controlled atmosphere oven for 2 hours. Result showed that the bulk composites displayed an increase of the Vickers Microhardness as well as an increase in compressive strength and stiffness as the percentage of dispersed particles increased.

CAPÍTULO 1

ANTECEDENTES

1.1 ESTADO DEL ARTE

El primer uso que se conoce de la tecnología de polvos (pulvimetalurgia) se remonta al año 3000 A.C. en Egipto y 800 A.C. donde ya manipulaban polvo de hierro muchas veces derivado de meteoritos que caían. La columna de hierro de Delhi es el ejemplo más común de metalurgia de polvos.

La pulvimetalurgia abarca las etapas desde la obtención de polvos metálicos hasta las piezas acabadas es decir producción de polvos, mezclado, sinterización y acabados. Se empleó como técnica de aplicación industrial por primera vez, con el científico ruso P. Sobolevsky en 1827 empleo el método de fabricar monedas prensando, sinterizando y forjando polvos de platino. [1]

Thomas Edison empleo la metalurgia de polvos para producir filamentos necesarios en sus bombillas incandescentes a partir de polvos de tungsteno utilizando la técnica del doctor William D. Coolidge quien trabajo para General Electric Company desarrollando componentes eléctricos con polvos de osmio, tantalio y tungsteno, patentado en 1883. En el año 1923, Karl Schrotter, ingeniero jefe de la fábrica berlinesa de bombillas Osram, consigue producir un metal duro como el diamante y con una cierta tenacidad, a partir de polvos de carburo de wolframio y una pequeña cantidad de polvos de cobalto, que actúan como aglomerante. Este material es denominado widia, acrónimo del alemán “wie diamant”. Las plaquitas de corte de widia para el mecanizado de metales tienen un éxito inmediato, sustituyendo rápidamente a las de diamante natural por su menor coste económico. Hoy en día, el uso de las técnicas

pulvimetalúrgicas está justificado en muchos casos por ser una opción más económica y eficiente que los procedimientos tradicionales de fundición o mecanizado. [2]

La Pulvimetalurgia estaba involucrada en la fabricación de nuevas aleaciones de tungsteno, aleaciones estructurales férricas y metales refractarios y sus aleaciones (Nb, W, Mo, Zr, Ti y Re). En los años 70 se inició la producción de aleaciones especiales, compactación isostática en caliente, aceros para herramientas sinterizadas.

Desde 1980 a la actualidad se vienen desarrollando técnicas de solidificación rápida y tecnología de moldeo por inyección de piezas muy pequeñas y complejas empleadas en la electrónica y en la medicina. [3]

Compuestos de matrices metálicas (CMM) es un campo de investigación que ha estado en constante desarrollo durante los últimos años, impulsado por las contribuciones en técnicas como la fundición por agitación, la aleación y el aleado mecánico por inyección, la pulverización de llamas, las espumas metálicas y otras, todo esto para obtener materiales con propiedades mecánicas mejoradas. No obstante, la necesidad de diseñar componentes capaces de superar los límites impuestos por los materiales compuestos tradicionales ha dado lugar a numerosos estudios que emplean materiales avanzados como partículas de refuerzo dispersas en CMM. Algunos de estos materiales avanzados empleados como refuerzo que están actualmente en boga incluyen nanopartículas de plata, nanopartículas de SiO₂, micro-SiC y nano-TiB₂, grafeno y partículas intermetálicas.

1.2 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

La dispersión de partículas de aluminio por técnicas convencionales requiere la compresión y la solución de complejos fenómenos termoquímicos (temperatura, reacciones, formación de compuestos y difusión atómica), por lo que aun hoy en día a nivel industrial el dispersar partículas en aluminio requiere soluciones específicas del sistema. Por lo que en este trabajo se presenta el aleado mecánico como un método viable en la dispersión de partículas en aluminio el cual no requiere de complejas reacciones químicas y temperaturas elevadas.

Aunado al párrafo anterior el obtener estos materiales por aleado mecánico requiere determinar las condiciones necesarias de tiempo y velocidad de molienda, presión de compactación y temperatura de sinterizado.

1.3 JUSTIFICACIÓN

Cada vez se buscan materiales con mejores propiedades, menor peso con una alta resistencia y dureza los intermetálicos son candidatos ideales para mejorar las propiedades mecánicas del aluminio sin comprometer su baja densidad. Aunque previamente materiales similares han sido fabricados en el presente proyecto de investigación, se utilizó el intermetálico $(\text{Ni,Cu})_3\text{Al}$ como material de refuerzo debido a que no existe bibliografía de este intermetálico con adición de cobre sintetizado por metalurgia de polvos. Lo cual hace un material ideal como refuerzo en la matriz de aluminio.

1.4 HIPÓTESIS

- 1.- Mediante la técnica de pulvimetalurgia se realiza el aleado mecánico de Ni, Al y Cu para formar el intermetálico $(\text{Ni,Cu})_3\text{Al}$.
- 2.- Para realizar una dispersión homogénea de partículas intermetálicas en aluminio se puede utilizar la técnica de pulvimetalurgia.

1.5 OBJETIVO GENERAL Y OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Objetivo general

Desarrollo, Caracterización y comparación de un material compuesto de aluminio reforzado con dos tipos de partículas intermetálicas $(\text{Ni,Cu})_3\text{Al}$, la primera obtenida por fundición y la segunda por metalurgia de polvos.

Objetivos específicos

- Realizar la síntesis del intermetálico $(\text{Ni,Cu})_3\text{Al}$ mediante metalurgia de polvos a diferentes velocidades 400, 450 y 500rpm.
- Estudiar el efecto en el cambio de la velocidad del aleado mecánico en la síntesis del intermetálico.
- Realizar el mezclado del aluminio y los dos tipos de intermetálico mediante metalurgia de polvos a 360rpm.
- Mejorar las propiedades del aluminio agregando partículas intermetálicas mediante metalurgia de polvos.
- Comparar los resultados obtenidos con la literatura.

CAPÍTULO 2

MARCO TEÓRICO

2.1 ALEADO MECÁNICO

El proceso de AM involucra una alta energía que genera una constante fractura y soldadura de partículas dentro de un contenedor en un molino. Las partículas son continuamente atrapadas entre los balines **Fig. 1**. Este golpeteo genera aumento en la tensión microestructural e incrementa las propiedades mecánicas. Además, la microestructura final de los polvos es usualmente más refinada que la obtenida mediante otras técnicas como atomización y con tamaños de granos similares a los obtenidos mediante la técnica de solidificación rápida. [4]

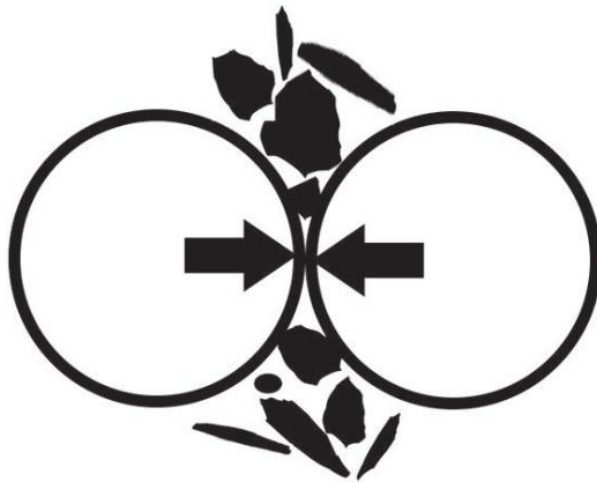


Fig. 1 Balines fracturando partículas metálicas.

El aleado mecánico es un proceso que involucra la repetida deformación, fractura y soldadura continua de partículas al estar sujetas a una molienda constante, además de que por esta técnica se obtienen aleaciones en el estado sólido. El aleado mecánico es una técnica novedosa con lo cual se obtienen materiales avanzados con propiedades inusuales, debido al enfriamiento microestructural a que son llevados los polvos de elementos metálicos, no metálicos o compuestos, en la cual ocurre una combinación atómica hasta obtener una aleación verdadera de los compuestos.

El proceso de aleado mecánico fue desarrollado en los años 60's buscando producir una dispersión de óxidos en superaleaciones base hierro y níquel con el fin de aumentar su resistencia mecánica a altas temperaturas. Se han obtenido aleaciones de base aluminio, titanio, silicio, molibdeno, níquel entre otros; incluyendo los intermetálicos del sistema Ni-Al, así como en sistemas binarios Al-Zr, Fe-Al o en sistemas ternarios Al-Ti-Co.

El aleado mecánico es un método para fabricar aleaciones con un tamaño de grano nanométrico. La fabricación de las aleaciones por aleado mecánico tiene ventajas importantes sobre otros métodos o procesos como son:

- * La molienda permite obtener una aleación a niveles atómicos, debido al fenómeno de difusión.
- * Se obtienen aleaciones con una baja contaminación de oxígeno y de hierro.
- * Se obtiene un producto con tamaño de grano nanométrico que beneficia al proceso de sinterización.
- * Se forman por energía mecánica, por lo tanto, su mezcla no tiene problemas de diferencia en densidad o temperaturas de fusión.
- * No se presentan segregaciones microscópicas de elementos o fases.

2.2 COMPUESTOS INTERMETÁLICOS

Los intermetálicos son compuestos de metales cuyas estructuras cristalinas son diferentes de las de los metales constituyentes, y así se incluyen las fases intermetálicas y las aleaciones ordenadas. [5] [6] También se llaman, preferiblemente, fases intermetálicas. Sus propiedades no pueden transformarse continuamente en las de sus constituyentes mediante cambios de composición solos, y forman especies cristalinas distintas separadas por límites de fase a partir de sus componentes metálicos y cristales mixtos de estos componentes. En general, no es posible establecer fórmulas para compuestos intermetálicos sobre la única base de datos analíticos, por lo que las fórmulas se determinan junto con información estructural cristalográfica. Durante los últimos diez años, los intermetálicos han mostrado un interés enorme, y aún creciente, en la ciencia y la tecnología de materiales con respecto a las aplicaciones a altas temperaturas, y se espera que se desarrolle una nueva clase de materiales estructurales a partir de intermetálicos. Varios desarrollos de materiales están en marcha en varias partes del mundo, en particular en los EE. UU., En Japón y en Alemania. [7]

La historia de los intermetálicos ha sido delineada repetidamente con cierto detalle por Westbrook, una de las personas centrales en la investigación y desarrollo de los intermetálicos en la segunda mitad de este siglo. Los intermetálicos se han utilizado desde el comienzo de la metalurgia, como se ejemplifica en la Fig. 2.

Since approx.	Material or process	Phase	Application	Reference
2500 B. C.	cementation	Cu_3As	coating of bronze tools, etc. (Egypt, Anatolia, Britain)	Westbrook (1977)
100 B. C.	yellow brass	CuZn	coins, ornamental parts (Rome)	Gmelin-Institut (1955)
0	high tin bronze	Cu_3Sn_8	mirror (China)	Westbrook (1977)
600	amalgam	$\text{Ag}_2\text{Hg}_3 + \text{Sn}_6\text{Hg}$	dental restorative (China)	Westbrook (1977) Waterstrat (1990)
1500	amalgam	Cu_4Hg_3	dental restorative (Germany)	Pauffer (1976), Westbrook (1977) Waterstrat (1990)
1505	amalgam	Sn_8Hg	mirror surface (Venice)	Westbrook (1977)
1540	type metal	SbSn	printing	Westbrook (1977)
1910	Acutal	$(\text{Cu, Mn})_3\text{Al}$	fruit knife (Germany)	Heusler (1989)
1921	Permalloy	Ni_3Fe	high permeability magnetic alloy	Bozorth (1951)
1926	Permendur	$\text{FeCo}(-2\text{V})$	soft magnetic alloy	Bozorth (1951), Chen (1961)
1931	Alnico	NiAl-Fe-Co	permanent magnet material	De Vos (1969)
1935	Sendust	$\text{Fe}_3(\text{Si, Al})$	magnetic head material	Yamamoto (1980)
1938	Cu-Zn-Al Cu-Al-Ni	CuZn-Al $(\text{Cu, Ni})_3\text{Al}$	shape memory alloys	Hodgson (1990)
1950	pack aluminide coating	NiAl, CoAl	surface coating for protection from environment	Nicholls and Stephenson (1991)
1956	Kanthal Super, Mosilit	MoSi_2	electric heating elements	Fitzer and Rubisch (1958)
1961	A 15 compound	Nb_3Sn	superconductors	Westbrook (1977), Geballe and Hulm (1986)
1962	Nitinol	NiTi	shape memory alloy	Delaey et al. (1974) Hodgson (1990)
1967	Co-Sm magnets	Co_5Sm	permanent magnets	Stadelmaier et al. (1991), Westbrook (1977), Buschow (1986)

Fig. 2 Algunas aplicaciones pasadas y presentes de intermetálicos. [7]

2.3 INTERMETÁLICO Ni_3Al

Con propiedades que se encuentran entre las de los metales y las cerámicas, los compuestos intermetálicos son particularmente atractivos para aplicaciones estructurales de alta temperatura. El Ni_3Al **Fig. 3** es de la familia de los aluminuros de níquel junto con el $NiAl$ los cuales tienen propiedades similares tanto a un cerámico como a un metal, tienen una excelente resistencia mecánica a la temperatura tales como resistencia a la fluencia el cual hace que sea una súper aleación ideal para aplicaciones espaciales. [8]

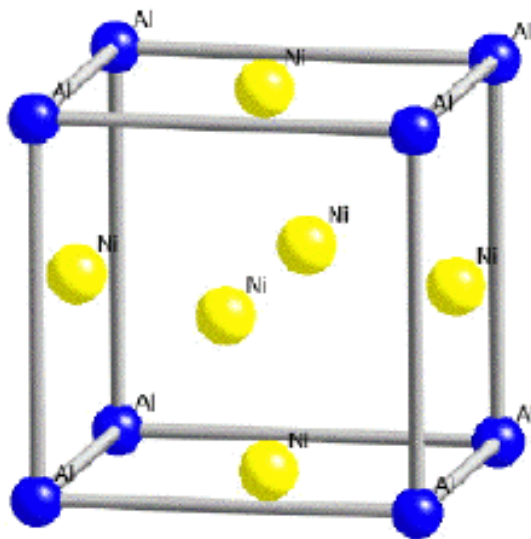


Fig. 3 Estructura cristalina de Ni_3Al .

La adición de elementos a esta súper aleación modifica sus propiedades mecánicas y térmicas como es el caso de la adición de boro el cual incrementa en la tensión crítica un 25%. Otra de las propiedades que tiene el intermetálico es su resistencia a la corrosión, se ha utilizado con capa protectora en tubos para disminuir la velocidad de corrosión a altas temperaturas ($900^{\circ}C$) [9]

2.4 ALUMINIO REFORZADO CON PARTÍCULAS

Los compuestos de matriz metálica se están utilizando cada vez más en las industrias aeroespacial y automovilística debido a sus propiedades mejoradas tales como módulo, dureza, resistencia a la tracción a temperatura ambiente y elevada, resistencia al desgaste combinada con un importante ahorro de peso sobre las aleaciones no reforzadas. Las ventajas de los materiales compuestos reforzados con partículas sobre otros son su conformabilidad con la ventaja de costos. Además, son inherentes a las propiedades de resistencia al calor y al desgaste. Para compuestos de matriz metálica el SiC, Al₂O₃ son refuerzos de partículas ampliamente utilizados. Los compuestos reforzados con partículas de cerámica presentan una mejor resistencia a la abrasión para algunas aplicaciones como bloques de cilindros, Pistones, anillos de inserción de pistones, discos de freno y pinzas. La resistencia de estos compuestos es proporcional al porcentaje de volumen, morfología y tamaño de las partículas reforzadas. Estos compuestos de aleación de aluminio reforzados con partículas de cerámica llevaron a una nueva generación de materiales de ingeniería personalizados con propiedades específicas mejoradas. La estructura y las propiedades de estos compuestos están controladas por el tipo y tamaño del refuerzo y también por la naturaleza de la unión. De las contribuciones de varios investigadores, algunas de las técnicas para el desarrollo de estos compuestos son la fundición por agitación, la metalurgia de polvos, la atomización por aspersion y la co-deposición, la pulverización por plasma. En los trabajos siguientes de la literatura se muestran algunas investigaciones sobre aluminio reforzado con partículas en el cual algunas funcionan como lubricante, aditivo y refuerzo.

M. Aravind, P. Yu, M.Y. Yau, Dickon H.L. Ng, En 2004 publican sus estudios sobre una serie de materiales compuestos a base de aluminio y cobre en una matriz de aluminio obtenidos por sinterización y temple rápido de tres composiciones de polvos de aluminio y cobre hipoeutéctica, eutéctica e hipereutéctica y el respectivo estudio de las diferentes fases presentes en el material compuesto de matriz metálica. [10]

R.H. Estrada-Ruiz et al. Advanced Powder Technology 2016 utilizando aluminio 7075 en forma de particular y partículas de plata recubiertas de carbón se mezclaron en un molino de alta energía en los resultados de esta investigación se observó que las partículas de plata tienen un efecto positivo en el refinamiento del tamaño del polvo así como del tamaño de cristalito y la fase de magnesio zinc se disuelve asiendo que las partículas de plata con carbón promuevan la nucleación de la fase Mg-Zn, en cuanto a la dureza aumenta conforme al aumenta el tiempo de molienda y el contenido de nanoparticulas. [11]

Pamela Hernández et al. Advanced Powder Technology 2014 obtienen Ni₃-Al mediante metalurgia de polvos con una velocidad de 110rpm y una relación de balines de 36:1 el tiempo fue de 1620ks después se estudió la morfología y estructura una vez obtenidas las partículas se dispersaron en una matriz de aluminio para posteriormente realizar el sinterizado obteniendo una dureza de 96 HV con 4% de intermetálico. [12]

J.J. Fuentes, J.A. Rodríguez y E.J. Herrera muestran en el VIII Congreso Nacional de Propiedades Mecánicas de Sólidos, Gandía 2002 que mezclaron polvos de aluminio mecánicamente aleados con 1% de Cu, con el fin de mejorar la sinterabilidad, la densidad y por ende las propiedades mecánicas Este trabajo muestra la importancia no sólo de las partículas de cobre en la

sinterabilidad del material, sino, que destaca el beneficio en las propiedades mecánicas al incrementar la presión de compactación. [13]

J.J. Fuentes*, J.A. Rodríguez** y E.J. Herrera. 2005. En el presente trabajo, la consolidación se ha llevado a cabo por un procesado atípico de prensado en frío y sinterización. Para mejorar la sinterabilidad del polvo Al AM, se mezcló, previamente al prensado, con una pequeña cantidad de polvo de cobre. Eventualmente, el polvo Al AM, usado en la mezcla, se había ablandado, con anterioridad, por recocido. Se ha podido observar que, tanto la adición de cobre como el recocido, mejoran las propiedades mecánicas del Al AM sinterizado, en particular la ductilidad. [14]

CAPÍTULO 3

DESARROLLO EXPERIMENTAL

En el presente trabajo se utilizó una matriz de aluminio a la cual se le dispersaron partículas intermetálicas el proceso fue hecho mediante metalurgia de polvos debido a que el aluminio forma una capa pasiva en la superficie cuando está fundido, la cual no deja que las partículas entren en la matriz dejándolas en la superficie o en el interior del crisol. El proceso de metalurgia de polvos nos permite agregar las partículas intermetálicas a la matriz de aluminio en forma de polvo, con este proceso se puede obtener una matriz de aluminio con una dispersión uniforme de partículas, así como piezas solidas con acabados superficiales. En el desarrollo experimental se ve implicado varios aspectos desde equipos de mezclado compactado pulido asta software que nos sirven para analizar los resultados de los diferentes equipos.

3.1 EQUIPO

Parte importante del desarrollo experimental es el equipo utilizado, estos equipos nos sirven para realizar el proceso de metalurgia de polvos, el cual va desde la formación de polvos, mezclado, sinterizado. Para posteriormente caracterizar el material compuesto.

3.1.1 PRENSA HIDRÁULICA

El funcionamiento de una prensa se basa en el conocido principio de Pascal, alimentándose un pistón de gran diámetro con fluido a alta presión y bajo

caudal consiguiendo altísimas fuerzas resultantes, una prensa hidráulica nos sirve para multiplicar fuerzas. El objetivo principal de un sistema hidráulico es de transmitir potencia a través de un fluido presurizado. El fluido de trabajo entonces tendrá que cumplir un ciclo cerrado puesto que el mismo deberá ser retornado a un depósito una vez que realice la transmisión de potencia a través de los cambios de energía del ciclo: energía mecánica – energía hidráulica – energía mecánica.

Los dispositivos que permiten los cambios de forma de energía. Los accesorios para que el fluido pueda cumplir dicha función, los dispositivos que controlan o regulan la transmisión de energía, y el dispositivo de seguridad forman lo que se denomina circuito oleohidráulico que nos permite que, al aplicar fuerzas pequeñas, obtengamos fuerzas grandes. Se utiliza tanto para prensar como para levantar objetos pesados. Este sistema es utilizado en los frenos hidráulicos. Para la producción en masa, las prensas son empleadas cada día en mayor número, sustituyendo a otras máquinas. Existe además la razón adicional de que, con una buena operación y calidad de las prensas, se pueden obtener productos de mucha homogeneidad, con diferencias de acabado entre unas y otras piezas.

La prensa hidráulica es un elemento indispensable en metalurgia de polvos debido a que con ella se realizan las compactaciones de los polvos que van desde los 300 MPa hasta el 1TPa dependiendo las propiedades del material, así como las propiedades finales que se deseen obtener en el material, modificando la presión se puede modificar la porosidad del material y por consiguiente sus propiedades mecánicas.

En el presente trabajo se utilizó una máquina de pruebas de compresión para concreto Fig. 4 a como prensa hidráulica la cual proporciona una presión máxima de 50 Ton, esta máquina tiene un controlador POISE CR 2K Fig. 4 b

el cual no proporciona esfuerzo aplicada a la probeta en N/mm(MPa) así podemos controlar la presión necesaria para realizar el compactado de polvos, la piezas compactadas fueron en forma cilíndrica con un diámetro de 12.7 mm y una altura de 2 mm y otra de 6 mm de diámetro con una altura de 12 mm.

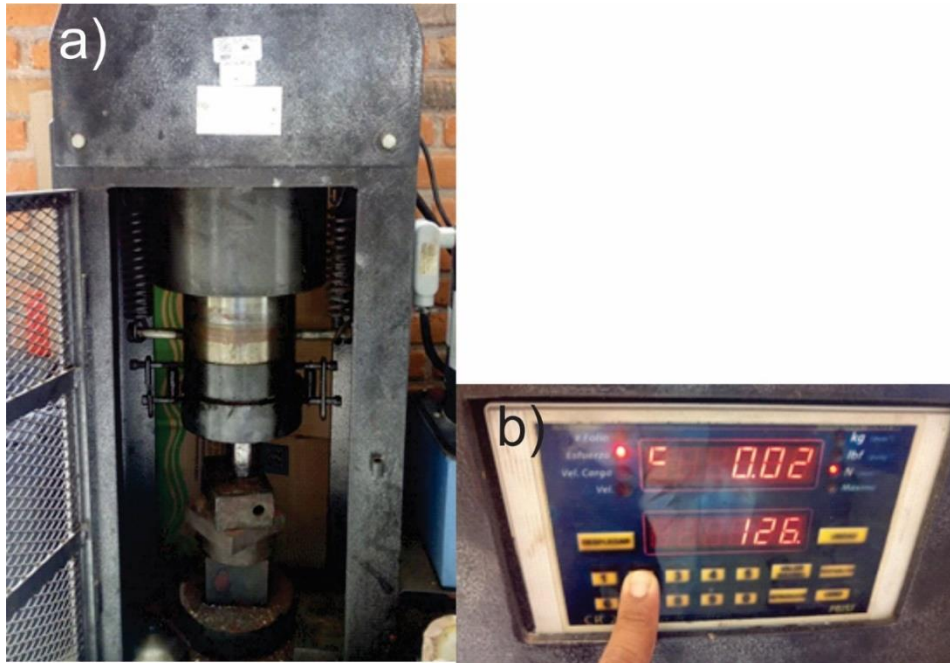


Fig. 4 a) Prensa hidráulica b) Controlador POISE CR 2K.

3.1.2 MOLINO PLANETARIO

Un molino de bolas **Fig. 5** es un tipo del molino utilizado para moler y mezclar materiales por uso en procesos de adobado de minerales, pinturas, pirotecnia, cerámicas y sinterización de láser selectivo. Funciona por el principio de impacto.



Fig. 5 Molino de bolas Fritsch.

Un molino de bolas consiste en un recipiente cilíndrico vacío que gira sobre su eje. El eje del cilindro puede ser tanto horizontal como tener un ángulo pequeño con la horizontal. Es parcialmente llenado con bolas. Los medios abrasivos son las pueden ser hechos de acero (cromo acero), acero inoxidable, cerámico, o goma. La superficie interior del cilindro es normalmente tachada con un material resistente a la abrasión como el acero de manganeso o goma. Menos desgaste tiene lugar dentro de la goma tachó molinos. La longitud del molino es aproximadamente igual a su diámetro.

El molino PULVERISETTE 7 con 2 estaciones de trabajo es ideal para la trituración rápida, uniforme y extremadamente fina de muestras muy pequeñas hasta la finura coloidal de muestras duras, semiduras, quebradizas y húmedas. Dependiendo de la finura final deseada, la molienda se puede realizar en seco

o en suspensión. Además de la trituración, el molino de bolas planetario se puede utilizar para mezclar y homogeneizar emulsiones y pastas.

La trituración del material que se va a triturar tiene lugar principalmente a través del impacto de alta energía de las bolas de molienda. Para lograr esto, la taza de molienda, que contiene el material que se va a moler y las bolas de molienda, gira alrededor de su propio eje en un disco principal mientras gira rápidamente en la dirección opuesta. A una velocidad determinada, con esta configuración, la fuerza centrífuga hace que el material de muestra molido y las bolas de molienda se separen de la pared interna del recipiente de molienda. Los balines de molienda cruzan la taza a alta velocidad y muelen más el material de muestra por impacto contra la pared opuesta de la taza. Además, el impacto entre las bolas mismas en el material de muestra se suma al proceso de reducción de tamaño. Debido a la enorme velocidad de rotación del disco principal (hasta 800 rpm), la línea clásica PULVERISETTE 7 alcanza una aceleración centrífuga de hasta 50 g. [15] los balines utilizados para el presente trabajo tienen un diámetro de 5mm los cuales después de cada prueba se lavan para volverlos a utilizar.

3.1.3 CÁMARA DE VACÍO

La cámara de vacío **Fig. 6** sirve para dos cosas una es para quitar el oxígeno del vial antes de comenzar la molienda, de esta manera el aleado mecánico está libre de oxígeno el cual nos podría producir óxidos de los elementos y por consecuente afectar las propiedades de los polvos o provocar que no se realice la sinterización. La cámara de vacío consta de una bomba de vacío para extraer todo el oxígeno generando un vacío de 10cm Hg (-1.33×10^4 Pa). Debido a que la afinidad del aluminio por el oxígeno es tan elevada que con presiones

relativamente bajas el aluminio se oxida un ejemplo es a 600°C con una presión de -10^{45} Pa es suficiente para oxidarlo. [16]



Fig. 6 Cámara de vacío utilizada para la extracción de polvos.

En la **Figura 7** podemos observar una reacción exotérmica del aluminio con el oxígeno el cual se presenta cuando es destapado el vial sin el suficiente nitrógeno para impedir la reacción. Por esta razón es necesario sustituir el oxígeno por un gas como es el caso de argón o nitrógeno que al ser gases inertes no permiten la oxidación del aluminio al momento de la molienda.



Fig. 7 Reacción del aluminio después de 4 horas de molienda.

3.1.4 HORNO DE ATMOSFERA CONTROLADA

El horno de atmosfera controlada se fabricó en el laboratorio como se muestra en la **Fig. 8**, utilizando cemento refractario con una resistencia en espiral alrededor de un cilindro hueco para poder colocar el tubo sellado con rosca, después se meten las muestras y se cierra herméticamente, el cilindro tiene tres orificios los cuales dos son para entrada y salida de gas y el tercero es para colocar el termopar tipo K con un intervalo de temperatura de -200 a 1250 °C. La resistencia de kanthal A1 que es una aleación de hierro cromo (20-30%) y aluminio (4-7.5%) el cual puede alcanzar una temperatura de 1000°C. [17]. La resistencia y el termopar están conectados a un controlador tcn4s, El TC4S-24R es un Controlador de Temperatura de 4-dígitos ajustado por medio un interruptor tipo antorcha. Cuenta con salida de alarma-1 + salida de alarma-2, salida de relevador + salida SSR (alimentación de CA/CD) y salida de relevador + salida de control SSRP (Alimentación de CA). El controlador cuenta con una salida de relevador o salida SSR seleccionable, que habilita el control de fase o control de ciclo con una salida drive SSR.



Fig. 8 Horno con atmosfera controlada.

3.1.5 MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO (MEB)

El MEB proporciona imágenes y datos físicos de la superficie de un cuerpo generalmente opacos a los electrones, por medio de un haz de electrones que recorre dichas superficies y de detectores que traducen las señales que de ella emanan transformándolas en corrientes eléctricas que se emplean en forma de imagen en un monitor. [18]

Los dos componentes principales de un MEB son la columna de electrones y la consola de control **Figura 9**. La columna de electrones consiste en un cañón de electrones y dos o más lentes electrónicas, que influyen en las trayectorias de los electrones. El cañón de electrones genera electrones y los acelera a una energía en el rango de 0.1-30 keV (100 a 30.000 electronvoltios) viajando por un tubo en vacío. La base de la columna generalmente se toma con bombas de vacío que producen un vacío de aproximadamente 10^{-4} Pa

(aproximadamente 10^{-6} torr, o aproximadamente una milmillonésima parte de la presión atmosférica). La consola de control consiste en una pantalla de visualización de tubo de rayos catódicos (CRT) y las perillas y el teclado de la computadora que controlan el haz de electrones.

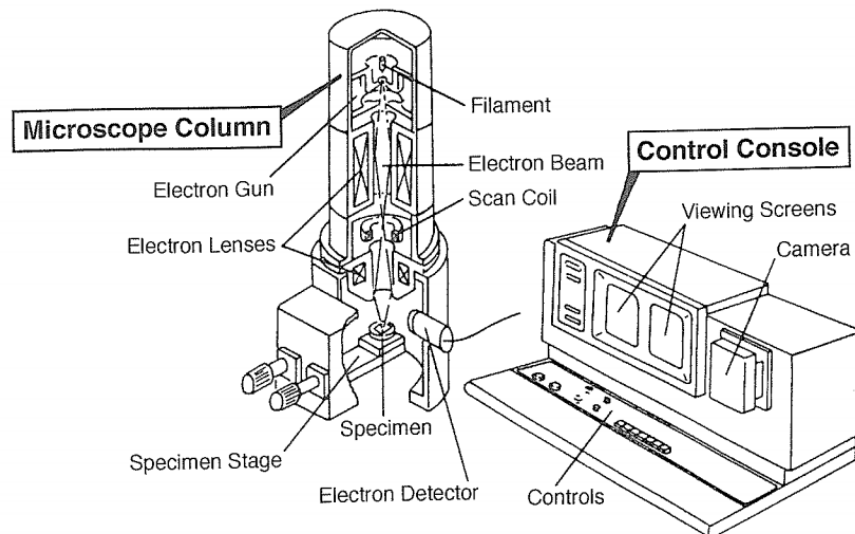


Fig. 9 Partes principales del MEB, la columna de electrones y la consola electrónica.

El tamaño de punto de una pistola de tungsteno es demasiado grande para producir una imagen nítida a menos que se utilicen lentes de electrones para disminuirlo y coloque un punto de electrones enfocado mucho más pequeño en la muestra, como se muestra esquemáticamente en la **figura 10**. La mayoría de los MEB pueden producir un haz de electrones en la muestra con un tamaño de punto inferior a 10 nm (100 Å) que contiene suficiente corriente de sonda para formar una imagen aceptable. El haz emerge de la lente final a la cámara de la muestra, donde interactúa con la muestra a una profundidad de aproximadamente 1 μm y genera las señales utilizadas para formar una imagen. [19] en el presente trabajo se utilizaron los electrones

retrodispersados, secundarios y rayos x para la generación de imágenes los análisis elementales.

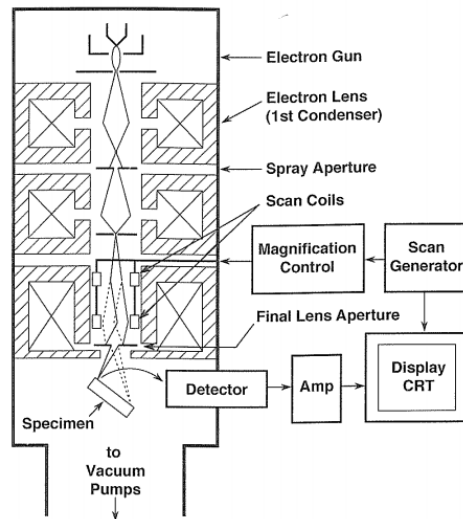


Fig. 10 Dibujo esquemático de la columna de electrones que muestra el cañón de electrones, las lentes, el sistema de deflexión y el detector de electrones.

El microscopio electrónico de barrido que se utilizó en el presente trabajo **Figura 11** fue LEO 1450vp con aumentos de 1k, 2k y 11k.



Fig. 11 Microscopio electrónico de barrido.

Preparación de muestra

- Se debe tener cuidado de que el procedimiento de preparación no remueva elementos de interés agregue otros ajenos a la muestra. Las muestras para análisis cuantitativo se deben hacer conductoras con un metal no pesado(oro-paladio), de lo contrario la muestra absorbe los rayos x, esto se hace con un evaporador.
- La preparación de muestras como metales, polímeros, cerámicos y minerales, pueden ser preparados para análisis cualitativo de rayos x utilizando el mismo procedimiento que para MEB.

- Para la caracterización de una muestra en MEB, esta debe cumplir lo siguiente:
 - 1) libre de agua, solventes u otros materiales que se puedan vaporizar a vacío y contaminen la columna o causar problemas en el vacío.
 - 2) Ser eléctricamente conductora.
- Las muestras biológicas no cumplen con lo anterior, por lo cual requieren de preparación. Cuando una muestra no es conductora, tiende a cargarse, lo cual afecta la imagen final, ya que habrá partes más oscuras que otras, o simplemente se producirán líneas anormales.

3.1.6 DIFRACTOMETRO DE RAYOS X

Los rayos X son radiación electromagnética de alta energía. Tienen energías que varían de aproximadamente 200 eV a 1 MeV; que los pone entre los rayos- γ y la radiación ultravioleta (UV) en el espectro electromagnético. Los rayos X se producen en un tubo de rayos X que consiste en dos electrodos de metal dosificados en una cámara de vacío. Los electrones se producen calentando un cátodo de filamento de tungsteno. El cátodo tiene un potencial negativo alto, y los electrones se aceleran hacia el ánodo, que normalmente está en el potencial de tierra. Los electrones, que tienen una velocidad muy alta, colisionan con el ánodo refrigerado por agua. La pérdida de energía de los electrones debido al impacto con el ánodo metálico se manifiesta como rayos X. En realidad, solo un pequeño porcentaje (menos del 1%) del haz de electrones se convierte en rayos X; la mayoría se disipa como calor en el ánodo de metal refrigerado por agua.

Ley de bragg

Considere la onda difractada en la **figura 12** Se supone que forma el mismo ángulo θ , con los planos atómicos de la onda incidente. Ahora el criterio para la existencia de la onda difractada es que los rayos X dispersos deberían estar en fase a lo largo de un frente de onda como BB' . Para esto, las longitudes de trayecto entre los frentes de onda AA' y BB' porque los rayos mostrados deben diferir exactamente por un número integral (n) de longitudes de onda λ . Por lo tanto, la diferencia de trayectoria, δ , debe ser

$$\delta = n\lambda \quad (1)$$

La diferencia del recorrido de ambas ondas debe ser un múltiplo de la onda en donde la diferencia es

$$\delta = DE + EC' \quad (2)$$

Aplicando la trigonometría tenemos

$$\delta = 2CE \text{ sen}\theta \quad (3)$$

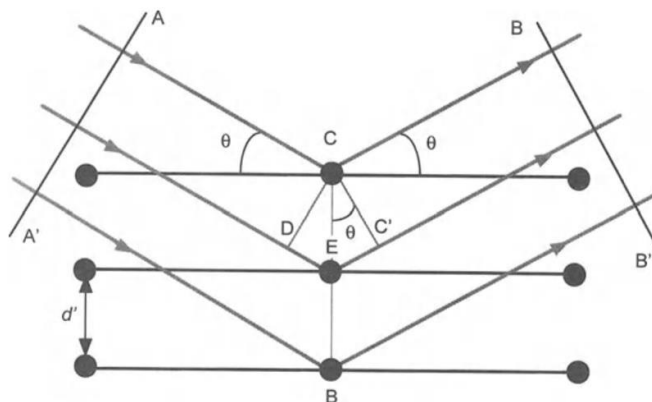


Fig. 12 Difracción de rayos X por un cristal.

Como CE es la distancia interplanar sustituimos y tenemos

$$\delta = 2d \sin\theta \quad (4)$$

$$n\lambda = 2d \sin\theta \quad (5)$$

donde:

- n es un número entero.
- λ es la longitud de onda de los rayos X.
- d es la distancia entre los planos de la red cristalina.
- θ es el ángulo entre los rayos incidentes y los planos de dispersión.

Esta ecuación se conoce como ley de Bragg y es extremadamente importante en el análisis de los patrones de difracción de rayos X para determinar cosas como la estructura cristalina del material. El parámetro n se conoce como el orden de reflexión y es la diferencia de trayectoria, en términos de número de longitudes de onda, entre ondas dispersadas por planos de átomos adyacentes. Una reflexión de primer orden ocurre cuando $n = 1$ y las ondas dispersas e indiferentes tienen una diferencia de trayectoria de una longitud de onda. Cuando $n > 1$, las reflexiones se llaman de orden superior.

Para el presente trabajo se utilizó una Difractómetro BRUKER modelo D2 PHASER **Figura 13** el cual usa radiación de cobre con una longitud de onda 1.541 Å (Cu K α , $\lambda=1.5406\text{Å}$)

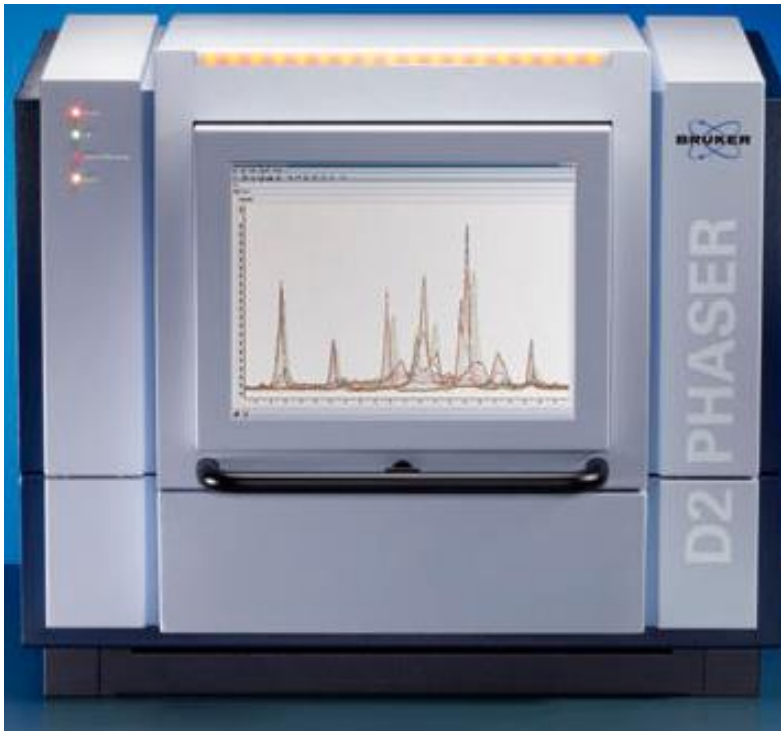


Fig. 13 Difractometro de rayos X.

Preparación de la muestra

Para las muestras solidas el espesor máximo que debe tener la muestra es de un milímetro procurando que la muestra esta paralela de los dos lados con un diámetro no mayor a 5 cm.

En el caso de los polvos no necesita alguna preparación especial solo se deben tener como mínimo 2 gramos para el análisis.

3.1.7 MICROINDENTADOR

La dureza se define como la presión media ejercida sobre el área de contacto del penetrador con la superficie de la muestra cuando la carga está aplicada y el penetrador en reposo. La microdureza es una técnica de ensayo no destructiva la cual tienen una amplia aplicación en el campo de los metales, cristales iónicos, cerámicos y recientemente en polímeros. Esta técnica sirve para relacionar dichos valores con características estructurales.

Al agregar partículas intermetálicas las propiedades cambian con respecto a la concentración debido a que tenemos la combinación de propiedad con el análisis de microdureza se puede observar el cambio de la microdureza con respecto a la concentración de refuerzo.

La dureza Vickers es utilizada para realizar la microindentación, en estos ensayos, un penetrador de diamante muy pequeño y de una geometría piramidal (ángulo interno 136°) es forzado en la superficie de la muestra a ensayar bajo la acción de una carga constante y a una velocidad controlada. Las cargas aplicadas, mucho menores que en las técnicas Brinell y Rockwell, están comprendidas entre 1 y 1000g. La marca resultante se observa en el microscopio y se mide. Es necesaria una superficie que haya sido cuidadosamente preparada para poder asegurar una huella que pueda ser medida con exactitud. La técnica Vickers se considera ensayo designado por las letras HV, esta se considera microdureza debido a la magnitud de sus cargas y al tamaño del indentador. Debido al tamaño del indentador se puede obtener la con facilidad la medida de la dureza de pequeñas regiones en la superficie de la muestra.

Cuando se realiza la indentación se utilizan dos tipos de efectos en la muestra el elástico y plástico como se puede observar en la **Figura 14** tenemos una superficie plana (a), al momento de incidir la carga sobre la superficie de la

muestra la superficie tiene una deformación plástica (b) y por último al dejar de aplicar la carga tiene una recuperación elástica (c).

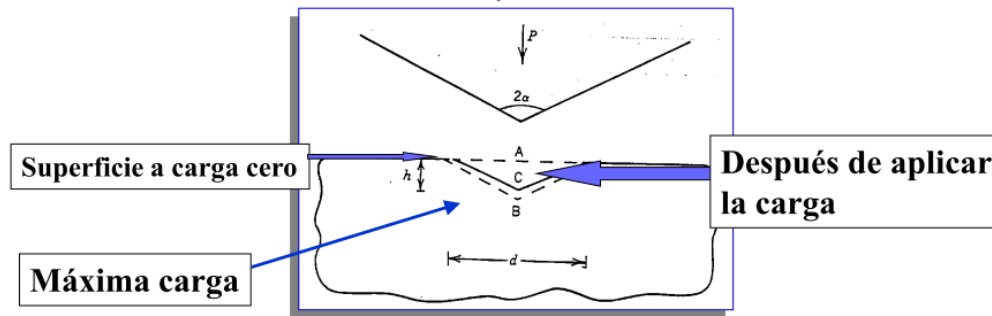


Fig. 14 Penetración del indentador en la muestra. A representa la muestra antes de la indentación, b al penetrar el indentador y c después de la carga aplicada.

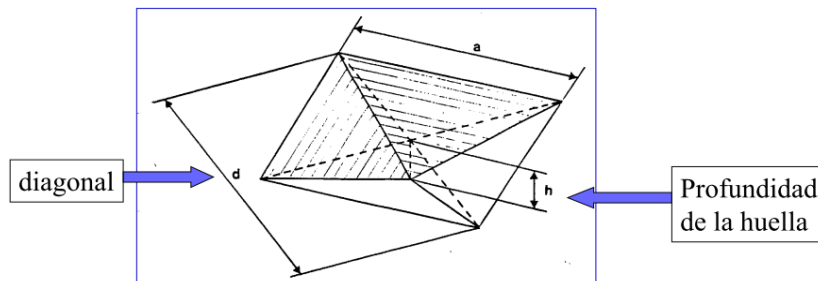


Fig. 15 Imagen de la huella realizada por el Microindentador.

Una vez que se tiene la huella **Figura 15** se muestra una representación de cómo se deforma el material después de realizar la deformación, ya que se tiene la medida de la diagonal, se procede a obtener la dureza del material para esto se utiliza la siguiente fórmula:

$$HV = 2 \operatorname{sen} 68 \frac{P}{d^2} \quad (6)$$

Donde

P: la carga aplicada.

d: la diagonal que se obtiene al ser medida en el microscopio.

Algunas de las influencias que puede tener la medida en las condiciones experimentales son: el valor de la carga aplicada, el tiempo de aplicación y la temperatura de la medida

Los principales errores que podemos encontrar al momento de realizar la prueba son:

- El ángulo formado por las caras de la pirámide
- El valor de la carga
- Exactitud de la diagonal
- Las vibraciones
- Tiempo de aplicación de la carga
- Velocidad de caída de penetración

Se tiene que cuidar estos factores que pueden hacer que la prueba tenga un error experimental.

Hay diferentes tipos de huella las cuales se pueden representar en la **figura 16**, observamos el comportamiento elástico, plástico y elastoplástico.

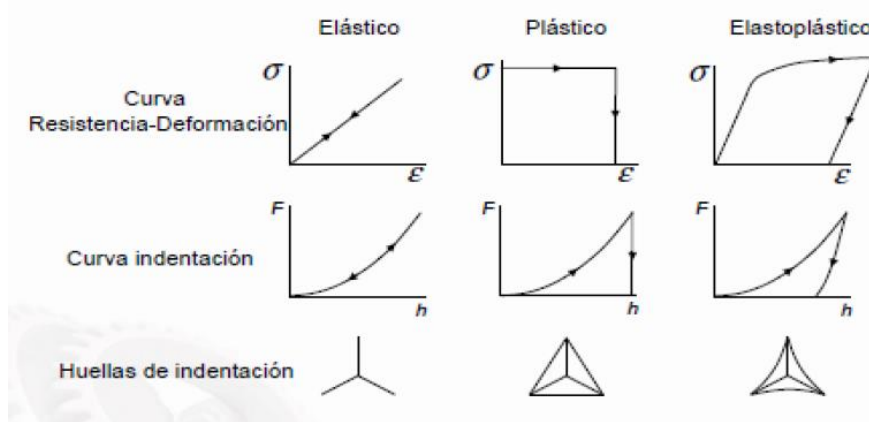


Fig. 16 Distintos comportamientos del material analizado.

Preparación de la muestra para microindentación

De acuerdo con la norma ASTM E384 el espesor mínimo que debe tener el material a analizar es de 6 mm con un acabado espejo, la superficie a la cual se le realizará la indentación debe de estar paralela a la superficie que este en contacto con la base del instrumento.

3.1.8 MÁQUINA DE PRUEBAS DE TENSIÓN-COMPRESIÓN (INSTRON)

Para determinar algunas de las características de los materiales, se usa una máquina de pruebas de tensión-compresión, es un instrumento que nos permite conocer las propiedades mecánicas de un material. Los ensayos mecánicos evalúan el comportamiento de los materiales cuando están sometidos a fuerzas externas.

Se utilizó una máquina de pruebas de tensión de la marca INSTRON 4206 con una celda de carga de la serie 2512 con un extensómetro de la serie 2630

Figura 17 las especificaciones vienen en la siguiente **tabla 1**. La norma ASTM

E9-89a “Standard Test Methods of Compression Testing of Metallic Materials at Room Temperature” nos dice que el diámetro mínimo de la muestra es de 13mm con una longitud de 25mm con una relación $L/D=3$ pero para materiales especiales un L/D de 1.5 a 2 se adapta mejor para determinar la resistencia a la compresión de materiales especiales.

Tabla 1 Especificaciones de Instron 4206.

Capacidad	150kN (33,750lbs)
Rango de carga (usando una celda intercambiable de la serie 2512)	0.1 N a 150kN
Rango de velocidad	0.05 a 500mm/min
Índice de fuerza (tensión y compresión)	Velocidad alta 25 kN a 500mm/min. (20 in./min.) Velocidad baja 150 kN a 50mm/min. (2 in./min.)

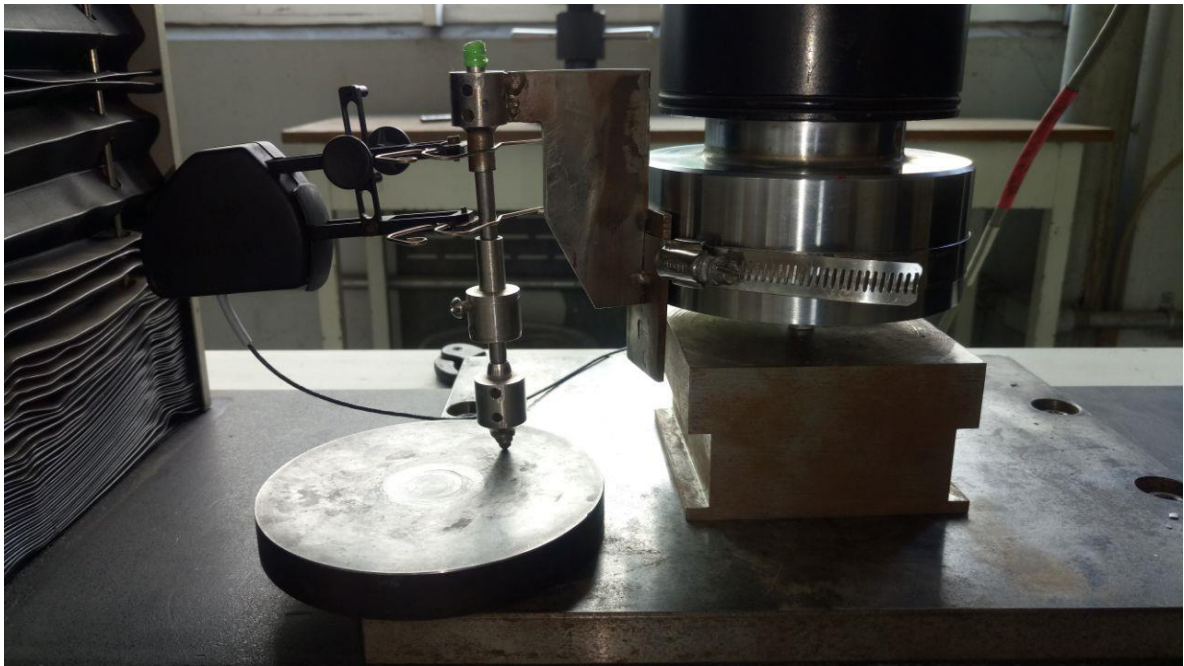


Fig. 17 Máquina universal de pruebas de tensión-compresión con el aditamento para realizar una prueba de compresión.

El ensayo de compresión es una prueba en donde una fuerza es capaz de comprimir o aplastar una probeta hasta que ocurra la ruptura de esta. Esta prueba se considera destructiva porque el material debe pasar por la deformación hasta llegar a la ruptura para obtener sus propiedades mecánicas como: el esfuerzo de fluencia y el esfuerzo último.

Una medida importante que se obtiene con la máquina universal de ensayos cuando se realizan pruebas de compresión o tensión es el diagrama de esfuerzo-deformación **Figura 18** Este diagrama se puede obtener por dos métodos diferentes. Cuando la máquina registra la fuerza aplicada, se calcula el esfuerzo utilizando al área transversal de la probeta y luego se calcula la deformación utilizando el módulo elástico del material y la ley de Hooke. Si la máquina registra la deformación, utilizando un extensómetro adherido a la

muestra, se calcula el esfuerzo utilizando el módulo de elasticidad del material y la ley de Hooke. De estos métodos descritos, el segundo es el más utilizado, debido a que el primero acarrea un error al resultado a causa de las deformaciones que sufre la máquina.

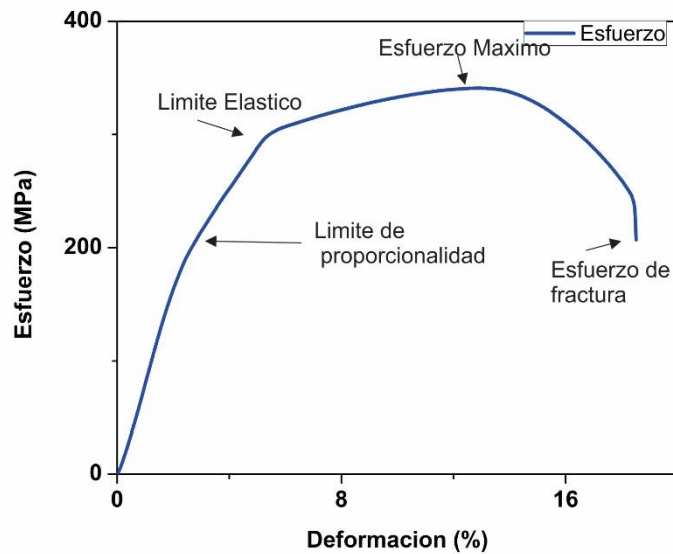


Fig. 18 Grafica Esfuerzo-Deformación.

3.2 MATERIALES

Materia prima para la síntesis de $(\text{Ni,Cu})_3\text{Al}$

Níquel en forma semiredonda con un tamaño promedio de partícula de $20\mu\text{m}$
Figura 19 a

Cobre en forma dendrítica con un tamaño promedio de partícula de $3\mu\text{m}$
Figura 19 b

Aluminio en escama con un tamaño promedio de partícula de $18\mu\text{m}$ y un espesor de $1\mu\text{m}$
Figura 20

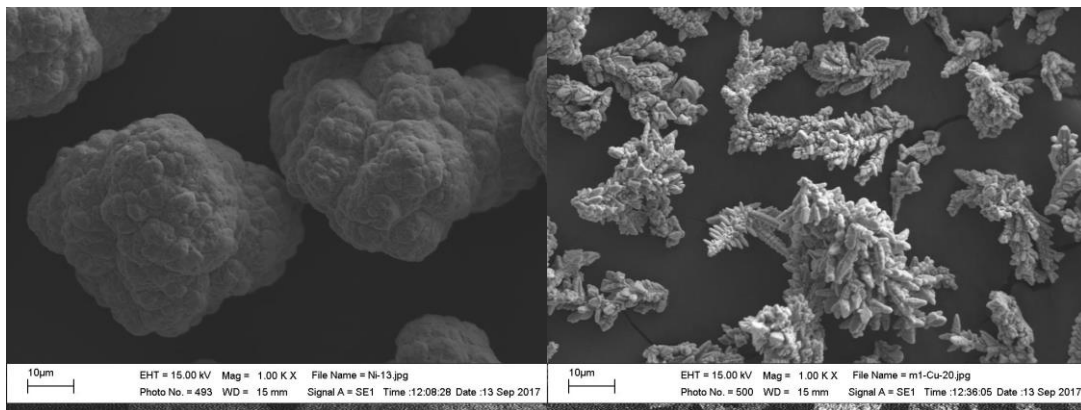


Fig. 19 a) Partículas de Níquel con forma redondeada. b) Partículas de cobre en forma dendrítica.

Aluminio reforzado con intermetálico

La materia prima utilizada fue aluminio puro en escama con un tamaño promedio de partícula de $18\mu\text{m}$ y un espesor de $1\mu\text{m}$ **Figura 20**, el primer material de refuerzo es Intermetálico $(\text{Ni,Cu})_3\text{Al}$ sintetizado por fundición con un tamaño de partícula de $17.4\mu\text{m}$ **Figura 21 b**, el segundo material de refuerzo es intermetálico $(\text{Ni,Cu})_3\text{Al}$ sintetizado por fundición con un tamaño de partícula de $12.5\mu\text{m}$ **Figura 21 a** la concentración de partículas fue de 3, 5, 8 y 10%wt.

La morfología de las partículas de se puede observar en la **Figura 20** donde vemos las partículas de aluminio en hojuela, en la cual podemos apreciar un aglomerado esto podría ser debido a la morfología de las partículas, es por eso por lo que es importante tamizar los polvos antes de compactar o realizar aleado mecánico, por otra parte, los intermetálico no presenta aglomeraciones por que las partículas no son en forma de hojuela.

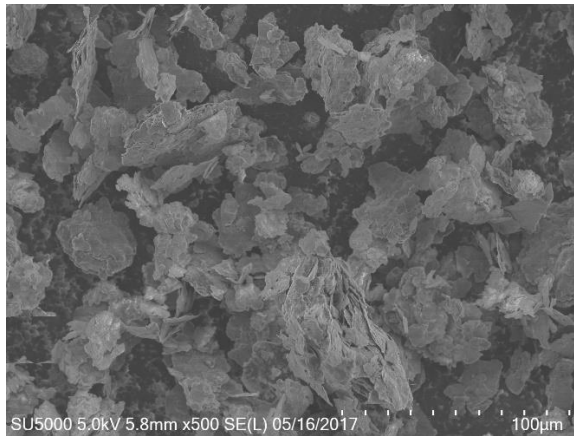


Fig. 20 Aluminio puro en hojuela.

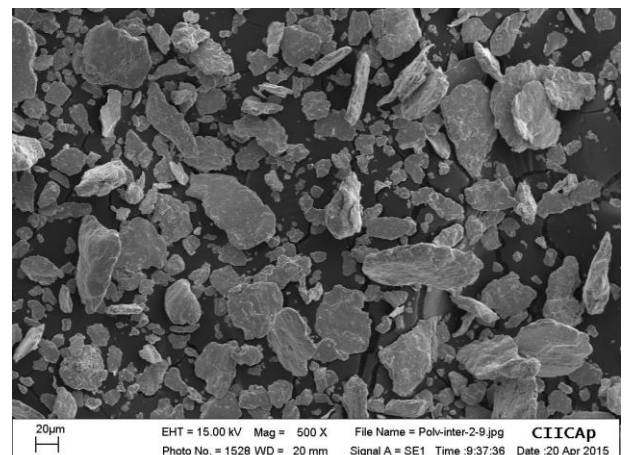
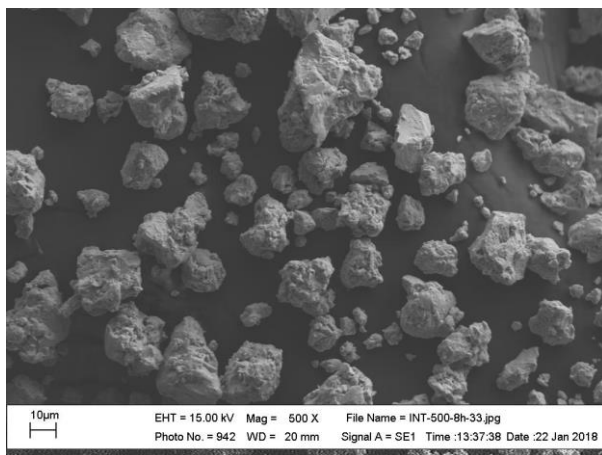


Fig. 21 a) Intermetálico $(Ni,Cu)_3Al$ sintetizado por fundición b) Intermetálico sintetizado por metalurgia de polvos.

Un análisis esencial en el material base es el análisis de rayos x el cual nos sirve para identificar las faces cristalinas las cuales cambian después de la molienda por eso es importante identificar los picos característicos de los materiales iniciales. En la figura 22 podemos observar los patrones de difracción de rayos x del aluminio, níquel y cobre donde sus picos más intensos los tenemos en 38.433 para el aluminio, 44.52 para el níquel y 43.3 para el cobre tabla 2, 3, 4.

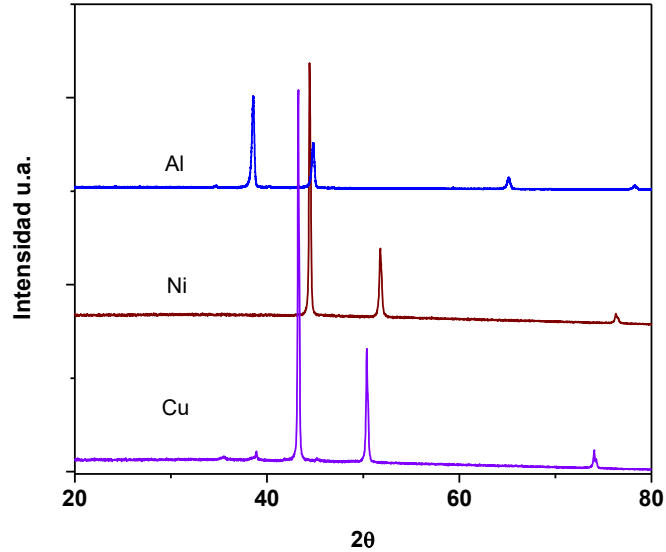


Fig. 22 Difracción de rayos x de la materia prima.

Níquel 2θ (°)	Índices de Miller			Intensidad	d-Interplanar
39.061	1	0	0	36	0.2304
41.776	0	0	2	37	0.2160
44.528	1	0	1	99	0.2033
58.522	1	0	2	22	0.1576
70.775	1	1	0	21	0.1330
78.215	1	0	3	21	0.1221

Tabla 2 Picos característicos del Níquel.

Aluminio 2θ (°)	Índices de Miller			Intensidad	d-Interplanar
38.465	1	1	1	100	0.2338
44.713	2	0	0	51	0.2025
65.090	2	2	0	31	0.1432
78.224	3	1	1	32	0.1221

Tabla 3 Picos característicos del Aluminio.

Cobre 2θ (°)	Índices de Miller			Intensidad	d-Interplanar
43.307	1	1	1	99	0.2087
50.439	2	0	0	45	0.1808
74.116	2	2	0	21	0.1278

Tabla 4 Picos característicos del Cobre.

3.3 HERRAMIENTAS COMPUTACIONALES

3.3.1 ORIGIN

Origin, y su versión de lujo OriginPro es uno de los más potentes y extremadamente versátiles paquetes de análisis de datos y gráficos, diseñados para usuarios en todos los campos de las ciencias experimentales y teóricas. A la vanguardia de las ventajas de OriginPro está su facilidad de uso y una curva de aprendizaje mínima, lo que facilita comenzar rápidamente a producir gráficos de calidad de publicación. La interfaz de usuario basada en hojas de cálculo es intuitiva y fácil de navegar, e incluye muchos botones "con un solo clic" para crear o manipular conjuntos de datos y gráficos. La productividad optimizada es un aspecto integral de OriginPro con plantillas de análisis, informes personalizados definidos por el usuario y temas estilísticos, de modo que la

reproducción de resultados con diferentes conjuntos de datos es fácil. La profundidad de las capacidades de OriginPro es poderosamente extensible, tanto con un lenguaje de scripting como con un lenguaje de programación similar a C, lo que le permite realizar casi cualquier tipo de análisis que aún no se haya proporcionado. OriginPro ofrece opciones muy potentes para importar formatos de datos populares como Microsoft Excel, NI DIAdem DAT / TDM / TDMS, pCLAMP y Matlab (solo para nombrar unos pocos), y exportar gráficos, imágenes, datos e informes en una variedad de formatos de archivo. OriginPro también tiene una lista completa de características técnicas avanzadas que incluyen el ajuste de curvas lineales y no lineales para funciones definidas por el usuario, análisis de línea de base y pico, análisis estadístico, procesamiento de señal, procesamiento de imágenes y análisis de datos en modo batch. Finalmente, OriginPro ofrece una extensa biblioteca de visualizaciones gráficas (más de 70 tipos de gráficos incorporados) que pueden operar con facilidad en conjuntos de datos muy grandes [20]. La versión utilizada en el presente trabajo fue originPro 8 **Figura 23**. En este programa podemos graficar los resultados de los diferentes experimentos para su posterior análisis y publicación.

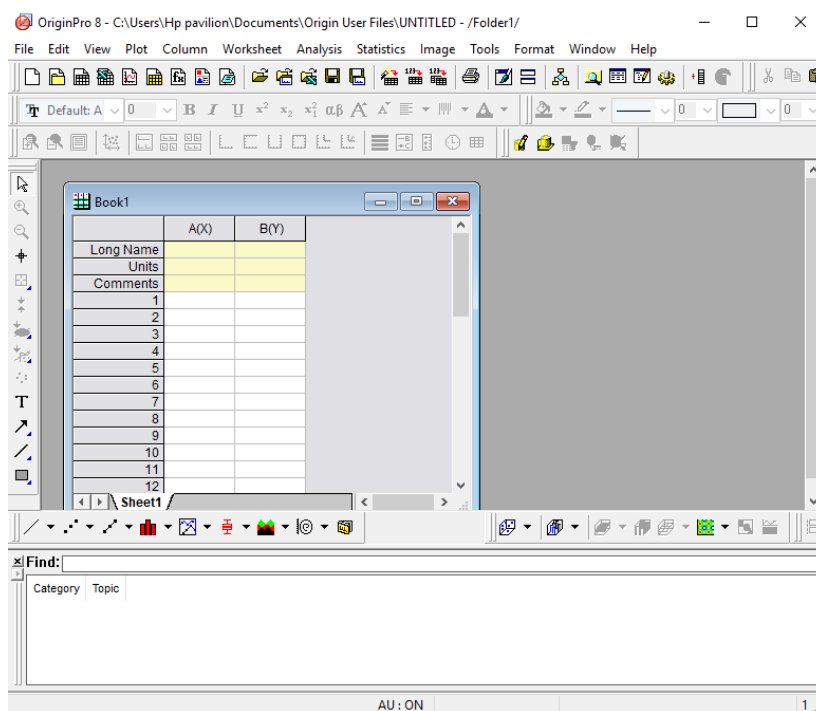


Fig. 23 Ventana principal de OriginPro 8.

3.3.2 IMAGEJ

ImageJ es un paquete de software versátil y de código abierto diseñado para el procesamiento y análisis de imágenes científicas **Figura 24**. Está escrito en el lenguaje de programación Java, lo que permite una experiencia uniforme multiplataforma. Está basado en el paquete de software NIH Image en la plataforma Macintosh, desarrollado en 1987 por Wayne Rasband. Rasband, quien todavía es un colaborador activo de ImageJ, publicó la primera distribución de ImageJ en 1997. Se desarrolló como un proyecto para proporcionar una solución a un problema. En 2012, ImageJ celebró su vigésimo quinto cumpleaños con una publicación en la revista Nature Methods. [21]

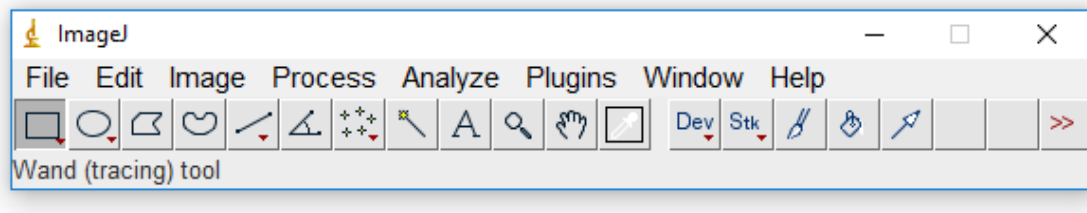


Fig. 24 Ventana principal de ImageJ.

3.3.3 COREL DRAW

Corel es una de las principales compañías de software del mundo, que cuenta con algunos de los productos gráficos, de productividad y de medios digitales más conocidos de la industria. Le programa de Corel Draw es parte del paquete de Corel graphics suite, este software se utiliza en ámbitos de artes gráficas y comunicación con el propósito de producir, editar y transformar imágenes a nivel digital. Se trata de una aplicación de dibujo vectorial con herramientas de diagramación, efectos y funciones sobre imágenes páginas, alternativas de retoque y ediciones múltiples. CorelDRAW fue lanzado oficialmente en el año de 1989, diseñado por los ingenieros informáticos Michel Bouillon y Pat Beirne de Corel Corporation. [22] La versión más reciente es la de este año Corel Draw x8 **Figura 25** que sería la versión 20 desde su creación.

El programa de Corel Draw se utilizó para recortar, mejorar y acotar las imágenes obtenidas de las diferentes técnicas de caracterización.

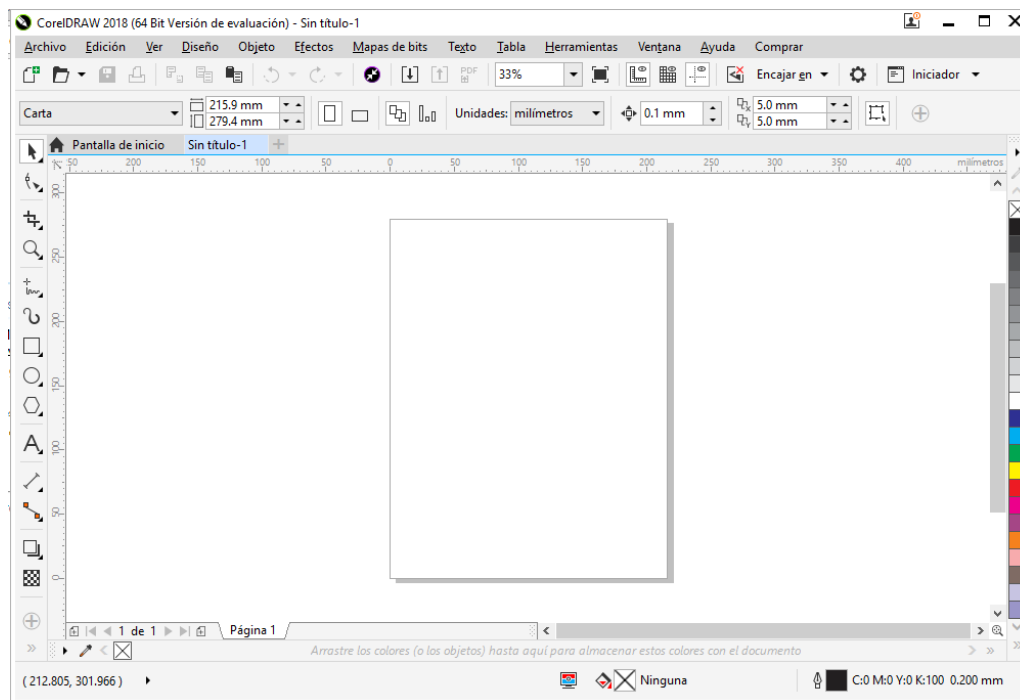


Fig. 25 Corel Draw x8.

3.3.4 SOLID WORKS

En 1995 se lanzó la primera versión del software SOLIDWORKS®. En el plazo de dos meses, dicha versión era alabada por su facilidad de uso, ya que permitía a más ingenieros que nunca aprovechar las ventajas del CAD 3D para darles vida a sus diseños. En 1997, el gigante mundial de la tecnología de ciclo de vida Dassault Systèmes S.A. adquirió SOLIDWORKS por 310 millones de dólares estadounidenses.

Hoy en día, DS SOLIDWORKS ofrece un conjunto completo de herramientas para crear, simular, publicar y gestionar datos, que optimiza la innovación y la productividad de los recursos de ingeniería. Todas estas soluciones trabajan conjuntamente para permitir a las empresas diseñar productos de forma más rápida, eficiente y mejor.

SolidWorks es un programa CAD 3D paramétrico que ofrece un conjunto de herramientas de diseño de ingeniería, documentación, simulación y diseño sostenible en un único paquete. [23] El programa incluye un módulo inteligente de detección de errores de diseño y módulos para diseño sustentable. Como herramienta de diseño 3D es fácil de usar.

Con SolidWorks puedes diseñar piezas mecánicas en 3D **figura 26**, evaluar ensambles de varias piezas y producir dibujos de fabricación para el taller, además se puede manejar los datos de diseño en su sistema de administración PDM y llevar un control de las versiones de dibujos.

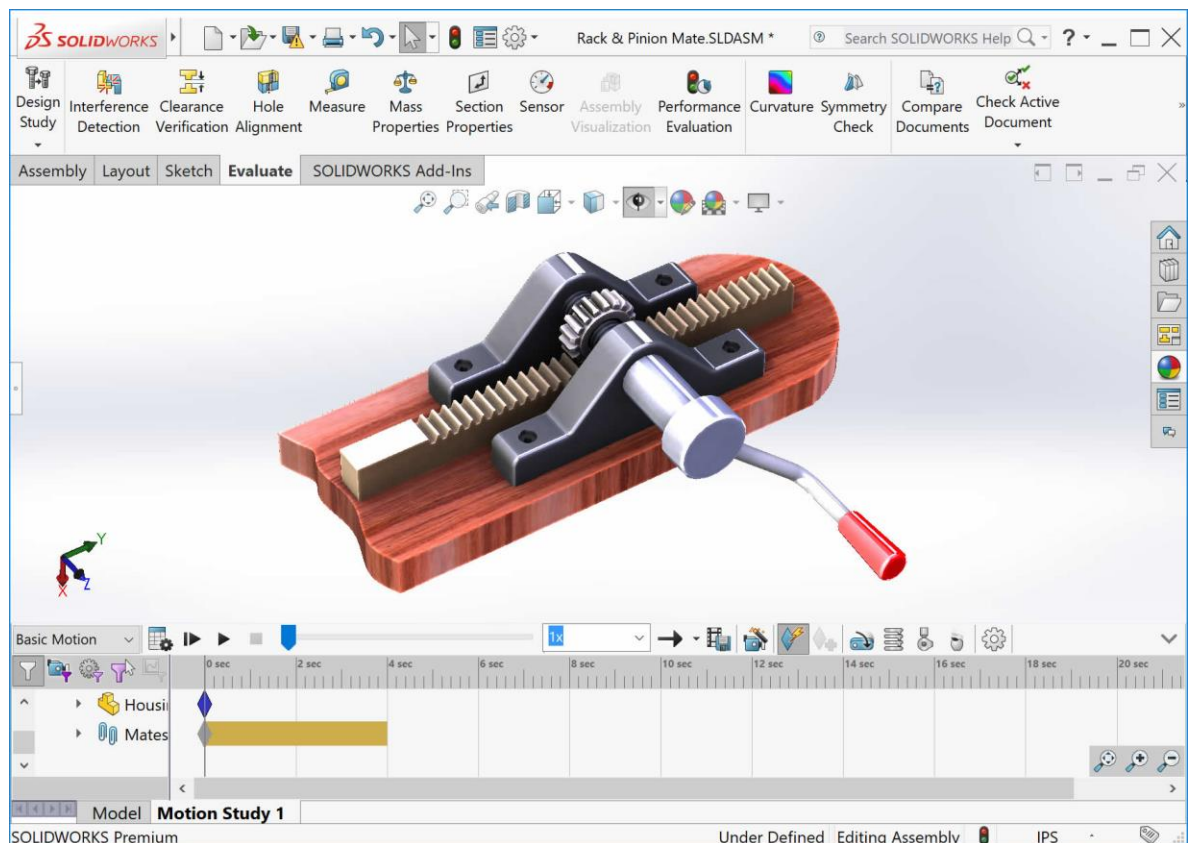


Fig. 26 Diseño en 3D y simulación de una pieza en SolidWorks.

Al diseñar puedes simular virtualmente las condiciones y análisis del diseño en situaciones reales y optimizar su desempeño. El programa está basado en un motor de modelado de sólidos y también contiene comandos de creación, edición de superficies complejas, además es asociativo entre los modelos 3D y sus dibujos isométricos.

La paquetería de SolidWorks se utilizó para diseñar los dados y punzones y así mismo analizar la carga que ejerce la prensa en los dados (1000MPa) para que el material utilizado no pase el esfuerzo de cedencia del cual está diseñado el dado.

3.3.5 X'PERT HIGHSCORE PLUS

El software permite ejecutar análisis cuantitativos basados en el método de refinamiento de Rietveld tanto de forma automática como de forma semi-automática o manual. Puede identificar la muestra mediante la comparación con los patrones de referencia. Con HighScore plus **Figura 27** se puede acceder a diversas bases de datos de referencia gratuitas. Puede usar la base de datos ICDD , PAN-ICSD o las bases de datos gratuitas disponibles en Internet (por ejemplo, Crystallography Open Database). Esta selección de bases de datos gratuitas le permite acceder a entre 100.000 y 500.000 patrones de referencia de distintos niveles de calidad. Para cuantificar las muestras con tan solo abrir el patrón de difracción de rayos X, el formato que utiliza este programa es. RAW el cual es proporcionado por el Difractometro.

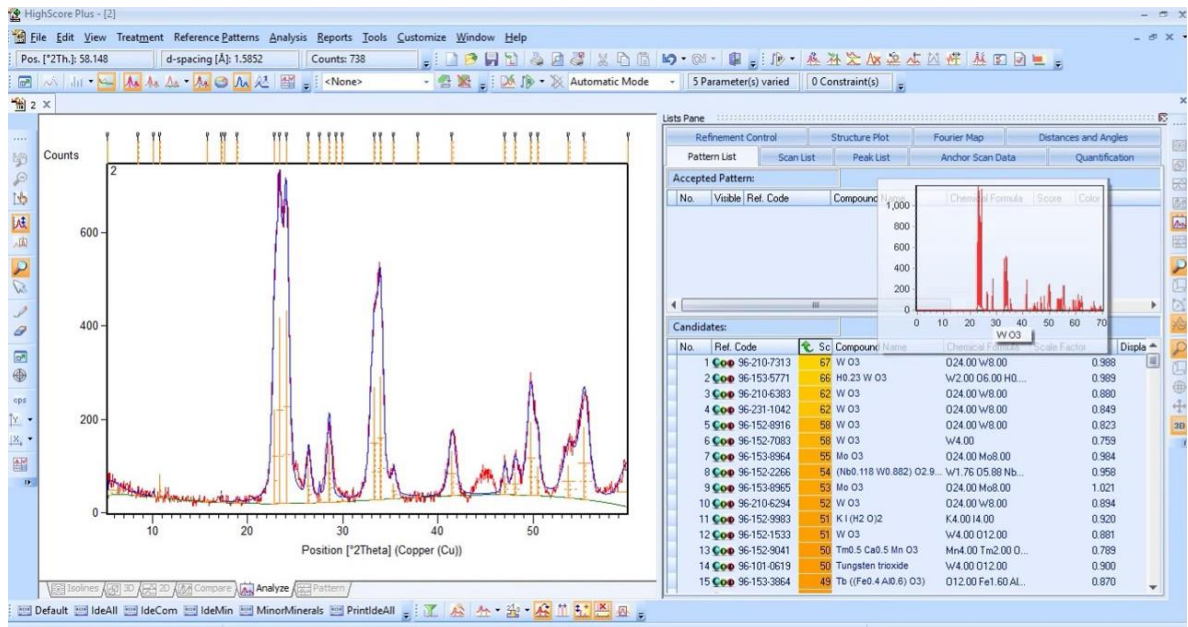


Fig. 27 Ventana principal de X'Pert HighScore Plus.

3.4 METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

La metodología experimental es la base de investigación porque en esta etapa se pueden controlar las variables para delimitar las relaciones entre ellas las cuales provocan un fenómeno para su observación y estudio. Está basado en metodología científica donde se recopilan datos para comparar las distintas mediciones del comportamiento de las muestras.

3.4.1 SÍNTESIS DEL INTERMETÁLICO (NI,CU)₃AL POR METALURGIA DE POLVOS

Debido a que el intermetálico sintetizado por fundición contiene dos fases, que eran de cobre y níquel se procedió a realizar la síntesis de un intermetálico por metalurgia de polvos con la mismas condiciones del que ya se había

dispersado, esta idea surgió también porque ya se ha obtenido intermetálicos como son Ni_3Al [24] y $Ti_3Al-Nb-Mo$ [25]

Cuando se realiza la síntesis de un intermetálico por metalurgia de polvos influyen mucho las condiciones como son velocidad y relación de balines en las que se realiza la molienda en nuestro caso se realizó la síntesis con una relación constante de balines de 10 a 1 para determinar la velocidad adecuada a la cual se tiene que sintetizar el intermetálico se procedió a realizar una variación de la velocidad de 400, 450 y 500. Sacando muestra cada 8, 16 o 20 horas según la velocidad. El procedimiento para realizar la síntesis de intermetálico por metalurgia de polvos se puede dividir en 4 pasos.

- **Limpieza de viales y balines**

Para evitar algún contaminante de las moliendas anteriores es necesario limpiar los viales **Figura 28**. La limpieza de los viales se realiza agregando alcohol junto con los balines y posteriormente colocarlos en el molino para que mediante la agitación de los balines se desprenda de las paredes cualquier contaminante durante 15 min después se sacan y se limpian con alcohol y una franela.



Fig. 28 Balines antes y después de su limpieza.

- **Pesado de polvos**

Debido a la poca cantidad que se tiene que colocar en los viales se utiliza una báscula electrónica Ohaus scout pro con un rango de precisión de $\pm 0.01\text{g}$ **Figura 29** cuidando que la báscula este limpia y en cero (tarada). Los porcentajes que se utilizaron se observan en la **tabla 2**.



Fig. 29 Balanza Ohaus scout pro.

Elemento	Concentración (At%)	Peso (g)
Aluminio	25	0.52g
Cobre	25	1.22g
Níquel	50	2.26g

Tabla 5 Concentración de los elementos para la síntesis del intermetálico.

- **Sellado en atmosfera controlada**

En el presente trabajo se utilizó nitrógeno como atmósfera de control. Cuando ya se tienen limpios los viales se colocan los polvos dentro de lo mismo para posteriormente colocarlos en la cámara de vacío **figura 30** a la cual se le extrae el oxígeno y se agrega en nitrógeno una vez que la atmósfera es de nitrógeno se procede a cerrar los viales con lo que se tiene asegurada un aleado mecánico entre los elementos.



Fig. 30 Cámara de vacío.

- **Molienda**

La molienda del polvo se llevó a cabo en un molino planetario de baja energía marca FRITSCH modelo Pulverisette **figura 31** para realizar la molienda se colocan los viales en el molino para sujetarlos de manera que no se abran y no se aprieten al momento de la molienda se procede a apretar la mordaza una vez que ya está apretada se gira la tapa del

vial de modo que no quede muy presionado después se suelta un poco la presión que ejerce la prensa y se coloca el seguro para que el sello ejerza presión sobre la tapa del vial con este proceso el vial no se aprieta y se puede sacar el polvo fácilmente. El tiempo de molienda fue de 32 horas en 400 rpm, para poder observar el comportamiento de los polvos durante la molienda se obtuvo muestra cada en 4, 16, 20, 28, 30 y 32 para 450rpm fue de 30 horas y para 500rpm fue de 12 horas. [26]



Fig. 31 Colocación de viales en el molino.

- **Extracción de polvos**

Una vez que comienza el aleado mecánico el material se vuelve altamente reactivo por lo que es necesario realizar el mismo

procedimiento que se realiza para sellar los polvos del intermetálico, para evitar una reacción exotérmica del material, aunque como bien se sabe en la literatura, aunque se tengan presiones de 10^{-45} el material tiende a oxidarse. se han presentado situaciones donde no se ha podido evitar la oxidación de la mezcla con la sustitución del oxígeno por nitrógeno.



Fig. 32 Oxidación de polvo después de la molienda.

3.4.2 DISPERSIÓN DE PARTÍCULAS INTERMETÁLICAS (Ni,Cu)₃Al Y SINTERIZADO DEL COMPUESTO

El proceso de sinterizado tiene varias etapas las cuales se muestran en la figura 33

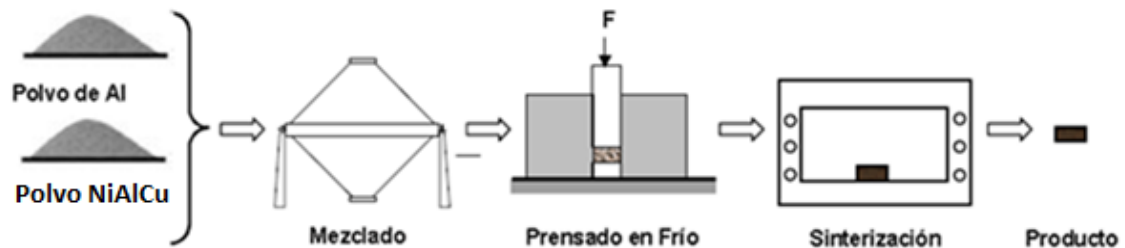


Fig. 33 Proceso de sinterizado.

Las partículas intermetálicas son difíciles de dispersar en una matriz de aluminio debido a la capa pasiva del aluminio [27] que protege al aluminio del oxígeno una vez formada esta misma capa impide que otro material penetre al fondo del aluminio por lo que en estado fundido las partículas no tienen como alearse. Por este motivo se utilizó la metalurgia de polvos en el cual el aluminio y las partículas intermetálicas se dispersan homogéneamente. [28]

Las constantes y variables que se manejaron en el presente proyecto son tipos de partícula, velocidad tiempo y concentración

Constantes

Tiempo: 4hrs

Velocidad: 360rpm

Tabla 6 Concentración de intermetálico en la matriz de Aluminio.

Variables	Al-NiAlCu por fundición	Al-NiAlCu por metalurgia de polvos
Concentración % p/p	3 5 8 10	3 5 8 10

Para realizar el mezclado del aluminio en polvo y el intermetálico se utilizó un molino planetario de baja energía marca FRITSCH modelo Pulverisette 7 **figura 34**, para realizar el mezclado los polvos se colocaron en viales de acero inoxidable, la relación de los balines fue de **10 a 1** se realizó el mismo procedimiento que se utilizó para la síntesis del intermetálico para colocar los polvos en los viales.



Fig. 34 Molino de baja energía FRITSCH modelo Pulverisette 7.

Una vez que se obtienen los polvos tienen los polvos se procede a tamizarlos para eliminar aglomerados figura 35 En la figura se observan los aglomerados que se producen debido a que aluminio es muy dúctil y en lugar de fracturarse se aglomera.



Fig. 35 Aglomerados después de tamizar los polvos.

3.4.3 DISEÑO DE DADOS Y PUNZONES

Para el diseño de los dados se utilizó el programa Solid Works el cual nos permite dibujar en 3D las piezas de compactación y análisis de esfuerzo estáticos, se diseñaron dos tipos de dados el primero se utilizó para las pruebas de rayos x y microdureza. El segundo para las pruebas de compresión.

Dados punzones y contra punzones

El dado, punzón y el contra punzón tiene que resistir la fuerza de compactación que va a ejercer la prensa el cual es 600 MPa por lo que el material con que se fabricó el dado es acero 4041 el cual tiene un esfuerzo de cedencia de

1034MPa para el primer punzo y contra punzón se utilizó un tornillo de alta resistencia el cual tiene un esfuerzo de cedencia de 900 MPa y un esfuerzo ultimo de 1000 MPa.

Las dimensiones las dimensiones de la probeta para rayos x y microdureza son de 12.57 mm de diámetro por 1.5mm de espesor el cual no debe ser menos del doble de la longitud de la indentación. Para las pruebas de compresión las dimensiones son: diámetro 6.27mm y 13 mm de altura figura 36.

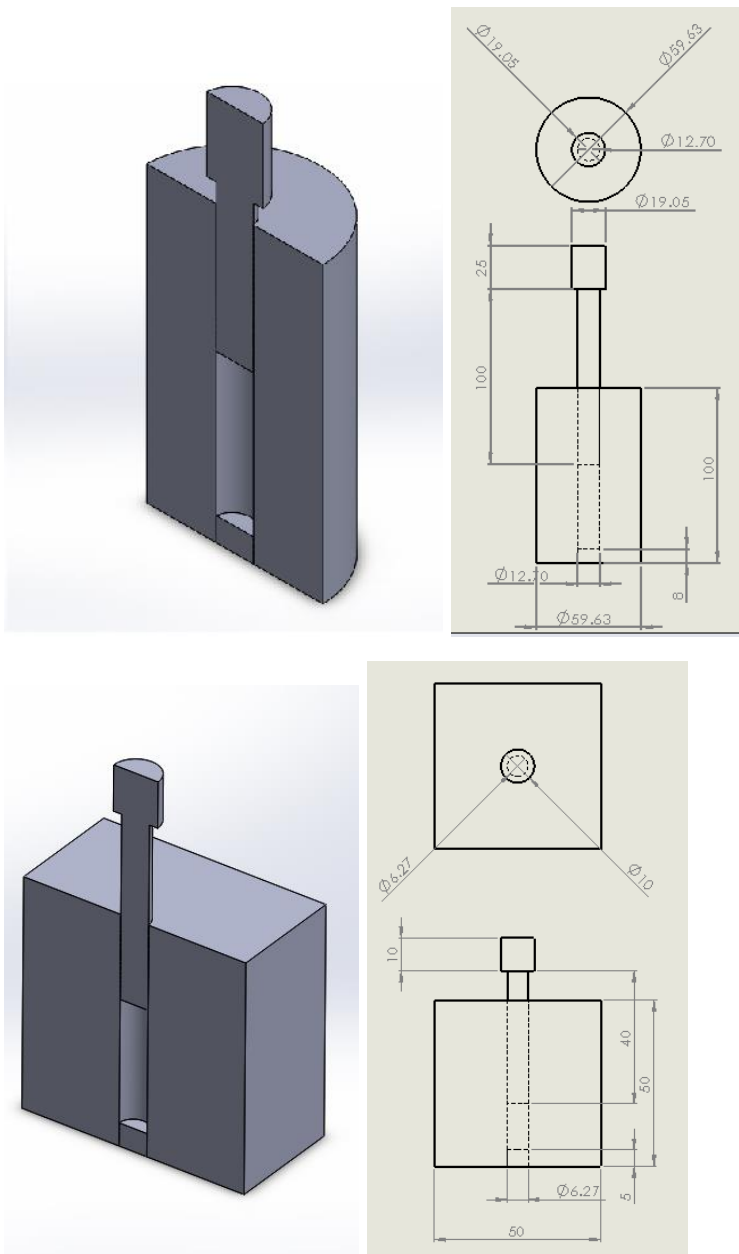


Fig. 36 Corte transversal y medidas (mm) del diseño de dados para compactación.

3.4.4 COMPACTACIÓN EN FRIO

La compactación es uno de los pasos esenciales en metalurgia de polvos donde se utiliza una prensa hidráulica uniaxial **figura 37** la cual puede alcanzar presiones de 1000MPa, cuando se realiza una compactación es necesario tener un enlace entre partículas el cual se produce principalmente en áreas donde las películas de óxido se han fracturado durante la compactación, por lo que es necesario utilizar presiones superiores a las fracturas en este proceso, por lo tanto, las presiones utilizadas para los polvos de aluminio deben ser superiores a 206 MPa [16] [29]. El resultado de esta compactación es una pieza en verde o compactado crudo.

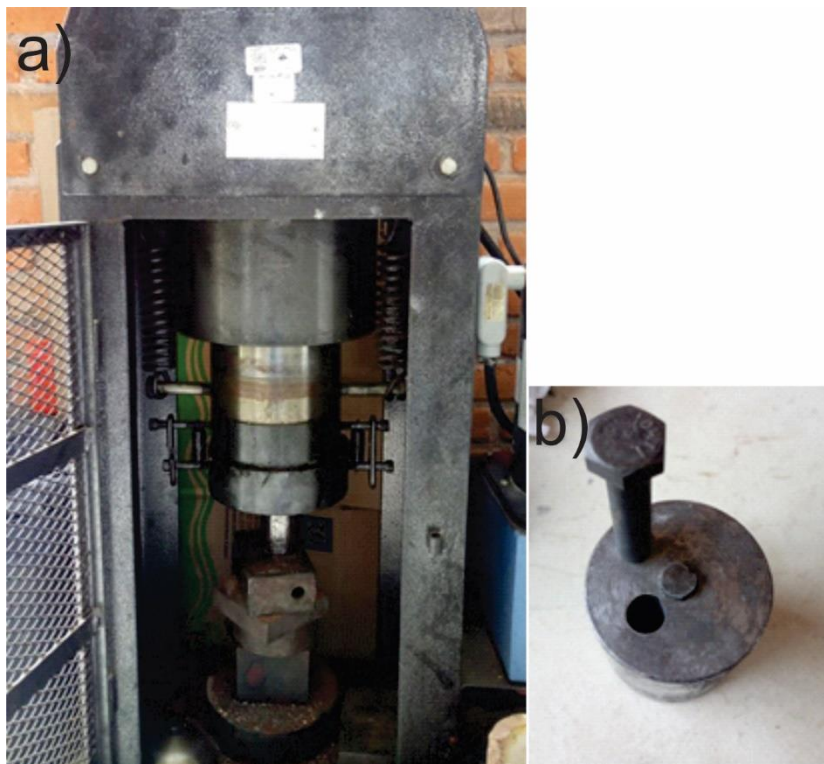
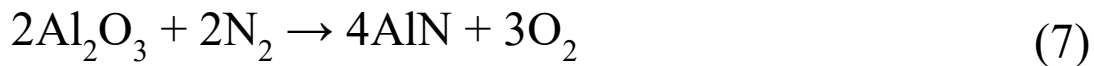


Fig. 37 a) Prensa hidráulica b) dado y punzón.

3.4.5 SINTERIZADO EN ATMOSFERA CONTROLADA

La sinterización se realizó en atmósfera controlada con gas nitrógeno para evitar la oxidación del aluminio, la reducción de Al_2O_3 facilita los procesos de difusión durante la sinterización, ya que permite que se produzcan procesos de difusión al disminuir la capa de óxido de Al_2O_3 en la superficie de las partículas este fenómeno se expresa en la siguiente ecuación.



Para tener una atmosfera controlada construyó un horno con un flujo de gas constante de nitrógeno **figura 38**. El tiempo de sinterización empleado fue de 2 horas a una temperatura de $500^\circ C$ que es el 75% de la temperatura de fusión [30], con un aumento de la temperatura de $10^\circ C$ por minuto con escalas en 150 y $250^\circ C$ **Figura39**, este pequeño paso de incremento de temperatura es para evitar que el material sufriera un choque térmico lo que ocasiona la dilatación de las partículas antes de que comenzara el proceso de sinterización.



Fig. 38 Horno con atmosfera controlada.

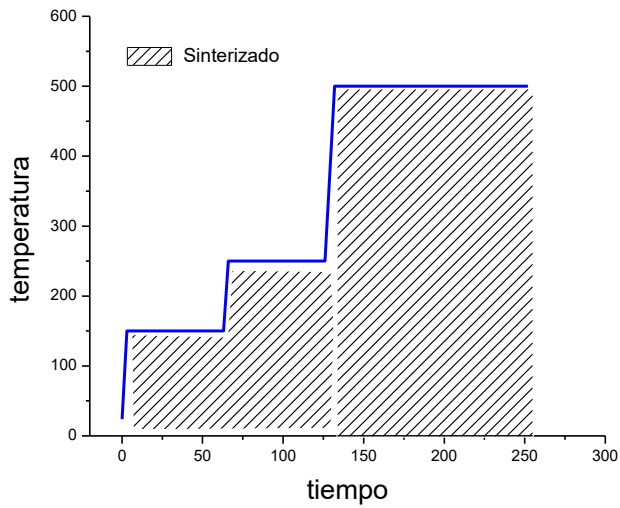


Fig. 39 Grafica de aumento en la temperatura de sinterizado.

CAPÍTULO 4

4 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1 SÍNTESIS DEL INTERMETÁLICO $(\text{Ni,Cu})_3$ AL POR METALURGIA DE POLVOS

Como parte del objetivo de este trabajo, en el presente apartado se procede a estudiar y discutir el comportamiento del intermetálico Ni_3Al posterior a la adición de cobre mediante la técnica de Aleado Mecánico.

4.1.1 DIFRACCIÓN DE RAYOS X

Las muestras finales del intermetálico Ni-Al-Cu obtenidas mediante la técnica de aleado mecánico a partir de una mezcla de polvos con concentraciones de 50%Ni, 25%Al y 25%Cu (peso%) deberán de corresponder estequiométricamente con esta composición después de que los polvos hayan sido homogenizados tras concluir el proceso de molienda. Debido a lo anterior la composición de fases de los polvos finales corresponderán con aquella mostrada en el diagrama de fases ternario del Ni-Al-Cu (**Figura 40**) en la cual se observa la presencia de la fase intermetálica Ni_3Al con la adición de cobre como átomos sustitucionales de níquel. De manera semejante el patrón de Difracción de Rayos-X con los picos principales del intermetálico Ni_3Al se muestran en la **figura 41** en donde el pico principal se encuentra en el ángulo de difracción de 43.855° seguido en intensidad por aquellos encontrados en 52.09° y 75.1° respectivamente [31]

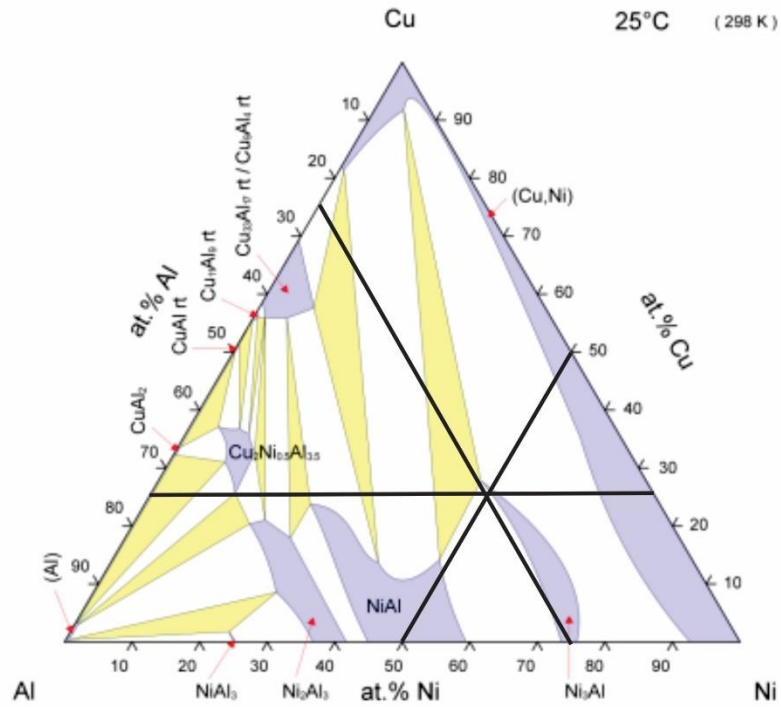


Fig. 40 Diagrama de fase de los materiales Ni-Al-Cu. [32]

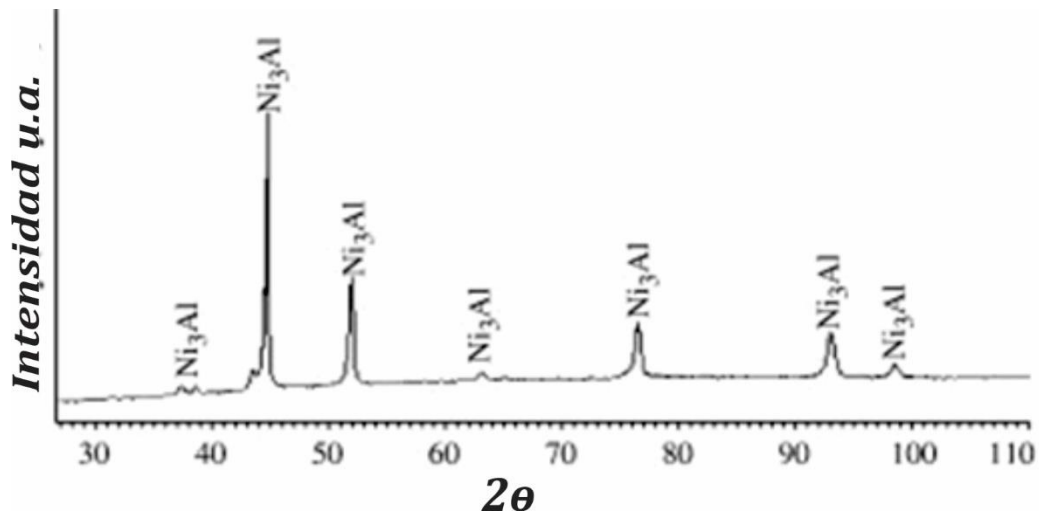


Fig. 41 Difracción de rayos x del intermetálico Ni₃Al. [33]

El presente estudio fue diseñado para determinar el efecto de la velocidad de molienda en los polvos iniciales por lo cual, se presentan a continuación los resultados del análisis de Rayos-X de las muestras obtenidas a distintas revoluciones en donde se puede observar diferentes fenómenos durante el proceso de Aleado Mecánico. Los patrones de Difracción de Rayos-X de las muestras obtenidas a 400rpm se observan en la **Figura 42**, en el cual podemos ver la disminución de los picos principales de níquel y de cobre en 32 horas, esto se debió al cambio de fase que se está produciendo por el proceso de Aleado Mecánico, sin embargo no llegan a desaparecer los picos completamente, lo cual nos indica que el sistema necesita más energía (mayores revoluciones) para que se logre realizar el cambio de fase. Cabe destacar que se puede observar el ensanchamiento de los picos de difracción como producto del refinamiento de los polvos conforme transcurso el proceso de molienda, así como también por el refinamiento del tamaño de cristalita.

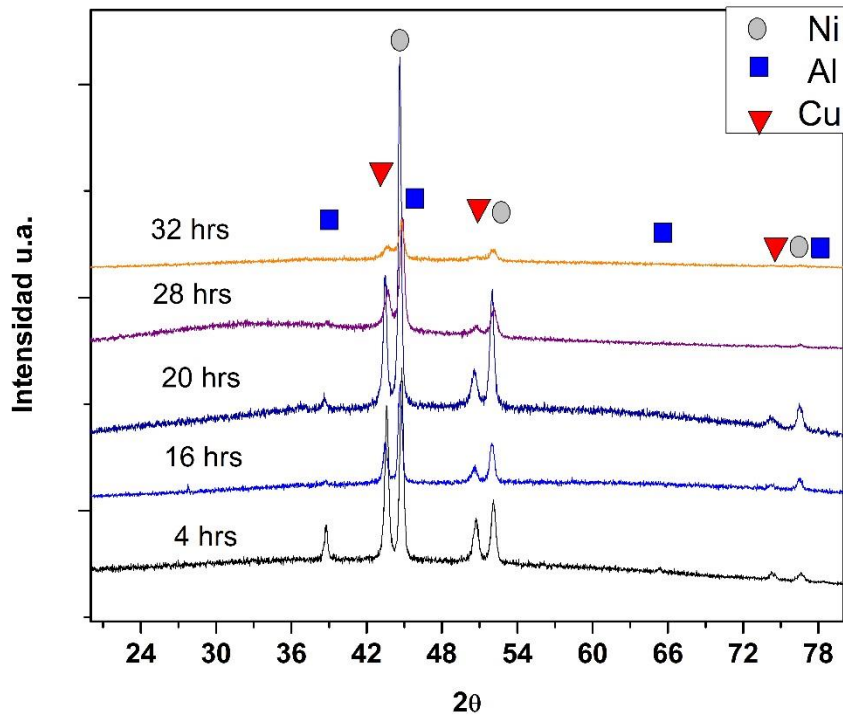


Fig. 42 X-Ray Ni-Al-Cu 400rpm.

Por su parte, en la **Figura 43** se muestran los patrones de Difracción de Rayos-X correspondientes a las muestras obtenidas a 450 rpm. En este caso se puede observar que al incrementar la energía del sistema durante el proceso del Aleado Mecánico (mayor número de choque entre balines por minuto) se logra producir un cambio de fase en el material después de 24 horas, apreciándose la formación de nuevos picos donde el Níquel está difundiendo en la estructura del Al así mismo los átomos de Cu están sustituyendo los átomos de Ni correspondientes con los del intermetálico $(\text{Ni,Cu})_3\text{Al}$. Aunado a lo anterior, es apreciable un mayor refinamiento de los polvos que el de las muestras a 400rpm, ya que se presenta un mayor ensanchamiento de los

picos en los patrones de Difracción de Rayos-X obtenidos por la deformación de los materiales en el aleado mecánico. [34] [35]

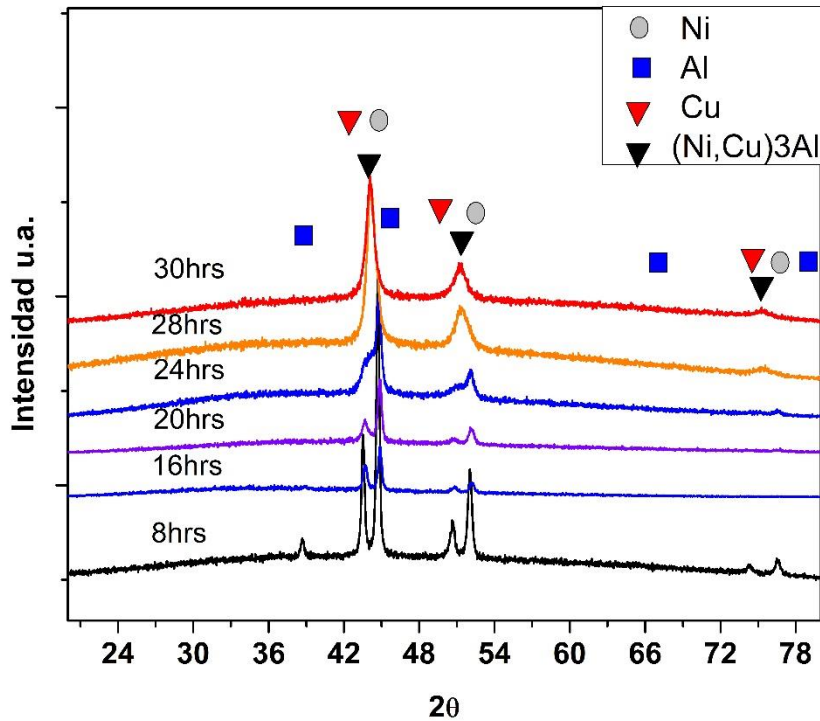


Fig. 43 X-Ray Ni-Al-Cu 450rpm.

Por último, se presentan los patrones de difracción de rayos x de las muestras a 500 rpm en la **Figura 44**, en el cual se observa que el tiempo necesario para la formación del intermetálico Ni₃Al disminuyo debido al incremento de energía en el sistema por el incremento de revoluciones. A esta velocidad solo se necesitan 8 horas para que desaparezcan los picos de los polvos iniciales y se presente el cambio de fase. De igual manera se observa que para estas muestras, se puede observar una reducción del ancho de los picos principales

por lo tanto el tamaño de cristalita se redujo aún más que en las muestras a 400 y 450 rpm, por lo que se puede concluir que la energía suministrada no es tan alta como para provocar una recristalización considerable de los polvos, de tal manera que la amortización de la muestra predomina durante el proceso de molienda.

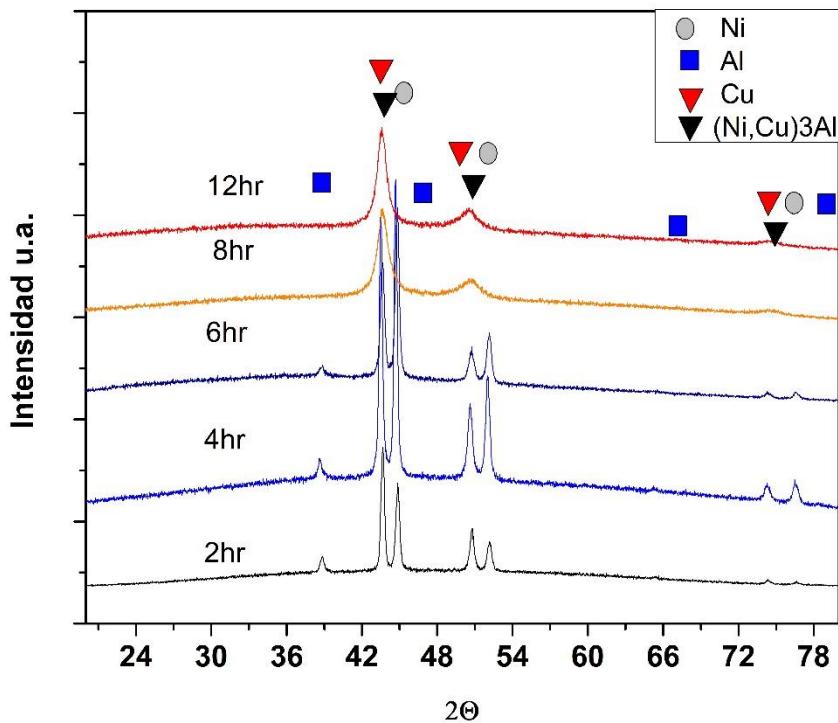


Fig. 44 X-Ray Ni-Al-Cu 500rpm

De acuerdo con la literatura el pico principal del Ni₃Al es de 43.855 [30], los resultados que obtuvimos fueron de 43.58 lo cual probablemente se deba a la deformación de la red cristalina y por tanto la disminución del parámetro de red. [36]

4.1.2 TRATAMIENTO TÉRMICO

Una de las características importante del cambio de fase en los compuestos hechos por metalurgia de polvos es que se encuentra amorfo como resultado de las deformaciones inherentes al proceso de molienda. [37] Debido a esto se procedió a realizar un tratamiento térmico a 500°C durante 4 horas para poder determinar inequívocamente la formación del intermetálico sin que el fenómeno de amortización interfiera. En la **figura 45** podemos observar que en el patrón de difracción de rayos X aparecen picos nuevos después del tratamiento, así como también el angostamiento de los picos observados. Lo anterior se debe a la recrystalización del material como se observa en la **Figura 46**.

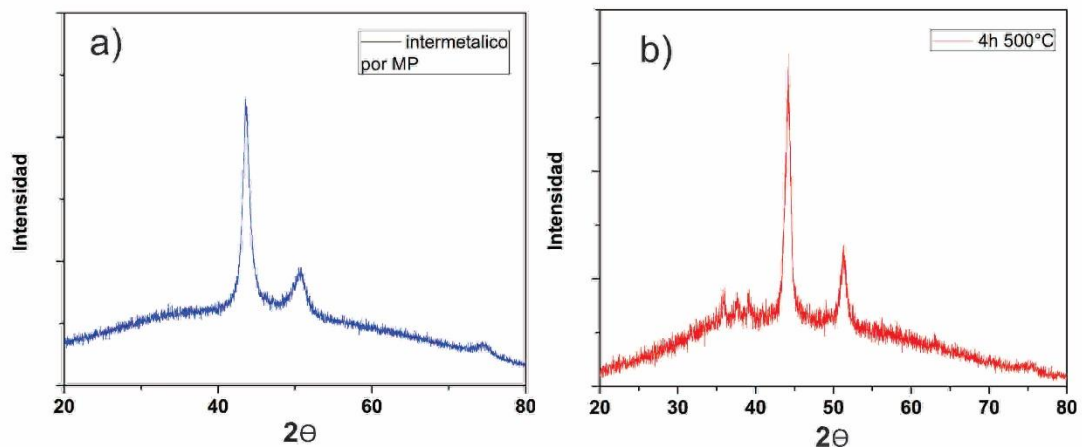


Fig. 45 a) Intermetálico des pues de la molienda b) Intermetálico con tratamiento térmico.

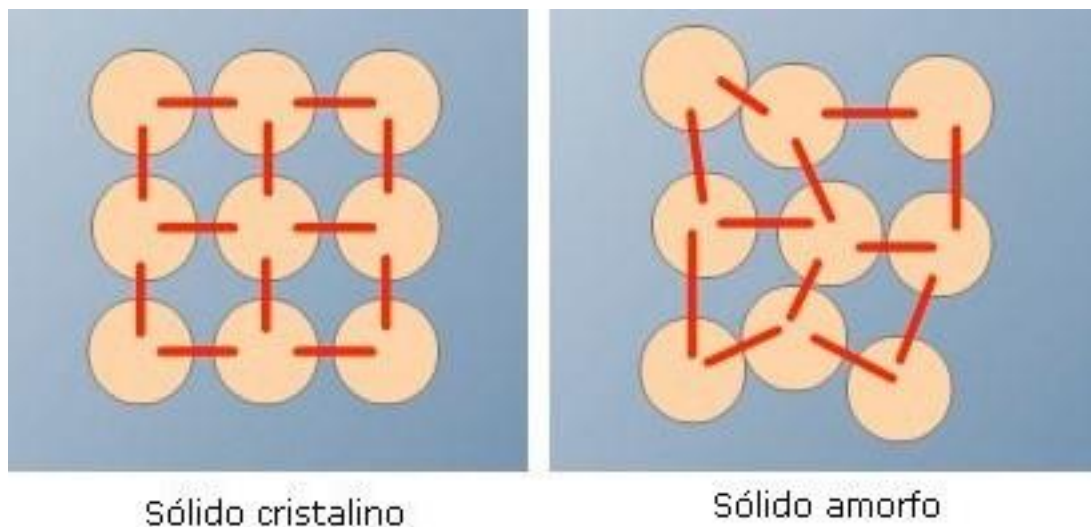


Fig. 46 Estructura cristalina y estructura amorfa.

4.1.3 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO

La caracterización por microscopía electrónica de barrido es importante para tener una mayor comprensión del efecto de la molienda mecánica y el aleado mecánico en los polvos, así como para determinar los fenómenos predominantes durante el proceso para la síntesis exitosa del material. Como ya se había descrito con anterioridad al realizar la molienda a 400 revoluciones el intermetálico no se logra formar, de tal manera que en la **Figura 47** podemos observar que el polvo solo se refina después de 30 horas, pero no se observa un cambio en contraste de las partículas, lo que nos indica que todavía no hay un cambio de los polvos iniciales a la fase intermetálica. Lo anterior se ve corroborado al realizar un mapeo en donde podemos observar (**Figura 48**) que debido al tamaño de la partículas y ductilidad del aluminio este el que más tarda en refinarse y a su vez, se encuentran los polvos correspondientes al níquel y cobre incrustados en la partícula de Al, lo cual nos indica que en este caso el fenómeno predominante durante el proceso de molienda es el de

soldadura en frío, y en donde la energía del sistema no es suficiente para que exista una adecuada difusión atómica.

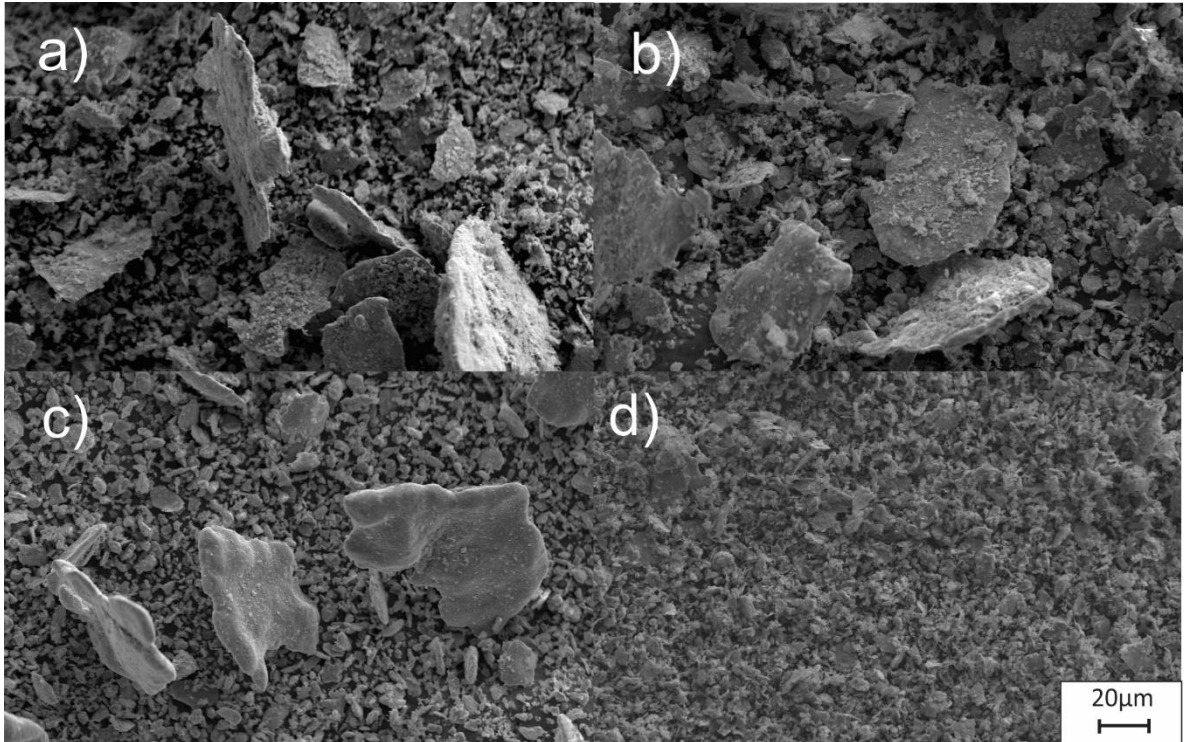


Fig. 47 SEM 400 rpm a) 8hrs b) 16hrs c) 20hrs d) 32hrs de molienda.

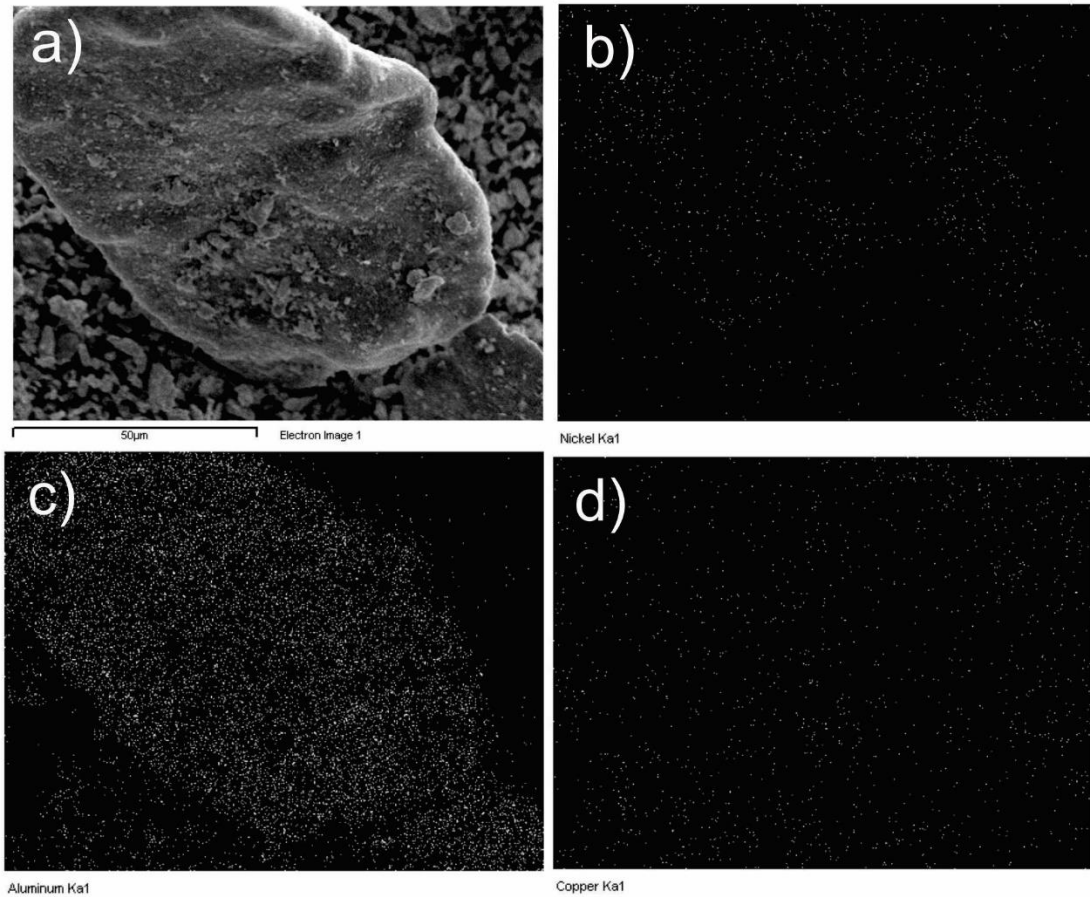


Fig. 48 SEM-EDS NiAlCu 400rpm 20hrs.

Mientras tanto, al analizar las imágenes de SEM **Figura 49 a), b), c) y d)** que corresponden a las muestras obtenidas a 450rpm podemos observar en concordancia con los resultados de rayos x la formación de partículas intermetálicas con forma irregular después de 24 horas, las cuales cuentan con un tamaño promedio de 10 μ m, Es necesario destacar que en las imágenes se puede observar una mayor homogenización que en la muestra a 400 rpm debido a que en este caso al aumentar la energía del sistema existe un mayor equilibrio de los procesos de soldadura en frío y fractura, así como también

difusión atómica que dio como lugar a la formación de la fase intermetálica $(\text{Ni,Cu})_3\text{Al}$. De manera congruente con lo expresado en el párrafo anterior, se observa en el mapeo químico de las muestras (**Figura 50**) que existe una distribución homogénea de los elementos en las partículas, lo cual nos indica que hubo una correcta homogenización en el proceso de molienda.

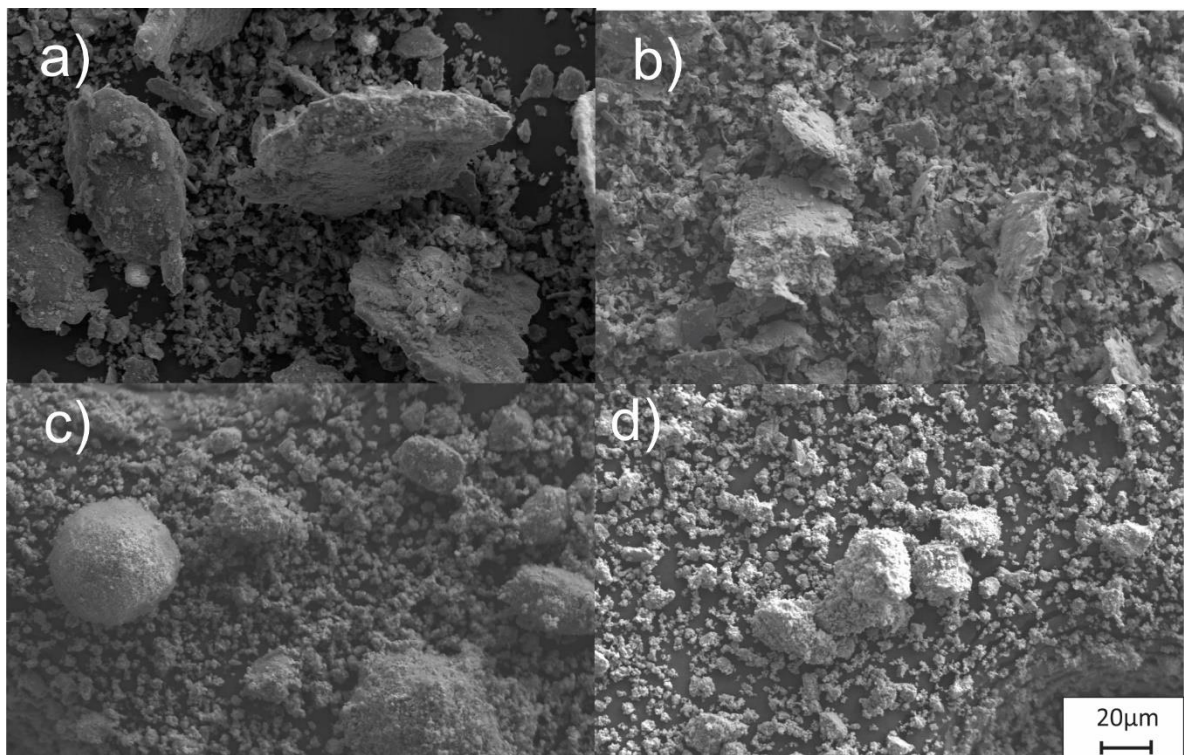


Fig. 49 SEM 450 rpm a) 8hrs b) 16hrs c) 24hrs d) 30hrs.

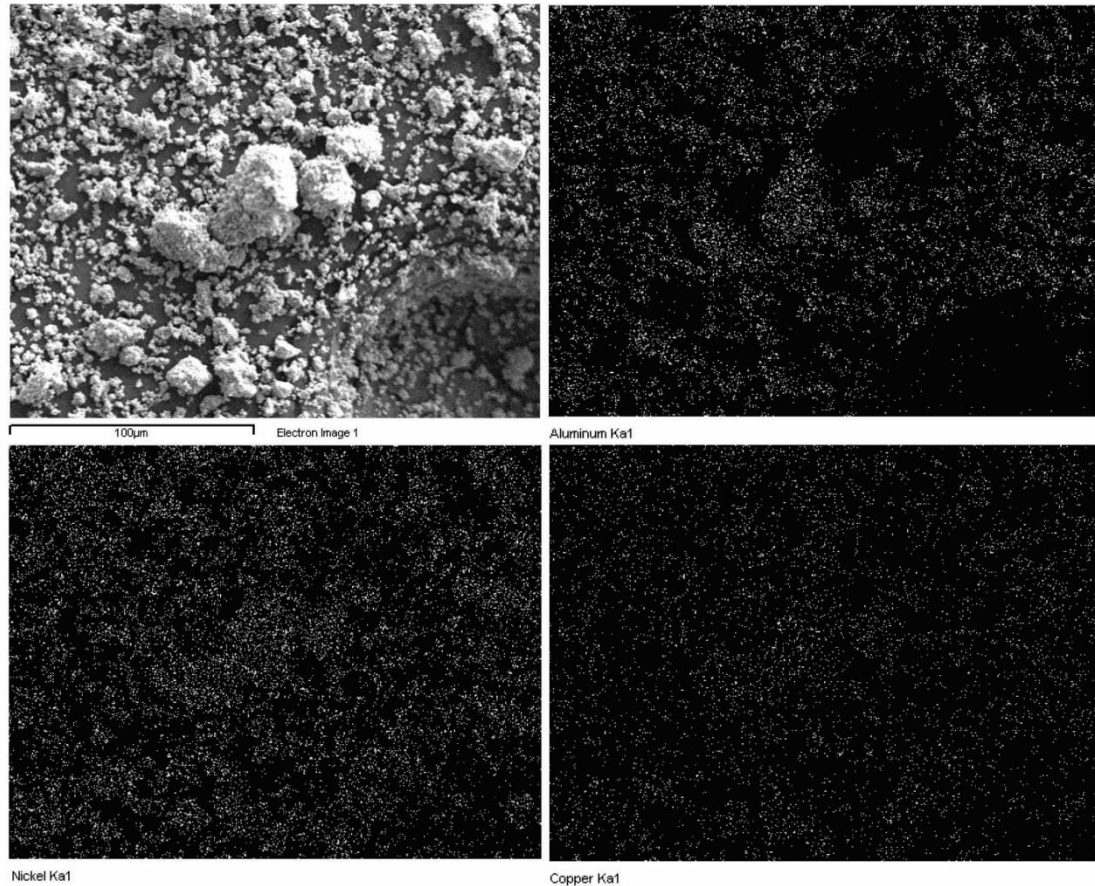


Fig. 50 SEM-EDS NiAlCu 450rpm.

Uno de los hallazgos más interesante del presente trabajo consiste en la reducción considerada del tiempo de síntesis para las muestras a 500 rpm **Figura 51b**, en las cuales se presenta la formación de la fase intermetálica Ni₃Al a partir de las 8 horas de molienda. En estas muestras se puede observar que la morfología de las partículas es más homogénea que las muestras a 400 y 450 rpm. También después de 4 horas de molienda **Figura 51a** es muy parecida a la **figura 49d**. como se muestra en el mapeo de la **Figura 52** el material es más homogéneo en la distribución de átomos en todas las partículas.

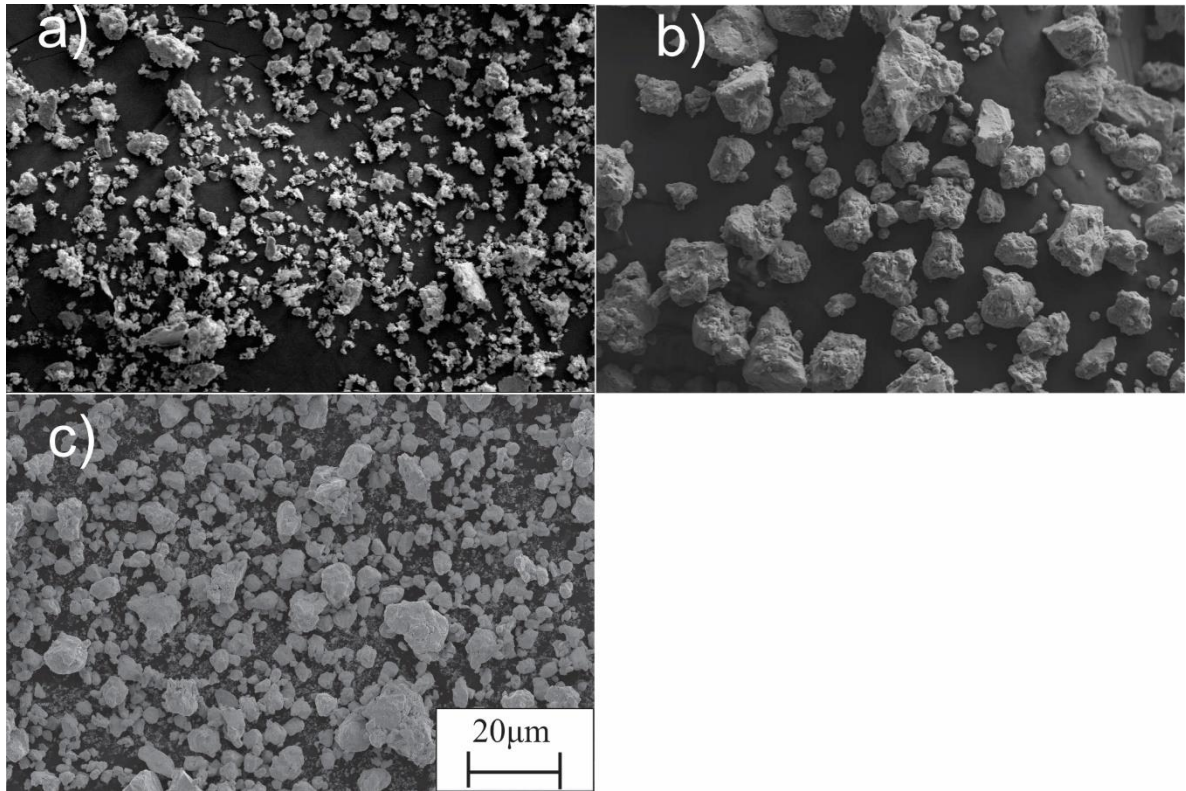


Fig. 51 MEB intermetálico sintetizado a 500 rpm a) 4 hrs b) 8 hrs.c) 12 hrs.

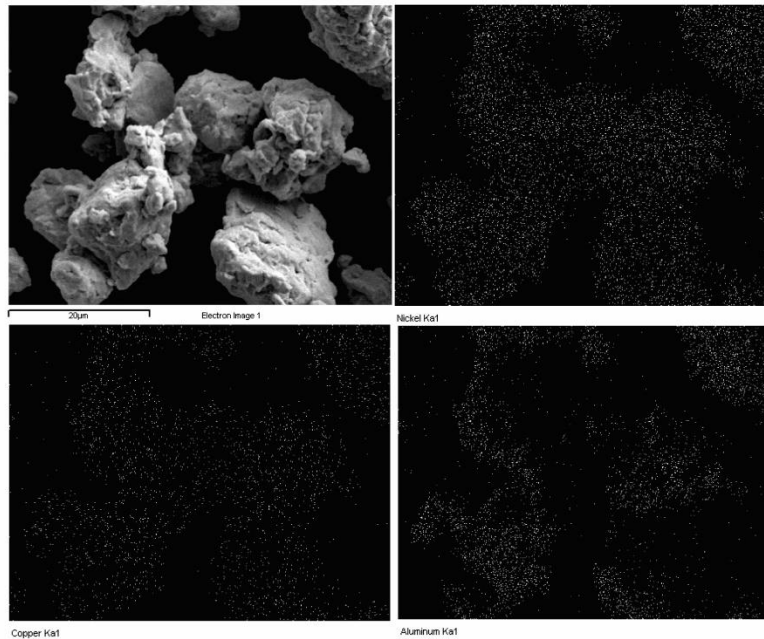


Fig. 52 Mapeo de intermetálico después de 8 hrs de molienda.

4.2 ANÁLISIS DE INTERMETÁLICO SINTETIZADO POR FUNDICIÓN

Para el presente estudio se proporcionó un intermetálico fabricado mediante fundición, con una composición de 50% níquel, 25% cobre y 25% aluminio, el cual fue obtenido en un horno de inducción y posteriormente se molió hasta obtener un tamaño de partícula promedio de 17.4 micras y con una dureza aproximada de 350 HV [38]. Al analizar el intermetálico por difracción de rayos x **Figura 53** Podemos observar que tiene un parámetro de red de 2.059 Å, el cual corresponde aproximadamente con el reportado en la literatura (2.065 Å) [39]. También al hacer una amplificación en el pico principal podemos observar la presencia de fases secundarias que corresponden al cobre y níquel.

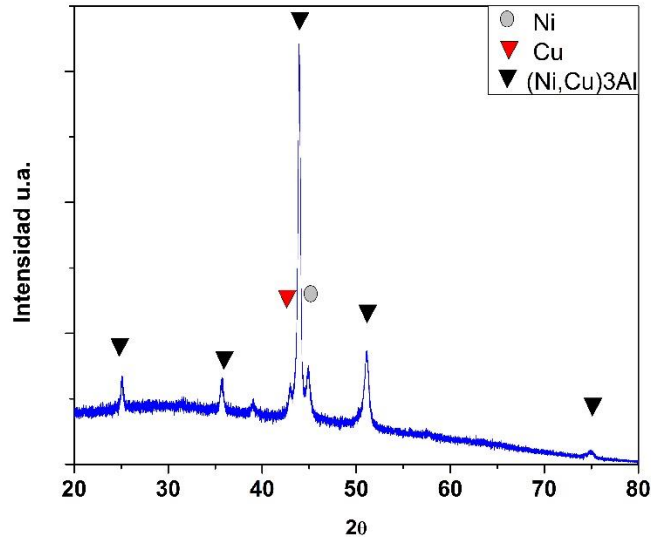


Fig. 53 Difracción de Rayos X de Intermetálico NiAlCu sintetizado por fundición.

El análisis puntual de partículas mediante MEB nos muestra mediante los electrones retrodispersados una imagen en donde se puede observar la presencia de zonas con mayor concentración de níquel al interior de la partícula y una concentración mayor de cobre al exterior **Figura 54**, por lo que las partículas provenientes del proceso de fundición cuentan con una menor homogenización que aquellas obtenidas mediante aleado mecánico.

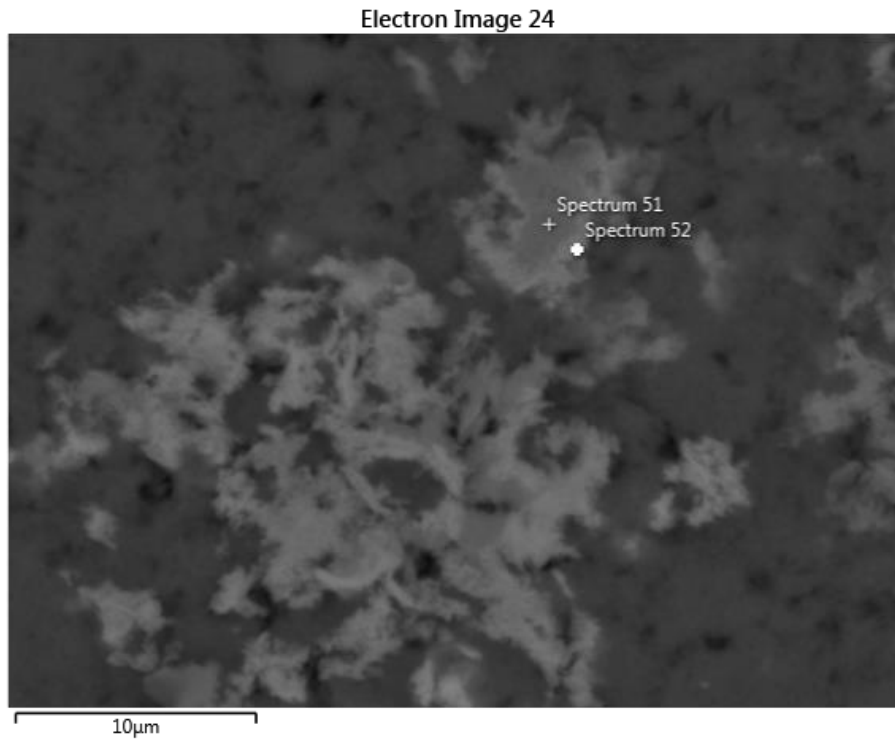


Fig. 54 Aluminio con partículas intermetálicas hechas por fundición.

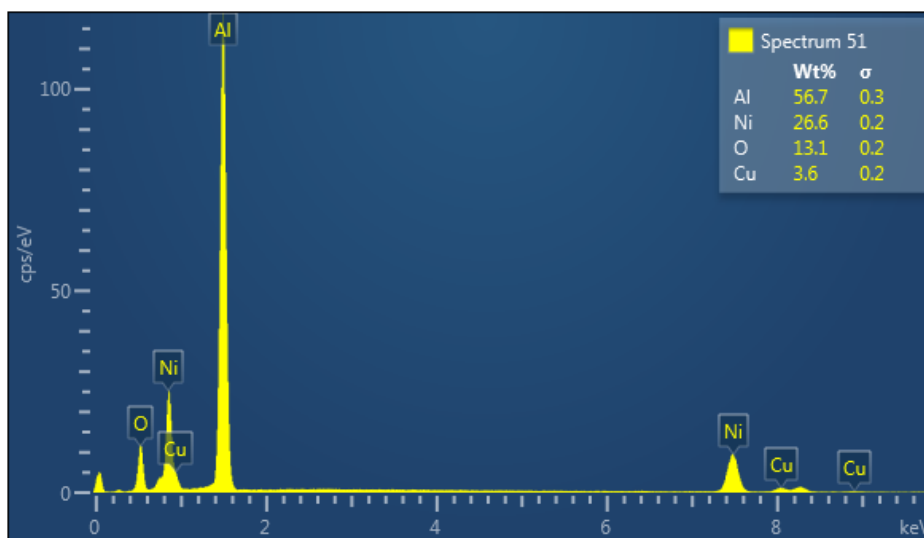


Fig. 55 Análisis puntual del interior de la partícula.

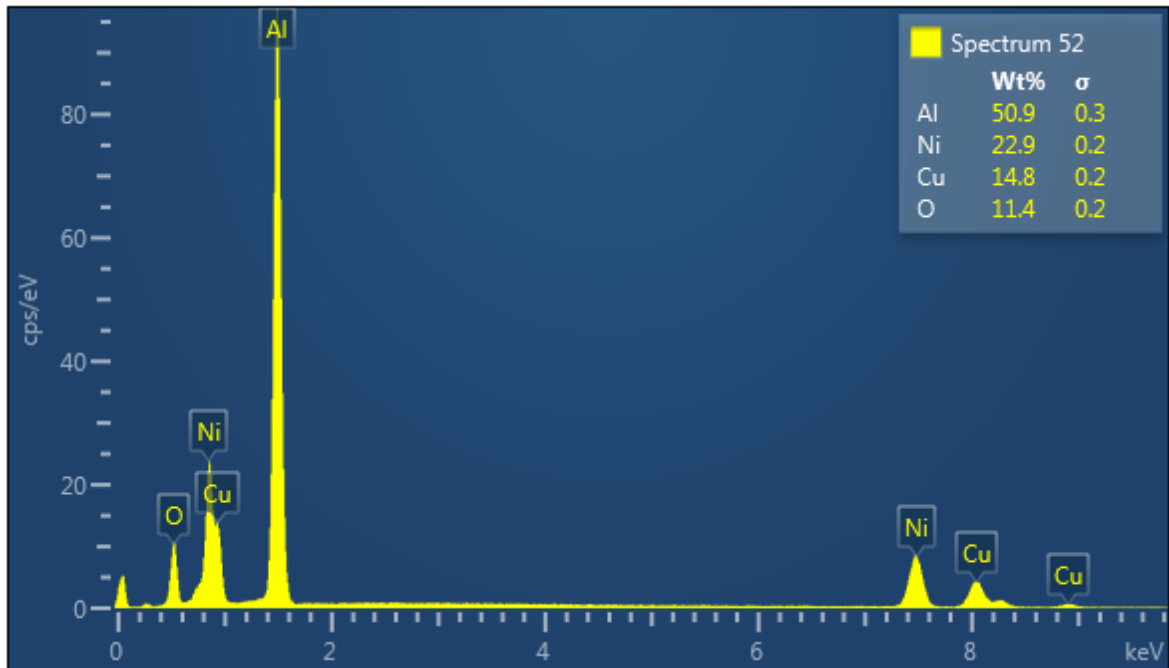


Fig. 56 Análisis puntual del exterior de la partícula.

En el mapeo Figura 57 se puede observar una concentración de mayor de níquel en el interior de la partícula lo cual modifica las propiedades de las partículas y del compuesto una vez dispersas en la matriz.

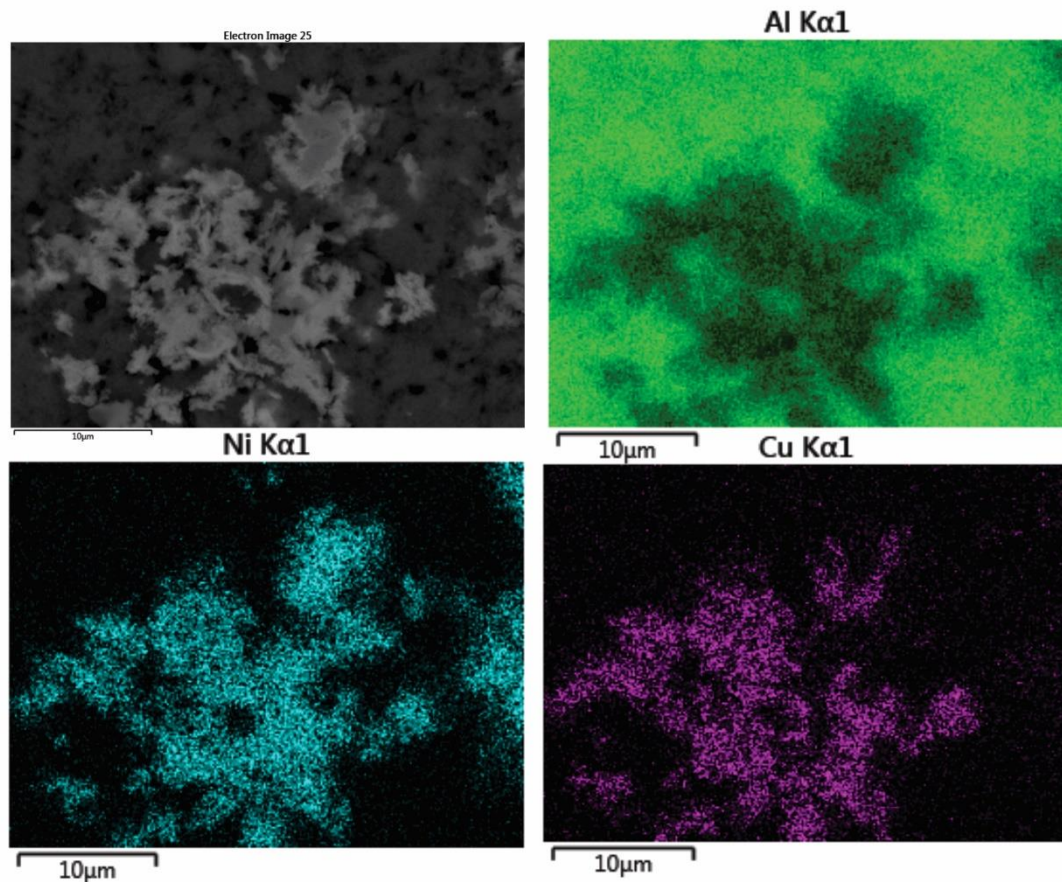


Fig. 57 Mapeo de partículas dispersas en Aluminio.

4.3 RESULTADOS DE DISPERSIÓN

Los resultados obtenidos de la dispersión de las partículas intermetálicas en la matriz de aluminio en ambos casos (partículas intermetálicas obtenidas por aleado mecánico tanto como por fundición) demostraron que se logró obtener una adecuada dispersión mediante la técnica de aleado mecánico. Se puede observar que las partículas intermetálicas se encuentran embebidas de manera uniforme en la matriz (**Figura 58**). La metalografía realizada mediante un microscopio óptico metalográfico reveló que las partículas intermetálicas se

encuentran dispersas en la matriz de aluminio por lo que podemos decir que la técnica de metalurgia de polvos es capaz de dispersar partículas intermetálicas de manera uniforme y sin la presencia notable de aglomerados. Posteriormente para comprobar que las partículas observadas en la metalografía son efectivamente partículas intermetálicas, se procedió a realizar un análisis de difracción de rayos x y un análisis elemental mediante microscopía electrónica de barrido.



Fig. 58 Imagen hecha por microscopio óptico de aluminio con 5% de intermetálico.

4.3.1 ANÁLISIS DE RAYOS X EN DISPERSIÓN

Para ambas muestras, los patrones de difracción de rayos X de las muestras correspondientes a los polvos iniciales de Al y las mezclas molidas durante 4 horas en la **figura 59a y 60a** se muestran la presencia de la matriz de aluminio y también reflexiones de menor intensidad correspondientes a la fase intermetálicas, se debe destacar que en los difractograma no se aprecia algún

cambio notable en el ángulo difractado, lo que indica que no hay variación en el tamaño de la red cristalina de la estructura del aluminio. [11] La fase intermetálica consiste en una solución sólida de Ni₃Al con átomos sustitucionales de cobre, con un pico característico en el ángulo de difracción 43.93° (**figura 59b y 60 b** y un parámetro de red de 3.54 angstroms que es ligeramente más pequeño que el valor reportado. [12] [22] Se incluyó una región aumentada del patrón de difracción con 2θ que varía de 42 ° a 48 ° con el fin de observar el aumento en la intensidad del pico más intenso correspondiente a la fase intermetálica a medida que aumenta el contenido intermetálico. [40] Empleando la ecuación de Scherrer y la ley de Bragg ec. 4.3 la **Tabla 7** presenta el tamaño del cristalito para las muestras de Al puro y las reforzadas con partículas intermetálicas después de 4 horas de molienda. El tamaño de cristalito más pequeño obtenido fue el de la muestra Al-10wt% (Ni, Cu) 3Al, seguido de la muestra Al-8wt%, la pequeña diferencia en el tamaño de cristalita entre estas muestras está relacionada con la incapacidad del proceso de aleado mecánico de refinar la microestructura más allá de cierto punto. La muestra de Al puro después de 4 h. de la molienda muestra el valor más alto del parámetro red y consecuentemente mayores defectos estructurales, lo cual probablemente se debió al predominio del fenómeno de la soldadura en frío en un sistema de aleado mecánico dúctil-dúctil.

$$D_p = K\lambda / (B \cos \theta) \dots \dots \dots (8)$$

Donde

D_p: tamaño de cristalita (nm).

K: constante Scherrer.

λ: longitud de onda (Å).

B: ancho medio del pico (°).

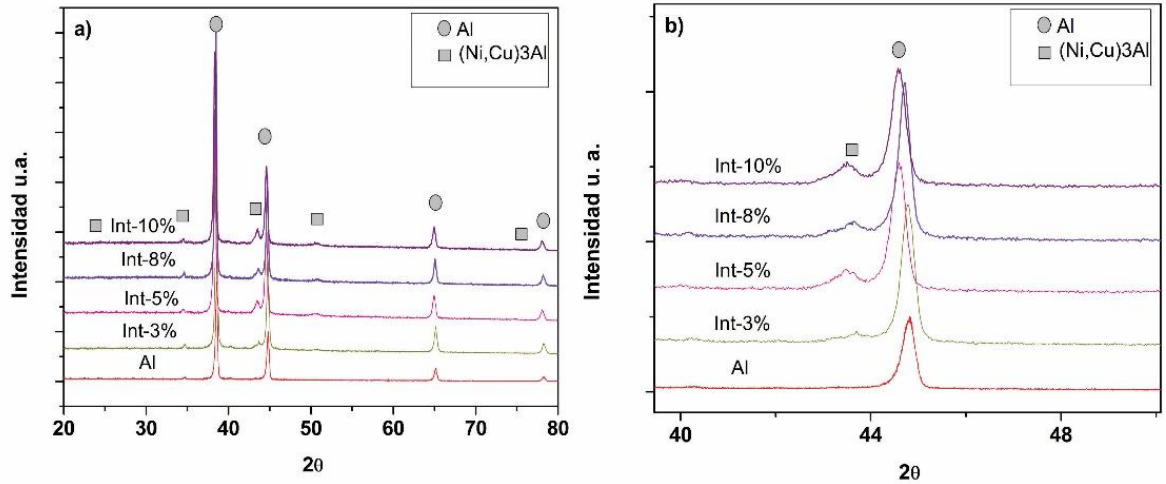


Fig. 59 Aluminio más (intermetálico sintetizado por fundición) a) Rango de 20 a 80° b) rango de 39 a 49.

Al + intermetálico Fundición	Tamaño de cristalita (nm)
Al	77.8
Al-3 wt % (Ni,Cu) ₃ Al	49.9
Al-5 wt % (Ni,Cu) ₃ Al	42.0
Al-8 wt % (Ni,Cu) ₃ Al	35.71
Al-10 wt % (Ni,Cu) ₃ Al	35.04

Tabla 7 Tamaño de cristalita del Al más intermetálico sintetizado por fundición.

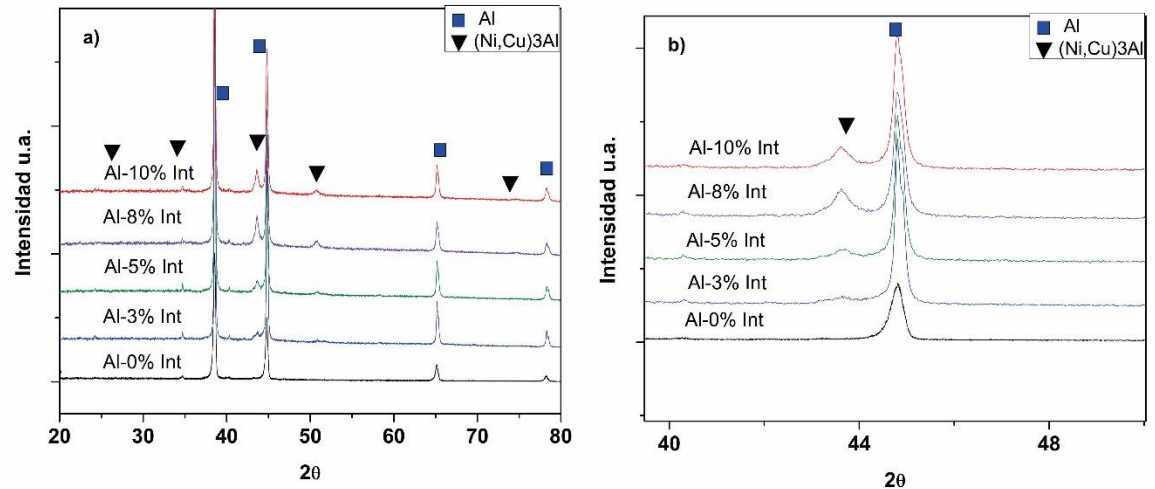


Fig. 60 Aluminio más (intermetálico sintetizado por metalurgia de polvos).

Al + Intermetálico	Tamaño de cristallita (nm)
Metalurgia de polvos	
Al	77.8
Al-3 wt % (Ni,Cu) ₃ Al	68.91
Al-5 wt % (Ni,Cu) ₃ Al	67.04
Al-8 wt % (Ni,Cu) ₃ Al	53.35
Al-10 wt % (Ni,Cu) ₃ Al	54.4

Tabla 8 Tamaño de cristallita del Al más intermetálico sintetizado por metalurgia de polvos.

4.3.2 ANÁLISIS DE POROSIDAD

Aluminio más (intermetálico hecho por fundición)

El análisis de porosidad muestra un aumento exponencial a medida que aumenta la concentración del intermetálico en las muestras, esto está

relacionado con el hecho de que el material compuesto requiere una mayor cantidad de energía de deformación para llenar los agujeros generados por la aglomeración de las partículas intermetálicas, que tiene un esfuerzo de cedencia mayor que aluminio. A partir de las condiciones empleadas, se obtuvo una ecuación que simula el comportamiento de la porosidad con respecto a la concentración **Figura 61**. Agregando una mayor cantidad de partículas intermetálicas las cuales tienen propiedades mecánicas diferentes a las de la matriz, se ve afectado el proceso de compactación y reordenamientos de los polvos por lo tanto, se requiere una cantidad mayor de energía de deformación para reducir la porosidad durante el sinterizado, por lo que en estas muestras aumenta la formación de poros además de esto; el aumento en la concentración de partículas intermetálicas inhibe la difusión atómica de las partículas de aluminio que los rodean, generando así la nucleación de los poros en los sitios circundantes a las partículas intermetálicas. [41] [42]

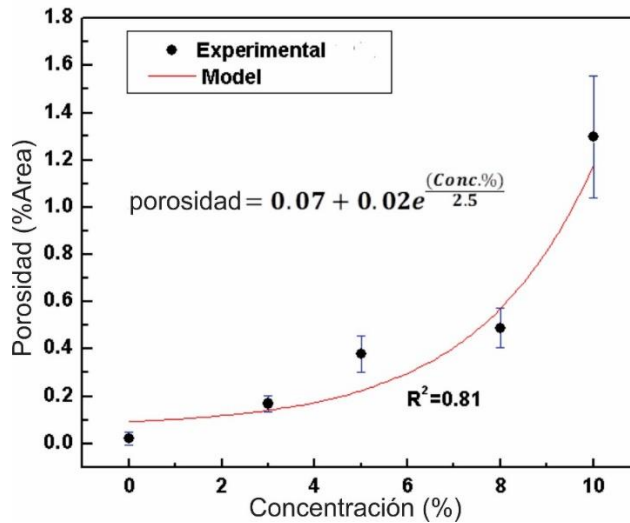


Fig. 61 Porosidad de la matriz de Al con respecto a la concentración de intermetálico hecho por fundición.

Aluminio más (intermetálico sintetizado por metalurgia de polvos)

Para el intermetálico hecho por metalurgia de polvos es casi el mismo comportamiento un aumento exponencial a medida que aumenta la concentración del intermetálico en las muestras, que al igual requiere una mayor cantidad de energía de deformación para eliminar los poros. se obtuvo una ecuación que simula el comportamiento de la porosidad con respecto a la concentración **Figura 62**. el aumento en la concentración de partículas intermetálicas inhibe la difusión atómica de las partículas de aluminio que los rodean, generando así la nucleación de los poros en los sitios circundantes a las partículas intermetálicas. [37,38]

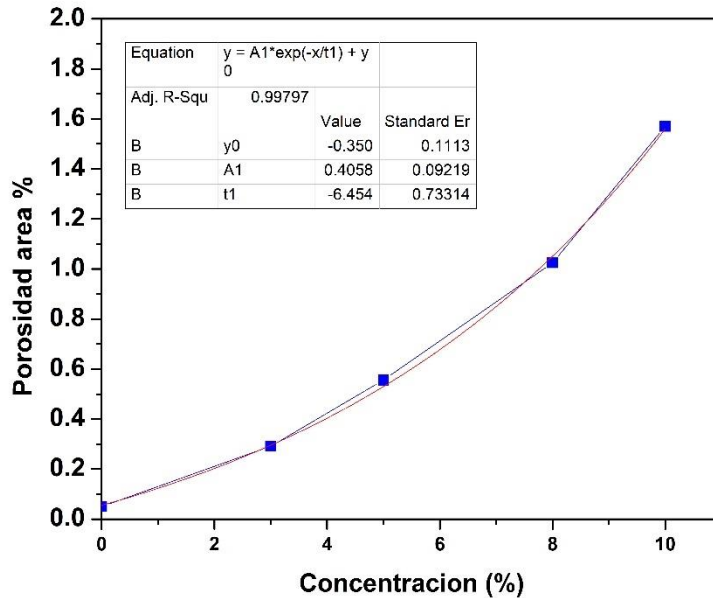


Fig. 62 Porosidad de la matriz de Al con respecto a la concentración de intermetálico hecho por metalurgia de polvos.

4.3.3 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO DEL ALUMINIO CON PARTÍCULAS INTERMETÁLICAS

Aluminio más intermetálico por fundición

La microestructura del material compactado depende de la morfología de las partículas y del proceso de compactación. La mezcla inicial de polvos consiste en una matriz metálica con partículas de Al en hojuela **Figura 63a**, la cual posteriormente es reforzada con polvos intermetálicos (Ni, Cu)₃Al que muestran una morfología irregular **figura 63b**.

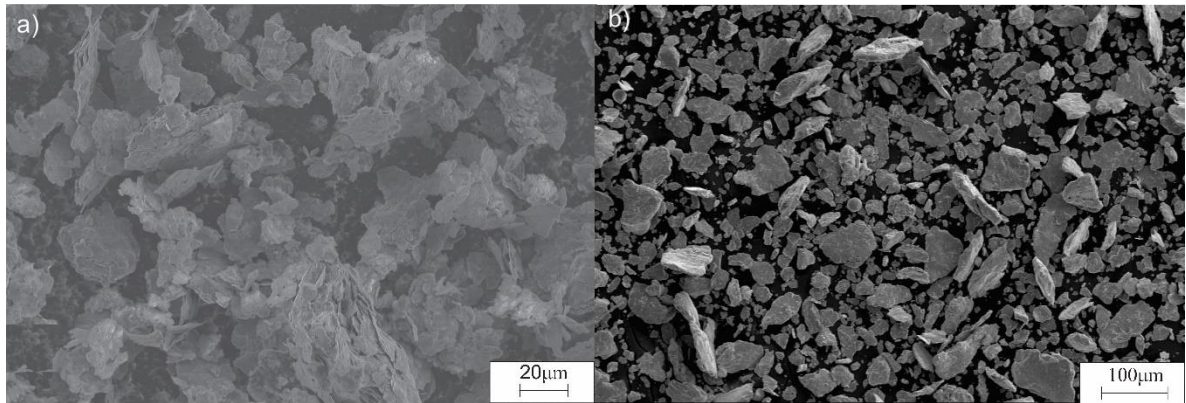


Fig. 63 a) MEB aluminio en polvo b) MEB intermetálico sintetizado por fundición.

Durante el proceso de sinterización, las partículas en contacto se sueldan y el refuerzo se incrusta en la matriz metálica. La **Figura 64** muestra la formación de poros mediante el desprendimiento de las partículas intermetálicas durante el proceso de pulido metalográfico, así como un reordenamiento de las partículas debido a la presión aplicada durante el proceso de compactación.

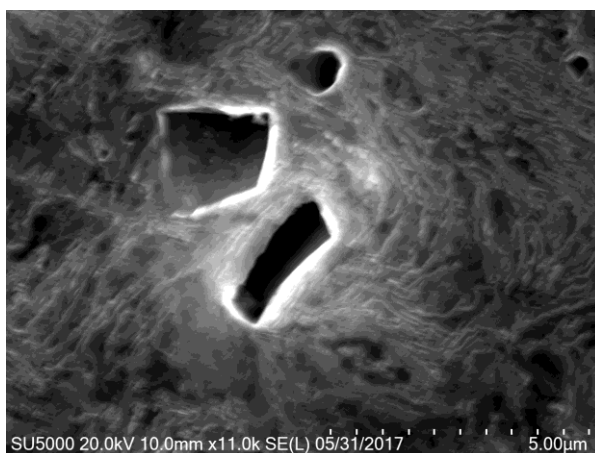


Fig. 64 Matriz de aluminio sinterizada.

Las partículas intermetálicas de $(Ni, Cu)_3Al$ se muestran incrustadas en la matriz de aluminio en la **Figura 65**, un análisis elemental muestra la presencia de Ni, Cu y Al en las partículas intermetálicas, mientras que la matriz solo muestra la presencia de Al, por lo tanto, no hay evidencia que sugiera una reacción entre la fase de refuerzo y la matriz.

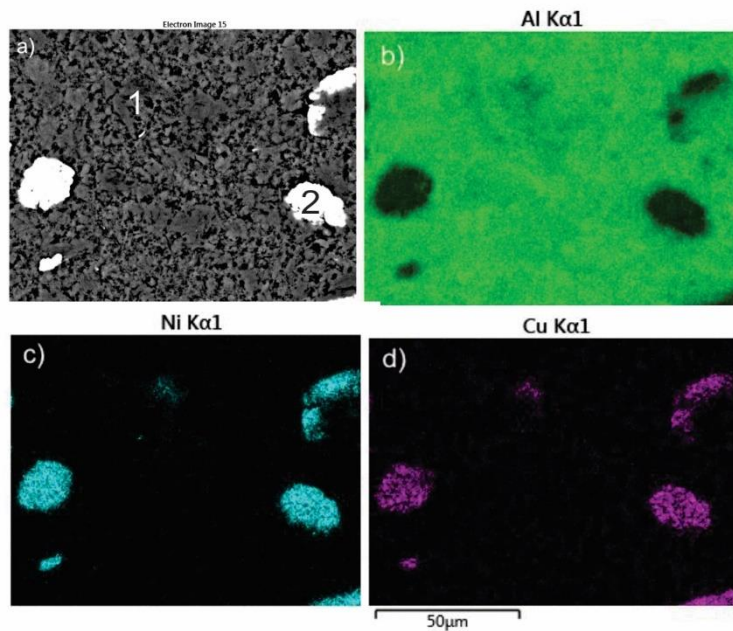


Fig. 65 Mapeo de aluminio más intermetálico 1) Matriz de aluminio 2) Intermetálico $(Ni,Cu)_3Al$

En la **Figura 66** a) y b) se observa que el intermetálico se dispersa homogéneamente en la matriz de aluminio porque en un sistema dúctil / frágil las partículas duras se fracturan e incrustan en la matriz dúctil y por lo tanto se dispersan eficazmente en la matriz [43] esto es para las concentraciones de 3 y 5%, sin embargo en las muestras con 8 y 10% de refuerzo se pudo observar una disminución considerable del tamaño de las partículas intermetálicas, esto se debe a que conforme aumenta la concentración de partículas intermetálicas en la matriz, estas funcionan como pequeños elementos auxiliares de

molienda que colisionan y se rompen, lo que a su vez ayuda a reducir la formación de aglomerados, lo que provoca un mayor refinamiento de los polvos. [44]

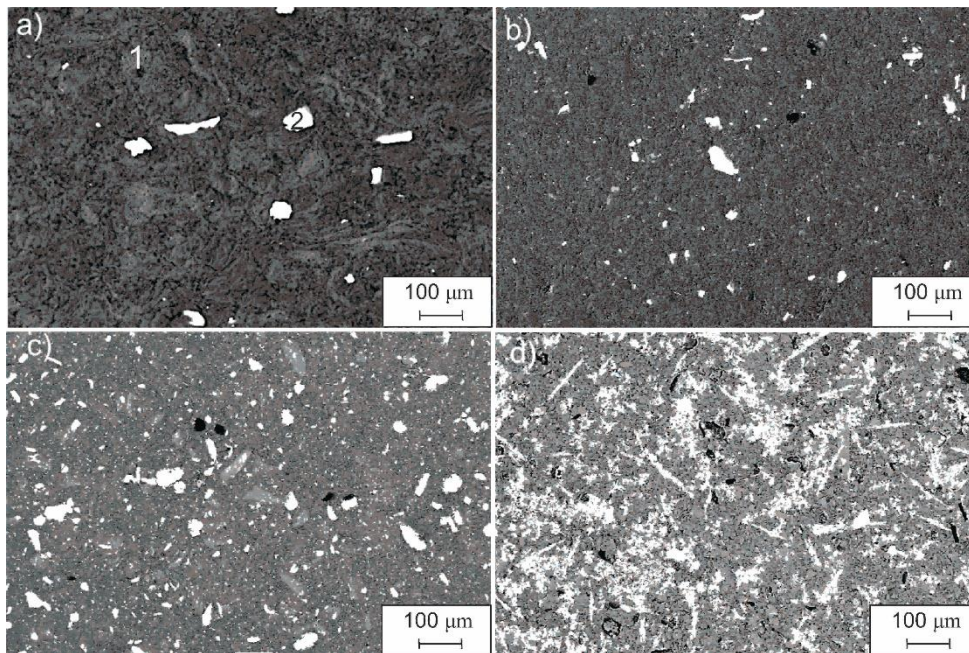


Fig. 66 a) Al-intermetálico 3% b) Al-intermetálico 5% c) Al-intermetálico 8% d) Al-intermetálico 10% 1) Matriz de aluminio 2) Intermetálico $(Ni,Cu)_3Al$.

Aluminio más intermetálico hecho por metalurgia de polvos

La mezcla inicial de polvos consiste en una matriz metálica con partículas de Al en hojuela **Figura 63a**. Posteriormente se refuerza con polvos intermetálicos $(Ni, Cu)_3Al$ que muestran una morfología redondeada **Figura 67**.

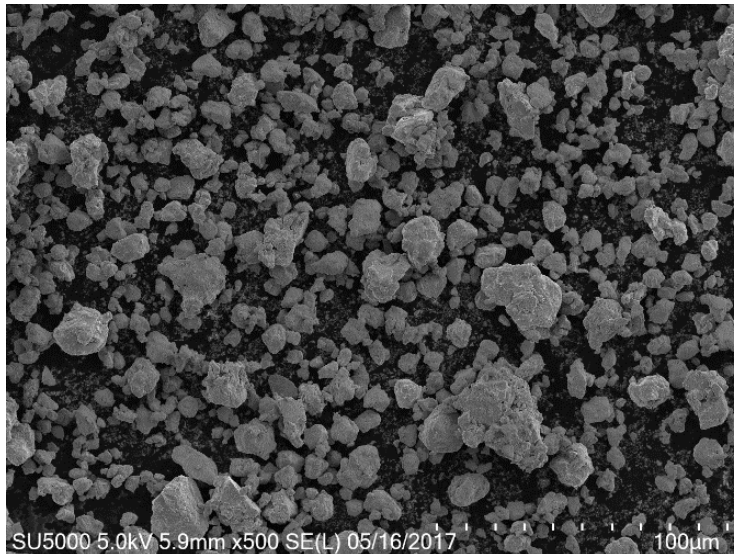


Fig. 67 Intermetálico sintetizado por metalurgia de polvos a 500rpm con tratamiento térmico de 4 horas.

Las partículas hechas por metalurgia de polvos siguen el mismo patrón que las anteriores en el cual las partículas intermetálicas se muestran incrustadas en la matriz de aluminio en la **Figura 68**, un análisis elemental muestra la presencia de Ni, Cu y Al en las partículas intermetálicas, mientras que la matriz solo muestra la presencia de Al, por lo tanto, no hay evidencia que sugiera una reacción entre el refuerzo y la matriz.

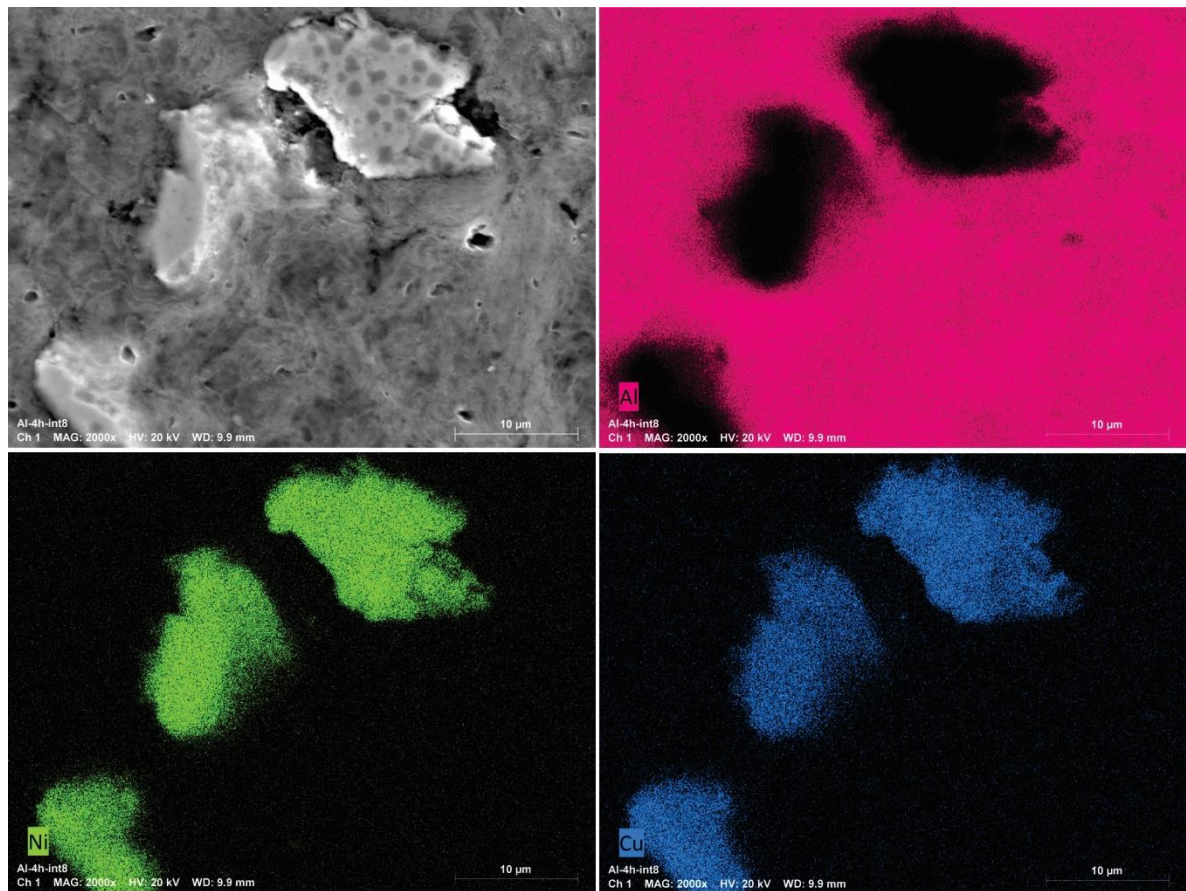


Fig. 68 Mapeo de aluminio mas (intermetálico sintetizado por metalurgia de polvos).

En la **Figura 69 a) y b)** se observa que el intermetálico se dispersa homogéneamente en la matriz de aluminio porque en un sistema las partículas duras se incrustan en la matriz dúctil y por lo tanto se dispersan eficazmente a diferencia de las partículas anteriores estas no se fracturan la hipótesis es que debido a que el tamaño de partícula es menor y más parecido al tamaño de las partículas de aluminio por lo que las partículas intermetálicas no tienden ser como balines. [45]

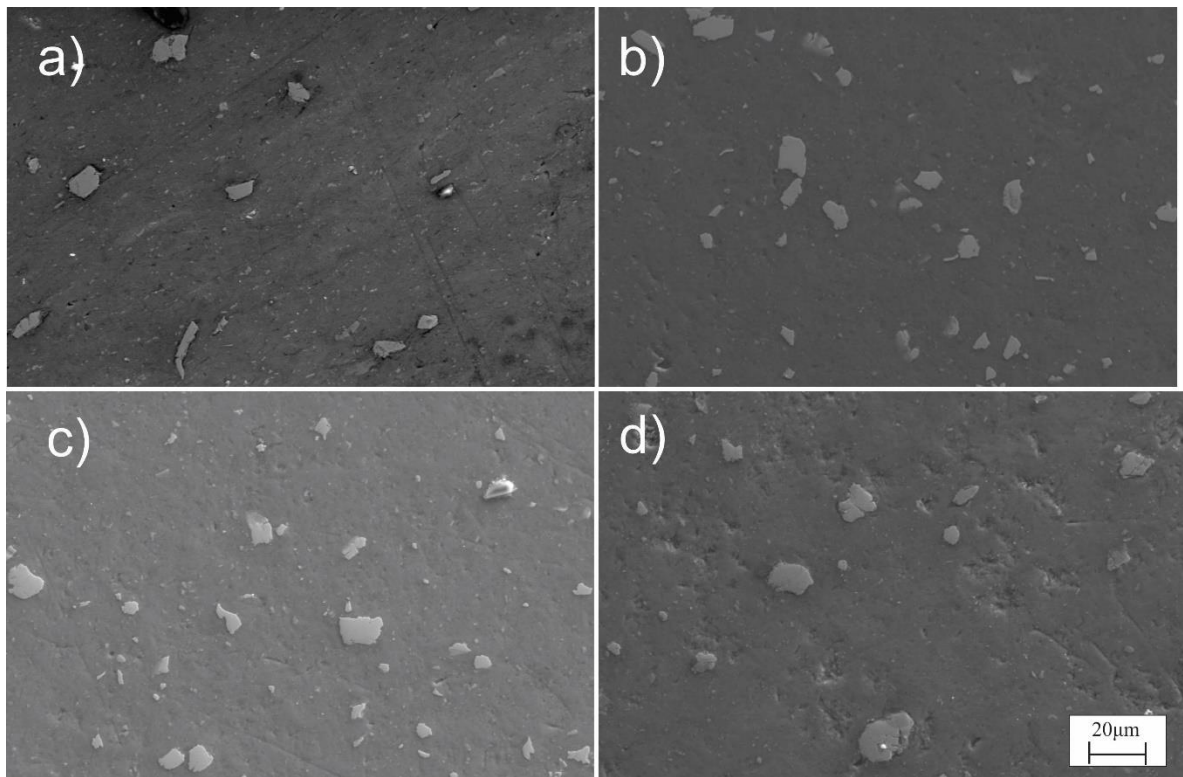


Fig. 69 a) Al + intermetálico 3% b) Al +intermetálico 5% c) Al + intermetálico 8% d) Al + intermetálico 10%.

4.3.4 PRUEBAS DE MICRODUREZA

Para el análisis de microdureza se realizaron 6 microindentación utilizando una carga de 100gr por un tiempo de 20 segundos. La dureza del material depende de la dureza intrínseca, así como de la porosidad de las muestras, los resultados obtenidos de las pruebas de microdureza muestran que las partículas por tener diferentes propiedades a las de las matrices, están reforzándola como se puede observar en la **figura 70**

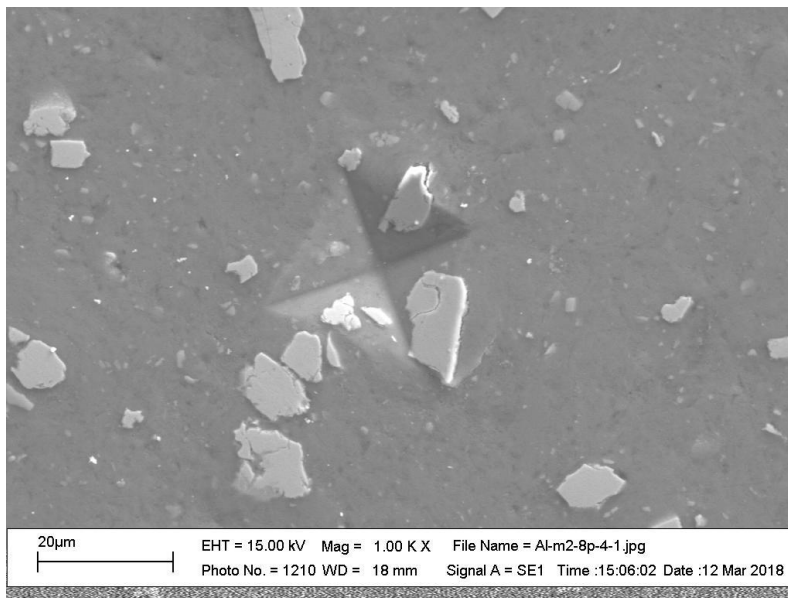


Fig. 70 MEB de una micro indentación en la matriz de aluminio con 8 % de intermetálico.

Las muestras reforzadas hasta un 8%, la microdureza aumentó de 26 HV (HVini) a 150 y 139 HV, lo que representa un factor de 5 veces el aumento de la microdureza, una tendencia similar se informó en otras investigaciones con la adición de TiC y SiC. [46] La adición de partículas intermetálicas debería promover el aumento del endurecimiento del compuesto en presencia de las partículas en la matriz. Un hallazgo inesperado fue una ligera disminución en la microdureza de las muestra con 10% (145 y 130 HV) sobre la concentración previa esta inconsistencia podría atribuirse al aumento de la porosidad del material [47], que como se ve en la **Figura 71** afecta a la microdureza, también podemos observar que al añadir intermetálico hecho por fundición a la matriz de aluminio la dureza es mayor que al añadir intermetálico hecho por metalurgia de polvos esto se atribuye al tratamiento térmico del intermetálico hecho por metalurgia de polvos.

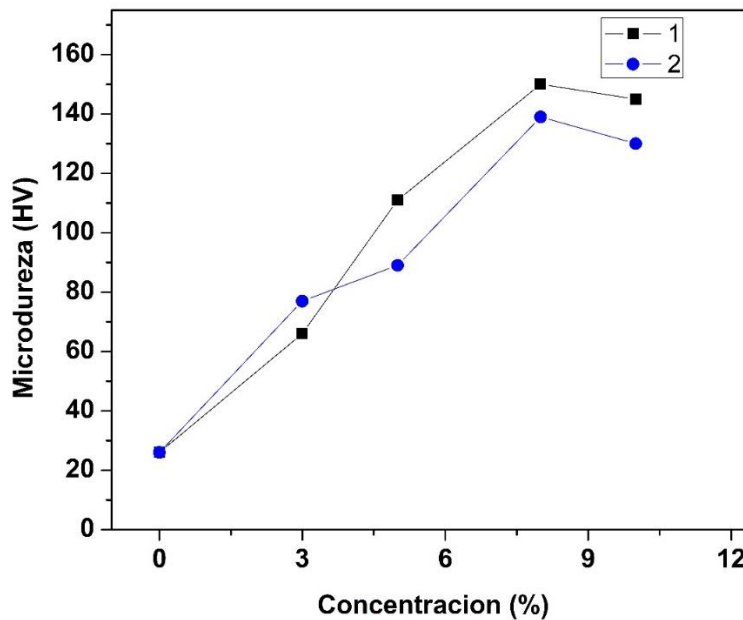


Fig. 71 Resultados de las pruebas de microindentación de la matriz con el refuerzo. 1) Aluminio con intermetálico hecho por fundición, 2) Aluminio con intermetálico hecho por metalurgia de polvos.

4.3.5 PRUEBAS DE COMPRESIÓN

Los resultados obtenidos de las pruebas de compresión para el compuesto Al-intermetálico por fundición se muestran en la **Figura 72 a**. Se observó que, al comparar aluminio puro con los materiales compuestos obtenidos, hay una mejora significativa con respecto al límite elástico y la resistencia a la compresión final que se debe a la adición de partículas intermetálicas (Tabla 2). La adición de partículas intermetálicas mejora la resistencia, pero hay una reducción en la ductilidad del material. Las propiedades se ven afectadas por la porosidad del material como se ve en la muestra con un 10% de intermetálico que tiene un comportamiento frágil y muestra una fractura

temprana que afecta el límite elástico como resultado de la saturación y aglomeración de partículas intermetálicas que no proporciona un buen contacto entre los polvos de aluminio durante el proceso de sinterización [12]. Mientras que en la **figura 72 b** podemos observar una mejor más uniforme en la resistencia el cual no es afectado por la concentración como en las muestras anteriores resultados esto es debido al tamaño y la morfología de las partículas que son más pequeñas y semi redondas las cuales son tienen concentradores de esfuerzos.

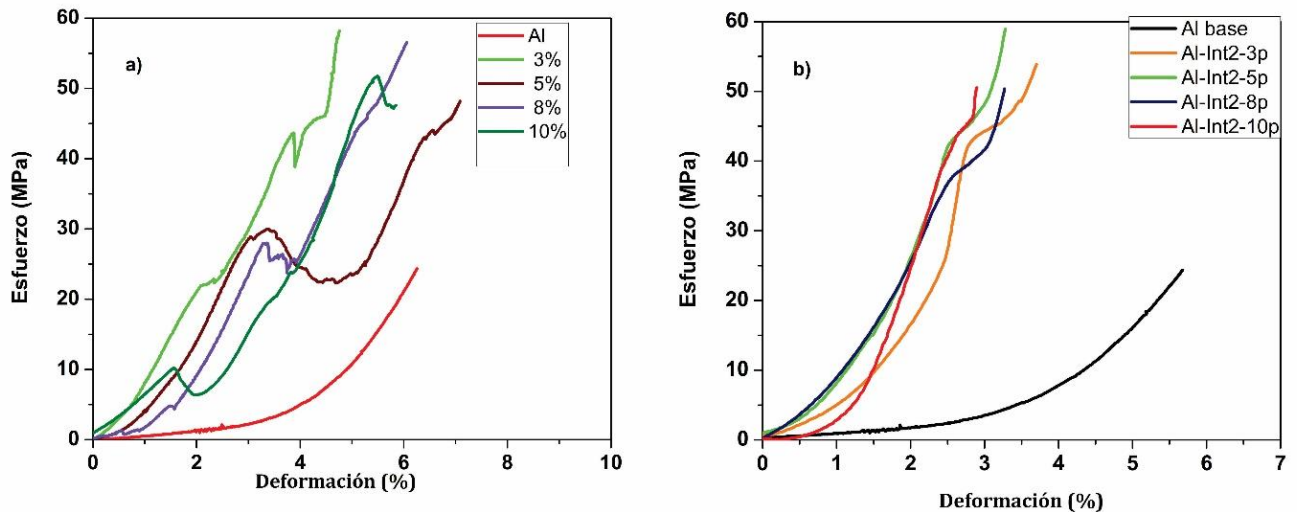


Fig. 72 Resultados de compresión a) Al + (intermetálico sintetizado por fundición) b) Al+ intermetálico sintetizado por metalurgia de polvos.

Concentración intermetálico por fundición (wt%)	Esfuerzo de cedencia (MPa)	Modulo de Young (GPa)	Porcentaje de elongación
0	24.5	7.76	6.3
3	21.67	11	6.5
5	29	12	3.9
8	28	14.8	5.1
10	11	9.25	5.4

Tabla 9 Resultados para aluminio más intermetálico hecho por fundición.

Concentración intermetálico por metalurgia de polvos (wt%)	Yield Stress (MPa)	Young's modulus (GPa)	Percentage of elongation
0	24.5	7.76	6.3
3	42.53	10.66	3.72
5	41.27	16.85	3.24
8	37.26	15.56	3.3
10	42.9	27.27	3.1

Tabla 10 Resultados para aluminio más intermetálico hecho por metalurgia de polvos.

4.3.6 ANÁLISIS DE FRACTURA

Las imágenes de fractografía corroboran el comportamiento frágil del material, la morfología de las muestras (Figura 73) muestra una fractura de tipo frágil con facetas irregulares pequeñas. Las pruebas de compresión de muestras de pulvimetalurgia han demostrado que los cuellos formados durante el proceso de sinterización suelen ser las áreas más débiles, de modo que en la figura 9b es posible observar que la fractura viajó principalmente entre las interfaces de

unión de las partículas, mientras que la nucleación de grietas comenzó en los microporos que rodean las partículas intermetálicas y dieron como resultado el despegamiento de las partículas intermetálicas de la matriz de Al. [48]

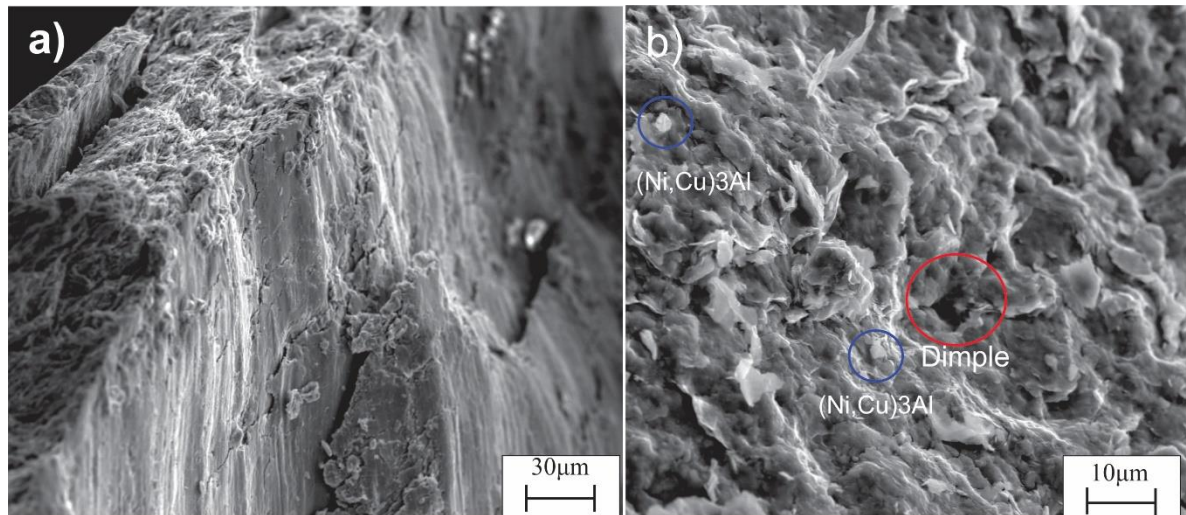


Fig. 73 Fracturas después de las pruebas de compresión.

CAPÍTULO 5

5.1 CONCLUSIONES

1. Se realizó la síntesis de intermetálico $(\text{Ni,Cu})_3\text{Al}$ con la técnica de metalurgia de polvos en lo cual se observó que a 400 RPM se necesitan más de 32 horas de molienda para formar la fase intermetálica mientras que a 500 RPM solo se necesitan 8 horas, además de no presentar segundas fases después del aleado mecánico.
2. Se estudio el efecto en el cambio de la velocidad de molienda el cual se analizó por medio de microscopia electrónica de barrido donde se observó que a 400 rpm las partículas de los materiales base solo se refinan, a 450 rpm se forma la fase intermetálica, pero con una morfología de partícula irregular y a 500 rpm se forma la fase intermetálica con partículas más homogéneas semi-circulares.
3. Al realizar el mezclado de aluminio se pudo observar que con la técnica de metalurgia de polvos las partículas intermetálicas están dispersas homogéneamente en la matriz de aluminio, en términos prácticos, la técnica de aleado mecánico parece ser una alternativa eficiente en comparación con los métodos tradicionales.
4. Se estudio el efecto de las partículas intermetálicas en la matriz las cuales incrementaron las propiedades mecánicas como es la microdureza con un aumento aproximado de 5 veces y el esfuerzo de cedencia al doble.

5.2 RECOMENDACIONES Y TRABAJOS A FUTURO

En futuros trabajos sería interesante agregar una fase líquida (sinterización en fase líquida) para reducir la porosidad de muestras de alto contenido reforzado y evaluar el rendimiento mecánico del material y los mecanismos subyacentes que afectan sus propiedades.

Realizar un tratamiento térmico de mayor duración de las partículas intermetálicas hechas por metalurgia de polvos.

Realizar un sinterizado en caliente para comparar con sinterizado en frío.

REFERENCIAS

- [1] E. J. P. M. F. R. Morral, *Metalurgia genera, españa: Reverte*, 2004.
- [2] P. Ramakrishnan, «History of powder metallurgy,» *Indian journal of history of science*, vol. 18, pp. 109-114, 1983.
- [3] P. Ramakrishnan, *Powder Metallurgy for Automotive and Engineering Industries*, New Delh: Narosa Publishing House, 2009.
- [4] D. A. E. R.-N. J. T. J.B. Fogagnolo, «Solid solution in Al–4.5 wt% Cu produced by mechanical alloying,» *Materials Science and Engineering A*, vol. 433, pp. 45-49, 2006.
- [5] G. E. R. Schulze, *Metallphysik*, Berli: Akademie-Verlag, 1967.
- [6] K. H. P. H. R.W. Cahn, *Physical Metallurgy*, North-Holland: ELSEVIER, 1996.
- [7] G. Sauthoff, *Intermetallics*, Weinheim ; New York ;Basel ; Cambridge ; Toky.: VCH, 1995.
- [8] A. S. A. R. K. M. H. Masoud Nazarian Samani, «Production of a nanocrystalline Ni₃Al-based alloy using mechanical alloying,» *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 500, pp. 30-33, 2010.
- [9] S. P. Buta Singh Sidhu, «Evaluation of the corrosion behaviour of plasma-sprayed Ni₃Al coatings on steel in oxidation and molten salt environments at 900 °C,» *Surface and Coatings Technology*, vol. 166, pp. 89-100, 2003.
- [10] P. Y. M. Y. D. H. N. M. Aravind, «Formation of Al₂Cu and AlCu intermetallics in Al(Cu) alloy matrix composites by reaction sintering,» *Materials Science & Engineering A*, vol. 380, pp. 384-393, 2004.
- [11] R. F.-C. J. H.-R. R. M.-S. R.H. Estrada-Ruiz, «Mechanical proprieties of aluminum 7075-Silver nanoparticles powder composite and its relationship with the powder particle size,» *Advanced Powder Technology*, vol. 27, pp. 1694-1699, 2016.

- [12] H. D. F. H. R. E. D. R. P. Hernández, «Synthesis and microstructural characterization of Al-Ni₃Al composites fabricated by press-sintering and shock-compaction,» *advanced powder technology*, vol. 25, pp. 255-260, 2014.
- [13] J. R. y. E. H. J.J. Fuentes, «SINTERIZACIÓN DEL ALUMINIO ALEADO MECÁNICAMENTE,» *VIII Congreso Nacional de Propiedades Mecánicas de Sólidos*, pp. 425-423, 2002.
- [14] J. R. y. E. H. J.J. Fuentes*, «COMPORTAMIENTO MECÁNICO DE MATERIALES DE ALUMINIO AM SINTERIZADOS,» *ANALES DE MECÁNICA DE LA FRACTURA* , vol. 22, pp. 283-287, 2005.
- [15] R. Fritsch, «fritsch,» Industriestrasse 8, [En línea]. Available: <https://www.fritsch.es/preparacion-de-muestras/molienda/molinos-planetarios/details/product/pulverisette-7-classic-line/>. [Último acceso: 25 06 2018].
- [16] B. M. y. B. J.S., «Mechanically alloyed aluminium-aluminium oxide». USA Patente US3816080 A, 11 junio 1974.
- [17] Kanthal Handbook, suecia: Primatryck, 2001.
- [18] G. V. Nin, Introducción a la Microscopía Electrónica Aplicada a Las Ciencias Biológicas, Mexico: FCE, UNAM/FC, 2000.
- [19] D. E. N. D. C. J. C. E. L. P. E. E. L. L. S. J. M. Joseph Goldstein, Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis, New York : Springer, 2003.
- [20] M. T. B. a. K. V. W. James G. Moberly, «Key features and updates for Origin 2018,» *Journal of Cheminformatics*, p. 2, 2018.
- [21] J. M. M. y. P. J. P. Jurjen Broeke, Image Processing with ImageJ, Birmingham: Packt Publishing, 2015.
- [22] G. Metraillle, «Corel draw,» [En línea]. Available: http://www.corel.com/img/content/products/cgsx4/anniversary/history/CorelDRAW_History_highlights_EN.pdf. [Último acceso: 28 06 2018].
- [23] M. lombard, Solidworks 2010 bible, Indianapolis: Wiley Publishing, 2010.

- [24] P. P. G. G. P. A. J. Garcí'a Barriocanal, «Microstructure and mechanical properties of Ni₃Al base alloy reinforced,» *Intermetallics*, vol. 14, pp. 456-463, 2006.
- [25] J. S. J. R. D. B. Biljana DIMČIĆ, «Effect of synthesis parameters on structural and mechanical properties of Ti₃Al–Nb–Mo intermetallic compound obtained by powder metallurgy techniques,» *transactions of nonferrous metals society of china*, vol. 27, pp. 527-537, 2017.
- [26] A. S. A. R. K. M. H. Masoud Nazarian Samani, «Production of a nanocrystalline Ni₃Al-based alloy using mechanical alloying,» *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 500, pp. 30-33, 2010.
- [27] X. Z. N. B. A. H. M. C. M. S. J. G. X. Z. a. G. E. T. N. L. Sukiman, «Durability and Corrosion of Aluminium and Its Alloys: Overview, Property Space, Techniques and Developments,» *Aluminium Alloys - New Trends in Fabrication and Applications*, pp. 47-96, 2012.
- [28] R. S. P.C. Angelo, POWDER METALLURGY: SCIENCE, TECHNOLOGY AND APPLICATIONS, New Delhi: PHI Learning, 2009.
- [29] J. R. E. H. J. Fuentes, «Rotura de probetas sinterizadas de AL AM con adición de silicio,» *ANALES DE MECANCA DE LA FRACTURA*, vol. 18, pp. 137-144, 2001.
- [30] G. S. Upadhyaya, Powder Metallurgy Technology, England: CAMBRIDGE INTERNATIONAL SCIENCE PUBLISHING, 2002.
- [31] K. F. Z. L. ,. F. L. J. H. Y. W. Chao Zhanga, «Microstructure and mechanical properties of sputter deposited Ni/Ni₃Al multilayer films at elevated temperature,» *Applied Surface Science*, vol. 378, pp. 408-417, 2016.
- [32] A. J. B. a. H. Lipson, «An X-Ray Investigation of Slowly Cooled Copper-Nickel-Aluminium Alloys,» *Proceedings of the royal society A*, vol. 167, pp. 421-438, 1938.
- [33] K. C. S. P. B. V. S. B. Mishraa, «Characterisation and erosion behaviour of a plasma sprayed Ni₃Al coating on a Fe-based superalloy,» *Materials Letters*, vol. 59, pp. 3694-3698, 2005.

- [34] P. V. M. R. K. S. M. S. V. S. S. V. N. Naidu, «Effect of Ternary Additions on the Room Temperature Lattice Parameter of Ni₃Al,» *applications and materials science*, vol. 133, pp. 235-239, 1992.
- [35] S. S. B. C. R. R. J. J.-I. J. Colín, «Effect of Cu additions over the lattice parameter and hardness of the NiAl,» *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 489, pp. 26-29, 2010.
- [36] A. S. A. R. K. M. H. M. N. Samani, «Production of a nanocrystalline Ni₃Al-based alloy using mechanical alloying,» *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 500, pp. 30-33, 2010.
- [37] H. M. A. B. M. S. A. A. S. A. R. Sadeghi, «Effects of Milling and Heat Treatment on the Synthesis of NiTi Powders,» *Journal of Wuhan University of Technology-Mater*, vol. 32, nº 5, pp. 1156-1162, 2017.
- [38] S. S. B. C. R. R. J. J.-I. J. Colín, «Effect of Cu additions over the lattice parameter and hardness of the NiAl intermetallic compound,» *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 489, pp. 26-29, 2010.
- [39] K. S. M. S. V. S. S. V. N. N. P. V. MOHAN RAO, «Effect of Ternary Additions on the Room Temperature Lattice Parameter of Ni₃Al,» *phys. stat. sol*, vol. 133, pp. 231-235, 1992.
- [40] B. D. a. J. W. W. C. R. F.-C. J. H.-R. R. M.-S. R.H. Estrada-Ruiz, «Elements of X-ray Diffraction,» *American Journal of Physics*, vol. 25, pp. 394-395, 1957.
- [41] H. A. a. H. R. B. A. Mazahery, «Development of high-performance A356/nano-Al₂O₃ composites,» *aterials Science and Engineering*, vol. 58, pp. 61-64, 2009.
- [42] R. P. V. K. S. a. S. D. R. S. Rana, «Characterization of Mechanical Properties and Microstructure of Aluminium Alloy-SiC Composites,» *Materials Today: Proceedings*, vol. 2, pp. 1149-1156, 2015.
- [43] C. C. Koch, «Materials synthesis by mechanical alloying,» *Annual review of materials science*, vol. 19, pp. 121-143, 1989.
- [44] S. S. J. a. M. G. Sankaranarayanan, «Effect of individual and combined addition of micro/nano-sized metallic elements on the microstructure

- and mechanical properties of pure Mg,» *Materials & Design*, vol. 37, pp. 274-284, 2012.
- [45] C. C. Koch, «Materials synthesis by mechanical alloying,» *Annual review of materials science*, vol. 19, pp. 121-143, 1989.
- [46] K. K. V. S. K. R. Kumar, «Microstructural characteristics and mechanical behaviour of aluminium matrix composites reinforced with titanium carbide,» *ALLOYS AND COMPOUNDS*, vol. 723, pp. 795-801, 2017.
- [47] K. M. S. V. K. a. P. R. P. Ravindran, «Investigation of microstructure and Mechanical properties of aluminum hybrid nano-composites with the additions of solid lubricant,» *Materials & Design*, vol. 51, pp. 448-456, 2013.
- [48] F. C. L. G. a. A. M. M. Zadra, «Spark plasma sintering of pure aluminium powder: mechanical properties and fracture analysis,» *Powder Metallurgy* , vol. 50, pp. 40-45, 2013.
- [49] H. Hasan, Aluminum, New York : The Rosen, 2007.
- [50] J. Donal, «wikipedia,» 30 09 2017. [En línea]. Available: https://es.wikipedia.org/wiki/Dureza_Vickers. [Último acceso: 28 11 2017].
- [51] P. P. a. G. E. R. SCHULZ, «Plastic Deformation of the Intermetallic Compound MgZn,,» *phys. stat. sol*, vol. 24, pp. 77-87, 1967.

CAPÍTULO 6

APÉNDICE

Name and formula

Reference code:	03-065-0140
ICSD name:	Aluminum Nickel
Empirical formula:	AlNi ₃
Chemical formula:	AlNi ₃

Crystallographic parameters

Crystal system:	Cubic
Space group:	Pm-3m
Space group number:	221
a (Å):	3.5700
b (Å):	3.5700
c (Å):	3.5700
Alpha (°):	90.0000
Beta (°):	90.0000
Gamma (°):	90.0000
Volume of cell (10 ⁶ pm ³):	45.50
Z:	1.00
RIR:	6.61

Subfiles and Quality

Subfiles:	Inorganic Alloy, metal or intermetallic NIST Pattern
Quality:	Calculated (C)

Comments

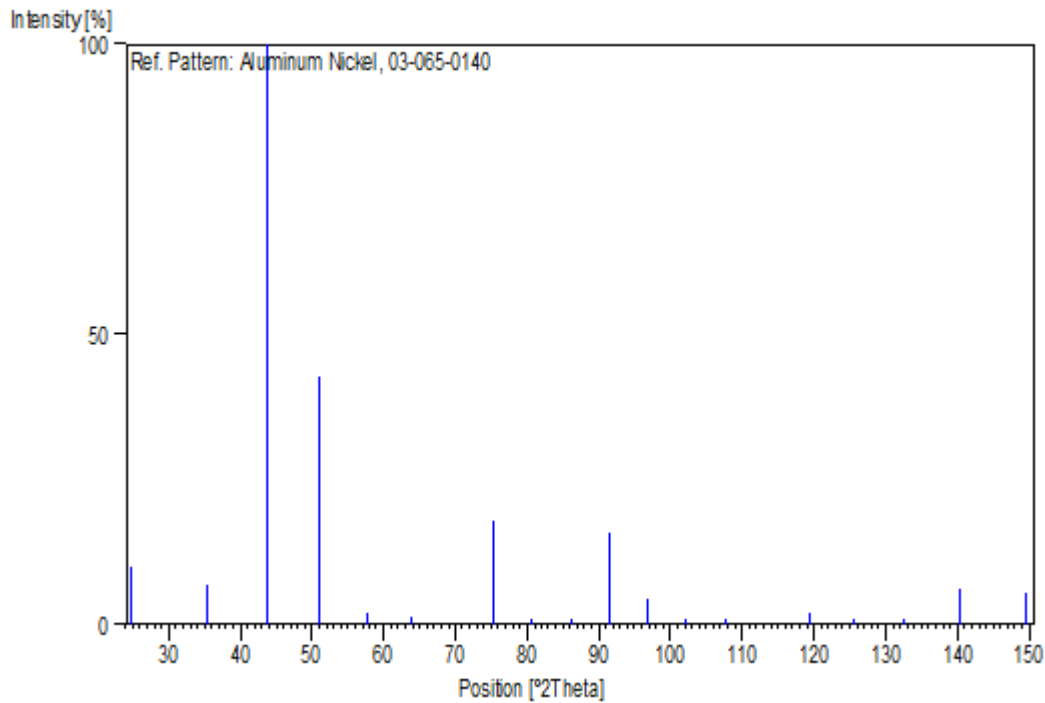
References

Primary reference:	<i>Calculated from NIST using POWD-12++</i>
Structure:	Y.Mishima, S.Ochiai & T.Suzuki, <i>Acta Metall.</i> , 33 , 1161-, (1985)

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	0	0	3.57000	24.921	9.9
2	1	1	0	2.52437	35.534	6.7
3	1	1	1	2.06114	43.891	100.0
4	2	0	0	1.78500	51.131	42.6
5	2	1	0	1.59655	57.695	2.1
6	2	1	1	1.45745	63.812	1.3
7	2	2	0	1.26219	75.221	17.9
8	2	2	1	1.19000	80.678	0.5
9	3	1	0	1.12893	86.052	0.3
10	3	1	1	1.07640	91.389	15.8
11	2	2	2	1.03057	96.740	4.4
12	3	2	0	0.99014	102.150	0.1
13	3	2	1	0.95412	107.673	0.2
14	4	0	0	0.89250	119.329	1.9
15	3	2	2	0.86585	125.657	0.2
16	4	1	1	0.84146	132.535	0.1
17	3	3	1	0.81901	140.279	6.0
18	4	2	0	0.79828	149.573	5.6

Stick Pattern



Name and formula

Reference code: 00-001-1180

PDF index name: **Aluminum**

Empirical formula: Al

Chemical formula: Al

Crystallographic parameters

Crystal system: Cubic

Space group: Fm-3m

Space group number: 225

a (Å): 4.0406

b (Å): 4.0406

c (Å): 4.0406

Alpha (°): 90.0000

Beta (°): 90.0000

Gamma (°): 90.0000

Measured density (g/cm³): 2.70
Volume of cell (10⁶ pm³): 65.97
Z: 4.00

RIR: -

Status, subfiles and quality

Status: Marked as deleted by ICDD
Subfiles: Inorganic
Quality: Blank (B)

Comments

Deleted by: Deleted by NBS card.
Color: White
Melting point: 660

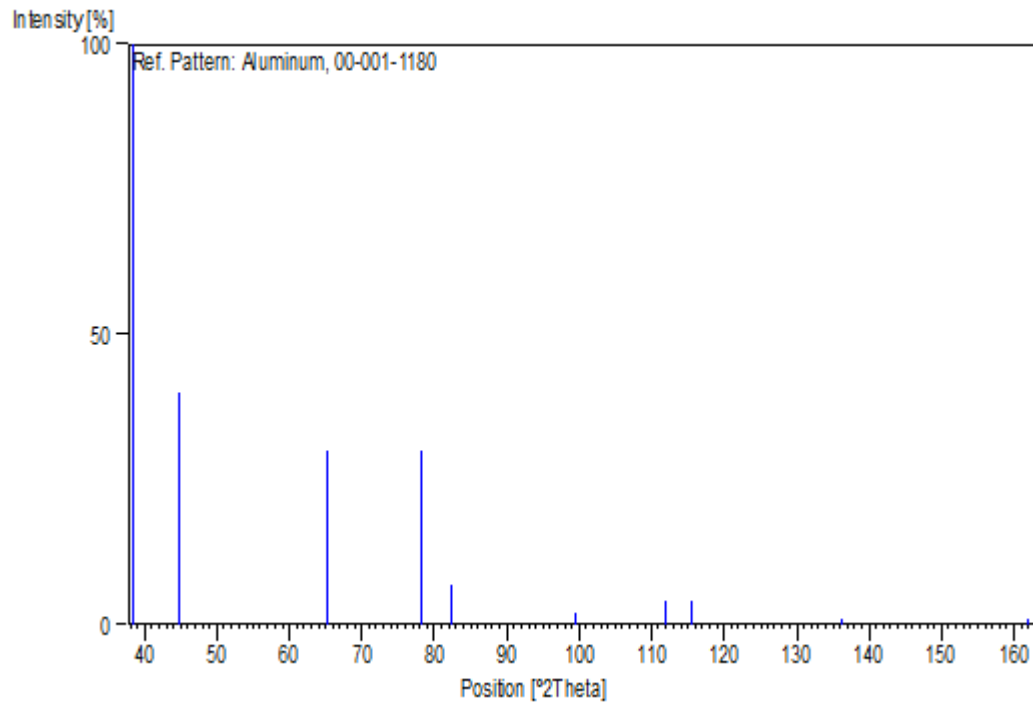
References

Primary reference: Hanawalt et al., *Anal. Chem.*, **10**, 475, (1938)
Optical data: *Data on Chem. for Cer. Use, Natl. Res. Council Bull. 107*
Unit cell: *The Structure of Crystals, 1st Ed.*

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	1	1	2.33000	38.610	100.0
2	2	0	0	2.02000	44.833	40.0
3	2	2	0	1.43000	65.186	30.0
4	3	1	1	1.22000	78.306	30.0
5	2	2	2	1.17000	82.352	7.0
6	4	0	0	1.01000	99.401	2.0
7	3	3	1	0.93000	111.845	4.0
8	4	2	0	0.91000	115.662	4.0
9	4	2	2	0.83000	136.273	1.0
10	5	1	1	0.78000	161.909	1.0

Stick Pattern



Name and formula

Reference code: 00-001-1258

PDF index name: **Nickel**

Empirical formula: Ni

Chemical formula: Ni

Crystallographic parameters

Crystal system: Cubic

Space group: Fm-3m

Space group number: 225

a (Å): 3.5400

b (Å): 3.5400
c (Å): 3.5400
Alpha (°): 90.0000
Beta (°): 90.0000
Gamma (°): 90.0000

Measured density (g/cm³): 8.72
Volume of cell (10⁶ pm³): 44.36
Z: 2.00

RIR: -

Status, subfiles and quality

Status: Marked as deleted by ICDD
Subfiles: Inorganic
Quality: Blank (B)

Comments

Deleted by: Deleted by NBS card.
Color: White
Melting point: 1455

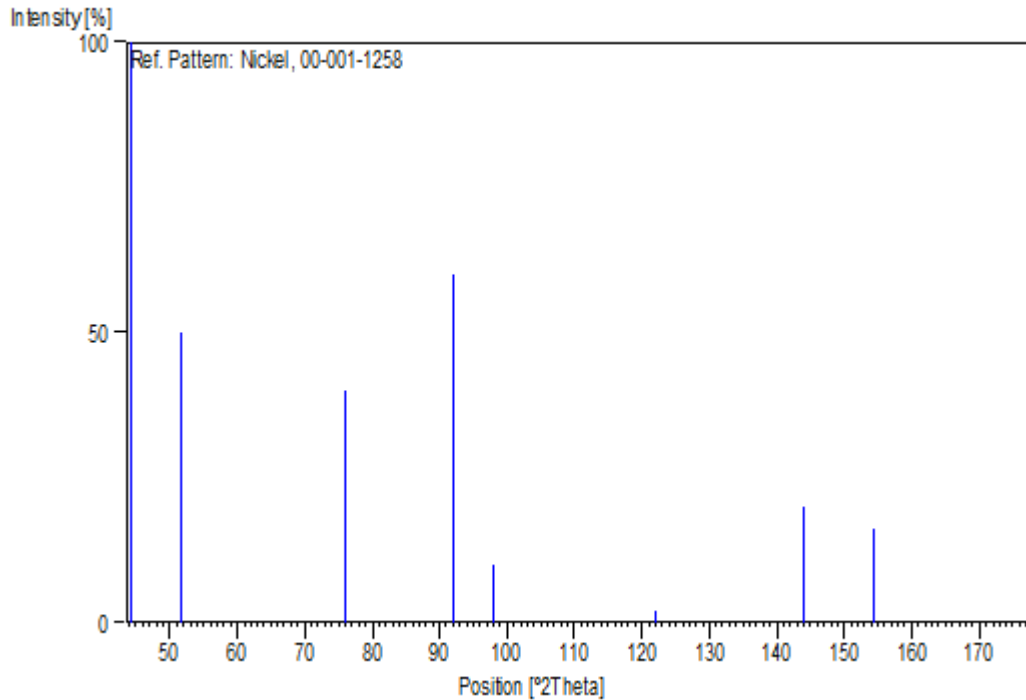
References

Primary reference: Hull., *Phys. Rev.*, **17**, 571, (1921)
Optical data: *Data on Chem. for Cer. Use, Natl. Res. Council Bull. 107*
Unit cell: *The Structure of Crystals, 1st Ed.*

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	1	1	2.04000	44.370	100.0
2	2	0	0	1.77000	51.596	50.0
3	2	2	0	1.25000	76.084	40.0
4	3	1	1	1.07000	92.094	60.0
5	2	2	2	1.02000	98.085	10.0
6	4	0	0	0.88000	122.171	2.0
7	3	3	1	0.81000	143.974	20.0
8	4	2	0	0.79000	154.356	16.0
9	4	2	2	0.72000		10.0
10	5	1	1	0.68000		10.0
11				0.63000		2.0
12	5	3	1	0.60000		8.0
13	6	0	0	0.59000		4.0

Stick Pattern



Name and formula

Reference code: 00-001-1241

PDF index name: **Copper**

Empirical formula: Cu

Chemical formula: Cu

Crystallographic parameters

Crystal system: Cubic
Space group: Fm-3m
Space group number: 225

a (Å): 3.6077

b (Å): 3.6077

c (Å): 3.6077
Alpha (°): 90.0000
Beta (°): 90.0000
Gamma (°): 90.0000

Measured density (g/cm³): 8.95
Volume of cell (10⁶ pm³): 46.96
Z: 4.00

RIR: -

Status, subfiles and quality

Status: Marked as deleted by ICDD
Subfiles: Inorganic
Quality: Blank (B)

Comments

Deleted by: Deleted by NBS card.
Color: Red
Melting point: 1083

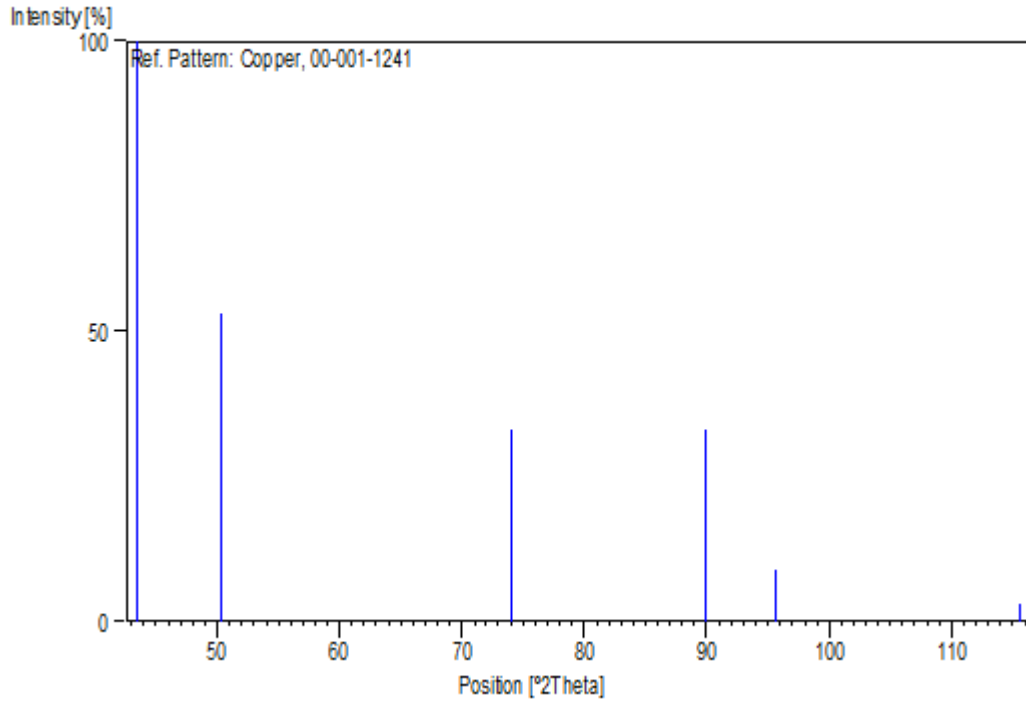
References

Primary reference: Hanawalt et al., *Anal. Chem.*, **10**, 475, (1938)

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	1	1	2.08000	43.473	100.0
2	2	0	0	1.81000	50.375	53.0
3	2	2	0	1.28000	73.997	33.0
4	3	1	1	1.09000	89.934	33.0
5	2	2	2	1.04000	95.578	9.0
6	4	0	0	0.91000	115.662	3.0

Stick Pattern



ANEXOS



August 2017

TO WHOM IT MAY CONCERN
P r e s e n t

This is to certify that *Heriberto Villanueva Pliego, Sergio Alonso Serna Barquera, Bernardo Fabián Campillo Illanes, Arturo Molina Ocampo, Jesus Mario Colín de la Cruz* presented the contribution: **CHARACTERIZATION OF AN ALUMINUM MATRIX COMPOSITE REINFORCED WITH NIALCU INTERMETALLIC PARTICLES PREPARED VIA MECHANICAL MILLING TECHNIQUE**, in the Structural and Chemical Characterization of Metals and Alloys Symposium at the XXVI International Materials Research Congress held in Cancun, Mexico from August 20th to 25th, 2017.

Sincerely,



Sociedad Mexicana
de Materiales A.C.

Claudia Gutiérrez-Wing
President





August 2017

TO WHOM IT MAY CONCERN
P r e s e n t

This is to certify that *Alejandro Sedano Aguilar, Heriberto Villanueva Pliego, Roberto Ademar Rodríguez Díaz, Arturo Molina Ocampo, Sergio Ruben Gonzaga Segura, Shirley Monserrat Miranda Medina* presented the contribution: **CHARACTERIZATION AND XRD MODELING OF SUPERSATURATED SOLID SOLUTIONS OF CR IN AL OBTAINED VIA LOW ENERGY MECHANICAL ALLOYING**, in the Structural and Chemical Characterization of Metals and Alloys Symposium at the XXVI International Materials Research Congress held in Cancun, Mexico from August 20th to 25th, 2017.

Sincerely,



Sociedad Mexicana
de Materiales A.C.

Claudia Gutiérrez-Wing
President





August 2018

TO WHOM IT MAY CONCERN
P r e s e n t

This is to certify that *Sergio Rubén Gonzaga Segura, Arturo Molina Ocampo, Alejandro Sedano Aguilar, Heriberto Villanueva Pliego, René Guardián Tapia, Adalberto Castro Hernández* presented the contribution: **SYNTHESIS OF MAGNESIUM MATRIX COMPOSITE MATERIALS REINFORCED WITH CALCIUM AND ZINC PARTICLES VIA MECHANICAL ALLOYING (AM)** as **Poster** modality, in the Structural Lightweight Metallic Alloys: Synergies Between Processing and Alloy Development Symposium at the XXVII International Materials Research Congress held in Cancun, Mexico from August 19th to 24th, 2018.

Sincerely,



Sociedad Mexicana
de Materiales A.C.

Claudia Gutiérrez-Wing
President