



Universidad Autónoma de Querétaro
 Facultad de Ingeniería
 Doctorado

Síntesis de Compositos Cobre-Alúmina Obtenidos por Molienda y el Efecto de la Microestructura en las Propiedades Mecánicas

TESIS

Que como parte de los requisitos para obtener el grado de

Doctor en Ingeniería

Presenta:

Alberto Lara Guevara

Dirigido por:

Dr. Ignacio Rojas Rodríguez

SINODALES

Dr. Ignacio Rojas Rodríguez
 Presidente


 Firma

Dra. Janet Ledesma García
 Secretaria


 Firma

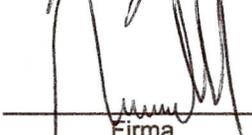
Dr. Mario Enrique Rodríguez García
 Vocal


 Firma

Dr. Jorge Domingo Mendiola Santibáñez
 Suplente


 Firma

Dr. Miguel Galván Ruiz
 Suplente


 Firma



Dr. Aurelio Domínguez González
 Director de la Facultad


 Dr. Irineo Torres Pacheco
 Director de Investigación y Posgrado

RESUMEN

Los materiales compuestos base cobre tiene un extenso campo de aplicación en el campo de la electrónica y en la ingeniería eléctrica como materiales que tienen una alta conductividad eléctrica y térmica a elevadas temperaturas. El objetivo de este estudio es la evaluación de las propiedades de los materiales compuestos de matriz de cobre que fueron reforzados con partículas nano-métricas de alúmina (Al_2O_3) mediante mezclado en molino de bolas de vidrio, compactación en frío y sinterizado iso-térmico. Probetas de 1.0, 1.5, 2.0, 2.5 y 3.0% vol. de partículas de Al_2O_3 fueron mezcladas con polvo de cobre mediante molino de bolas a 100 rpm durante 6 h. Cada mezcla de polvos se compactó en frío a 420 MPa y se sinterizó a 900°C durante 15 min en un horno tubular de cuarzo con cámara de nitrógeno. Los cambios micro-estructurales, así como los valores de resistencia a la tracción y micro-dureza Vickers de los materiales compuestos se analizaron y se explicaron en relación a las propiedades del cobre. Los cambios en el análisis del ancho medio de la mitad del pico (FWHM full width at half maximum analysis) de los picos de mayor intensidad de los patrones de difracción de rayos X (XRD) se usaron para evaluar la calidad cristalina relativa y también la interacción de la Al_2O_3 sobre la matriz de cobre. El efecto de la inclusión de partículas de Al_2O_3 se estudió mediante la técnica de espectroscopia dispersiva de energía de rayos X/microscopía electrónica de barrido (EDS energy dispersive x-ray spectroscopy-SEM scanning electron microscopy) dentro de la matriz de cobre y en los bordes de grano, lo que proveyó información relativa a la laminación de la alúmina que restringió el mecanismo de refuerzo y la mejora esperada en las propiedades mecánicas del material compuesto. Las técnicas antes descritas fueron excelentes herramientas para monitorear el proceso de manufactura con el fin de establecer las mejores condiciones durante las etapas de mezclado, compactación y sinterizado. La técnica EDS-SEM fue particularmente útil en la selección del tiempo de mezclado para obtener probetas sin impurezas debidas a la abrasión del cilindro de acero inoxidable del molino de bolas.

Palabras clave: (Combinación de materiales con diferente estructura cristalina); (Fabricación de materiales compuestos cobre alúmina); (Cobre); (Análisis del ancho medio de la mitad del pico); (Molido con bolas de vidrio); (Metalurgia de polvos); (Refuerzo con nano-partículas).

SUMMARY

Copper based composite materials are widely applied in the electronics field and electrical engineering as highly conductive materials for operating at high temperatures. The objective of this study is the evaluation of copper matrix composite properties after alumina (Al_2O_3) nano-particles reinforcement by glass ball mixing, cold compacting and iso-thermal sintering. Samples of 1.0, 1.5, 2.0, 2.5 and 3.0% vol. Al_2O_3 particles were mixed with copper powder by ball milling at 100 rpm for 6h. Each powder mixture was cold compacted at 420 MPa and sintered at 900°C for 15 min in a quartz tube furnace with a nitrogen chamber. Micro-structural changes, as well as tensile strength and Vickers micro-hardness values of the composite materials were analyzed and explained in relationship to the copper properties. The changes in the full-width-at-half-maximum (FWHM) of the most intense X-ray diffraction (XRD) peaks were used to evaluate the relative crystalline quality and also the Al_2O_3 interaction with the Cu matrix. The Al_2O_3 particulate inclusion was studied by energy dispersive spectroscopy/scanning electron microscopy (EDS-SEM) inside the copper matrix and at the Cu grain boundaries, where information was provided about the alumina layering that restricted the reinforcement mechanism and the expected improvement in the composite mechanical properties. The aforementioned techniques were excellent tools for monitoring the copper-alumina composite manufacturing process in order to establish the best process conditions during the mixing, compacting and sintering stages. The EDS-SEM technique was particularly useful for selecting the mixing time to obtain samples without impurities due to abrasion of the ball milling stainless steel container.

Key words: (Combination of different crystalline structure materials); (Copper alumina composite fabrication); (Copper); (Full width at half maximum analysis); (Glass ball milling); (Powder metallurgy); (Reinforcement by nano-particles)

AGRADECIMIENTOS

Al Dr. Ignacio Rojas Rodríguez por la dirección de esta tesis y por todo el apoyo brindado dentro del desarrollo del proyecto.

Al Dr. Mario Enrique Rodríguez García por su valiosa enseñanza, por la codirección de este trabajo de investigación y por las facilidades prestadas para las pruebas en el Laboratorio de Radiometría del Centro de Física Aplicada y Tecnología Avanzada de la UNAM.

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología por el soporte financiero para el desarrollo de esta tesis a través del proyecto 101332, así como proyecto PAPIIT-UNAM 120809.

Al Mtro. Antonio Sierra Gutiérrez por su excelente colaboración y propuesta de trabajo de tesis doctoral, así como por las facilidades prestadas por CIDECA para los análisis de microscopía electrónica de barrido y pruebas mecánicas.

A la Dra. Janet Ledesma García, al Dr. Jorge Domingo Mendiola Santibáñez y al Dr. Miguel Galván Ruiz por sus valiosas observaciones en la revisión de este trabajo de tesis.

A la Mtra. Alicia del Real por su colaboración en la microscopía electrónica de barrido.

A la Dra. Beatriz Millán por su colaboración en las mediciones de rayos X.

ÍNDICE

RESUMEN.....	i
SUMMARY	ii
ÍNDICE	iv
ÍNDICE DE CUADROS.....	vii
ÍNDICE DE FIGURAS.....	viii
1. INTRODUCCIÓN	- 1 -
2. OBJETIVOS.....	- 3 -
2.1 Objetivo general.....	- 3 -
2.2 Objetivos particulares.....	- 3 -
3. HIPÓTESIS.....	- 4 -
4. REVISIÓN DE LITERATURA CON TITULO PRINCIPAL	- 5 -
4.1. Materiales compuestos.....	- 5 -
4.1.1Definición de materiales compuestos.	- 5 -
4.1.2Materiales compuestos naturales.	- 6 -
4.1.3Materiales compuestos en la historia.	- 6 -
4.1.4Necesidad de los materiales compuestos.	- 6 -
4.2. Materiales compuestos cobre alúmina.	- 7 -
4.2.1El cobre.	- 7 -
4.2.2La alúmina.	- 9 -
4.2.3Las nano-partículas.....	- 13 -
4.2.4Criterios de selección de la matriz de cobre y el reforzamiento de alúmina.....	- 13 -
4.3 Defectos en los cristales.	- 15 -
4.3.1Defectos puntuales.	- 15 -

4.3.2	Defectos lineales o dislocaciones	- 15 -
4.3.3	Densidad de las dislocaciones	- 19 -
4.3.4	Bordes de grano	- 24 -
4.3.5	Tamaño del grano	- 25 -
4.3.6	Materiales amorfos.....	- 26 -
4.4	Procesos de endurecimiento	- 26 -
4.4.1	Endurecimiento por deformación plástica	- 27 -
4.4.2	Endurecimiento por precipitación.....	- 29 -
4.4.3	Endurecimiento por solución sólida.....	- 30 -
4.4.4	Endurecimiento por dispersión.....	- 30 -
4.5	Proceso de la metalurgia de polvos	- 32 -
4.6	Sinterizado iso-térmico	- 35 -
4.7	Ensayo de tracción.....	- 37 -
4.7.1	Relación de Poisson.....	- 38 -
4.7.2	Diagrama esfuerzo deformación.....	- 39 -
4.7.3	Módulo de Young.....	- 41 -
4.8	Ensayo de dureza Vickers	- 42 -
4.9	Ensayo EDS-SEM	- 43 -
4.9.1	Microscopía electrónica de barrido.....	- 43 -
4.9.2	Espectroscopia dispersiva de energía de rayos X.....	- 44 -
4.10	Difracción de rayos X.....	- 45 -
5.	METODOLOGÍA	- 47 -
5.1	Desarrollo del proyecto.....	- 47 -
5.2	Materiales y métodos.....	- 48 -
5.3	Prueba de resistencia a la tracción.....	- 56 -
5.4	Prueba de micro-dureza Vickers.....	- 57 -

Prueba EDS-SEM.	- 58 -
5.5 Prueba de difracción de rayos x.	- 59 -
6. RESULTADOS	- 60 -
6.1 Análisis de microscopía electrónica de barrido y contenido semi-cuantitativo de impurezas	- 60 -
6.2 Análisis de microscopía electrónica de barrido	- 61 -
6.3 Análisis de difracción de rayos X	- 66 -
6.4 Análisis de Pruebas mecánicas	- 73 -
6.5 Discusión científica	- 76 -
6 CONCLUSIONES	- 78 -
7 LITERATURA CITADA.....	- 80 -
8 APÉNDICE: Producción científica.....	- 84 -

ÍNDICE DE CUADROS

CUADRO 4-1. Escala de dureza Mohs	- 10 -
CUADRO 5-1. Cantidades de polvo para cada lote de muestras.....	- 50 -
CUADRO 6-1. Propiedades mecánicas de las probetas de cobre y materiales compuestos cobre- alúmina.....	- 74 -

ÍNDICE DE FIGURAS

FIGURA 4-1. Material compuesto.	- 5 -
FIGURA 4-2. Estructura cristalina del cobre.	- 8 -
FIGURA 4-3. Dislocación de borde.	- 17 -
FIGURA 4-4. Vector de Burgers de una dislocación de borde.	- 17 -
FIGURA 4-5. Movimiento de una dislocación de borde.	- 18 -
FIGURA 4-6. Dislocación de tornillo.	- 19 -
FIGURA 4-7. Bordes de grano	- 25 -
FIGURA 4-8. Deformaciones plásticas inducidas por esfuerzos cortantes	- 28 -
FIGURA 4-9. Diagrama esfuerzo-deformación de un material dúctil	- 41 -
FIGURA 5-1. Metodología empleada para la preparación de probetas	- 48 -
FIGURA 5-2. Polvos empleados (a) cobre (b) alúmina.	- 49 -
FIGURA 5-3. Molino de bolas para mezclar los polvos a sinterizar	- 50 -
FIGURA 5-4. Dado de acero usado para compactar la mezcla de polvos	- 51 -
FIGURA 5-5. Prensa hidráulica empleada para la compactación de las probetas	- 52 -
FIGURA 5-6. Horno tubular empleado para el proceso de sinterizado	- 53 -
FIGURA 5-7. Control de temperatura del horno a 900°C	- 53 -
FIGURA 5-8. Transporte de las probetas a través del horno tubular	- 54 -
FIGURA 5-9. Atmósfera de nitrógeno durante el proceso de sinterizado	- 55 -
FIGURA 5-10. Ciclo de sinterizado iso-térmico	- 55 -
FIGURA 5-11. Máquina universal para la prueba de resistencia a la tracción	- 56 -
FIGURA 5-12. Prueba de resistencia a la tracción	- 56 -
FIGURA 5-13. Equipo para la prueba de micro-dureza Vickers	- 57 -
FIGURA 5-14. Equipo EDS-SEM	- 58 -
FIGURA 5-15. Equipo para prueba XRD	- 59 -
FIGURA 6-1. Imágenes EDS-SEM de material compuesto 97% vol cobre y 3 % vol alúmina con tiempos de mezclado en molino de bolas (a) 8 h (b) 6 h	- 61 -

FIGURA 6-2. Imgen SEM de la superficie de fractura al probar resistencia a la tracción material compuesto 98% cobre y 2% alúmina.	- 62 -
FIGURA 6-3. Imagen SEM de probeta 100% cobre en verde 5000X.....	- 62 -
FIGURA 6-4. Imagen-SEM de probeta de cobre reforzado con 3% vol alúmina 1000X.....	- 61 -
FIGURA 6-5. Imagen SEM de probeta de cobre reforzado con 2% vol alúmina 1000X	- 64 -
FIGURA 6-6. Imagen SEM de probeta de cobre reforzado con 3% vol alúmina 10000X	- 65 -
FIGURA 6-7. Imagen SEM de probeta de cobre reforzado con 3% vol alúmina 5000X	- 65 -
FIGURA 6-8. Imágenes XRD de polvo de cobre, de nano-partículas de alúmina y de materiales compuestos cobre-alúmina con refuerzo del 1.0 al 3.0% vol sin tratamiento térmico.....	- 67 -
FIGURA 6-9. Picos característicos (111) para 43.298°, (200) para 50.434° y (222) para 74.133° en la escala 2θ	- 68 -
FIGURA 6-10. Característica (111) para 43.298° en la escala 2θ	- 69 -
FIGURA 6-11. Ancho medio de la mitad del pico FWHM	- 71 -
FIGURA 6-12. Cambios FWHM del pico característico (111) del cobre y de materiales compuestos cobre- alúmina con refuerzo del 1.0 al 3.0% vol con tratamiento térmico y sin él	- 72 -
FIGURA 6-13. Cambios FWHM ⁻¹ del pico característico (111) del cobre y de materiales compuestos cobre-alúmina con refuerzo del 1.0 al 3.0% vol, con tratamiento térmico y sin él	- 73 -
FIGURA 6-14. Comparación entre los resultados de micro-dureza Vickers y resistencia a la tracción de las probetas de cobre y material compuesto	- 75

1. INTRODUCCIÓN

En los años recientes se ha incrementado la demanda de materiales ligeros y resistentes en campos tan diversos como las industrias aeroespacial, energía y construcción civil, pero también hay demanda de materiales que cumplan características de resistencia mecánica y buenas propiedades físicas, tales como: conductividad térmica y eléctrica, difusividad térmica, mayor resistencia al desgaste; y a la vez, alta pureza en el metal base.

Los materiales compuestos matriz base cobre ofrecen esta posibilidad. La etapa experimental para el desarrollo de un material compuesto de matriz metálica de cobre que contenga partículas nano-métricas de alúmina se plantea a partir de revisión bibliográfica previa. Los resultados muestran el comportamiento bajo las diversas pruebas de evaluación y caracterización a que son sometidas las muestras preparadas del material compuesto en función de las variables que afectan a la interacción matriz-partícula.

Los componentes del material compuesto son la matriz o material base y el material de refuerzo. La matriz de cobre servirá como aglutinante y protección para el material de refuerzo.

Los materiales compuestos de cerámica con base cobre pueden ofrecer excelentes propiedades de resistencia a elevadas temperaturas, en ventaja sobre algunas aleaciones del cobre, debido a que los cerámicos como la alúmina son termodinámicamente estables a elevadas temperaturas. Entre las aplicaciones de tales materiales se incluyen electrodos de soldadura, interruptores eléctricos de alta eficacia, medidores de electricidad, intercambiadores de calor, así como partes activamente enfriadas en construcciones de turbinas de gas y componentes interactivos de plasma en sistemas de potencia de fusión (Yousif et al., 2003).

Se asume que el aumento de micro-dureza se debe a las partículas de alúmina distribuidas uniformemente y a los pequeños granos de la matriz de cobre.

La introducción de partículas finas dispersas en una matriz metálica tiene significativos efectos de reforzamiento, los cuales pueden ser mantenidos a elevadas temperaturas. Para tal reforzamiento las nano-partículas de óxidos son adecuadas, las cuales, debido a su dureza, estabilidad y no solubilidad en el metal base también representan obstáculos a los movimientos de dislocación a elevadas temperaturas. La importancia de la estructura inicial con respecto a los polvos que, a pesar de sufrir ciertos cambios en el proceso posterior, se mantienen invariables básicamente en la estructura del producto final. También es un aspecto muy importante del reforzamiento por dispersión la introducción de una cantidad tan pequeña como sea posible de partículas dispersas en el volumen del material base.

Las anteriores características determinan significativamente el proceso de la etapa posterior y las propiedades del sinterizado y eventualmente determinan la micro-estructura del material compuesto. Las características uniformes del polvo y la distribución de tamaño pequeño proveen defectos micro-estructurales reducidos en los materiales compuestos sinterizados por el intenso flujo de polvo y la eficiencia del relleno durante el moldeo deslizante y el compactado isostático en frío.

El sinterizado de polvos ultra-dispersos ocurre debido al deslizamiento de las partículas a lo largo de sus bordes, entonces es un mecanismo de dislocación el responsable de la creación de huecos en demasía. La concentración de los huecos en demasía puede alcanzar un valor que corresponde a la concentración de los huecos en el área de temperatura cercana a la temperatura de fusión.

Los polvos nano-métricos del material compuesto con la estructura conservada en la estructura del producto final han permitido la producción de un sistema de sinterizado con efectos excepcionales de reforzamiento y con una buena combinación de propiedades mecánicas y eléctricas (Key to Metals, 2008).

2. OBJETIVOS

2.1 Objetivo general

Caracterizar compositos base cobre producidos por molienda con diferentes contenidos de partículas manométricas de alúmina, en cuanto al efecto en la microestructura y en las propiedades mecánicas de microdureza y resistencia a la tensión.

2.2 Objetivos particulares

- Determinar el tiempo óptimo de molienda para cada uno de los compositos estudiados.
- Analizar los cambios en la calidad cristalina del material compuesto por la interacción de la alúmina en la matriz de cobre mediante estudios de FWHM de los picos de mayor intensidad de los patrones de XRD.
- Identificar el efecto del contenido de Al_2O_3 en la microestructura mediante el análisis EDS y SEM.
- Establecer las condiciones del proceso de fabricación del material compuesto a través del monitoreo de las etapas de mezclado, prensado y sinterizado mediante las técnicas de caracterización

3. HIPÓTESIS

Mediante el mezclado de polvos en molino de bolas (de vidrio), formado en frío y sinterizado iso-térmico es posible obtener compositos cobre-alúmina con propiedades mecánicas mejores que el cobre puro.

4. REVISIÓN DE LITERATURA CON TITULO PRINCIPAL

4.1. Materiales compuestos.

4.1.1 Definición de materiales compuestos.

Un material compuesto o composito es un material sólido complejo formado por dos o más materiales que, en términos generales, constituyen un material útil. El material compuesto se diseña para que muestre las mejores propiedades o cualidades de sus componentes o algunas propiedades nuevas. La combinación de dos o más materiales existentes está dada por medios físicos, a diferencia de la unión química que ocurre en las aleaciones o en los materiales sólidos monolíticos. Un composito debe tener un material base o matriz rodeado del material de refuerzo, en donde las dos fases actúen juntas para producir características que no correspondan a ninguno de los dos constituyentes actuando por separado como lo muestra la figura 4-1. Nótese que las fases insolubles o que los constituyentes principales de un material compuesto no pierden su identidad (Jacobs and Kilduff, 2001).

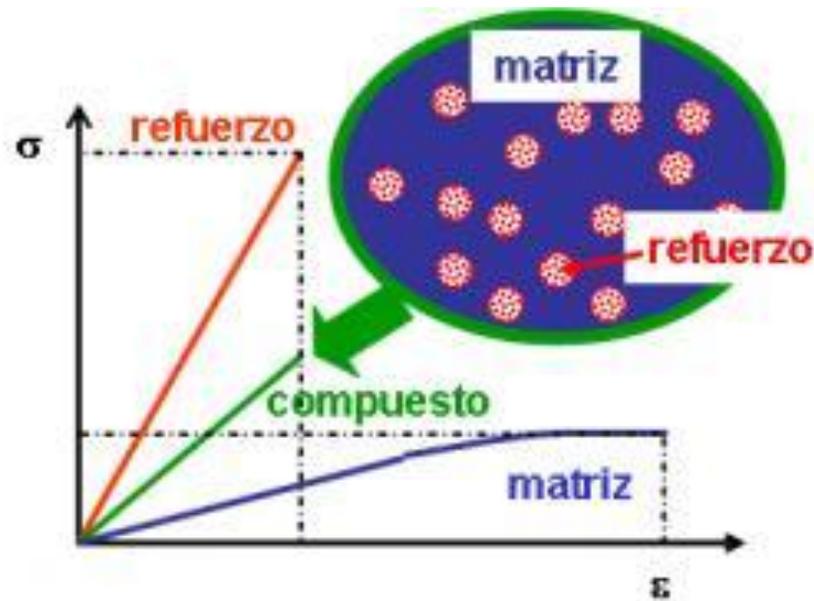


FIGURA 4-1. Material compuesto.

4.1.2 Materiales compuestos naturales.

Una definición amplia de los materiales compuestos incluye algunos compositos naturales como las algas marinas multicelulares, el bambú, la madera y el hueso humano. La madera es un material compuesto de fibras de celulosa en una matriz de lignina. El hueso consiste en un material compuesto de fibras cortas y suaves de colágeno embebidas en una matriz mineral llamada apatita (Chawla, 1998).

4.1.3 Materiales compuestos en la historia.

Entre los materiales compuestos desarrollados por el hombre a lo largo de la historia se cuentan los cascos mongoles del s. XIII que eran construidos con tendones de animal, madera, seda y adhesivos; los antiguos israelitas usaban paja para reforzar los adobes; en tanto que los antiguos egipcios desarrollaron madera laminada de varias capas. Las espadas y armaduras medievales son ejemplos de los ahora conocidos materiales metálicos laminados. Durante la II Guerra Mundial se empezó a utilizar el material compuesto de poliéster-fibra de vidrio en domos de radar y estructuras aeronáuticas secundarias. A finales de los años 1950's las investigaciones se enfocaron a la búsqueda de materiales compuestos ligeros con matrices de aluminio y titanio, obteniéndose resultados en 1963 con fibras de boro y después con fibras cortas como el óxido de berilio.

4.1.4 Necesidad de los materiales compuestos.

Algunas de las razones por las que se emplean los materiales compuestos son las siguientes (Jacobs and Kilduff, 2001):

- Incrementar la resistencia a la tracción

- Incrementar la resistencia al impacto
- Incrementar la temperatura de deflexión-calor
- Incrementar el coeficiente de amortiguamiento mecánico
- Reducir la permeabilidad de los gases y los líquidos
- Modificar las propiedades eléctricas
- Reducir los costos
- Disminuir la absorción de agua
- Disminuir la expansión térmica
- Aumentar la resistencia a la corrosión
- Reducir el peso
- Mantener la resistencia a la tracción a altas temperaturas en un ambiente corrosivo
- Incrementar los usos alternativos y el reciclaje para reducir los impactos negativos en el medio ambiente
- Mejorar la flexibilidad del diseño.

4.2. Materiales compuestos cobre alúmina.

4.2.1 El cobre.

El cobre cuyo símbolo atómico es Cu, tiene apariencia metálica y color pardo rojizo, es uno de los metales de mayor uso. Se ha utilizado en el arte y en la industria durante alrededor de 7000 años. Ya era conocido en épocas prehistóricas y las primeras herramientas y enseres metálicos fueron de cobre. Se han encontrado

objetos de este metal en las ruinas de muchas civilizaciones antiguas, como en Egipto, Asia Menor, China, sureste de Europa, Creta, América del Sur y Chipre (de donde proviene la palabra cobre). Dio su nombre a la edad de cobre, la cual precedió a la edad de bronce. El cobre se ha utilizado a lo largo de la historia para acuñar monedas y confeccionar útiles de cocina, tinajas y objetos ornamentales. En un tiempo era frecuente reforzar con cobre la quilla de los barcos de madera para proteger el casco ante posibles colisiones. Debido a su extraordinaria conductividad, sólo superada por la plata, ha sido el metal más utilizado en la industria eléctrica desde mediados del s. XIX.

El cobre es uno de los elementos de transición de la tabla periódica de los elementos, cuyo número atómico es el 29. El cobre puede encontrarse en estado puro. Su punto de fusión es de 1083 °C, mientras que su punto de ebullición es de 2567 °C y tiene una densidad de 8.96 g/cm³. Su masa atómica es 63.546, la temperatura de recocido 500 °C, la temperatura de forja 750-900 °C y la carga de ruptura 3222 kg/mm². Su estructura cristalina es cúbica de caras centradas, según la Figura 4-2.



FIGURA 4-2. Estructura cristalina del cobre.

El cobre tiene una gran variedad de aplicaciones a causa de sus ventajosas propiedades, como son, elevada conductividad del calor y de la electricidad, la resistencia a la corrosión, así como maleabilidad y ductilidad, además de su belleza. Sirve como elemento de aleación, como base para aleaciones de cobre, como recubrimiento de otros materiales, como base de materiales compuestos. Su ductilidad permite transformarlo en cables de cualquier diámetro, a partir de 0.025 mm. La resistencia a la tracción del alambre de cobre estirado es de unos 4200 kg/cm². Puede usarse tanto en cables y líneas de alta tensión exteriores como en el cableado eléctrico en interiores, cables de lámparas y maquinaria eléctrica en general: generadores, motores, reguladores, equipos de señalización, aparatos electromagnéticos y sistemas de comunicaciones.

El cobre es un buen ejemplo de un material tradicional con nuevas aplicaciones para resolver modernas necesidades como consecuencia de los ilimitados cambios en la tecnología de los materiales a raíz de los esfuerzos de la investigación y del desarrollo industrial (Jacobs and Kilduff, 2001).

4.2.2 La alúmina.

La alúmina u óxido de aluminio es uno de los materiales abrasivos más importantes y ampliamente utilizados, ya que como se muestra en el Cuadro 4-1, solamente le supera en dureza el diamante en la escala de Mohs. Junto con la sílice, es el ingrediente más importante en la constitución de las arcillas y los barnices, impartiendoles resistencia y aumentando su temperatura de maduración.

La alúmina es un material cerámico que se utiliza en operaciones a elevadas temperaturas. Su densidad es 3,86 g/cm³, tiene una dureza Vickers 1500-1650 kp/mm² y un módulo de elasticidad de 300-400 GPa. Los cristales de óxido de aluminio son normalmente hexagonales y de tamaño diminuto. Se utiliza como aislante térmico en contenedores de metales fundidos, como revestimiento anti-oxidante de los electrodos de carbón, como secador del aire comprimido, como

dieléctrico de bujías, capacitores y microondas; en forma de partículas se utiliza como soporte de catalizador, tiene importantes usos médicos y en prótesis dentales (Askeland, 2004).

Dureza	Mineral	Composición química
1	Talco, (se puede rayar fácilmente con la uña)	$Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2$
2	Yeso, (se puede rayar con la uña con más dificultad)	$CaSO_4 \cdot 2H_2O$
3	Calcita, (se puede rayar con una moneda de cobre)	$CaCO_3$
4	Fluorita, (se puede rayar con un cuchillo)	CaF_2
5	Apatita, (se puede rayar difícilmente con un cuchillo)	$Ca_5(PO_4)_3(OH-,Cl-,F-)$
6	Feldespatos, (se puede rayar con una cuchilla de acero)	$KAlSi_3O_8$
7	Cuarzo, (raya el vidrio)	SiO_2
8	Topacio,	$Al_2SiO_4(OH-,F-)_2$
9	Corindón, (sólo se raya mediante diamante)	Al_2O_3
10	Diamante, (el mineral natural más duro)	C

CUADRO 4-1. Escala de dureza Mohs

El óxido de aluminio existe en la naturaleza en forma de corindón, y de esmeril. Ciertas piedras preciosas, como el rubí y el zafiro, son formas de alúmina coloreadas por indicios de óxidos de metales pesados; se pueden fabricar piedras artificiales por fusión en la flama oxhídrica. La alúmina Al_2O_3 se halla también en forma de óxidos hidratados que son los componentes de la bauxita y de la laterita. Ésta última consta principalmente de hidróxidos alumínico-férricos, sílice y otros óxidos en menores proporciones.

El óxido de aluminio fundido y vuelto a cristalizar es idéntico en sus propiedades químicas y físicas al corindón natural. Tanto el corindón natural impuro (esmeril), como el corindón artificial puro (alundo) se utilizan como abrasivos. A temperatura ordinaria, el óxido de aluminio es insoluble en todos los reactivos químicos comunes.

La estructura en forma de octaedro de la alúmina, en la cual seis grupos hidroxilos (OH^-) cuyos átomos de oxígeno están dispuestos de tal manera que cada uno forma un vértice de un octaedro que se mantiene unido por un átomo de aluminio en el centro. Algunas veces el aluminio es sustituido por hierro en estado ferroso o férrico. Los octaedros se encuentran unidos entre sí en una hoja o lámina conocida como hoja de alúmina u octaédrica.

La alúmina activada es una forma porosa y adsorbente que se produce calentando los hidratos a temperatura superficial para expulsar la mayor parte del agua combinada. Es necesario regular el calentamiento, pues si la temperatura es demasiado alta no se obtiene la extensión máxima de superficie. La sustancia comercial viene en granos gruesos, en terrones, bolas y tabletas de diversos tamaños.

Una de las aplicaciones más importantes que tienen estas sustancias es el desprendimiento de gases y líquidos. La alúmina activada tiene la propiedad de secar el aire hasta dejarle muy poca humedad. Los experimentos efectuados por la National Bureau of Standards indican la capacidad de diversos desecantes.

La alúmina activada es un material con buenas propiedades de adsorción de fluoruros del agua y constituyen el material adsorbente más usado para este fin.

Los tipos muy adsorbentes o alúminas activadas se expenden en forma granular y de tabletas de tamaño apropiado para lechos catalizadores fijos. La magnitud de su superficie depende del método de preparación y del grado de activación. Las formas comerciales tienen entre 100 y 400 m² de área por gramo. Contienen carbonato sódico como impureza, pero en algunas variedades sólo llega al 0.1% o menos. Algunas alúminas activadas tienen resistencia excepcional al calor y conservan su área a 800 °C.

Se emplean las alúminas activadas en reacciones de deshidratación, como en la conversión del alcohol etílico en etileno, y en otras reacciones en las que el agua es el producto.

Esta clase de alúmina tiene actividad para muchas otras reacciones; por ejemplo: la descomposición pirogénica (cracking), isomerización, des-hidrogenación, des-fluorización y desulfuración. Son tan estrictos los requisitos de un catalizador eficaz, que rara vez se ajusta a ellos un solo compuesto, y muchos catalizadores comerciales son mezclas de dos o más sustancias; la alúmina activada es una sustancia útil que entra en muchas de esas composiciones. Suele emplearse para conseguir gran área, más estabilidad, forma física más conveniente y bajo costo.

Los óxidos de molibdeno, cromo y vanadio que impregnan la alúmina activada son buenos catalizadores de la des-hidrogenación, como en la conversión del gas butano en butadieno, así como en la des-hidrogenación cíclica, fuente de tolueno y otros hidrocarburos aromáticos. Los metales de actividad catalítica, como el níquel, el hierro, el cobalto y el platino, se emplean con el soporte de la alúmina, con el fin de elevar su potencia de hidrogenación y de síntesis.

4.2.3 Las nano-partículas.

Las nano-partículas como una nueva rama de la investigación de materiales, tienen actualmente mucho auge, siendo esto debido a sus aplicaciones en diversas áreas tales como: la electrónica, la óptica, la catálisis, los fluidos férricos, así como en el almacenamiento de datos. Las aplicaciones más comunes de las nano-partículas de alúmina se encuentran en el sector sanitario, medioambiental e industrial. Las membranas nano-porosas de alúmina presentan propiedades únicas que permiten su aplicación en otros sectores. Presentan por ejemplo un gran potencial en procesos de nano-filtración en continuo, construcción de nano-electrodos, almacenamiento de energía solar. Una de las últimas aplicaciones más interesantes es la construcción de cápsulas para realizar implantes celulares que produzcan sustancias que el organismo receptor no puede producir, por ejemplo insulina. La bio-compatibilidad y rigidez de la alúmina unida al tamaño nano-métrico de los poros permite que las células sean protegidas de las respuestas inmunológicas, y sin embargo, puedan seguir realizando sus funciones biológicas. Otro aspecto muy interesante de estas membranas es que pueden producirse a bajo costo y con un equipamiento económico (Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America, 2004).

Los materiales nano-compuestos son aquéllos en los que al menos una de las dimensiones de uno de los constituyentes es de 100 nm como máximo. El reforzamiento se logra a través de muy bajas proporciones de partículas nano-métricas (Chawla, 1998).

4.2.4 Criterios de selección de la matriz de cobre y el reforzamiento de alúmina.

Se requieren materiales de alta conductividad eléctrica o térmica, en combinación con una alta resistencia mecánica, para aplicaciones tales como: electrodos para soldadura, interruptores de alto rendimiento e intercambiadores de

calor. Por su buena conductividad térmica y eléctrica, las aleaciones base cobre parecen adecuadas para satisfacer estos requerimientos. Sin embargo, las aleaciones base cobre de alta resistencia tradicionales endurecidas por precipitación no son apropiadas para este uso porque los precipitados se disuelven a altas temperaturas. La solución a este problema se ha explorado, entonces, a través del desarrollo de aleaciones con dispersoides finos y estables, de elementos insolubles y de baja difusividad en el cobre. La efectividad de los dispersoides sobre la resistencia mecánica a altas temperaturas, depende principalmente del proceso de manufactura empleado. Entre estos procesos se cuentan: mezcla mecánica, descomposición de sales, oxidación interna, reducción selectiva y, desde 1970, aleado mecánico. Empleando aleado mecánico se han estudiado algunos sistemas base cobre, especialmente cobre-alúmina (Palma et al., 1998).

Los materiales compuestos Cu-Al₂O₃ son usados ampliamente como materia prima para productos que requieren alta resistencia y propiedades eléctricas, tales como materiales de electrodos para cables conductores, cuchillas de relevadores, soportes de contactos y materiales de electrodos para soldadura de puntos. Estos materiales compuestos tienen también una mayor resistencia a alta temperatura y resistencia al desgaste por descarga eléctrica. El principal requerimiento para la estructura de los materiales reforzados por dispersión es una distribución homogénea de una pequeña cantidad de partículas de óxido en la matriz de cobre (Lee et al., 2001).

La matriz tiene por lo general considerablemente menor densidad y resistencia que el material de refuerzo, pero la combinación de ambos constituyentes da lugar a una resistencia alta, pero manteniendo una densidad baja. La matriz sirve como estructura, manteniendo el material de refuerzo distribuido. No hay reacción química entre los componentes, sólo unión en su interface. Los materiales de refuerzo pueden ser en forma de partículas, hojuelas, pelos, fibras cortas, fibras continuas u hojas (Chawla, 1998).

El cobre se seleccionó como metal base del material compuesto debido a su alta conductividad térmica y eléctrica, pero bajas propiedades mecánicas. Se

eligieron las partículas de alúmina como material de refuerzo debido a sus excepcionales propiedades, tales como alto punto de fusión, elevada dureza, excelente estabilidad térmica a altas temperaturas. Dentro de la matriz de cobre, la alúmina puede aumentar la temperatura de re-cristalización y mostrar una mejor resistencia a elevadas temperaturas presionando los bordes de grano y sub-granos como barrera a los movimientos de dislocación (Korać et al. 2008).

La adición de partículas de alúmina a la matriz de cobre se considera como un caso de material compuesto con reforzamiento por dispersión. Las partículas de alúmina son inertes y actúan como inhibidoras de los movimientos de dislocación y por eso refuerzan al cobre a elevadas temperaturas (Jacobs and Kilduff, 2001).

4.3 Defectos en los cristales.

Los defectos en los cristales condicionan el comportamiento mecánico de los sólidos.

4.3.1 Defectos puntuales.

Los defectos puntuales afectan a uno o a unos cuantos átomos de la red y son importantes en los procesos de deformación y difusión. Existen los casos siguientes:

Vacantes: ausencia de un átomo en un nudo de la red.

Intersticiales: presencia de un átomo en una posición de la red que no le corresponde.

Por inserción: la posición no es un nudo de la red.

Por sustitución: el átomo que ocupa el nudo es de diferente especie.

4.3.2 Defectos lineales o dislocaciones

Las dislocaciones afectan a un número elevado de átomos de la red. Las dislocaciones son imperfecciones lineales en un cristal que de otra manera sería perfecto. Se suelen introducir las dislocaciones en el cristal durante la solidificación del material o cuando el material se deforma permanentemente. Ejercen un papel fundamental en los procesos de deformación plástica, son las responsables de que la resistencia real sea en muchos órdenes de magnitud inferior a su valor teórico.

Aunque en todos los materiales, incluyendo los cerámicos y los polímeros, se presentan las dislocaciones, éstas son especialmente útiles para explicar la deformación y el endurecimiento de los materiales metálicos. Se pueden identificar tres clases de dislocaciones: de tornillo o helicoidal, de borde o de cuña y mixta.

Dislocación de borde o de cuña. Como de muestra en la Figura 4-3, al insertar parcialmente un semiplano atómico en el cristal hace que el borde inferior del plano insertado se convierta en la línea de dislocación. En la Figura 4.4 un cilindro, de unas cuantas dimensiones atómicas que contiene la línea de dislocación viene a ser el núcleo de dislocación. El desplazamiento atómico que produce una dislocación en cada salto, al moverse a través del cristal, es igual al escalón que se produce cuando la dislocación alcanza la superficie del cristal y se denomina vector de Burgers (**b**), el cual es perpendicular a la línea de dislocación.

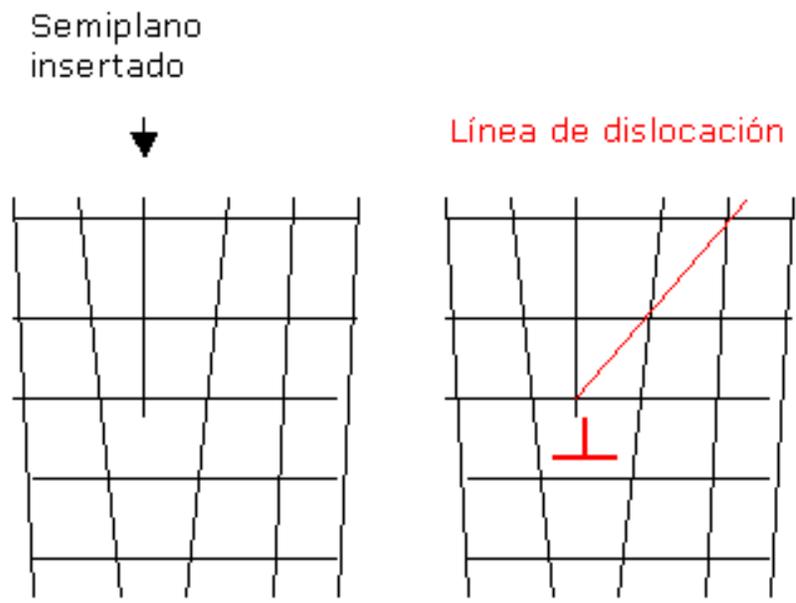


FIGURA 4-3. Dislocación de borde.

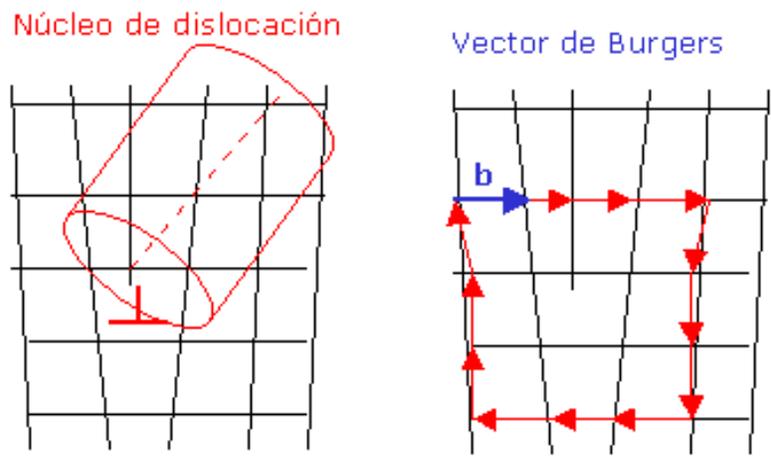


FIGURA 4-4. Vector de Burgers de una dislocación de borde.

En la Figura 4-5 se ilustra el movimiento de una dislocación de borde o de cuña ante un esfuerzo de cizallado.

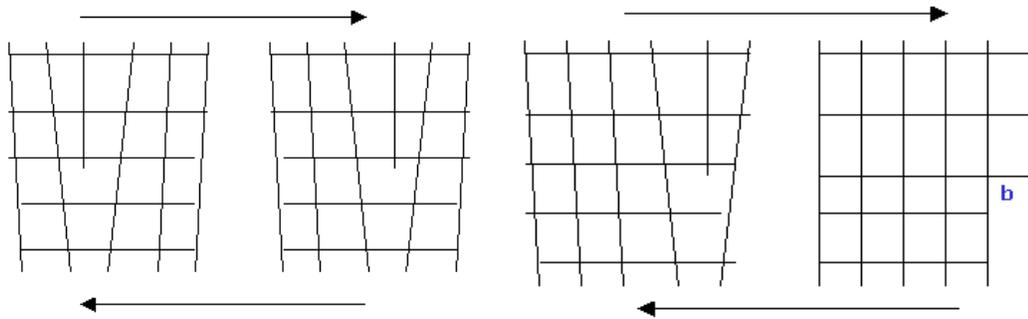


FIGURA 4-5. Movimiento de una dislocación de borde.

El vector (**b**) define la magnitud, la dirección y el sentido del deslizamiento de una dislocación. La línea de dislocación se mueve en la misma dirección que la tensión aplicada. El proceso de deformación plástica por movimiento de dislocaciones se llama deslizamiento, el cual se caracteriza por tener una dirección igual a la dirección del movimiento de la línea de dislocación y un plano de deslizamiento, que es el definido por la línea de dislocación y por (**b**). Como las dislocaciones de borde disponen de un único plano de deslizamiento sólo son móviles a alta temperatura.

Dislocación de tornillo o helicoidal. En la Figura 4-6 se ilustra haciendo un corte de cizallamiento parcial en un cristal perfecto, y a continuación, torciendo ese cristal una distancia atómica. En este caso (**b**) es paralelo a la línea de dislocación. La línea de dislocación se mueve perpendicular a la dirección de la tensión. Las dislocaciones helicoidales se pueden mover según cualquier plano que contenga la línea de dislocación. Esta característica las hace mucho más móviles y capaces de superar obstáculos cambiando a un segundo plano de deslizamiento.

Dislocación mixta. Las dislocaciones mixtas tienen componentes de borde y de tornillo, con una región de transición entre ellas; sin embargo el vector Burgens queda igual para todas las porciones de la dislocación mixta (Askeland and Phulé, 2004).

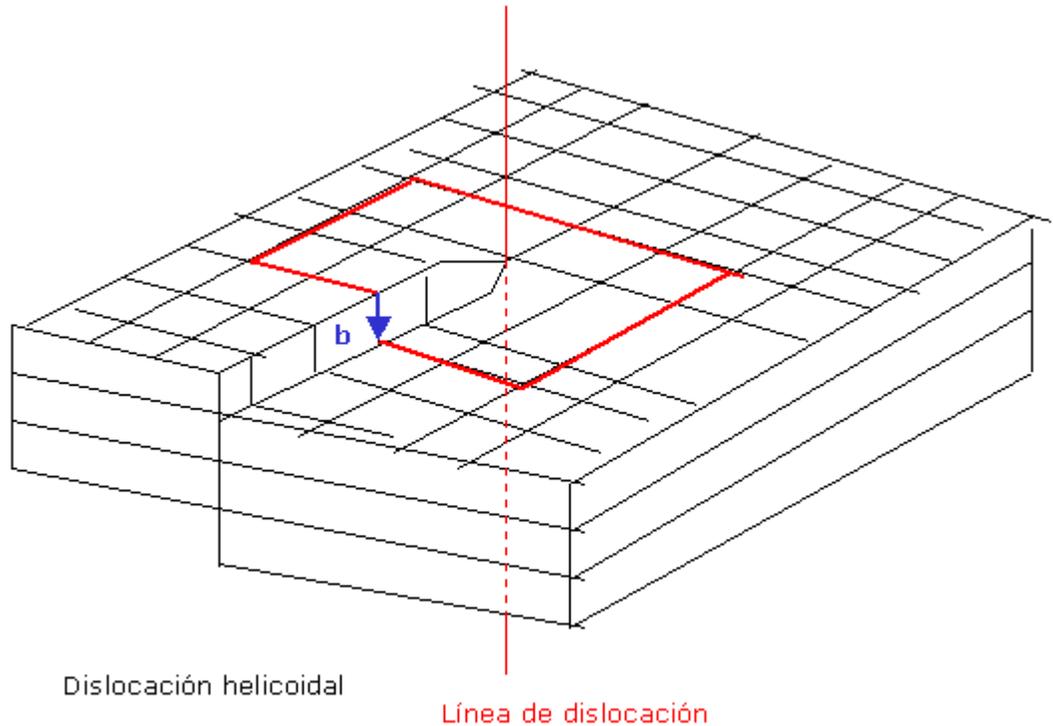


FIGURA 4-6. Dislocación de tornillo.

4.3.3 Densidad de las dislocaciones

La densidad de las dislocaciones se define como el número de líneas de dislocación por unidad de volumen. La densidad de las dislocaciones, al igual que la posición de las dislocaciones, también se puede determinar a través del número de manchas que quedan en las superficies de las piezas plásticamente deformadas y sometidas a un ataque químico por unidad de área.

Los métodos actuales de investigación como la microscopía electrónica de barrido y la difracción de rayos X permiten observar directamente la traslación de algunas dislocaciones en la réplica y fotografiar su posición en el cristal.

El incremento del grado de deformación de la red cristalina, la disminución del parámetro de la red y el aumento de la densidad de las dislocaciones,

generalmente van acompañados por la elevación del grado del endurecimiento por deformación; por lo que a menudo se emplean como criterio para su evaluación.

La aparición en la industria radiotécnica de tecnologías para la elaboración ultra-precisa del cobre, del aluminio, del níquel y de otros metales no ferrosos, que garantizan el logro de exactitudes en el orden de $0,1 \mu\text{m}$, con una rugosidad superficial de $0,01 \mu\text{m}$, hacen imprescindible el análisis de los procesos de deformación del metal en el nivel sub-microscópico. Las magnitudes señaladas son inferiores a las dimensiones de las líneas de deslizamiento de las impurezas y de los cristales, por eso las dimensiones de los últimos y los defectos de la estructura influyen directamente en el desarrollo del proceso de elaboración y la exactitud alcanzada. Al alcanzar las dimensiones de los granos de los carburos en las herramientas metálico-cerámicas los $0,2 \mu\text{m}$, éstas no pueden ser empleadas en la elaboración ultra-precisa y se sustituyen por herramientas de diamante natural. Existen datos, en donde se plantea que durante el arranque de una capa de $1 \mu\text{m}$ de espesor de aluminio puro con una cuchilla de diamante a una velocidad de 130 m/min , se pueden observar dos formas de ruptura del metal: la ruptura relacionada con la unión desmedida de las dislocaciones y la ruptura vinculada con la deformación por cizallamiento. Esto demuestra que el carácter de la ruptura influye sustancialmente sobre la rugosidad de la superficie elaborada.

Debido a que la elaboración por corte conduce a la aparición de una gran cantidad de defectos superficiales de la estructura, que a su vez reducen considerablemente la resistencia de los metales, es por lo que la elaboración ultra-precisa debe realizarse bajo condiciones, durante las cuales las tensiones de cizallamiento se distribuyan en zonas inferiores al intervalo de las dislocaciones; lo que permita conservar una estructura sin defectos en el metal que se elabora (Brindis, 2002).

El número de dislocaciones aumenta drásticamente durante la deformación plástica. La densidad de las dislocaciones de un metal que ha sido deformado considerablemente puede ser tan alta como 10^{10} mm^{-2} . Una importante fuente de esas nuevas dislocaciones son las dislocaciones existentes que se multiplican;

además de eso los bordes de grano, así como los defectos internos y las irregularidades superficiales tales como ralladuras y fisuras, las cuales actúan como concentraciones de esfuerzos, pueden servir como lugares en donde se originen dislocaciones durante la deformación (Callister, 2003).

Tensiones residuales

Durante el tratamiento térmico, la fabricación por corte y otros procesos tecnológicos en los artículos pueden surgir tensiones internas, que se equilibran mutuamente en el interior del cuerpo. En la mayoría de los casos estas tensiones se mantienen parcial o totalmente dentro del metal una vez culminado el proceso tecnológico, por eso se denominan tensiones residuales.

El surgimiento de las tensiones residuales está asociado a los cambios de muchas propiedades físico-químicas y físico-mecánicas de los materiales, condicionadas por las particularidades de cada proceso tecnológico de fabricación de las piezas. Por esta razón, dichos procesos deben ser diseñados de forma tal que las tensiones residuales que surjan en las capas superficiales garanticen la fiabilidad del trabajo de los artículos en condiciones de explotación.

Una de las clasificaciones más aceptadas de las tensiones residuales es la de Davidienkov, conforme a la cual existen tres tipos de tensiones, que se diferencian entre sí por el volumen en donde se equilibran (Brindis, 2002):

- **Tensiones de primer género** (macroscópicas, zonales o tecnológicas). Se equilibran en el volumen de todo el cuerpo. Estas tensiones residuales están orientadas en correspondencia con la forma de la pieza. En presencia de las tensiones de primer género, la separación de cualquier parte de la pieza conduce a la ruptura del equilibrio entre el resto de las partes, lo que en muchos casos provoca deformaciones como alabeos o distorsiones del artículo. Además, las tensiones residuales de tracción pueden ser perjudiciales, en tanto que generalmente beneficiosas las de compresión.

- **Tensiones de segundo género** (microscópicas o cristalinas). Se equilibran en el volumen de algunos cristales o bloques. Estas tensiones residuales pueden estar o no orientadas en dirección al esfuerzo que produjo la deformación plástica.
- **Tensiones de tercer género** (deformaciones estáticas de la red cristalina). Se equilibran en los límites de pequeños grupos de átomos. En los metales deformados las tensiones se equilibran en los grupos de átomos que se encuentran cercanos a los bordes de los granos, a los planos de deslizamiento, etc. Las deformaciones pueden estar relacionadas con la presencia de dislocaciones. El desplazamiento de los átomos de las posiciones ideales puede surgir también en los cristales de las soluciones sólidas debido a la diferencia entre las dimensiones de los átomos y a la interrelación química entre los átomos del mismo género y de géneros diferentes, que componen la solución.

En presencia de las tensiones residuales de los géneros segundo y tercero, la separación de una parte del cuerpo no conduce a una redistribución de las tensiones y por lo tanto el cuerpo no se deforma. Estas tensiones residuales pueden ser beneficiosas si con su presencia se relaciona el endurecimiento de los metales. Las tensiones de diferentes géneros conducen a diferentes efectos en los difractogramas, lo que permite aplicar estos métodos en el estudio de dichas tensiones.

Las tensiones residuales de primer género provocan el desplazamiento de las líneas interferenciales, que especialmente se detecta bajo grandes ángulos de Bragg, mientras que las de segundo género conducen al ensanchamiento de dichas líneas; en tanto que las de tercer género a su estrechamiento y al crecimiento del fondo de la difusión.

El endurecimiento por deformación del metal, debido a su propia deformación plástica, en gran medida depende del estado de tensión en el que se encuentre en las zonas sub-microscópicas y microscópicas.

Al realizarse la deformación plástica se gasta energía, del 75 al 90% de la cual se convierte irreversiblemente en calor, mientras que del 10 al 15% (y cuando la aplicación de la fuerza es dinámica: hasta el 25%) se absorbe por la red cristalina. La energía absorbida por el metal lo saca de su estado estable (sin endurecimiento) y lo conduce a un estado inestable (al endurecimiento). En este caso, toda la energía acumulada en el metal (el 99.9%), se conserva en el mismo en forma de deformaciones de la red cristalina, que tiene las mismas escalas que las dimensiones atómicas (por la clasificación de Davidienkov se denominan tensiones de tercer género). Las tensiones de tercer género revelan su acción a escala de 10^{-6} a 10^{-7} mm, es decir en dominios formados sólo por varios núcleos cristalinos elementales (Brindis, 2002).

Las tensiones de las redes cristalinas se forman alrededor de las dislocaciones y en las dislocaciones rectilíneas van disminuyendo proporcionalmente a la distancia desde la línea de la dislocación. A la distancia de 1 μm de ella la tensión es aproximadamente igual al límite de fluencia del metal en estado de recocido. Los átomos intersticiales constituyen otra fuente de tensiones del tercer género, que abarca una zona de menor orden que la de las dislocaciones. En dependencia de sus dimensiones, resulta posible tanto la tracción, como las compresiones de la red, que crean campos de fuerza y que a su vez se difunden en todas direcciones a aproximadamente la misma distancia.

Las tensiones vinculadas con la deformación plástica son varias veces mayores que las tensiones nominales medias, determinadas durante los cálculos ingenieriles; esto es debido a que la presión de la dislocación cabecera sobre la barrera es en n veces superior a la tensión que se aplica desde el exterior, siendo n el número de dislocaciones frenadas o retenidas en la fila de átomos dada.

Las tensiones residuales de tercer género o deformaciones de las redes cristalinas se determinan por cálculos teóricos o mediante investigaciones experimentales por medio de rayos X y por otros métodos, las que generalmente se caracterizan por:

- La densidad de las dislocaciones(ρ) en cm^{-2}
- El grado de deformación de la red cristalina (I_{310} / I_i)
- El cambio del parámetro de la red ($\Delta a/a$)
- El grado de trituración de los bloques cristalinos.

Recocido

También es posible reducir la densidad de dislocaciones calentando un material a una temperatura relativamente alta y manteniéndolo en ella durante un largo tiempo. A este tratamiento se le llama recocido y se usa para impartir ductilidad a los materiales metálicos.

Por lo anterior, el control de la densidad de las dislocaciones es un método importante para controlar la resistencia y la ductilidad de los metales y aleaciones.

4.3.4 Bordes de grano

Los bordes de grano son regiones a lo largo de las cuales se acoplan cristales de diferente orientación. Son químicamente más activos que el interior de los granos, pueden actuar como sumideros de impurezas y es el lugar en donde se segregan las fases con menor punto de fusión.

Un borde de grano es la superficie que separa los granos individuales, es una zona angosta en la que los átomos no tienen las distancias correctas, como se muestra en la Figura 4-7. Es decir, los átomos están tan próximos entre sí en algunos lugares de los límites de grano, que producen una zona de compresión; y en otros lugares están tan alejados que producen una zona de tensión.

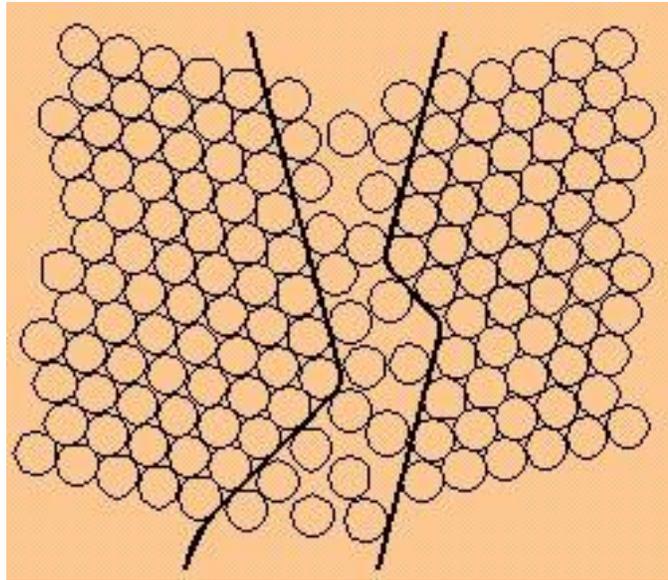


FIGURA 4-7. Bordes de grano.

4.3.5 Tamaño del grano

Un grano es una porción del material dentro de la cual el arreglo de los átomos es casi idéntico. Sin embargo, la orientación del arreglo de átomos o estructura cristalina es diferente entre granos vecinos. Una forma de especificar el tamaño del grano es con el número de tamaño del grano ASTM. La cantidad de granos por pulgada cuadrada se determina con una fotografía del metal tomada con 100X de aumento. La cantidad (N) de granos por pulgada cuadrada se sustituye en la ecuación siguiente y así se calcula el número (n) del tamaño del grano ASTM.

$$N=2^{n-1}$$

Un número (n) de tamaño del grano ASTM grande indica muchos granos o un tamaño pequeño de partícula y se correlaciona con mayores resistencias en los metales.

Un método para controlar las propiedades de un material es controlando el tamaño del grano. Al reducir el tamaño del grano se aumenta el número de granos y, en consecuencia, se aumenta la cantidad de superficie de límites de grano. Toda

dislocación recorre solamente una distancia corta para encontrar un límite de grano y detenerse; así la resistencia del material metálico aumenta. Este mecanismo de aumentar la resistencia de un material por medio de la deformación es el endurecimiento por deformación.

4.3.6 Materiales amorfos

Los materiales amorfos son aquéllos cuyos átomos están en desorden, no tienen configuración de ningún tipo. Estas estructuras no cristalinas son comunes en la naturaleza como materiales sólidos no metálicos, tales como silicatos, los que en su estado líquido viscoso tienen moléculas individuales limitadas en movilidad y alcanzan lentamente la cristalización. Esto permite el uso de modestas relaciones de enfriamiento para suprimir completamente la cristalización. El descubrimiento de los metales amorfos se adjudica a P. Duwez en 1960, quien usó una pistola de gas presurizado para impulsar pequeñas gotas de aleación fundida sobre una placa de cobre pulida. Al contacto con la placa, las gotas de metal fundido se solidificaron en forma de hojuelas. Entonces, el proceso de partición-sofocación originó la solidificación rápida de los metales amorfos. A principios de los 1970's la fórmula para producir todos los metales amorfos se estableció y consistió en varios porcentajes de tres principales constituyentes: uno o más elementos de transición, un elemento no metálico como el boro, el fósforo o el carbono, y un metaloide como el silicio, el aluminio o el germanio. El desarrollo de los materiales amorfos es un ejemplo clásico de la íntima relación que existe entre los tres más importantes principios de la ciencia de los materiales: estructura, proceso y propiedades de los materiales (Jacobs and Kilduff, 2001).

4.4 Procesos de endurecimiento

La restricción de la movilidad de las dislocaciones aumenta la dureza y la resistencia de los materiales. Conforme a este principio, se han identificado los mecanismos de endurecimiento. Los límites de grano actúan como barreras al movimiento de las dislocaciones; así, refinando el tamaño del grano de un material poli-cristalino, éste se convierte en un material más duro y resistente. El refuerzo por solución sólida proviene de las interacciones por deformaciones de la red entre átomos de impureza y dislocaciones. Finalmente, a medida que un material es deformado plásticamente, la densidad de las dislocaciones aumenta, así como la extensión de las interacciones repulsivas entre los campos de deformación de las dislocaciones; el endurecimiento por deformación es el aumento de la resistencia por deformación plástica (Brindis, 2002).

4.4.1 Endurecimiento por deformación plástica

Las deformaciones plásticas son causadas por deslizamientos inducidos por esfuerzos cortantes como se muestra en la Figura 4-8. Tales deformaciones pueden ocurrir en todos los materiales sometidos a grandes esfuerzos, aun a temperaturas normales. Muchos metales muestran un efecto de endurecimiento por deformación al sobrellevar deformaciones plásticas, ya que después de que han ocurrido deslizamientos menores por corte no acusan deformaciones plásticas adicionales hasta que se aplican esfuerzos mayores. No se presentan cambios apreciables de volumen como resultado de las deformaciones plásticas.

A un nivel microscópico, la deformación plástica corresponde al movimiento de las dislocaciones en respuesta a una tensión aplicada, dentro de un proceso denominado deslizamiento. El deslizamiento ocurre sobre planos cristalográficos específicos y dentro de estos planos únicamente en determinadas direcciones. Un sistema de deslizamiento representa una combinación de un plano y una dirección de deslizamiento. Los sistemas de deslizamiento operativos dependen de la estructura cristalina del material.

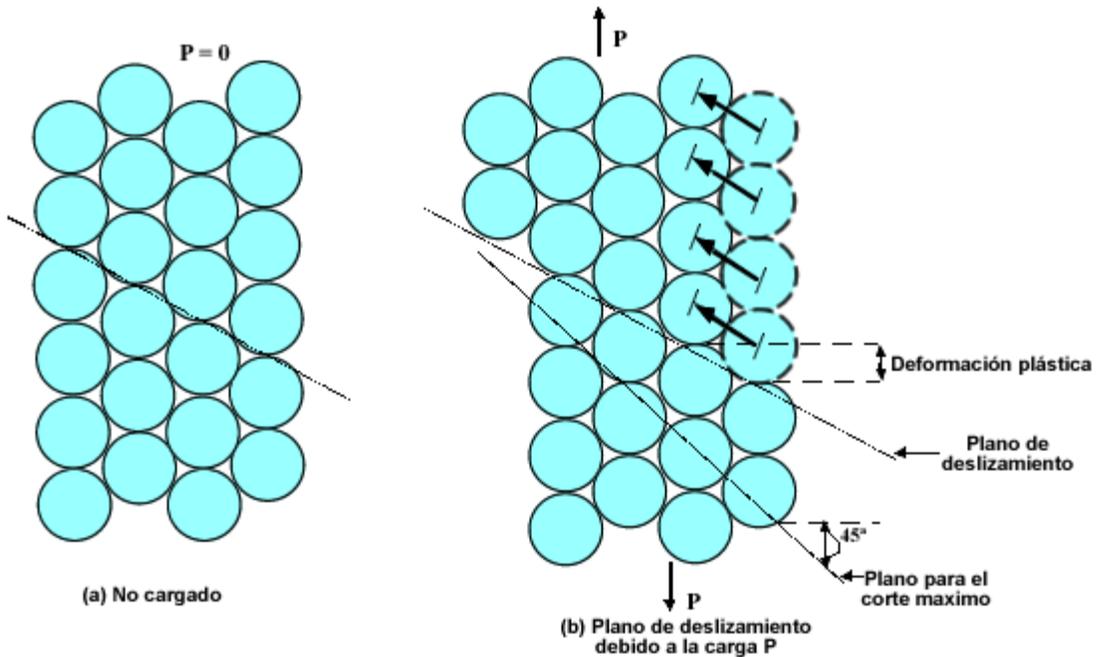


FIGURA 4-8. Deformaciones plásticas inducidas por esfuerzos cortantes.

La tensión de cizallamiento resuelta crítica es la tensión de cizallamiento mínima que se requiere para iniciar el movimiento de las dislocaciones; el límite elástico de un mono-cristal depende de la magnitud de la tensión de cizallamiento resuelta crítica y de la orientación del sistema de deslizamiento con respecto a la tensión aplicada. En el caso de los materiales poli-cristalinos, el deslizamiento ocurre dentro de cada grano a lo largo de los sistemas de deslizamiento que están mejor orientados con respecto a la tensión aplicada.

Además, durante la deformación la forma de los granos cambia de tal manera que la cohesión en los límites de grano se mantiene, puesto que la facilidad con la que un material es capaz de deformarse plásticamente es una función de la movilidad de las dislocaciones.

Las características micro-estructurales y mecánicas de una probeta deformada plásticamente pueden ser restauradas a los valores previos del estado no deformado mediante un tratamiento térmico apropiado, durante el cual se permite que ocurran los procesos de restauración, re-cristalización y

crecimiento del grano. Durante la restauración existe una reducción en la densidad de las dislocaciones y alteraciones en las configuraciones de la misma. La re-cristalización es la formación de un nuevo conjunto de granos libres de deformación; además, el material se hace más blando y más dúctil. El crecimiento del grano es el aumento del tamaño medio del grano de los materiales poli-cristalinos, el cual ocurre debido al movimiento de los bordes de grano.

Los materiales metálicos se deforman plásticamente bajo la acción de tensiones que rebasan su límite de elasticidad, que al mismo tiempo se eleva como resultado de dicha acción, además de provocar cambios en otras propiedades físicas y físico-químicas. Si se representa como (A) al trabajo de la deformación y como (Q) al calor que se desprende del cuerpo durante el proceso, entonces, en el caso de la deformación plástica ($A > Q$), lo que implica que parte del trabajo de la deformación se queda dentro del cuerpo y se consume en la elevación de su energía interna. Al sobrante de energía del cuerpo deformado con respecto al estado inicial ($\Delta U = A - Q$) se le denomina energía de las tensiones residuales.

Con el incremento del grado de deformación plástica se eleva la energía interna del metal, se deforma su estructura cristalina y cambian sus propiedades: el metal se endurece, se reduce su estabilidad ante la corrosión, se incrementa la velocidad de difusión y de las transformaciones de fase, disminuye su densidad y se acentúa la anisotropía de sus propiedades, debido a que se favorece la orientación de los cristales, de su textura (Brindis, 2002).

4.4.2 Endurecimiento por precipitación

El endurecimiento por precipitación consiste en un dispersoide lo suficientemente pequeño para proporcionar obstáculos eficaces al movimiento de las dislocaciones, favoreciendo así el mecanismo del endurecimiento. El endurecimiento por precipitación o envejecimiento estuvo presente de manera inadvertida en el

proceso de fundición del motor del primer aeroplano de los hermanos Wright al contaminarse la aleación de aluminio con cobre en el molde. Éste sigue siendo un ejemplo de los materiales nano-estructurados, cuya aplicación se ha extendido con el tiempo (Askeland y Phulé, 2004). Los sistemas de endurecimiento por dispersión (esto es aluminio y Al_2O_3) muestran los más altos niveles de resistencia a elevadas temperaturas, mientras que los precipitados (esto es CuAl_2 en aluminio) tienden a disolverse a altas temperaturas (Chawla, 1998).

4.4.3 Endurecimiento por solución sólida

Cuando se introducen átomos solubles como carbono, nitrógeno o manganeso en el hierro se obtiene el endurecimiento por solución sólida. Elementos intersticiales como el carbono y el nitrógeno son agentes de endurecimiento mucho más eficientes que los elementos sustitutos como el manganeso y el silicio. Esto se debe a que los intersticiales causan una distorsión tetragonal en la red cristalina y entonces interactúan con las dislocaciones de borde y de tornillo, mientras que los átomos sustitutos causan una distorsión esférica que interactúa solamente con las dislocaciones de borde, debido a que las dislocaciones de tornillo tienen solamente un campo de esfuerzo cortante y ningún componente hidrostático (Chawla, 1998).

4.4.4 Endurecimiento por dispersión.

El endurecimiento por dispersión de los materiales compuestos se logra mediante materiales óxidos en finas partículas como materiales dispersantes interactuando con las dislocaciones dentro de la matriz metálica de manera similar al endurecimiento por precipitación (Callister, 2003).

Se reporta que los materiales compuestos cobre alúmina tienen buenas conductividades eléctrica y térmica, son resistentes y soportan excelentemente una alta temperatura de recocido. Se ha encontrado que las propiedades mecánicas de

los materiales compuestos pueden mejorar considerablemente debido a la dispersión de nano-partículas de alúmina en la matriz de cobre (Jena et al., 2001).

Los polvos nano-métricos de alúmina pueden distribuirse homogéneamente en las micro-partículas de matriz de cobre por simple mezclado de los constituyentes correspondientes (Naser et al., 1997).

Se ha mostrado en particular que una proporción de tamaño de partículas tiene un efecto prominente en la cinética de la densificación. Una muy pequeña cantidad de inclusiones (típicamente del 3% vol.) puede afectar significativamente la densificación. Este efecto ha sido atribuido a diferentes fenómenos tales como esfuerzos inducidos por inclusión (Olmos et al., 2008).

Un aspecto muy importante del reforzamiento por dispersión es también la introducción de una cantidad, tan pequeña como sea posible, de partículas dispersas dentro del volumen del material base. Los polvos de tamaño nano-métrico tienen un mejor desempeño en el sinterizado debido a su gran área de superficie, y de allí que, puedan mejorar tremendamente el proceso de sinterizado. La pieza producida con polvos de tamaño nano-métrico tendrá alta densidad, dureza y resistencia a la fractura (Korać et al. 2008).

Para tales efectos de reforzamiento, las partículas nano-métricas de óxidos son apropiadas, las que debido a su dureza, estabilidad y no solubilidad en el metal base, representan obstáculos para los movimientos de dislocación a elevadas temperaturas. Los máximos efectos de reforzamiento son alcanzados mediante una distribución regular de partículas de óxido y cortas distancias de su fina dispersión en la matriz del metal base. La investigación sobre los materiales reforzados por dispersión muestra el significado de las propiedades de los polvos iniciales y la importancia de la estructura inicial, la que a pesar de sufrir ciertos cambios durante el proceso posterior, básicamente se mantiene en la estructura del producto final.

Una dispersión más fina de las nano-partículas origina una mayor resistencia e inhibe el movimiento de las dislocaciones. Esta situación da la pauta para desarrollar un estudio mediante el cual se logre esclarecer el efecto que ejerce sobre

la dureza en un bronce la adición de pequeñas cantidades de alúmina como fase dispersa en un proceso isotérmico usando tiempos reducidos de sinterizado (Osorio-Ramos et al., 2009).

El reforzamiento se consigue principalmente por obstrucción de movimiento de defectos lineales llamados dislocaciones. Las deformaciones plásticas de los metales se acompañan de los movimientos de dislocaciones (Chawla, 1998).

4.5 Proceso de la metalurgia de polvos

Mediante técnicas de fundición no se pueden manufacturar usualmente los materiales compuestos cobre-alúmina debido a la alta energía entre las fases del material fundido y el óxido. Tales materiales deben producirse por métodos de metalurgia de polvos (Lee et al., 2008). Los inconvenientes pueden minimizarse utilizando la ruta de la metalurgia de polvos (Moustafa et al., 2002).

El sinterizado es el proceso que consigue obtener productos metálicos o cerámicos con formas y propiedades prefijadas a partir del polvo o triturado elemental. El sinterizado es un proceso de producción de objetos a partir de polvos, en donde el material es calentado por debajo del punto de fusión hasta que sus partículas se adhieren unas con otras.

Las fases comprendidas dentro del proceso de sinterizado son:

- Elaboración de la materia prima: los polvos o granos elementales.
- Mezcla de componentes en función del producto.
- Conformado de la materia prima para adoptar la forma de la pieza pero con la resistencia mínima que permite su manipulación cuidadosa.
- Sinterizado de la pieza conformada obteniendo la resistencia prevista en el diseño.
- Acabado de la pieza hasta ultimar la especificación demandada, tanto dimensional como tratamientos térmicos o superficiales.

La preparación de los polvos es una técnica de fabricación mecánica, especificada para materiales frágiles como los cerámicos. La molienda consiste en la fractura de los granos de material por el impacto sucesivo de las bolas o rodillos de una máquina machacadora. Previo a este paso puede haberse empleado una trituradora de mandíbulas para reducir el material a pequeños trozos. La reducción conseguida, es decir, el tamaño del polvo, es función directa de la velocidad y el tiempo del tratamiento mecánico.

Mediante la compactación se obtiene la forma deseada de la pieza con dimensiones muy aproximadas a las finales. La compresión del polvo que se encuentra dentro de un dado que es el negativo volumétrico de la pieza a obtener. En la compactación se distinguen tres fases: el llenado del dado, la compresión y la expulsión.

La mayor dificultad al compactar es la fricción de las paredes. La fricción inhibe la expulsión y sobre todo afecta la densidad de la pieza en verde. La presión se reduce con la distancia de modo que la fuerza tiene fricción en la pared. La densidad de la pieza en verde aumenta con la presión de compactación y por consecuencia, se reduce con la longitud del punzón. Cuando la longitud de la pieza compactada es aproximadamente seis veces el ancho, el polvo es compactado pobremente. La fricción en las paredes del dado es proporcional a la presión radial cuando la compresión es en un eje (German, 1996).

En la fase de llenado, el dado se llena con el polvo que se ha mezclado previamente. En la fase de compresión, la presión se ejerce con prensas mecánicas o hidráulicas. La presión se transmite a la masa de los polvos de tres maneras diferentes:

- Simple efecto en donde la presión es aplicada por un solo lado. La presión de compactación sólo se aplica a la masa de polvos por el punzón superior.
- Doble efecto en donde la presión es aplicada simultáneamente por los dos extremos. La matriz está equipada con dos punzones móviles, uno inferior y otro superior.

- Matriz flotante, la cual está unida a la base por un muelle. La presión se aplica por el punzón superior, de manera que la fuerza de fricción de la masa de polvo contra las paredes de la matriz obliga al desplazamiento de ésta última hacia abajo.

Una vez que se ha alcanzado la forma indicada por el molde, y la altura (h) prefijada, por la prensa, se extrae lo que constituye la pieza en verde. El proceso requiere que la pieza en verde tenga la suficiente resistencia que permita su manipulación aunque cuidadosa.

El sinterizado es la fase que consiste en el horneado de la pieza en verde durante el tiempo de operación (t_s) y la temperatura (T_s). La temperatura de sinterizado es habitualmente inferior a la de fusión de sus partículas, e inferior a la de cambio alotrópico.

Por medio del sinterizado, la pieza en verde se transforma en una pieza con la resistencia necesaria para ser utilizada con fines industriales, lo que se logra por la consolidación y extensión de las uniones cohesivas inter-superficiales.

El horno debe permitir la incorporación de una atmósfera controlada (A_{tc}) que aporte neutralidad química, como es el caso del vacío o de los gases nobles (helio, argón, nitrógeno); o bien que introduzca elementos que permitan ciertas transformaciones por reacciones químicas.

El nitrógeno inerte tiene una densidad cercana a la del aire, por lo que previene efectivamente la entrada de aire al horno, cuya presencia durante el sinterizado daría lugar a un contacto pobre con porosidad entre las partes matriz y polvos. Con pequeñas cantidades de adiciones controladas de gases activos, las atmósferas de nitrógeno pueden satisfacer todas las funciones requeridas para el sinterizado. Además de eso, la cantidad y tipo de ingredientes activos pueden variarse para cambiar el nivel de reactividad de la atmósfera. El más importante de los ingredientes activos requeridos para el sinterizado de partes polvo/matriz es el hidrógeno (Kostelitz, 1981).

Entre las ventajas particulares de esta tecnología de polvos se incluyen:

1. La posibilidad de una muy alta pureza de los materiales usados y su gran uniformidad.
2. La preservación de la pureza debido a la naturaleza restringida de las subsecuentes etapas de fabricación.
3. La estabilización de los detalles de las operaciones repetitivas por control del tamaño del grano en las etapas de entrada.
4. La ausencia de partículas segregadas e inclusiones (como ocurre con frecuencia en los procesos de fundición).
5. La posibilidad de reciclar el desperdicio residual de las partes manufacturadas a través de los procesos de pulverizado.

4.6 Sinterizado iso-térmico

La alta integridad estructural del material compuesto está dada por el máximo número posible de uniones o cuellos de las partículas con la matriz metálica y por los poros relativamente redondos. Como expuso German et al., (1998), hay disponibilidad de modelos de sinterizado con formas simplificadas que proveen una estimación de la relación entre el crecimiento del cuello de cualquier mecanismo de transporte de masa. Esos resultados en las etapas iniciales del modelo de sinterizado para la relación del tamaño del cuello (X/D) como una función del tiempo de sinterizado en condiciones iso-térmicas, están dados por:

$$\left(\frac{X}{D}\right)^n = \frac{Bt}{D^m}$$

En donde (X) es el diámetro del cuello, (D) es el diámetro de la partícula, (t) es el tiempo de sinterizado iso-térmico y (B) es un término que reúne constantes geométricas y del material.

Los valores de (m , n y B) cambian con el tiempo y con el grado de sinterizado, pero para muchos análisis se han considerado constantes con el mecanismo de transporte de masa. Algunos experimentos han sido analizados usando el exponente (n) para identificar el mecanismo de sinterizado. Sin embargo,

en los casos en los que la energía de los bordes de grano es relativamente alta (el ángulo diedral es pequeño), el crecimiento del cuello estará en función del crecimiento del grano. Para la etapa inicial del sinterizado se dan valores (n) de 3, 5, 6, 7 y 7.5 con lo que la relación del cuello es de 0.3.

Una alta sensibilidad al tamaño de la partícula, significa que el sinterizado es más rápido cuando la partícula es más pequeña. La difusión de la superficie y la difusión del borde de grano tienen la mayor sensibilidad a los cambios de tamaño de la partícula. En todos los casos, la temperatura aparece como un término exponencial, lo que significa que a cambios pequeños de temperatura puede haber un gran efecto. Finalmente, el tiempo tiene un efecto relativamente pequeño en relación a la temperatura y al tamaño de la partícula.

Un diagrama de sinterizado puede tener cualquier forma, pero típicamente muestra la densidad del tamaño del cuello contra la temperatura para el sinterizado iso-térmico. Las simulaciones fundamentales toman en cuenta los datos del material al combinar los mecanismos y determinar los efectos de las variables de proceso principales: tiempo, temperatura, densidad de la pieza compactada, tamaño de la partícula y tamaño del grano.

El poro tiene la forma de un triángulo después de la compactación. Evoluciona con el tiempo de sinterizado hacia la forma esférica, en una secuencia que puede ser supuesta por las intermedia, de formas muy irregulares.

El poro tiende a formas esféricas, del máximo tamaño permisible, a consecuencia de la menor energía superficial de esta disposición.

Los tiempos grandes de sinterizado tienden a aislar los poros desconectados por el proceso de absorción de los poros pequeños por los grandes. La velocidad de redondeo del poro y su desconexión de la red de poros es una función directa y exponencial con la temperatura de sinterizado.

El proceso de sinterizado induce una contracción dimensional en la muestra, en función del tiempo, en beneficio del incremento de las uniones entre granos y de la disminución del tamaño del poro.

Durante el proceso de sinterizado, al momento de la difusión se presenta una migración de átomos, en donde las vacancias generadas son substituidas por

dislocaciones y bordes de grano para evitar la contracción de granos y provocar el crecimiento. La alúmina permite una mejor unión entre partículas y acarrea una mejor densificación (Osorio-Ramos et al., 2009).

4.7 Ensayo de tracción

El ensayo de tracción consiste en someter a una probeta normalizada de material a un esfuerzo axial de tracción hasta que se produzca la ruptura. Este ensayo mide la resistencia de un material a una fuerza estática aplicada lentamente. Para ello se coloca la probeta en una máquina de ensayo consistente en dos mordazas, una fija y otra móvil. Se procede a medir la carga mientras se aplica el desplazamiento de la mordaza móvil. La máquina de ensayo ejerce la deformación desplazando el cabezal móvil a una velocidad determinada. La celda de carga conectada a la mordaza fija entrega una señal que representa la carga aplicada. Las máquinas de ensayo poseen una impresora que representa en un eje el desplazamiento y en el otro eje la tensión aplicada (carga/sección de la probeta).

El esfuerzo es la resistencia ofrecida por un material a fuerzas o cargas externas. Se expresa en términos de fuerza ejercida por área. El esfuerzo normal de tensión es aplicado perpendicularmente a la superficie. Por definición, el esfuerzo es la cantidad de fuerza (F) dividida sobre el área (A) en la que actúa. Utilizando la letra griega (σ) como símbolo universal del esfuerzo normal, matemáticamente se expresa como:

$$\sigma = F/A$$

Se asume que el esfuerzo es el mismo en todas las partículas de área que integran el área (A), de tal forma que el esfuerzo está uniformemente distribuido. Cuando se aplica una carga o fuerza a un objeto, no se puede medir el esfuerzo producido por la fuerza en el material. Lo que se hace es medir la fuerza, identificando el área sobre la que la fuerza actúa y midiéndola también. Esas dos

cantidades pueden ser usadas entonces para calcular el esfuerzo producido en el material mediante la relación anterior.

4.7.1 Relación de Poisson.

La deformación unitaria se define como el cambio en el tamaño o en la forma del material como resultado de la aplicación de la fuerza sobre el material. Al cambio en dimensión física se le denomina deformación (δ), a la longitud original de una probeta de sección circular se le denomina (l_0) y al diámetro original (d_0) bajo la carga de tensión (F). El cambio en longitud o deformación longitudinal es (Δl) que es igual a la diferencia entre la longitud final (l) y la longitud original (l_0) en la dirección de la fuerza. Siendo (ϵ) la deformación unitaria, se tiene que:

$$\delta = \epsilon \times l_0$$

El cambio en longitud (Δl) es llamado deformación axial total o deformación longitudinal. El cambio en dimensión lateral es conocido como una deformación lateral total (Δd). La relación entre la deformación axial total sobre la longitud original es conocida como deformación unitaria longitudinal. Por lo tanto, en términos matemáticos:

$$\text{Deformación unitaria longitudinal } \epsilon_{\text{long.}} = \Delta l / l_0 = \delta / l_0$$

$$\text{Deformación unitaria lateral } \epsilon_{\text{lat.}} = \Delta d / d_0 = \delta / d_0$$

En resumen, cuando un cuerpo está sujeto a una carga, no solamente se deformará en la dirección de la carga (deformación axial), sino que también se deformará en dirección lateral (en ángulo recto a la dirección de la carga). La relación de la deformación unitaria lateral ($\epsilon_{\text{lat.}}$) sobre la deformación unitaria longitudinal ($\epsilon_{\text{long.}}$) viene a ser la relación de Poisson:

$$\mu = \epsilon_{\text{lat.}} / \epsilon_{\text{long.}}$$

Como la deformación unitaria longitudinal es mayor que la deformación unitaria lateral, la relación de Poisson es inferior a 1. En el caso del acero es alrededor de 0.3 (Jacobs and Kilduff, 2001).

4.7.2 Diagrama esfuerzo deformación.

Se utiliza el diagrama esfuerzo-deformación para determinar cómo cierto material reaccionará bajo carga. En la Figura 5-1 se muestran los puntos característicos siguientes de un material dúctil como el cobre.

- 1) **Límite de proporcionalidad:** las deformaciones son proporcionales a los esfuerzos. Este coeficiente de proporcionalidad entre el esfuerzo de tensión (σ) y la deformación unitaria (ϵ) se denomina módulo de elasticidad o de Young (E) y es característico del material. El módulo de Young es una medida de las fuerzas de unión inter-atómicas de un material. Esas fuerzas de unión son mayores cuando el material es más rígido o cuando el material ofrece una mayor resistencia a ser deformado. En esta zona se cumple la ley de Hooke:

$$\sigma = E \times \epsilon$$

- 2) **Límite elástico:** hasta este punto, las deformaciones se reparten a lo largo de la probeta y son de pequeña magnitud y si se retirara la carga aplicada la probeta recuperaría su forma inicial. A partir del punto 2, el material entra en la zona de deformación plástica, de forma que si se retira la carga aplicada en dicha zona la probeta recupera sólo parcialmente su forma quedando deformada permanentemente. Las deformaciones en esta región son más notorias que en la zona elástica.
- 3) **Límite de fluencia o cedencia.** A partir de este punto se produce una deformación brusca de la probeta sin incremento de la carga aplicada. El fenómeno de fluencia se da cuando las impurezas o los elementos de

aleación bloquean las dislocaciones de la red cristalina impidiendo su deslizamiento, mecanismo mediante el cual el material se deforma plásticamente. Alcanzado el límite de fluencia se logra liberar las dislocaciones, produciéndose la deformación bruscamente. No todos los materiales presentan este fenómeno, en cuyo caso la transición entre la deformación elástica y plástica del material no se aprecia de forma clara.

- 4) **Punto de máxima tensión:** es el máximo de la gráfica de tensión–deformación, es decir, la máxima tensión que es capaz de soportar el material. A partir de este punto, las deformaciones se concentran en la parte central de la probeta, apreciándose una notable reducción de la sección de la probeta, denominada zona de estricción.
- 5) **Tensión de ruptura:** en la zona de estricción, las deformaciones continuarán acumulándose hasta la ruptura de la probeta por esa zona. La estricción es la responsable del descenso de la curva tensión-deformación; realmente las tensiones no disminuyen hasta la ruptura, sucede que lo que se representa es el cociente de la fuerza aplicada (creciente) entre la sección inicial y cuando se produce la estricción la sección disminuye, efecto que no se tiene en cuenta en la representación gráfica. Los materiales frágiles no sufren estricción ni deformaciones plásticas significativas rompiéndose la probeta de forma brusca.

El fenómeno de la fluencia ocurre al comienzo de la deformación plástica o deformación permanente; el límite elástico se determina como la tensión para un 0.2% de deformación plástica a partir del comportamiento en la curva tensión-deformación, el cual nos indica la tensión a la cual empieza la deformación plástica. La resistencia a la tracción corresponde a la tensión máxima que puede soportar una probeta, mientras que el alargamiento porcentual y la reducción de área son medidas de ductilidad, la cantidad de deformación plástica que tiene lugar hasta la ruptura. La resiliencia es la capacidad del material para absorber energía durante la deformación

elástica; el módulo de resiliencia es el área debajo de la curva nominal tensión-deformación hasta el límite elástico. También, la tenacidad estática representa la energía absorbida durante la fractura de un material, y se toma como el área bajo la curva completa tensión-deformación. Los materiales dúctiles son normalmente más tenaces que los frágiles.

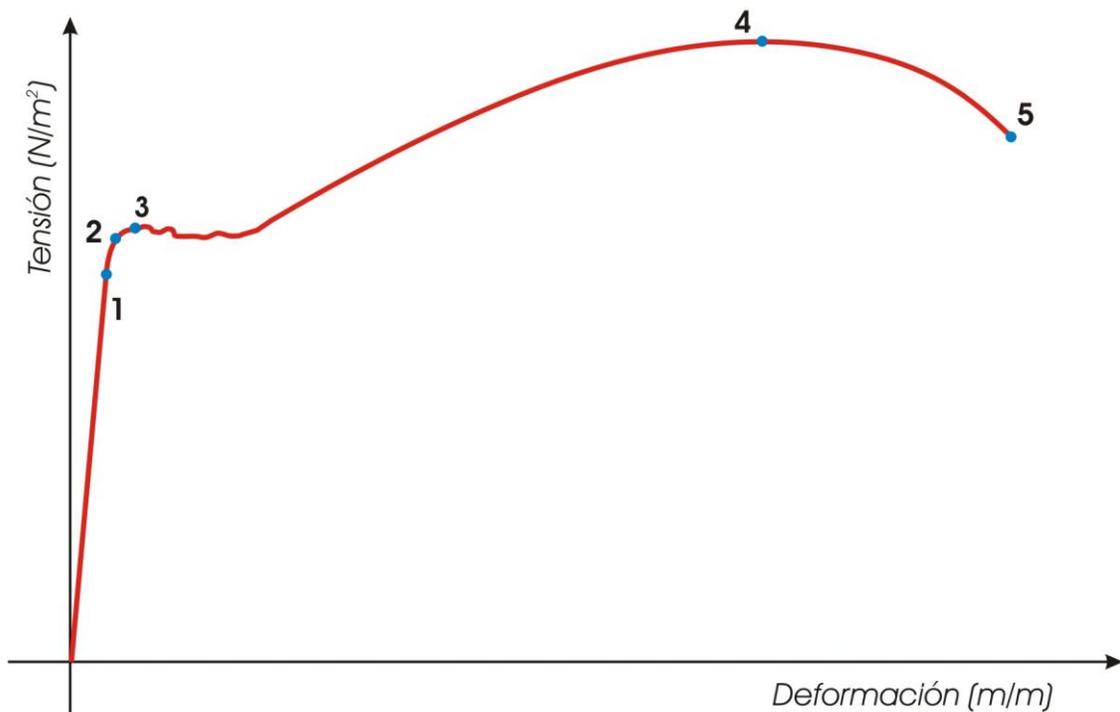


FIGURA 4-9. Diagrama esfuerzo-deformación de un material dúctil.

4.7.3 Módulo de Young.

El módulo de Young es la pendiente de la curva esfuerzo-deformación unitaria en la región elástica. El módulo tiene una relación estrecha con la energía de enlace atómico. Una pendiente pronunciada de la gráfica fuerza-distancia a la

distancia de equilibrio indica que se requieren grandes fuerzas para separar los átomos y hacer que el material se estire en forma elástica. Así, el material tiene un módulo de elasticidad grande. Las fuerzas de enlace, y por consiguiente el módulo de elasticidad, suelen ser mayores para los materiales de punto de fusión alto. En los materiales metálicos se considera que el módulo de elasticidad es una propiedad insensible a la micro-estructura, porque el valor está influido por los enlaces atómicos. El tamaño del grano u otras propiedades micro-estructurales no tienen un efecto muy grande sobre el módulo de Young. El módulo de Young depende de factores como orientación de un material mono-cristalino (es decir, depende de la orientación cristalográfica). Para los cerámicos el módulo de Young depende de la magnitud de la porosidad.

El módulo de Young para los materiales compuestos depende de la rigidez de los componentes individuales. El módulo de Young es una medida de la rigidez de un componente. Un componente rígido con un módulo de elasticidad grande presenta cambios dimensionales mucho menores cuando el esfuerzo aplicado es relativamente pequeño, y en consecuencia, sólo causa deformación elástica (Askeland y Phulé, 2004).

Interesa analizar el módulo longitudinal de elasticidad o Módulo de Young (Y) en los materiales en los que la longitud es mucho mayor que el diámetro o espesor, de tal forma que:

$$Y = \text{Esfuerzo longitudinal} / \text{deformación longitudinal}$$

$$Y = (F/A) / (\Delta l / l_0)$$

$$Y = (F l_0) / (A \Delta l)$$

4.8 Ensayo de dureza Vickers

La dureza es una medición de la resistencia del material a la penetración. El ensayo Vickers es un método para medir la dureza de los materiales mediante un penetrador de diamante en forma de pirámide cuadrangular con ángulo base de

136°. Las unidades kp/mm^2 representan a la carga aplicada sobre el área superficial de la marca dejada por el penetrador.

El probador Vickers es el más sensible de los probadores de dureza utilizados en la producción industrial. Permite medir dureza en prácticamente todos los materiales metálicos independientemente del estado en que se encuentren y de su espesor. Tiene sólo una escala continua para todos los materiales y el número de dureza es prácticamente independiente de la carga. Debido a la posibilidad de usar cargas ligeras, pueden probarse secciones más delgadas y piezas más pequeñas que en cualquier otra prueba de dureza. La sección cuadrada de la indentación es fácil de medir con precisión, pero como es muy pequeña, se necesita una preparación cuidadosa de la superficie mediante pulido metalográfico (Askeland y Phulé, 2004).

Entre las aplicaciones de la prueba de dureza Vickers se cuentan:

- Mediciones de valores de dureza independientes de cada uno de los constituyentes de la micro estructura
- Partes cementadas delgadas
- Materiales delgados
- Partes de acabado fino, con el fin de evitar una operación de remoción
- Secciones delgadas, tales como tuberías.
- Estructuras débiles
- Espesores de recubrimientos electrolíticos.

4.9 Ensayo EDS-SEM

4.9.1 Microscopía electrónica de barrido.

La microscopía electrónica de barrido (SEM scanning electron microscopy) utiliza un haz de electrones para formar una imagen con gran profundidad de campo y alta resolución que pueda ser fotografiada. Se requiere que las muestras sean conductoras, por lo que éstas se recubren con una capa delgada de metal. Los electrones acelerados que barren la muestra viajan a través de un cañón. Un detector mide la cantidad de electrones enviados que arroja la intensidad de la zona de muestra para proyectar la imagen o digitalizarla. Los accesorios del equipo permiten obtener análisis de áreas muy bien localizadas de cada muestra.

El equipo consta de dos partes principales. Una consola electrónica que está provista de interruptores y perillas para ajustar la intensidad de la imagen de la pantalla, para enfocar y fotografiar. La columna electrónica es la parte operativa, en la que se crea el haz de electrones que se enfoca a una pequeña mancha y se escanea a través de la probeta para generar las señales que controlan la intensidad local de la imagen sobre la pantalla. El cañón de electrones en lo alto de la columna es una fuente de electrones desde un filamento de tungsteno, el cilindro Wehnelt controla el número de electrones que se desprenden del filamento y el ánodo los acelera a un voltaje ajustable entre 1 y 30 kV. El vacío es necesario, ya que los electrones pueden viajar sólo cortas distancias en el aire (Lyman et al., 1990).

4.9.2 Espectroscopia dispersiva de energía de rayos X.

El análisis semi-cuantitativo de espectroscopia dispersiva de energía de rayos X (EDS energy dispersive x-ray spectroscopy) proporciona un mapeo de la distribución de los elementos químicos sobre la superficie de la muestra. La luz blanca cuando es refractada de un medio a otro se descompone en diferentes colores y forma un espectro. Cada color del espectro corresponde a una determinada longitud de onda. Cada elemento químico, así como sus átomos, producen un espectro característico, el cual puede ser detectado y medido por el espectroscopio. La espectroscopia permite la medición precisa de las longitudes de onda de las radiaciones de los átomos, las que son discretas y distintas para cada átomo.

Cuando los átomos son expuestos a una alta energía de una fuente exterior, tal como rayos infrarrojos, absorción atómica, arco voltaico o descarga luminiscente, hay excitación y los electrones se mueven a niveles superiores de energía. Una vez inestables, los electrones tenderán a regresar a sus niveles inferiores de energía. Los intercambios de energía entre radiación y materia toman lugar en unidades discretas llamadas quanta. Bajo excitación, una sustancia atómica alcanzará un estado de equilibrio dinámico en el que unos átomos estarán soltando energía, en la misma proporción en que otros la estarán absorbiendo. Un átomo pierde energía cuando sus electrones excitados transitan a un nivel inferior de energía proporcionando un fotón de luz. La longitud de onda de este fotón está relacionada con la magnitud del cambio de energía. Tales transiciones, cuando son observadas por el espectroscopio, producen un espectro atómico con longitudes de onda discretas y distintivas a las correspondientes diversas transiciones de electrones entre niveles de energía. Estos estudios permiten a los científicos incrementar su conocimiento sobre los átomos, las estructuras electrónicas y varios mecanismos de unión (Jacobs and Kilduff, 2001).

4.10 Difracción de rayos X

La difracción de rayos X es una de las técnicas más útiles para el estudio de las estructuras cristalinas de los sólidos. Los rayos X tienen aproximadamente iguales longitudes de onda que los diámetros de los átomos (10^{-10} m) o también la misma longitud que los espacios entre los átomos o iones de los sólidos. Cuando esos rayos X son dirigidos a un sólido con estructura cristalina, las ondas son refractadas.

Se hace pasar un haz de rayos X a través del cristal de la sustancia sujeta a estudio. El haz se escinde en varias direcciones debido a la simetría de la agrupación de átomos, y por difracción, da lugar a un patrón de intensidades que puede interpretarse según la ubicación de los átomos en el cristal

Una sustancia determinada produce siempre un patrón de difracción característico, ya sea que dicha sustancia se encuentre presente en estado puro o como componente de una mezcla de sustancias; esto quiere decir que pueden ser elementos, aleaciones, compuestos orgánicos, compuestos inorgánicos o compuestos órgano-metálicos. Si el material probado ha sido tentativamente identificado como una sustancia X, el patrón de X deberá ser preparado bajo exactamente las mismas condiciones que para el patrón del material desconocido. La comparación de los dos patrones permitirá la identificación positiva o negativa (Cullity, 1978).

5. METODOLOGÍA

5.1 Desarrollo del proyecto.

Este proyecto fue desarrollado académica, conceptual y metodológicamente en la División de Investigación y Posgrado de la Facultad de Ingeniería de la Universidad Autónoma de Querétaro; sin embargo para el trabajo experimental se tuvieron las localidades siguientes:

Universidad Nacional Autónoma de México Centro de Física Aplicada y Tecnología Avanzada, Campus Juriquilla, C.P. 76230, Querétaro, Qro., México en donde se utilizó:

- Laboratorio de preparación de muestras (báscula, molino de bolas de vidrio, prensa hidráulica y equipo de pulido)
- Microscopio electrónico de barrido
- Equipo para prueba de resistencia a la tracción

Centro de Investigación y Desarrollo Condumex, Carretera Constitución a SLP Km. 9.6, Parque Industrial Jurica, C.P. 76127 Querétaro, Qro. cuyos equipos siguientes fueron utilizados para el proceso de sinterizado y pruebas a las muestras:

- Horno tubular de cuarzo
- Equipo de micro-dureza Vickers
- Equipo EDS-SEM

Instituto Multidisciplinario de las Ciencias, Universidad del Quindío, Armenia, Quindío, Colombia a donde los materiales fueron llevados para realizar ensayos en un

- Difractómetro de rayos X

En la Figura 5-1 se muestra el diagrama de flujo del proceso para la preparación de probetas, cuyas operaciones son descritas a continuación.

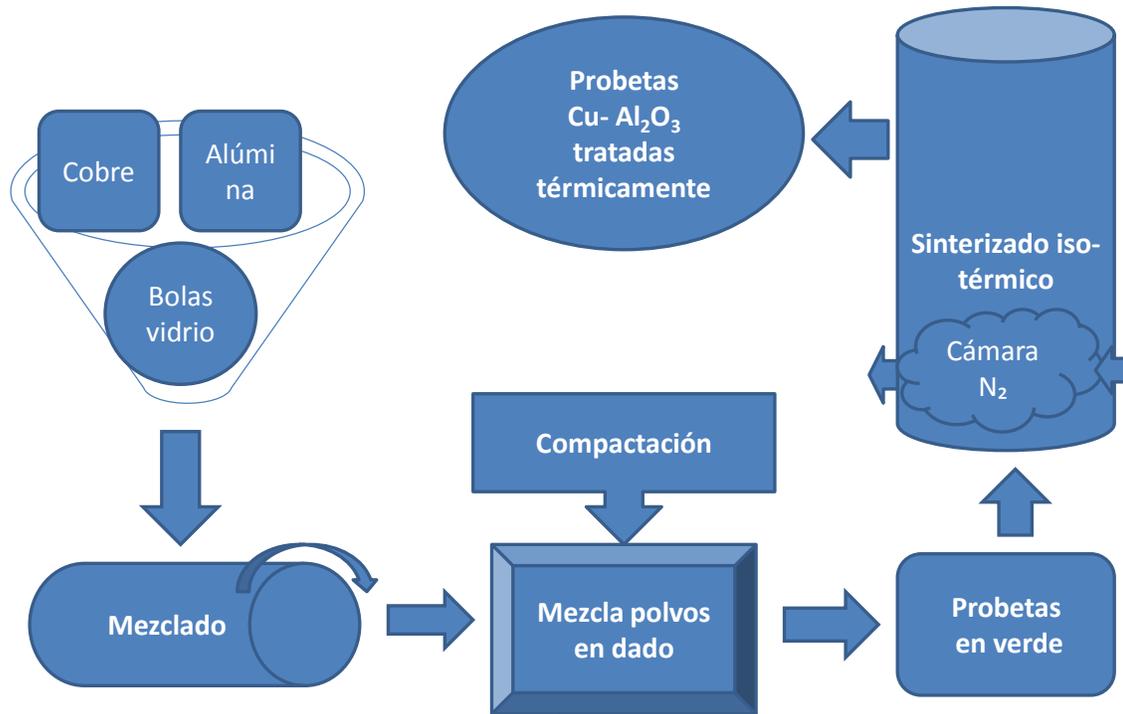


FIGURA 5-1. Metodología empleada para la preparación de probetas.

5.2 Materiales y métodos.

El cobre es dúctil, con cierta resistencia mecánica y es muy buen conductor del calor y de la electricidad. El cobre tiene una estructura cúbica de cara centrada, es maleable y puede ser fundido fácilmente. La densidad es de 8.96g/cm^3 , la distancia interatómica mínima es de 0.2551nm , el punto de fusión es de 1083°C y la resistividad eléctrica es de $0.01673\text{Ohm}\cdot\text{mm}^2/\text{m}$.

El polvo de cobre infiltrado que se utilizó y que se muestra en la Figura 5-2(a) fue producido por United States Bronze Powders, Inc., U.S.A., código de producto XF-2. El tamaño nominal del polvo fue tamiz 325 USA (0.044mm), cobre de pureza 95.7%. Ingredientes y límites de exposición de otros elementos: Zn 1-7%, Fe 1-2% y lubricante 0.5%.

Las partículas de alúmina que muestran en la Figura 5-2(b) y que fueron utilizadas en este estudio las suministró American Elements, U.S.A., código de producto AL-OX-021-NP, fórmula Al_2O_3 con un 99.5% de pureza, apariencia polvo blanco, peso molecular 101.96, densidad 4 g/cm^3 , punto de fusión $2054\text{ }^\circ\text{C}$, tamaño promedio nominal de las partículas 40 nm. El sistema cristalino es hexagonal.

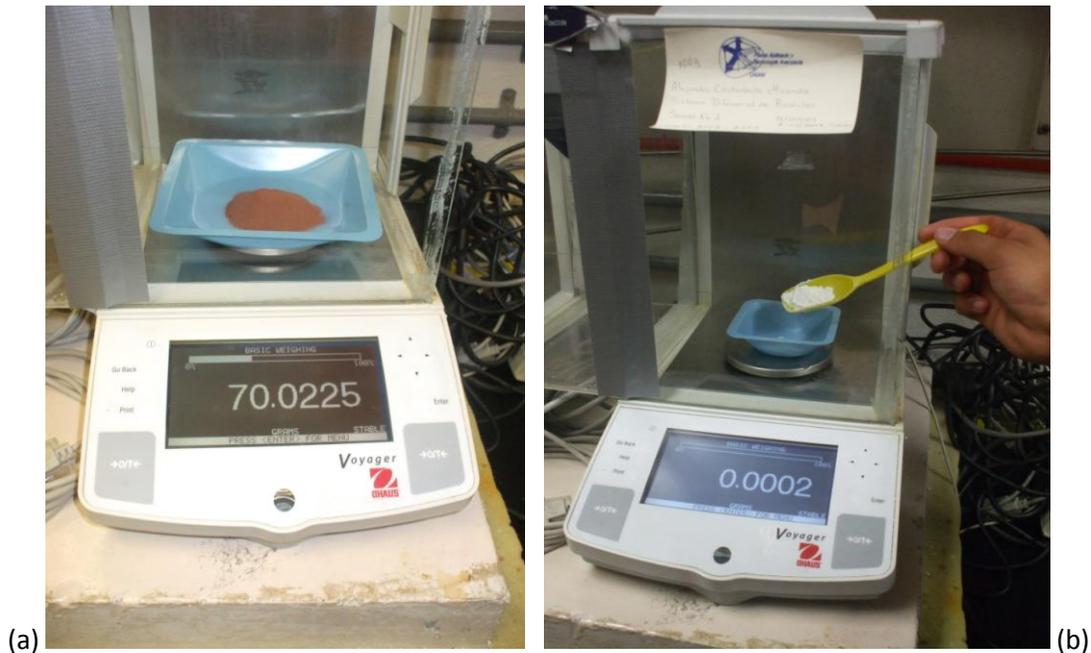


FIGURA 5-2. Polvos empleados (a) cobre (b) alúmina.

En el cuadro 5-1 se especifican las cantidades de polvos para cada lote de muestras en concentraciones de cobre y alúmina. Se partió en todos los casos de un volumen total de 12 cm^3 . Los pesos fueron calculados en función de las densidades del cobre y de la alúmina, 8.96 y 4.0 g/cm^3 respectivamente.

Identificación de probetas	Concentración volumétrica %Cu/%Al ₂ O ₃	Volumen total cm ³	Volumen Cu cm ³	Volumen alúmina cm ³	Peso Cu g	Peso alúmina g
Cu 100%	100.0/0.0	12	12.00	0.00	107.52	0.00
Cu98.5%	98.5/1.5	12	11.82	0.18	105.91	0.72
Cu98%	98.0/2.0	12	11.76	0.24	105.37	0.96
Cu97.5%	97.5/2.5	12	11.70	0.30	104.83	1.20
Cu97%	97.0/3.0	12	11.64	0.36	104.29	1.44

CUADRO 5-1. Cantidades de polvo para cada lote de muestras.

Los polvos para las probetas se mezclaron en el molino de bolas de la Figura 5-3, el cual tiene un contenedor cilíndrico de acero inoxidable de 152 mm diámetro x 305 mm longitud. El mezclado se hizo a 300 rpm durante 6 h con bolas de vidrio de 4 mm diámetro. La relación entre los volúmenes de bolas y mezcla de polvos fue 1/3.



FIGURA 5-3. Molino de bolas para mezclar los polvos a sinterizar.

La compactación de las probetas se practicó en frío dentro del dado de acero con una cavidad de $6 \times 50 \times 2 \text{ mm}^3$ que se muestra en la Figura 5-4, el cual fue impregnado con polvo de grafito como lubricante. La compactación se llevó a cabo en una prensa hidráulica Michel's PHB-15 ilustrada en la Figura 5-5. La presión se fue incrementando gradualmente para evitar posible desintegración de las partículas cada 50 MPa hasta llegar a 300 MPa. La presión final se mantuvo durante 15 min para evitar posibles cambios mecánicos.



FIGURA 5-4. Dado de acero usado para compactar la mezcla de polvos.



FIGURA 5-5. Prensa hidráulica empleada para la compactación de las probetas.

Las probetas fueron sinterizadas isotérmicamente en un horno tubular de resistencia eléctrica Heraeus D-6450 Hanau type ROK/A, F-Nr. 8708 619, 3.3 kW, 220 V 1100 °C, mostrado en la Figura 5-6 y utilizando el control de temperatura Heraeus Hanau type RE1.1 de la Figura 5-7.

La cámara del horno se calienta mediante resistencias eléctricas embebidas en material refractario. El tubo de cuarzo está aislado con fibra cerámica. La cámara del horno está soportada por una base de control, la cual contiene las conexiones eléctricas. El control electrónico de temperatura permite ajustar y mantener la temperatura.



FIGURA 5-6. Horno tubular empleado para el proceso de sinterizado.



FIGURA 5-7. Control de temperatura del horno a 900°C.

Habiendo ajustado previamente la temperatura del horno a 900 °C, las muestras en verde fueron precalentadas dentro del extremo del tubo de cuarzo durante 10 min. Las probetas se transportaron de dos en dos al interior del horno a bordo de navcillas de cerámica de 100 mm de longitud mostradas en la Figura 5-8.

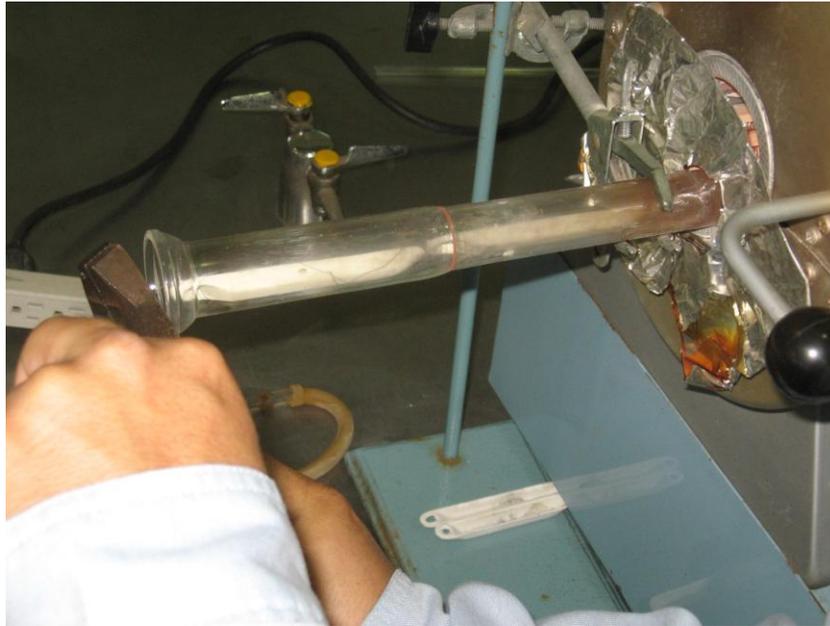


FIGURA 5-8. Transporte de las probetas a través del horno tubular.

Gas nitrógeno Infra 1066 de pureza 99.997% estuvo fluyendo constantemente a 15.6 dm³/s a través del horno tubular con el fin de evitar la oxidación de las probetas como se ilustra en la Figura 5-9. Cada lote de cuatro muestras se sinterizó en el horno tubular a una temperatura de 900°C durante 15 min. Después de esto, las muestras fueron enfriadas en el extremo del tubo de cuarzo durante 10 min, antes de que éstas se almacenaran en un desecador. Así se cubrió el ciclo del proceso de sinterizado isotérmico de la Figura 5-10. El ciclo del proceso aplicó para las piezas, no así para el horno, puesto que éste se mantuvo controlado operando permanentemente a 900 °C.



FIGURA 5-9. Atmósfera de nitrógeno durante el proceso de sinterizado.

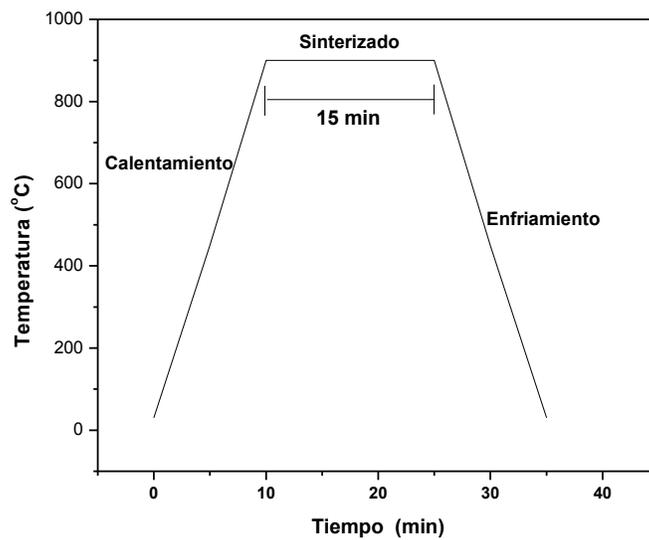


FIGURA 5-10. Ciclo de sinterizado iso-térmico.

5.3 Prueba de resistencia a la tracción.

Las pruebas de resistencia a la tracción de las muestras se llevaron a cabo en una máquina universal Zwick/Roell Z005 a una velocidad de 0.5 mm/min como se muestra en las Figuras 5-11 y 5-12. La elaboración de las probetas se hizo conforme a la norma MPIF10 (Metal Powder Industries Federation, 1963) .



FIGURA 5-11. Máquina universal para la prueba de resistencia a la tracción.

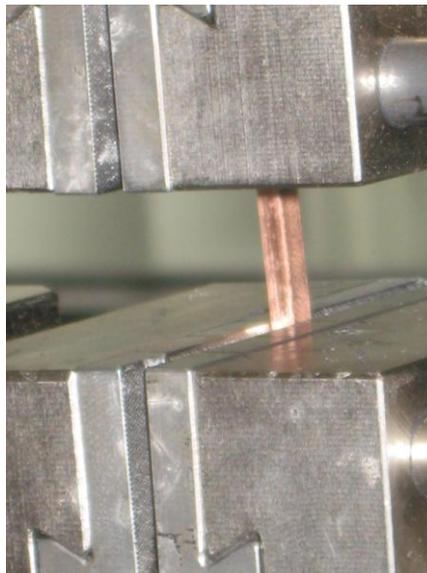


FIGURA 5-12. Prueba de resistencia a la tracción.

5.4 Prueba de micro-dureza Vickers

Las pruebas de micro-dureza Vickers se realizaron conforme a la Norma MPIF37 (Metal Powder Industries Federation, 1963) en una máquina Wilson-Wolpert Tukon 2100 B mostrada en la Figura 5-13 , aplicando una carga de 10 N durante 11 s. Los promedios de micro-dureza se obtuvieron a partir de 30 lecturas de microdureza obtenidas en cada probeta tomando las lecturas en la parte media a lo largo de cada probeta pulida.



FIGURA 5-13. Equipo para prueba de micro-dureza Vickers.

Prueba EDS-SEM.

Las muestras fueron montadas y pulidas de acuerdo a las prácticas metalográficas usuales de ASM International (Petzow, 1999). Las superficies aisladas de las muestras fueron cubiertas con una delgada película conductiva para prevenir descarga (Lyman et al., 1990). Las probetas se estudiaron en un equipo de microscopía electrónica de barrido JPG con detector Noran (Figura 5-14). Este modelo de detector no requiere de enfriamiento con nitrógeno. La aceleración de voltaje fue 20.0 kV. El análisis químico elemental y el mapeo de los elementos sobre la superficie de las muestras se hicieron mediante EDS en el mismo equipo JPG.

Para fines comparativos, las muestras de polvo de cobre puro fueron compactadas, sinterizadas y probadas bajo las mismas condiciones.



FIGURA 5-14. Equipo EDS-SEM.

5.5 Prueba de difracción de rayos x.

Los difractogramas de rayos X fueron tomados usando un equipo Siemens Cristaloflex 5000 mostrado en la Figura 5-15 operando a 35 K, 15 mA con línea CuK α a temperatura ambiente. Se usaron patrones de difracción de polvos de cobre y alúmina para identificar la orientación cristalina de los materiales.

Los patrones PDF número 00-004-0836 para el cobre (Swanson and Tatge, 1953) y PDF número 01-075-0785 para Al₂O₃ (d'Amour et al., 1978) se usaron para identificar las estructuras cristalinas de los materiales.



FIGURA 5-15. Equipo para prueba XRD.

6. RESULTADOS

6.1 Análisis de microscopía electrónica de barrido y contenido semi-cuantitativo de impurezas

Uno de los parámetros más importantes del proceso de mezclado de polvos de cobre y alúmina es el tiempo requerido para evitar que la mezcla resultante quede libre de impurezas provenientes de la abrasión de las bolas o del cilindro del molino.

La alúmina u óxido de aluminio es uno de los materiales abrasivos más importantes y ampliamente utilizados, ya que existe en la naturaleza en forma de corindón, y de esmeril. El óxido de aluminio fundido y vuelto a cristalizar es idéntico en sus propiedades químicas y físicas al corindón natural. Tanto el corindón natural impuro (esmeril), como el corindón artificial puro (alundo) se utilizan como abrasivos. Por lo tanto, durante la operación de mezclado en el molino de bolas, la alúmina actúa como abrasivo.

Es posible identificar las impurezas a través de la presencia de hierro proveniente del cilindro en las mezclas de polvo. La Figura 6-1(a) muestra la imagen EDS de un material compuesto base cobre reforzado con el 3% vol de Al_2O_3 después de 8 h de mezclado en el molino de bolas, en donde se identificaron dos picos característicos de hierro. La Figura 6-1(b) muestra la imagen EDS de la misma concentración de alúmina del material compuesto, pero con un tiempo de mezclado de 6 h en el mismo molino de bolas. En el segundo caso no aparecieron impurezas de hierro en ninguno de los puntos que fueron analizados. De esta manera se estableció un tiempo factible para obtener las mezclas de polvos sin impurezas.

Como (Vasconcelos y Figueredo, 1999) investigaron diferentes tiempos de mezclado en molino de bolas, encontrando que a partir de 6h el resultado se mantenía prácticamente igual en cuanto a la dispersión de la alúmina en la mezcla y al tamaño del grano, se concluye que con la duración de 6h se obtienen los mejores resultados en cuanto a mezclado y a menor abrasión del cilindro metálico.

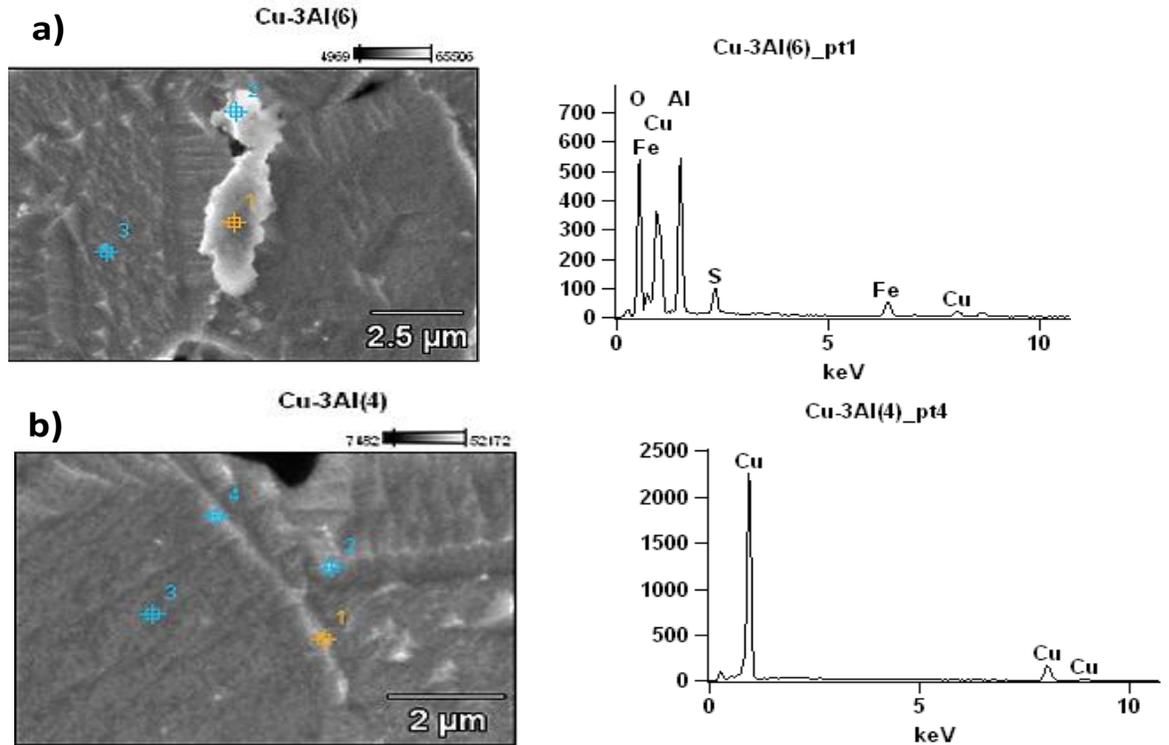


FIGURA 6-1. Imágenes EDS-SEM de material compuesto 97% vol cobre y 3% vol alúmina con tiempo de mezclado en molino de bolas (a) 8 h (b) 6 h.

6.2 Análisis de microscopía electrónica de barrido

Las probetas pulidas fueron analizadas por SEM para determinar la morfología de la estructura metalográfica y estudiar el efecto de la compactación producida por el método de obtención de las probetas.

En la Figura 6-2 se muestra la imagen de la probeta Cu98% (2% Al₂O₃) correspondiente a la zona de fractura después de la prueba de tracción. Se observa en la superficie de la fractura una consistencia fibrosa típica de un material obtenido por metalurgia de polvos. La fractura se considera frágil debido al tipo de composito, caracterizada por una rápida propagación de la fractura a través de los bordes de

grano. No se observa una fractura como copa, más bien una apariencia granular plana sin cuello, perpendicular a la aplicación de la carga.

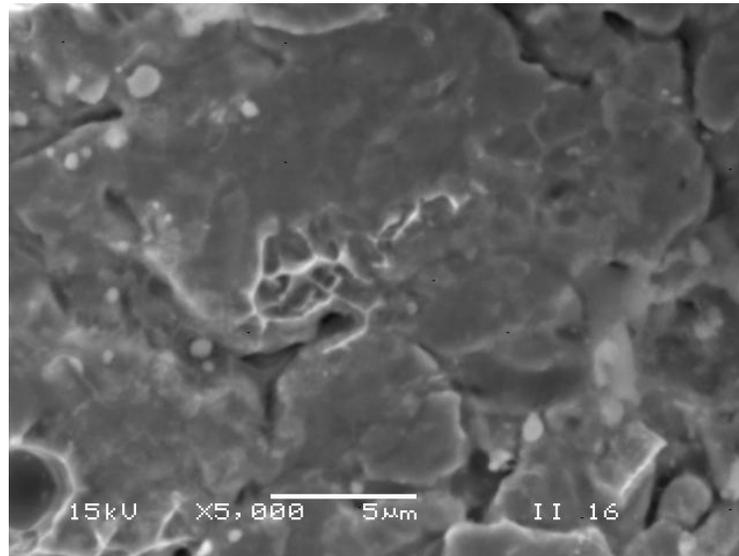


FIGURA 6-2 Imagen SEM de la superficie de fractura al probar resistencia a la tracción material compuesto 98% cobre y 2% alúmina.

La Figura 6-3 muestra una probeta en verde con cuellos entre los granos de cobre y baja densidad de huecos, dando como resultado la aleación mecánica a causa del proceso de mezclado con molino de bolas.

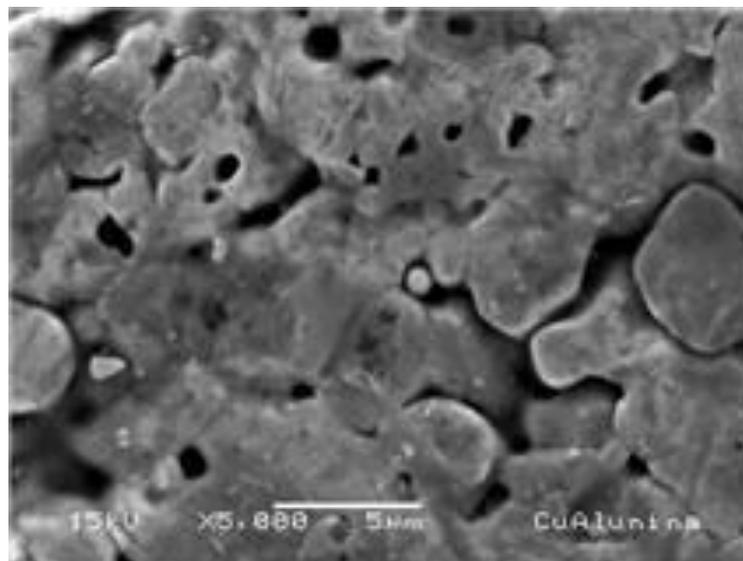


FIGURA 6-3 Imagen SEM de probeta 100% cobre en verde 5000X

La Figura 6-4 muestra una probeta sinterizada con 3% vol de refuerzo de alúmina. La matriz de cobre es continua, pero se aprecia también una región con micro-huecos en los bordes de grano de la matriz de cobre. Hay continuidad de granos, los cuales no se cohesionan con la alúmina. Hay macro-grano de cobre y micro-granos colapsados.

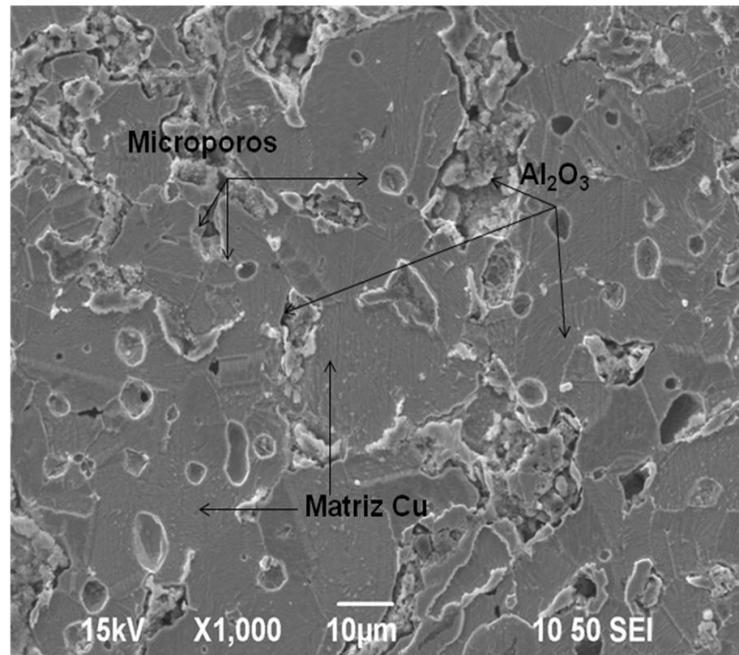


FIGURA 6-4 Imagen SEM de probeta de cobre reforzado con 3% vol alúmina 1000X

La Figura 6-5 muestra una probeta sinterizada con 2% vol de refuerzo de alúmina. La matriz de cobre es continua, pero se aprecia también una región con micro-huecos en los bordes de grano de la matriz de cobre. Hay continuidad de granos, los cuales no se cohesionan con la alúmina. Hay macro-grano de cobre y micro-granos colapsados.

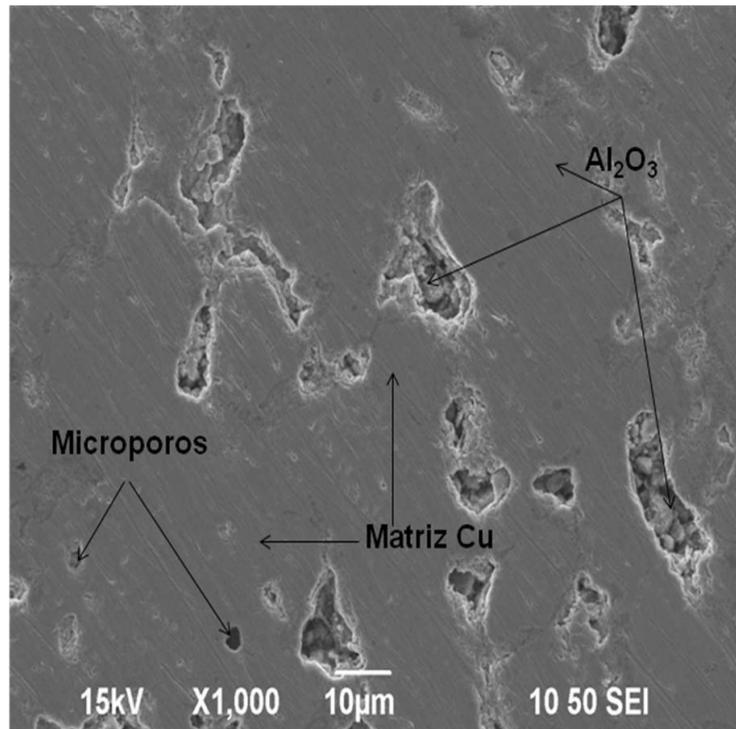


FIGURA 6-5 Imagen SEM de probeta de cobre reforzado con 2% vol alúmina 1000X

La Figura 6-6 muestra una probeta de cobre reforzada con el 3% vol. de alúmina, en donde las partículas de óxido de aluminio fueron desplazadas durante el pulido de las probetas y algunos poros fueron inducidos en la superficie, debido a la baja adhesión de la alúmina con el cobre durante las operaciones de molienda y compactación. Las partículas de alúmina están localizadas en la superficie del cobre. Hay regiones sub-microscópicas de cobre y alúmina.

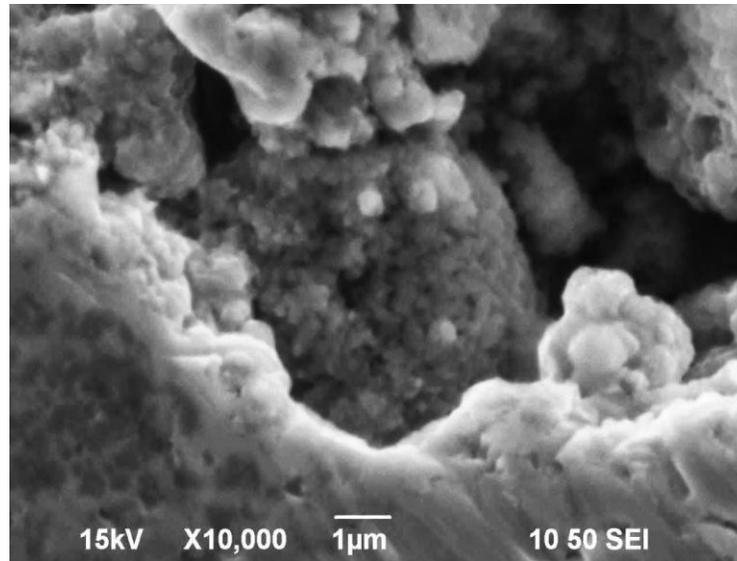


FIGURA 6-6 Imagen SEM de probeta de cobre reforzado con 3% vol alúmina 10000X

La Figura 6-7 muestra las partículas de Al_2O_3 de una muestra sinterizada. La extrusión de las partículas de alúmina es evidente debido a la presión de compactación intra-granular. Es bien conocido que las estructuras hexagonales como la alúmina normalmente se laminan como resultado de la presión de compactación.

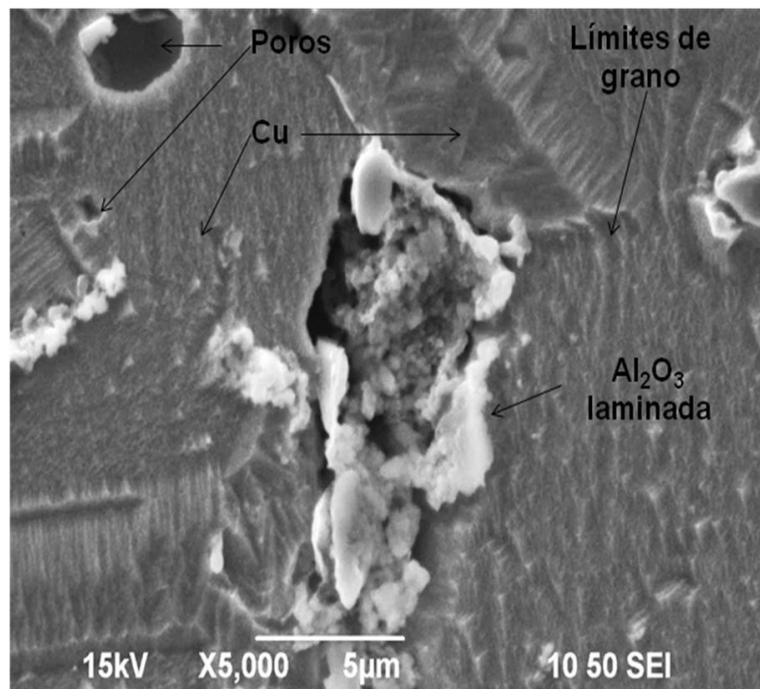


FIGURA 6-7 Imagen SEM de probeta de cobre reforzado con 3% vol alúmina 5000X

El laminado produce una pérdida en la adhesión de las partículas, y consecuentemente, los granos de cobre se quedan sin una significativa barrera de dislocación que pudiera producir el mecanismo de reforzamiento. Entonces, la presión de compactación afecta a las propiedades mecánicas de los materiales compuestos que fueron mezclados con molino de bolas. En todos los composites se encontró como en este caso que la alúmina se concentra alrededor de los bordes de grano de la matriz.

La concentración de alúmina alrededor de los bordes de grano de la matriz de cobre representa el mecanismo de barrera de dislocación necesario para afectar las propiedades mecánicas, el cual también es responsable de la creación de huecos en demasía. La concentración de los huecos en demasía puede alcanzar un valor que corresponde a la concentración de huecos en el rango de temperatura cercano a la temperatura de fusión (Key to Metals, 2008).

Hay un efecto de decohesión y laminación, en donde los esfuerzos intergranulares extruyen la alúmina. En los poros grandes no aparece la alúmina extruida. Hay un deslizamiento de los bordes de grano. La alúmina intergranular se mantiene superficialmente.

6.3 Análisis de difracción de rayos X

Los análisis de XRD del polvo de cobre, de las nano-partículas de alúmina y de los materiales compuestos base cobre en verde reforzados con 1.0, 1.5, 2.0, 2.5 y 3.0% vol se muestran en la Figura 6-8. Con el fin de estudiar las posibles transformaciones estructurales que tuvieron lugar en la matriz de cobre debido a las inclusiones de alúmina, se comparó contra los patrones de cobre y alúmina entre los valores 20 y 100 de la escala 2θ . En el caso de los materiales compuestos Cu- Al_2O_3 , en la escala 2θ de los patrones se tiene la característica (111) plana a 43.298° , la (200) a 50.434° y la (220) a 74.13° , las cuales corresponden al patrón PDF 04-0836 del cobre. No se detectó la presencia cristalina de Al_2O_3 debido a la baja concentración de la misma entre 1.0 y 3.0 % vol distribuida dentro de la matriz.

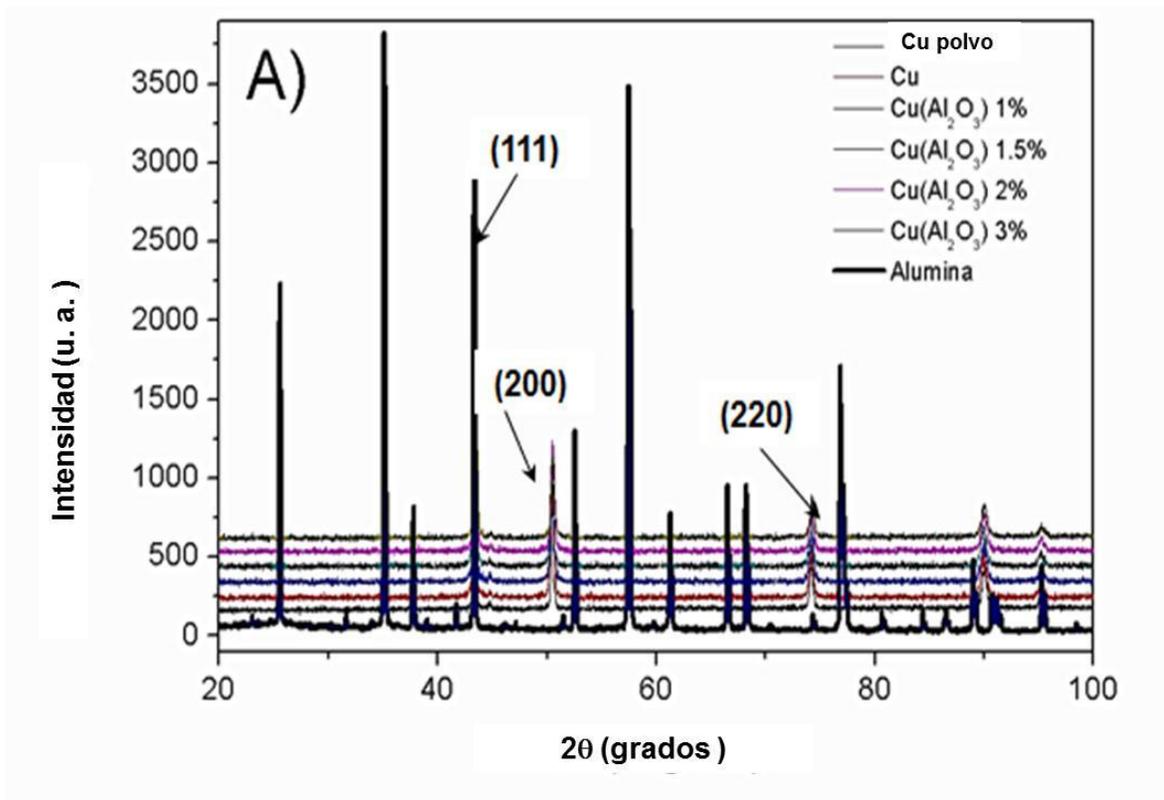


FIGURA 6-8 Patrones de difracción de rayos X de polvo de cobre, de nano-partículas de alúmina y de materiales compuestos cobre-alúmina con refuerzo del 1.0 al 3.0% vol sin tratamiento térmico.

De acuerdo con los patrones de difracción de rayos X, no existen nuevas fases cristalográficas en los materiales compuestos en estudio. Esto significa que sólo se dio una mezcla mecánica como lo expresó Culitty (1978). Un análisis más detallado de los cambios estructurales que ocurrieron en la matriz de cobre por la inclusión de partículas de alúmina y por los efectos de la compactación se logró por inspección directa de los picos de mayor intensidad del espectro del cobre.

La Figura 6-9 muestra los difractogramas del cobre y de los materiales compuestos ya sinterizados a 900°C durante 15 min en atmósfera de nitrógeno. Los difractogramas de los materiales sinterizados muestran los picos característicos siguientes: (204) a 55.918°, (213) a 59.47°, (302) a 61.48° y (205) a 64.57° que corresponden con el patrón de difracción de las partículas de alúmina PDF 00-026-

0031, ver inserto en la Figura 6-9. El análisis XRD permitió identificar partículas de alúmina en las muestras compactadas en frío después de haber sido sinterizadas. La segregación de la alúmina después de este proceso fue encontrado también en las imágenes SEM de las Figuras 6-6 y 6-7. El tratamiento térmico no produjo una nueva fase cristalina u orientación preferencial. Metalúrgicamente hablando, el compactado en frío más el sinterizado de las estructuras cubica y hexagonal produjeron la disgregación de la fase hexagonal de la alúmina. Por otro lado, los cambios de la calidad cristalina fueron estudiados mediante el análisis de la amplitud completa a la mitad de la media (FWHM) en el punto de mayor intensidad (111).

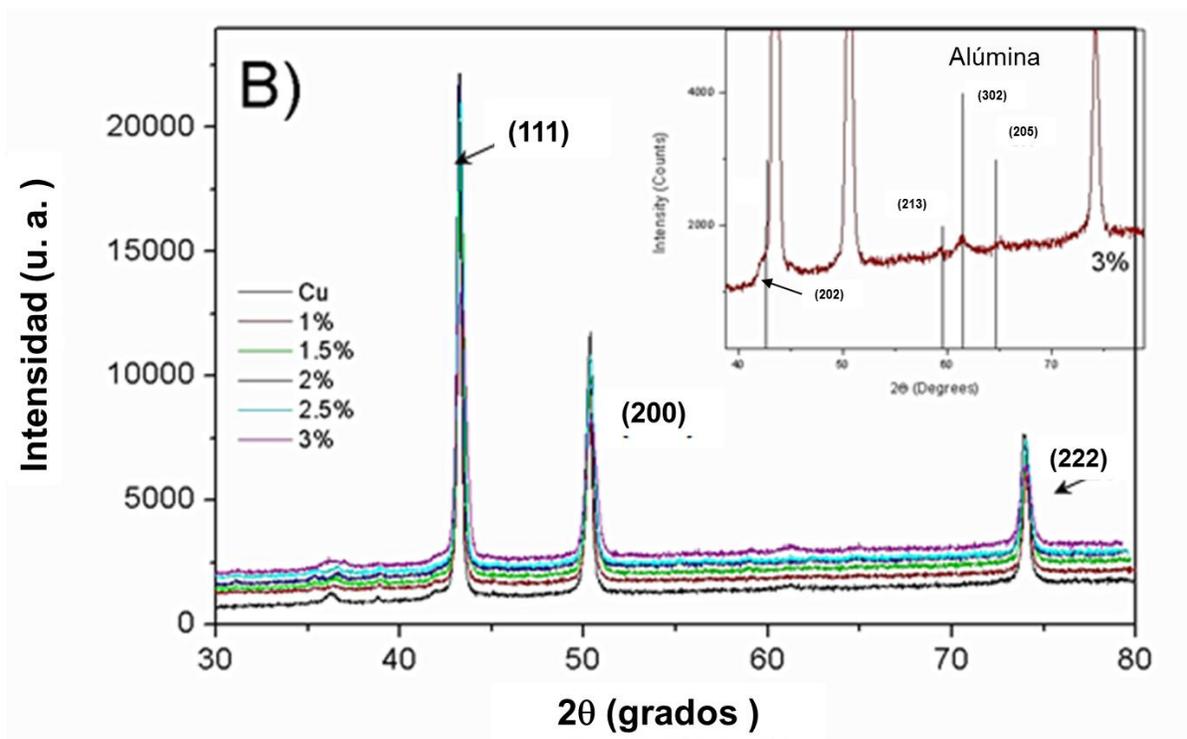
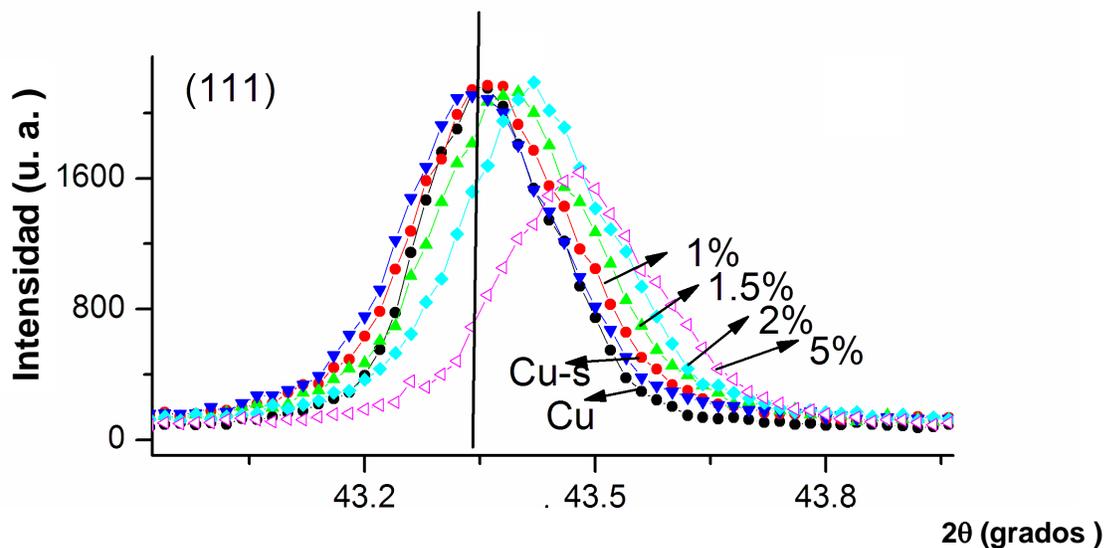


FIGURA 6-9. Picos Característicos (111) para 43.298°, (200) para 50.434° y (222) para 74.133° en la escala 2θ.

Es interesante notar en la Figura 6-10 que el pico (111) del cobre tiene un cambio a la derecha, lo que de acuerdo con la ley de Bragg, representa una reducción del parámetro de red. Otra característica importante en esta figura es que la red tiene un esfuerzo mecánico como consecuencia del proceso de compactación (Rangel et al., 2007).



2

FIGURA 6-10. Característica (111) para 43.298° en la escala 2θ.

La ecuación conocida como ley de Bragg:

$$n\lambda = 2d \sin\theta$$

Relaciona la longitud de onda (λ) con la distancia entre los planos de los átomos (d) y el ángulo (θ) comprendido entre el haz incidente y el plano de los átomos. Si el haz incidente atacara los planos de los ángulos en cualquier ángulo arbitrario, el haz reflejado podría no existir, debido a que los rayos refractados de los planos atómicos estarían fuera de fase y producirían una interferencia destructiva y cancelación del haz reflejado. Conociendo la longitud de onda del haz incidente de rayos X, el ángulo descrito puede ser medido experimentalmente y resolviendo con la ley de Bragg el valor de $d = n\lambda / 2 \sin \theta$, la distancia interplanar puede ser calculada. Todos los ángulos a los que la difracción ocurre son determinados por mediciones en

la película fotográfica. El estudio de las direcciones de los haces de rayos X difractados, así como las intensidades producidas por esta poderosa herramienta permite aprender mucho acerca de las estructuras cristalinas de los sólidos (Jacobs and Kilduff, 2001).

Por lo tanto, si en la fórmula $d = n\lambda / 2 \sin \theta$, el valor de $\sin \theta$ aumenta, entonces $n\lambda$ disminuye, con la consiguiente reducción de la distancia interplanar d , lo cual significa una reducción en el parámetro de red.

Cuando los metales son deformados plásticamente, cierta parte de la energía de la deformación (aproximadamente el 5%) se retiene internamente. El resto se disipa como calor. La mayor parte de esta energía almacenada es tensión asociada con las dislocaciones. Algunas distorsiones de red existen alrededor de la línea de dislocaciones debido a la presencia de átomos extra semiplanos. Como consecuencia, hay regiones en las que los esfuerzos de compresión, de tensión y cortantes de la red están impuestos en los átomos vecinos. Por ejemplo, átomos inmediatamente encima y adyacentes a la línea de dislocación están apretadamente juntos. Como resultado, puede pensarse que esos átomos han experimentado un esfuerzo de compresión relativo a átomos posicionados en el cristal perfecto y que fueron removidos lejos desde la dislocación. En la otra mitad, el efecto es justamente lo contrario, los átomos de la red tienen impuesto un esfuerzo de tensión. Esfuerzos cortantes existen en la cercanía de las dislocaciones de borde.

En las dislocaciones de tornillo los esfuerzos son solamente cortantes. Esas distorsiones de red pueden considerarse como campos de esfuerzo que irradian de la línea de dislocaciones. Los esfuerzos se extienden a los átomos circundantes y sus magnitudes decrecen con la distancia radial a la dislocación. Las interacciones de dislocaciones son posibles entre dislocaciones de borde, de tornillo y mixtas y para una variedad de orientaciones. Estos campos de esfuerzos y las fuerzas asociadas son importantes en los mecanismos de endurecimiento de los metales (Callister, 2003).

Un punto importante es el relativo a los cambios en el ancho medio a la mitad del pico (FWHM) que se muestra en la Figura 6-11. Rodríguez et al. (2000) y Curiel et al. (2005) que asocian directamente el ancho medio de la mitad del pico con la calidad cristalina del material compuesto.

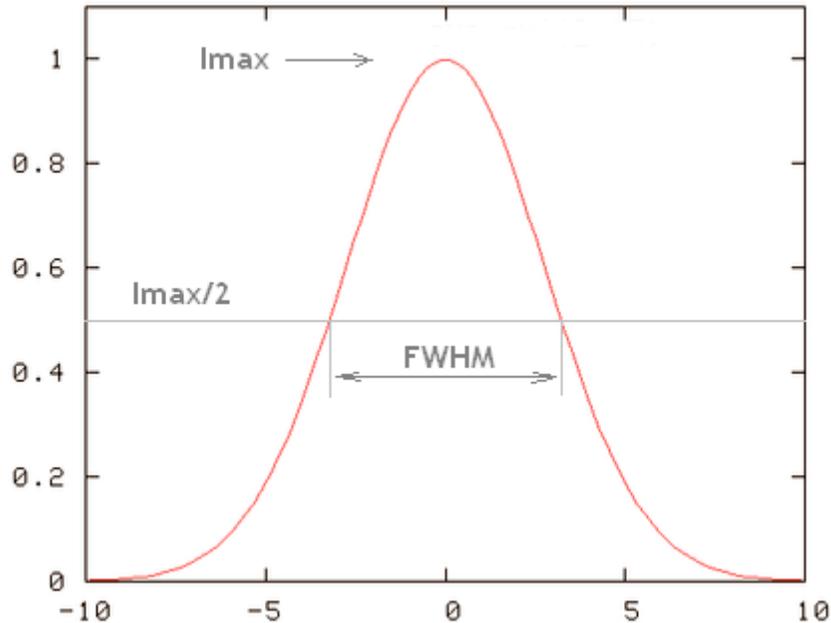


FIGURA 6-11. Ancho medio a la mitad del pico FWHM

En la Figura 6-12, los valores FWHM del cobre y de los materiales compuestos con tratamiento térmico (círculos) y sin él (cuadros) para el pico (111). En los materiales sin tratamiento térmico la calidad cristalina decreció cuando aumentó la concentración de alúmina de refuerzo a consecuencia del mezclado en molino de bolas y del tiempo de preparación, puesto que se deformó la estructura del cobre. La estructura del cobre recuperó sus valores originales una vez que los materiales fueron tratados térmicamente, o sea que el sinterizado recristalizó la estructura del cobre y liberó los esfuerzos mecánicos que había dejado el mezclado con molino de bolas. Lo anterior se vio reflejado en las propiedades mecánicas.

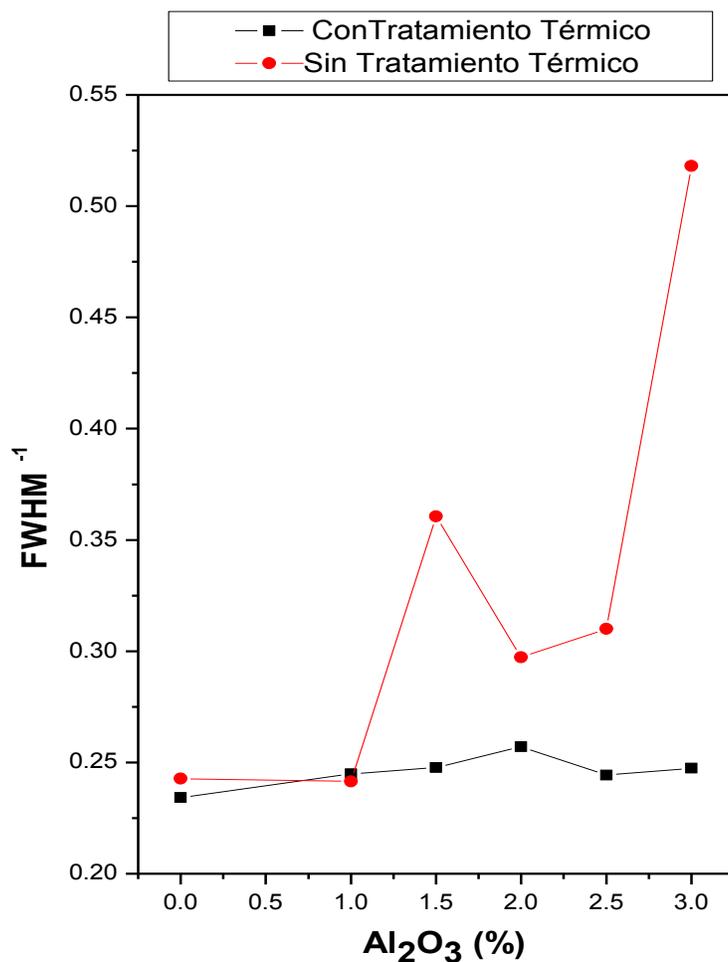


FIGURA 6-12. Cambios FWHM del pico característico (111) del cobre y de materiales compuestos cobre-alúmina con refuerzo del 1.0 al 3.0% vol, con tratamiento térmico y sin él.

La inversa del ancho completo del valor medio máximo (FWHM⁻¹) es un parámetro indicativo para evaluar la calidad cristalina relativa y también la interacción de la alúmina con la matriz de cobre (Rangel et al., 2007) que para este estudio se muestra en la Figura 6-13. Los cambios FWHM⁻¹ en la matriz del material compuesto no son significativos en el rango en el que se estudian las inclusiones de alúmina.

Rojas, Rodríguez et al., (2008) estudiaron a través del valor FWHM⁻¹ los cambios de la calidad cristalina a consecuencia del acuñado por impacto del cobre con el acero. Si el valor FWHM⁻¹ aumenta, la calidad cristalina decrece. De acuerdo con esto, los efectos provocados por la presión ejercida ocasiona la reducción de la calidad cristalina y ocurre una recristalización durante el tratamiento térmico, aumentando así la calidad cristalina de los materiales compuestos cobre-alúmina.

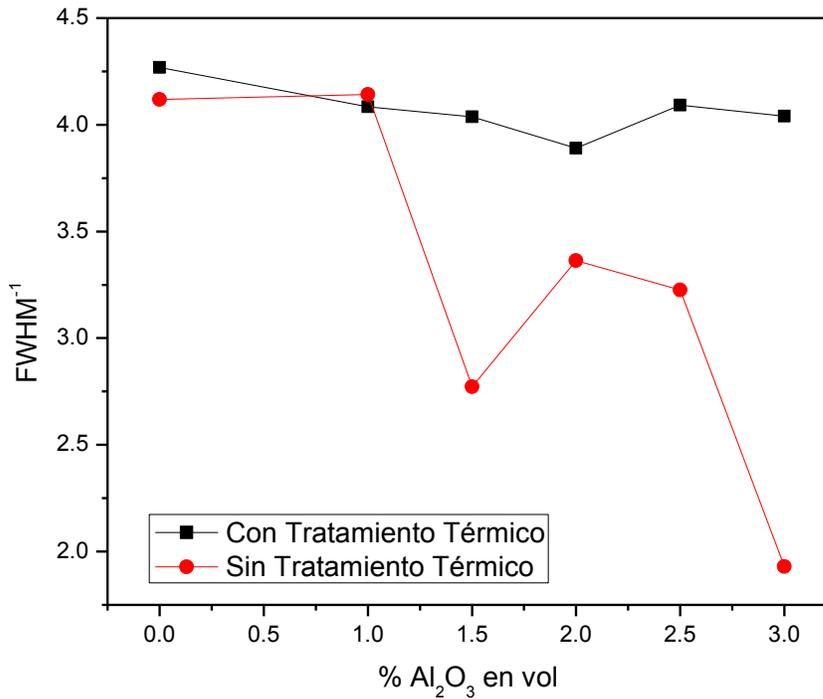


FIGURA 6-13. Cambios FWHM⁻¹ del pico característico (111) del cobre y de materiales compuestos cobre-alúmina con refuerzo del 1.0 al 3.0% vol, con tratamiento térmico y sin él.

6.4 Análisis de Pruebas mecánicas

Las variaciones en los valores de micro-dureza se deben, según Key to Metals (2008), a la distribución uniforme de las partículas de alúmina y al pequeño tamaño de grano de la matriz de cobre con una deseable dispersión de los poros esféricos en los bordes de grano al final de la etapa de sinterizado como mencionó German (1997). Por otro lado, Dagani (1991) sostuvo que las propiedades especiales de los materiales compuestos nano-métricos surgen de las interacciones de sus fases en las interfaces. La interacción de las fases a escala nano-métrica puede conducir a “una nueva física” y de allí a las nuevas propiedades.

En el Cuadro 6-1 se muestran los datos resultantes de cada una de las muestras que fueron sometidas a las pruebas de micro-dureza Vickers y resistencia a la tracción.

Probeta	Micro-dureza Vickers HV	Resistencia a la tracción σ_t MPa	Yield Strength σ_c MPa
100% Cu-Al ₂ O ₃ 0%	67.0	136	95
99% Cu- Al ₂ O ₃ 1.0%	65.0	117	86
98.5% Cu- Al ₂ O ₃ 1.5%	62.8	107	106
98% Cu- Al ₂ O ₃ 2.0%	62.6	106	74
97.5% Cu- Al ₂ O ₃ 2.5%	56.7	105	93
97% Cu- Al ₂ O ₃ 3.0%	56.5	104	86

CUADRO 6-1. Propiedades mecánicas de las probetas de cobre y materiales compuestos cobre-alúmina.

La Figura 6-14. muestra una comparación de valores de micro-dureza Vickers y resistencia a la tracción de las probetas muestreadas de cobre y materiales compuestos con 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5 y 3.0% vol. de reforzamiento de alúmina. Se encontró que en la medida en que la concentración de alúmina aumenta, los valores de micro-dureza Vickers y resistencia a la tracción disminuyen. Se observa que hay correspondencia entre ambas propiedades mecánicas.

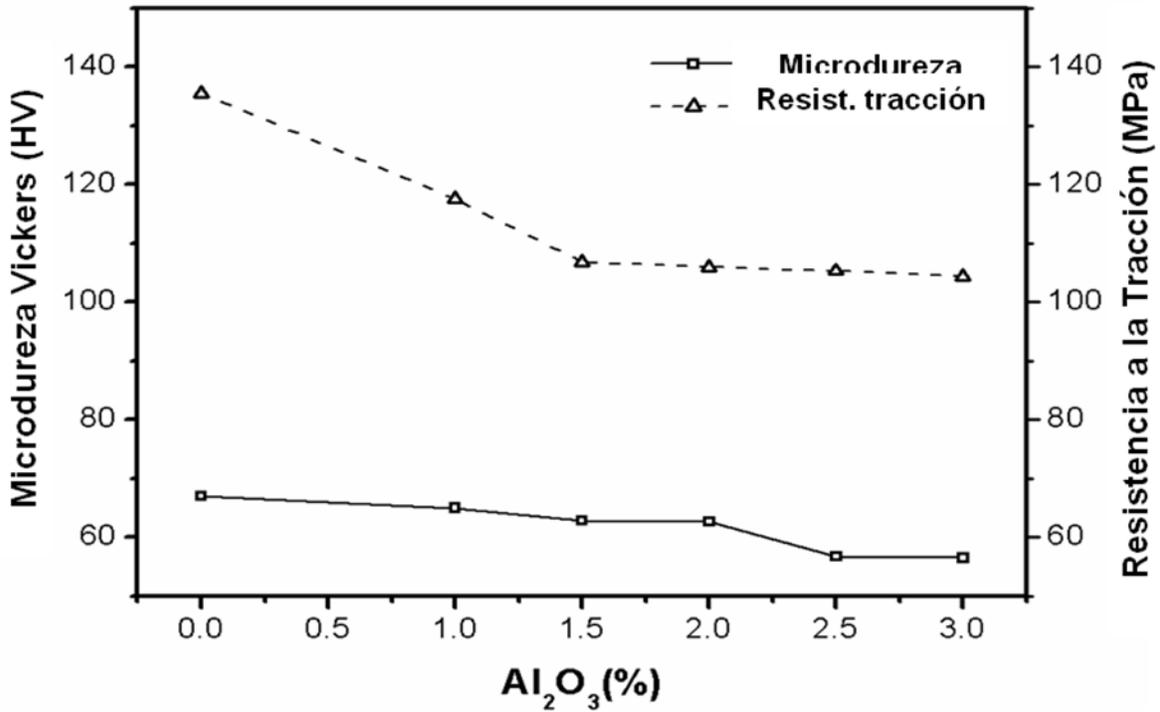


FIGURA 6-14. Comparación entre los resultados de micro-dureza Vickers y resistencia a la tracción de las probetas de cobre y material compuesto.

Los valores de micro-dureza Vickers y resistencia a la tracción deberían haber tenido una tendencia a la mejora como resultado del reforzamiento de las partículas de alúmina en la matriz de cobre según Lee et al., (2007) y Olmos (2008). Sin embargo, el Cuadro 6-1 muestra que dichas propiedades mecánicas decrecieron cuando el porcentaje del contenido de alúmina aumentó. Este resultado también fue encontrado por Zuhailwati y Koay (2005) en el mismo tipo de probetas preparadas por mezclado en molino de bolas, pero el origen del fenómeno no se determinó.

En el desarrollo de este trabajo de tesis, este comportamiento puede ser explicado como resultado de la extrusión de las partículas de alúmina dentro de los huecos intra-granulares que fueron laminados debido a la presión ejercida por la compactación en frío durante la preparación de los composites. Otro motivo para la reducción de las propiedades mecánicas del cobre con la adición de alúmina fue el mezclado en el molino de bolas. Esta explicación se ilustra en la imagen SEM de la Figura 6-7) y se confirma a través del análisis XRD de la Figura 6-9.

Las etapas de mezclado, compactación y sinterizado del proceso de la metalurgia de polvos afectaron las propiedades mecánicas del material compuesto. El mezclado en molino de bolas distribuyó uniformemente las partículas de alúmina en la matriz de cobre; la compactación en frío determinó la cantidad y tamaño de los micro-poros y huecos, y consecuentemente, las propiedades mecánicas del material compuesto; mientras que el sinterizado relevó los esfuerzos mecánicos residuales de la matriz de cobre y redujo el contacto mecánico entre las partes constitutivas del material compuesto. La combinación de esos tres pasos afectó la función de reforzamiento de las nano-partículas en el material compuesto. Esto significa que el proceso de manufactura determinó la respuesta del material en el campo de aplicación.

6.5 Discusión científica

Comercialmente se consiguen materiales compuestos cobre –alúmina identificados como c15725, c15760 y c15 915, en donde el cobre se ha reforzado con 0.7 a 1.2% vol. de óxido de aluminio. Se ha comprobado que dichos materiales tienen aplicaciones en piezas con muy buenas conductividades eléctrica y térmica, y alta resistencia mecánica, así como una excelente estabilidad de dichas propiedades después de la exposición continua a elevadas temperaturas, mejor que cualquier aleación de cobre (Nadkarni, 1998).

Entre las aplicaciones principales de los composites cobre alúmina se destacan: electrodos de soldadura por resistencia para trabajo pesado, aún para unir láminas galvanizadas, teniendo un comportamiento superior a la aleación cobre cromo; boquillas para soldaduras metálicas con gas inerte; conductores de lámparas incandescentes y componentes electrónicos; componentes de tubos de rayos X y tubos de micro-ondas; cuchillas y contactos de interruptores eléctricos; componentes de aceleradores de partículas; bobinas de elevados campos magnéticos; electrodos de máquinas electroerosionadoras; componentes de motores y generadores de alta velocidad, conmutadores, etc. (Nadkarni, 1998).

Para dispersar del material de refuerzo en la matriz, el mezclado puede ser mecánico (Zwilsky y Grant, 1961), por co-precipitación de soluciones salinas (Crosby y Desy, 1969), por aleado mecánico (Benjamín, 1974) o por oxidación interna o selectiva (Nadkarni, 1974).

La oxidación interna es la opción que permite una dispersión más fina y uniforme del material de refuerzo, con lo que se obtienen las mejores propiedades mecánicas de los composites. Este proceso consiste en someter una solución sólida de cobre y aluminio a una oxidación a elevadas temperaturas, con lo que el aluminio se transforma en óxido de aluminio.

En este proyecto se pretendió llegar a producir el composite cobre-alúmina a partir de la información científica disponible, pero tratándose de materiales patentados que se utilizan comercialmente, se asume que los datos reportados no son precisos.

Por lo tanto, un paso siguiente de este proyecto sería investigar con el proceso de mezclado de oxidación interna y experimentar el trabajado mecánico hasta llegar a los mejores resultados posibles de propiedades mecánicas y estabilidad sin menoscabo de las conductividades eléctrica y térmica del cobre.

6 CONCLUSIONES

El proceso de manufactura en sus etapas de mezclado, compactación y sinterizado empleado en la preparación del material compuesto cobre-alúmina determina el comportamiento que dicho material tendrá en el campo de aplicación.

El análisis de difracción de rayos X no mostró la presencia cristalina de las partículas de alúmina en los materiales compuestos en verde, pero en cambio después del sinterizado si se identificó la fase cristalina de las partículas en los picos (213), (302) y (205) correspondientes a la alúmina. El cobre fue deformado durante las operaciones de molienda y compactación, generándose esfuerzos internos en la red cristalina. El análisis XRD mostró una mejora considerable de la calidad cristalina después del sinterizado. Los esfuerzos internos fueron liberados por el tratamiento térmico a manera de recristalización

El material de refuerzo con estructura cristalina diferente a la de la matriz, como en el caso de las nano-partículas de alúmina que tienen estructura cristalina hexagonal, en tanto que el cobre la tiene cubica de caras centradas, no es el más apropiado para ejercer la función de reforzamiento por el método utilizado . La diferencia entre las estructuras cristalinas produce el laminado de la alúmina debido a la re-cristalización durante el sinterizado y a la presión de compactación unidireccional que se aplicó a las probetas del estudio.

Los resultados de EDS demostraron que el tiempo de 6 h de mezclado con molino de bolas permitió preparar mezclas de polvo libres de impurezas provenientes de la abrasión del cilindro de acero del molino de bolas, a diferencia de tiempos más largos de molienda. Esto significa que el tiempo más factible de molienda es el de 6 h.

El mezclado con molino de bolas produjo una distribución uniforme de las nano-partículas de alúmina alrededor de los bordes de grano de la base cobre, pero no se encontraron inclusiones generalizadas intra-granulares de alúmina en el cuerpo del material compuesto.

Cuando la concentración del material de refuerzo se incrementó, la microdureza Vickers y la resistencia a la tracción decrecieron debido a que la alúmina laminada no actuó como barrera de dislocación.

Por lo tanto, la combinación de las etapas de mezclado en molino de bolas, compactación en frío y sinterizado durante la elaboración del material compuesto base cobre con refuerzo de alúmina entre el 0.5 y el 3.0% vol no permiten alcanzar mejora en las propiedades mecánicas debido a la extrusión y laminado que sufren las nano-partículas de óxido de aluminio alrededor de los bordes de grano de la matriz de cobre.

7 LITERATURA CITADA

- Askeland, D.R. y Phulé, P.P. 2004. Ciencia e ingeniería de los materiales. Thomson.
- Benjamin, J. S. 1974. The International Nickel Company Inc. U. S. patent 3: 781-785.
- Brindis, E.A. 2002. Apuntes sobre la interrelación composición micro-estructura propiedades del acero. Bibliociencias.cu/gsd/collect/libros/index. 83-87.
- Callister, W.D. 2003. Materials science and engineering an introduction. John Wiley & Sons.
- Chawla, K.K. 1998. Composite materials: science and engineering, Springer, Birmingham.
- Cullity, B. D. 1978. In elements of x-ray diffraction. Addison Wesley Ontario.
- Crosby, R. L. and Desy, D. H. 1969. U. S. Bureau of Mines Report 7266: 1-17.
- Curiel-Reyna, E., A. Herrera, V. M. Castaño and M. E. Rodríguez. 2005. Influence of cooling rate on the structure of heat affected zone after welding a high manganese steel. Mater. & Manuf. Process. 20: 813-822.
- Dagani, R. 1991. Putting the nano into composites. p 25. Science Technology.
- d'Amour, H., D. Schieferl, H. Schulz, W. Denner and W. B. Hizapfel. 1978. J. Appl. Phys. 49: 4411.
- German, R. M. 1996. Sintering theory and practice. John Wiley & Sons.
- German, R. M. 1997. Metal Powder Ind. Fed. p 246. Powder Metal. Sci.
- German, R. M. and R. A. Queeney. 1998. ASM Metal Handbook. In fatigue and fracture control for powder metallurgy components. The Pennsylvania State Univ. 7: 2397-2409.
- Jacobs, J.A. and Kilduff, T.F. 2001. Engineering Materials Technology. Structures, processing, properties and selection. Prentice Hall.
- Jena, P. K., E. A. Brocchi and M. S. Motta. 2001. In-situ formation of Cu-Al₂O₃ nano-scale composites by chemical routes and studies on their microstructures. Mater. Sci. & Eng. 313 (1-2): 180-186.

- Key to metals. 2008. Nonferrous, copper matrix hardening by alumina particles.
- Korać, M., Z. Anđić, M. Tasić and Z. B. Kamberović. 2007. Sintering of Cu–Al₂O₃ nano - composite powders produced by a thermochemical route. J. Serbian Chem. Soc. 72(11): 1115-1125.
- Korać, M., Z. B. Kamberović, M. Tasić and M. Gavrilovsky. 2008. Nano -composite powders for new contact materials based on copper alumina. CI&CEQ 14 (4) 215–218.
- Kostelitz, M.1981.Heat treatment processes in Nitrogen-based atmospheres, Powder Metall. Int.3: 140-144.
- Lee, D. W., G. H. Ha and B. K. Kim. 2001. Synthesis of Cu-Al₂O₃ nano-composite powder. Scr. Mater. 44(8-9): 2137-2140.
- Lee, M.K. G. H. Kim, S. M. Hong, J. K. Lee, S.J. Hong, Y.R. Huhm and C. K. 2007. Rhee. The mechanical milling behavior of ductile Cu flakes when using ultrafine Al₂O₃ reinforcement. Solid St. Phenom., 119: 179-182
- Lyman, C. E., D. E. Newbury and J. I. Goldstein. 1990. In Scanning electron microscopy, X-ray microanalysis and analytical electron microscopy, a laboratory workbook. Plenum Press, New York.
- Micro-hardness Standard No. 37. 1963. Metal Powder Industries Federation.
- Moustafa, S. F., Z. Abdel Hamid, and A. M. Abd-Elhay. 2002. Copper matrix SiC and Al₂O₃ particulate composites by powder metallurgy technique. Mater. Lett. 53(4-5): 244-249.
- Nadkarni, A. V. and Klar, E. 1974. SCM Corporation. U.S. patent 3 785-801.
- Nadkarni, A. Copper Powder Metallurgy Alloys and Composites. 1998. ASM Metals Handbook 7: 2181-2189.
- Naser, J., H. Ferkel and W. Riehemann. 1997. Grain stabilization of copper with nanoscaled Al₂O₃. Mater. Sci. & Eng. A(234-236): 470-473.
- Olmos, L., C. L. Martin and D. Bouvard. 2008. Sintering of mixtures of powders: experiments and modeling. Powder Technol. 4:57.

- Osorio-Ramos, J.J., Rocha-Rangel, E., Sandoval-pérez, F. y Altamirano-Torres, A. 2009. Sinterización isotérmica de bronce reforzados con partículas de alúmina. Ing. IPN XII(43):59-65.
- Palma, R., A. Sepúlveda, T. Löbel and L. Núñez. 1998. Propiedades mecánicas de cobre endurecido por dispersión obtenido por aleado mecánico. Ciencia abierta, Iberomet V.
- Petzow, G. 1999. Metallographic Etching, ASM International.
- Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America. 2004.101(42): 15027-15032.
- Rangel-Ortiz, T, F. Chávez-Alcalá, E. Curiel-Reyna E, A. del Real-Baños, J. M. López-Hirata and M. E. Rodríguez-García. 2007. Structural and mechanical characterization of As-Cast Al–Li–Hf alloy. Mater. & Manuf. Process. 22: 247-250.
- Rodríguez –García, M. E., O. Zelaya-Ángel, J. J. Pérez-Bueno, S. Jiménez-Sandoval and L. Tirado. 2000. Influence of Te inclusions and precipitates on the crystalline and thermal properties of CdTe single crystals. J Cryst. Growth 213: 259-266.
- Rojas –Rodríguez, I., D. Jaramillo-Vigueras, R. Velázquez-Hernández, A. del Real, I. Serroukh I, L. Baños, J. García and M. E. Rodríguez-García. 2008. Thermal and structural characterization of copper–steel bonding interfaces produced by impact welding. Mater. & Manuf. Process. 23: 823-828.
- Swanson, Tatge. 1953. In PDF number 00-004-0836 for Cu. National Bur. Stand, U.S. 539(I) p15.
- Tension Test Specimens for Pressed and Sintered Metal Powders. Standard No. 10. 1963. Metal Powder Industries Federation.
- Vasconcelos, I. F. and Figueiredo, R. S. 1999. Driving mechanism on mechanical alloying: experimental and dynamics Discussions. Nanostructured mat. 11(7):935-946
- Yousif, A. A., S. F. Moustafa, M. A. El Zecky and F. N. Sabbahy. 2003. Alumina particulate Cu matrix composites prepared by powder metallurgy, Powder Metall. 46(4): 307-310.
- Ziwilsky, K. M. and Grant, N.J. 1961. Trans. AIME. 221: 371-377.

Zuhailawati, H. H. K. Koay. 2005. Studies on alumina dispersion strengthened copper composites through ball milling and mechanical alloying method, j. Technol.

8 APÉNDICE: Producción científica

8.1 Artículo en línea

Lara-Guevara A. Rojas-Rodríguez, I. Velázquez-Hernández R. Bernal Correa R. A. Sierra-Gutiérrez, A. Herrera, A. Rodríguez García M. E. 2012 Synthesis of copper alumina composites by mechanical milling: an analysis. *Materials and Manufacturing Processes*. Accepted version online 16 Jul 2012.

8.2 Patente

Alberto Lara Guevara, Domingo José Gómez Meléndez, Jorge Domingo Mendiola Santibáñez, Gilberto Herrera Ruiz, Andrés Herrera Vázquez. Solicitud de Patente Material Cobre-Alúmina 2-5% en volumen ante el Instituto Mexicano de la Propiedad Industrial. Fecha de recepción 29 de abril de 2010.

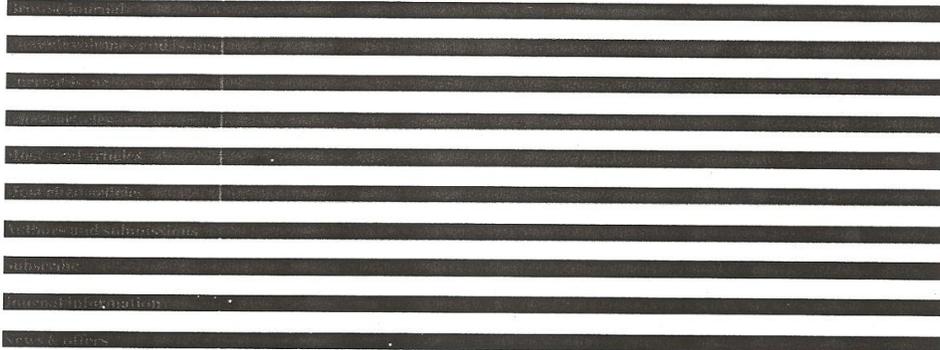
8.3 Carta de intención para la patente

Carta de intención para la patente y de colaboración con el proyecto por parte del Centro de Investigación de Condumex, fecha 12 de octubre de 2012.

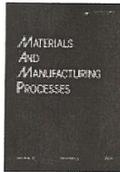
8.4 Artículo enviado sobre la misma investigación

Lara-Guevara A. Rojas-Rodríguez, Rodríguez García M. E. 2012 Simulation of copper alumina composite manufacturing process. *Computer Applications in Engineering Education*. Date submitted 15 Oct 2012.

Home > List of Issues > Latest articles > Synthesis of Copper-Alumina Composites by Mechanical Milling: An Analysis



Materials and Manufacturing Processes



Synthesis of Copper-Alumina Composites by Mechanical Milling: An Analysis

[View full text](#)
[Full access](#)

DOI: 10.1080/10426914.2012.677899

Alberto Lara-Guevara^{ab}, Ignacio Rojas-Rodriguez^c, Ruben Velazquez-Hernandez^{cc}, Roberto A. Bernal-Correa^d, Antonio Sierra-Gutierrez^{be}, Andres Herrera^e & Mario E. Rodriguez-Garcia^f

Received: 22 Aug 2011

Accepted: 06 Oct 2011

Accepted author version posted online: 16 Jul 2012

Article Views: 18

[Alert me](#)

- [TOC email alert](#)
- [TOC RSS feed](#)
- [Citation email alert](#)
- [Citation RSS feed](#)

Abstract

Copper based composite materials are widely applied in the field of electronics and electrical engineering as highly conductive materials for operation at high temperatures. In this study, copper based composites were produced by the powder metallurgy and reinforced with 1.0, 1.5, 2.0, 2.5 and 3.0% vol alumina nanometer sized particles. Powders were mixed by glass ball milling for 6 h at 100 rpm. Samples were compacted at 420 MPa in a steel die and sintered at 900°C for 15 minutes in an argon chamber. Scanning electron microscopy, X-ray diffraction, Vickers micro-hardness and tensile tests were performed to analyze the influence of the alumina content on the mechanical, structural and micro-structural properties of the copper-alumina composites that were manufactured by three steps of the powder metallurgy technique. X-ray diffraction patterns showed that during the ball milling, cold compacting and sintered steps no new crystalline phases were formed. Scanning electron microscopy images providing information related to the alumina layering that restricted the reinforcement mechanism and the expected improvement in the composite mechanical properties.

- [View full text](#)

Keywords

- Combination of different crystalline structure materials,
- Copper,

- Copper alumina composite fabrication,
- Full width at half maximum analysis,
- Glass ball milling,
- Powder metallurgy,
- Reinforcement by nano-particles

Related



- Add to shortlist
- Link

Permalink

<http://dx.doi.org/10.1080/10426914.2012.677899>

- Download Citation

- Recommend to:
- A friend

- Information
- Full text
- References
- Reprints & permissions

Abstract

Jump to section

- INTRODUCTION
- MATERIALS AND METHODS
- RESULTS
- CONCLUSIONS

Copper based composite materials are widely applied in the field of electronics and electrical engineering as highly conductive materials for operation at high temperatures. In this study, copper based composites were produced by the powder metallurgy and reinforced with 1.0, 1.5, 2.0, 2.5 and 3.0% vol alumina nanometer sized particles. Powders were mixed by glass ball milling for 6 h at 100 rpm. Samples were compacted at 420 MPa in a steel die and sintered at 900°C for 15 minutes in an argon chamber. Scanning electron microscopy, X-ray diffraction, Vickers micro-hardness and tensile tests were performed to analyze the influence of the alumina content on the mechanical, structural and micro-structural properties of the copper-alumina composites that were manufactured by three steps of the powder metallurgy technique. X-ray diffraction patterns showed that during the ball milling, cold compacting and sintered steps no new crystalline phases were formed. Scanning electron microscopy images providing information related to the alumina layering that restricted the reinforcement mechanism and the expected improvement in the composite mechanical properties.

Keywords

- Combination of different crystalline structure materials,
- Copper,
- Copper alumina composite fabrication,
- Full width at half maximum analysis,
- Glass ball milling,
- Powder metallurgy,
- Reinforcement by nano-particles

INTRODUCTION

Jump to section

- INTRODUCTION
- MATERIALS AND METHODS
- RESULTS
- CONCLUSIONS

Dispersion strengthened copper-alumina (Al_2O_3) composite materials are extensively used as raw material for products that require high strength and good electrical properties, such as electrode materials for lead wires, relay blades, contact supports, and electrode materials for spot welding [11. Rajković, M.V.; Božić, D.; Popović, M.; Jovanović, M.T. The Influence of Powder Particle Size on Properties of Cu– Al_2O_3 Composites. *Science of Sintering* 2009, 41, 185–192.

[CrossRef], [Web of Science ®]

View all references]. Copper based composite materials are widely applied in the field of electronics and electrical engineering as highly conductive materials for operation at high temperatures, such as electrodes for resistance spot and seam welding, different contact materials, various switches, thermal and electric conductors, microwave tubes, etc. [22. Korać, M.; Kamberović, Z.; Anđić, Z.; Filipović, M.; Tasić, M. Sintered Material Based on Copper Alumina Powders Synthesized by a Nobel Method. *Science of Sintering* 2010, 42, 81–90.

[CrossRef], [Web of Science ®]

View all references]. The powder metallurgical routes offer flexibility in the fabrication of metal-ceramic composite material and a control of the composition and spatial homogeneity of reinforcing ceramics in a matrix. In this work all of alumina hard particles were uniformly embedded in a copper matrix after 90 min of mechanical milling [33. Lee, M.K.; Kim, G.H.; Hong, S.M.; Lee, J.K.; Hong, S.J.; Huhm, Y.R.; Rhee, C.K. The Mechanical Milling Behavior of Ductile Cu Flakes when using Ultrafine Al_2O_3 Reinforcement. *Solid State Phenomena* 2007, 119, 179–182.

[CrossRef]

View all references]. It has been shown in particular that the particle size ratio affects the kinetics of densification. A very small amount of

inclusions (typically 3% vol) can significantly affect density. This effect has been attributed to different phenomena such as inclusion induced stresses [44. Olmos, L.; Martin, C.L.; Bouvard D. Sintering of Mixtures of Powders: Experiments and Modelling. *Powder Technology* 2008, 4 (57).

View all references]. In terms of the pressure used in this kind of system, it was found that the compacting pressure can be in the range of 234 to 276 MPa for a thin section, higher pressures can be used for heavy sections [55. James, P.J. Cooper Powder Consolidation Techniques, Fundamental Aspects of the Consolidation of Powders. *Powder Metallurgy*, 2008, 4 – 82 .

View all references]. Changes in the full width at half maximum (FWHM) are closely related to structural transformations of the processing material. Rojas and co-workers [66. Rojas-Rodríguez, I.; Jaramillo-Vigueras, D.; Velázquez-Hernández, R.; Del Real-Baños, A.; Serroukh, I.; Baños, L.; García, J.; Rodríguez-García, M.E. Thermal and Structural Characterization of Copper–Steel Bonding Interfaces Produced by Impact Welding. *Materials and Manufacturing Processes* 2008, 23, 823 – 828 .
[Taylor & Francis Online], [Web of Science @]

View all references] characterized the welding impact of copper-steel samples using X-ray diffraction and applying full width at half maximum to study the crystalline quality. Curiel and co-workers [77. Curiel-Reyna, E.; Herrera, A.; Castaño, V.M.; Rodríguez, M.E. Influence of Cooling Rate on the Structure of Heat Affected Zone after Welding a High Manganese Steel. *Materials and Manufacturing Processes* 2005, 20, 813 – 822 .

[Taylor & Francis Online], [Web of Science @]

View all references] used the full width at half maximum to evaluate the crystallinity of Hadfield steel after the welding process. Although much work has been done, the results reported in the literature are rather inconsistent. Thus, the influence of many parameters involved in the reinforcing phenomena of these composites still has to be explained [88. Rajković, M.V.; Božić, D.; Stasić, J.; Dimić, B. Properties of Cu-Al₂O₃ Composites Prepared by High Energy Milling and Internal Oxidation. *Association of Metallurgical Engineers of Serbia* 2009, 15 (3), 181 – 188 .

View all references]. Besterčić and co-workers [99. Besterčić, M.; Ivan, J.; Kovac, L. Influence of Al₂O₃ Particles Volume Fraction on Fracture Mechanism in the Cu-Al₂O₃ System. *Materials Letters* 2000, 46, 181 – 184 .
[CrossRef], [Web of Science @], [CSA]

View all references] stated that differences in particle size and distribution caused changes in the fracture mechanism, although fractures were ductile transcrystalline with dimples; they also showed that tensile strain first produced microcavities on the matrix-particle interface due to decohesion of particles from the matrix, but the lack of a reinforcement mechanism due to layering of the alumina particles on the copper matrix was not explained.

The synthesis of the copper-matrix and the alumina nano-particles can be done directly by a solid state reaction of copper oxide and aluminum by ball milling under dry or wet conditions. Das and co-workers [1010. Das, D.; Samanta, A.; Chattopadhyay, P.P. Synthesis of Bulk Nano-Al₂O₃ Dispersed Cu-Matrix Composite Using Ball Milled Precursor. *Materials and Manufacturing Processes* 2007, 22, 516 – 524 .
[Taylor & Francis Online], [Web of Science @]

View all references] showed the kinetic of copper-alumina composite formation by ball milling that was elucidated using X-ray diffraction, differential calorimetric scanning and electron transmission techniques, but impurities due to the long milling time were not explored. This work studied the microstructural development and mechanical response of copper-alumina powders that were mixed by milling process with inclusion of different volume percentages of nano-meter sized alumina particles. X-ray diffraction patterns were evaluated to elucidate the changes in the crystalline quality before and after the sintering heat treatment. Scanning electron microscopy was used to study the morphology of the copper-alumina composites, as well as energy dispersive spectroscopy to fix the milling time. Mechanical properties of the composite materials were studied by Vickers micro-hardness and tensile strength testing. The results of these experiments contributed to the explanation of the sintering structural changes of copper-alumina composites by analyzing the full width at half maximum values of the most intense peaks of the X-ray diffraction patterns. The aforementioned techniques are excellent tools for monitoring the copper-alumina composite manufacturing process in order to establish the best process conditions during the cold milling, compacting and sintering stages.

MATERIALS AND METHODS

Jump to section

- INTRODUCTION
- MATERIALS AND METHODS
- RESULTS
- CONCLUSIONS

Materials

Copper powder (face center cubic structure) with nominal size of 325 meshes (0.044 mm), 99.7% copper purity was used as matrix. Copper powder was produced by United States Bronze Powders, Inc., U.S.A. (product code XF-2). Nanometer sized alumina particles (hexagonal structure) with 99.5% purity and nominal average particle size of 40 nm were used as reinforcement. The alumina particles supplier was American Elements, U.S.A. (product code AL-OX-021-NP).

Sample Preparation

The powder metallurgy manufacturing process implies three different steps: cold mixing of the particles by milling, cold compacting and thermal annealing of the green samples.

A. powder cold mixing

Samples of 1.0, 1.5, 2.0, 2.5 and 3.0% vol nanometer sized alumina particles were mixed with copper powder using a ball miller, US Stoneware G798200. The mixing step was performed inside a 150 mm diameter x 300 mm length stainless steel container with 3.9 mm diameter glass balls; the relationship between glass balls and powder mixture was 1/3, 300 rpm rotational speed according to the procedure that was proposed by Lee and co-workers [99. Besterčić, M.; Ivan, J.; Kovac, L. Influence of Al₂O₃ Particles Volume Fraction on Fracture Mechanism in the Cu-Al₂O₃ System. *Materials Letters* 2000, 46, 181 – 184 .
[CrossRef], [Web of Science @], [CSA]

View all references].

Because alumina is an abrasive material these nano-particles could adversely affect the purity of the mixture after the milling process. The milling time was established to minimize the abrasive effect by semi-quantitative analysis of iron impurities through scanning electron microscopy and energy dispersive spectroscopy after evaluating several milling durations. Iron presence in the samples was the representative indicator of impurities due to abrasion of the milling stainless steel container.

B. cold compacting

As a second step of the manufacturing process, powder mixtures were cold compacted in a $6 \times 50 \times 2 \text{ mm}^3$ steel die, which was covered with graphite powder as lubricant using a Michel's PHB-15 hydraulic press at 300 MPa. The pressure was gradually increased every 50 MPa to avoid possible particle disintegration. The final pressure was maintained for 30 min in order to allow the mechanical stress distribution on the sample to avoid possible mechanical changes.

C. thermal treatment

The isothermal sintering heat treatment of the samples was carried out in a horizontal Heraeus D-6450 Hanau type ROK/A tube furnace at 900°C . Two by two specimens were pulled into the furnace on a 100 mm long ceramic container. Argon with a 99.997% purity (Infra 1066) was constantly flowing at $15.6 \text{ dm}^3/\text{s}$ through the tube furnace in order to avoid sample oxidation. Every four specimen batch stayed sintering in the furnace at 900°C for 45 min. After this thermal treatment, samples were cooled at the end of the quartz tube in an argon chamber to protect them against oxidation. The cooling rate was chosen at $5^\circ\text{C}/\text{min}$ to avoid thermal shock. Samples were finally stored in a desiccating container.

X-Ray Diffraction

The X-ray diffraction analysis was performed under two sample conditions: before and after the sintering heat treatment. X-ray diffraction patterns of copper powder, alumina nano-particles as well as copper-alumina samples were taken using a Siemens diffractometer Crystalflex 5000 operating at 35 K, 15 mA with $\text{CuK}\alpha$ line at room temperature.

Scanning Electron Microscopy and Energy Dispersive Spectroscopy Analysis

Samples were studied using JPG scanning electron microscopy equipment with a Thermo Noran detector. This silicon drift detector did not need nitrogen cooling. Accelerating voltage was 20.0 kV. Semi-qualitative chemical analysis was performed by energy dispersive X-ray spectrometry and scanning electron microscopy analysis at the same JPG equipment.

Vickers Micro-Hardness

Microhardness was tested by a Wilson Vickers machine. Each reported value was calculated as the average of 30 indentations across the surface of the polished sample.

Tensile Test

The tensile test of all samples was performed using a Universal Test Machine (Model: Zwick/Roell Zoo5) at $0.5 \text{ mm}/\text{min}$.

RESULTS

Jump to section

- INTRODUCTION
- MATERIALS AND METHODS
- RESULTS
- CONCLUSIONS

One important powder metallurgy parameter for producing copper-alumina composites by ball milling is the required time to obtain composites without any impurity due to the abrasion of the mill stainless steel container. Figure 1(a) shows the scanning electron microscopy/energy dispersive spectroscopy image of a copper based composite reinforced with 3% vol alumina particles after 8 h milling in which two iron characteristic peaks were identified. Figure 1(b) shows the energy dispersive spectroscopy images of a copper-alumina sample with the same alumina particles content after 6 h milling but without any iron impurity at the four points that were analyzed. After this result, the milling time for the mixing step of the process was fixed to 6 h. In the case of copper-alumina composites synthesis by mechanical milling, the scanning electron microscopy/energy dispersive spectroscopy device was used to identify the presence of impurities that could affect material performance and consequently, to fix the feasible milling time.

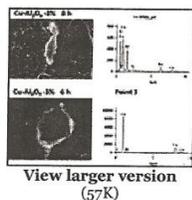
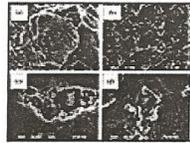


FIGURE 1 — Scanning electron microscopy/energy dispersive spectroscopy analysis of 3% vol alumina samples to fix the ball milling time. (a) 8 h, (b) 6 h.

Scanning electron microscopy was used to study the influence of the compacting step on the sample morphology during the manufacturing process. Figure 2(a) shows the cold compacted pure copper green sample with necks among the copper grains and low density holes. Figure 2 (b) shows a scanning electron microscopy image (1000X) of one 3% vol alumina particle sintered sample. The continuous copper matrix, as well as a region with micro-voids at the copper matrix grain boundaries, was identified. Voids and alumina micro-layers were located surrounding the grain boundaries of the copper matrix while some of the copper grain boundaries were bare of alumina. Figure 2(c) shows a scanning electron microscopy image (5000X) 3% vol alumina particles located on the surface of sintered copper-grain boundaries, void regions with alumina particles as well as segregates were also identified. This alumina particles distribution along the grain boundaries of the copper matrix normally produces the dislocation fence mechanism that affects the composite mechanical properties. Sintering of ultra-dispersed powders occurs due to sliding of the particles along their borders, then to a dislocative mechanism which is responsible for the creation of surplus vacancies. Concentration of surplus vacancies can reach a value which corresponds to the concentration of vacancies in the area of temperatures near the materials melting temperature [111]. Copper Matrix Hardening by Alumina Particles. *Key to Metals* 2008, Non Ferrous.

View all references]. Figure 2(d) shows a scanning electron microscopy image (5000X) of one 3% vol alumina particle sintered sample, where a multi layered alumina particle extrusion is evident as result of the copper intra-granular compacting pressure. It is well known that hexagonal structures like the alumina are normally layered under compacting pressure. The layering produced a loss in the particle adhesion and

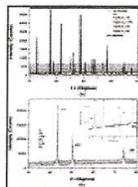
consequently, the copper grains stayed without any significative dislocation fence that could have produced the reinforcement mechanism. Thus, from the manufacturing point of view, the compacting pressure affected the mechanical properties of the composites that were mixed by mechanical milling. Scanning electron images of samples with different crystalline structures illustrated alumina layering among the copper matrix grain boundaries.



View larger version
(123K)

FIGURE 2 —.

X-ray diffraction is an excellent tool for monitoring the structural changes that a material suffers along the different steps of the manufacturing process. Figure 3(a) shows X-ray diffraction analysis of copper powder (face center cubic structure), nanometer sized alumina particles (hexagonal structure), as well as copper-based composites reinforced with 1.0, 1.5, 2.0, 2.5 and 3.0% vol alumina particles without heat treatment that were produced by cold milling. The characteristic peaks (111) at 43.298° , (200) at 50.434° and (220) at 74.133° in the 2θ scale of the copper-alumina composite patterns were identified according to the Powder Diffraction File 04-0836 for Copper. According to this figure, the cold milling process produced alumina particle dispersion; thus copper was the only crystalline structure that was identified after the compacting step [1212. Rangel-Ortiz, T.; Chávez-Alcalá, F.; Curiel-Reyna, E.; Del Real-Baños, A.; López-Hirata, J.M.; Rodríguez-García, M.E. Structural and Mechanical Characterization of As-Cast Al-Li-Hf. *Alloy Materials and Manufacturing Processes* 2007, 22, 247 – 250. [Taylor & Francis Online], [Web of Science ®]. View all references].



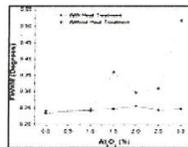
View larger version
(49K)

FIGURE 3 —(a)-Figure 3(b)-X.

Figure 3(b) shows copper-alumina composites X-ray diffraction patterns after the sintering process at 900°C for 45 minutes in an argon chamber. X-ray diffraction patterns of sintered samples show the following characteristic peaks: (204) at 55.918° , (213) at 59.47° , (302) at 61.48° and (205) at 64.57° that match with the alumina particle Powder Diffraction File 00-026-0031 [1212. Rangel-Ortiz, T.; Chávez-Alcalá, F.; Curiel-Reyna, E.; Del Real-Baños, A.; López-Hirata, J.M.; Rodríguez-García, M.E. Structural and Mechanical Characterization of As-Cast Al-Li-Hf. *Alloy Materials and Manufacturing Processes* 2007, 22, 247 – 250. [Taylor & Francis Online], [Web of Science ®].

View all references], see inset in Figure 3(b). X-ray analysis allowed identifying alumina particles in the cold compacting samples after the sintering process. The segregation of alumina after this process was already found in the scanning electron microscopy images of Figure 2(b) and (d). The heating process did not produce a new crystalline phase or preferential orientation. In terms of the metallurgical process, the cold compacting plus the heat treatment of the cubic and hexagonal structures produced desegregation of the hexagonal alumina phase that was detected by X-ray methodology. On the other hand, crystalline quality changes were studied through the full width at the half medium analysis of the most intense peak (111). If the full width at the half medium of any characteristic peak is wide, it can be associated with lattice damage and vice versa. The crystalline quality can be visualized as the inverse of the full width at the half medium. The changes in the full width at the half medium are closely related to the changes in the mechanical properties of the copper-alumina matrix.

Figure 4 shows a full width at the half medium of sintered copper-alumina composites (circles) and the full width at the half medium of green samples (squares) for the (111) peak. The crystalline quality decreased when the alumina particles content increased in all cases without heat treatment, as a consequence of the ball milling and mixing time that produced a copper structural distortion. Sintered composite samples recovered the original copper structure because the sintering heat treatment produced copper re-crystallization while the mechanical stress was relieved by the milling step. The aforementioned X-ray results are important in terms of the sintering step of the composite material manufacturing process because the thermal process affected the crystallinity as can be observed in Figure 4. Crystallinity quality was affected by the cold compacting process (mechanical energy) stronger in green than in sintered samples. Copper suffered a mechanical stress reduction because of the sintering heat treatment.



View larger version

FIGURE 4 —.

(14K)

Figure 5 shows micro-hardness Vickers and tensile strength values as a function of the alumina particle concentration, after the sintering step. These values would have shown an improvement tendency in the mechanical properties as result of the alumina particle reinforcement on the copper matrix [33. Lee, M.K.; Kim, G.H.; Hong, S.M.; Lee, J.K.; Hong, S.J.; Huhm, Y.R.; Rhee, C.K. The Mechanical Milling Behavior of Ductile Cu Flakes when using Ultrafine Al₂O₃ Reinforcement. *Solid State Phenomena* 2007, 119, 179 – 182.

[CrossRef]

View all references] [44. Olmos, L.; Martin, C.L.; Bouvard D. Sintering of Mixtures of Powders: Experiments and Modelling. *Powder Technology* 2008, 4 (57).

View all references]. However, Figure 5 shows that Vickers micro-hardness and tensile strength decreased when the alumina particle content increased. This result was also found by Zuhailawati, H and Koay, H.K. for the same kind of samples prepared by ball milling process [313. Zuhailawati, H.; Koay, H.K. Studies on Alumina Dispersion-strengthened Copper Composites through Ball Milling and Mechanical Alloying Method. *Journal Technology* 2005, 43 (A), 1 – 10.

View all references] but the origin of this feature was not determined. This behavior can be explained by the structural changes in the copper matrix as result of the alumina particle extrusion inside the inter-granular voids as consequence of the milling process that produced layering. This explanation was illustrated in the scanning electron microscopy image of Figure 2(d) and confirmed by the X-ray diffraction alumina particle analysis that was shown in Figure 3.

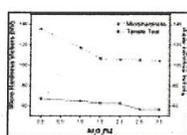


FIGURE 5 --

View larger version
(15K)

The three stages of the powder metallurgy process affected the mechanical properties of the composite. The milling step is responsible for the uniform distribution of alumina particles in the copper matrix. The cold compacting step determined the quantity and size of micro-pores and voids and consequently, the composite properties. The sintering heat treatment as the third step released the residual mechanical stress of the copper matrix and improved the mechanical contact among the constitutive parts of the composite. The combination of these steps affected the alumina nano-particles reinforcement function in the composite. It means that the manufacturing process determined the material response in the application field.

CONCLUSIONS

Jump to section

- INTRODUCTION
- MATERIALS AND METHODS
- RESULTS
- CONCLUSIONS

The effect of the manufacturing process on the copper alumina composite preparation is the behavior that the material will perform in the application field.

In the case of this study, the composite materials based copper reinforced with 1.0, 1.5, 2.0, 2.5, and 3.0% vol alumina particles were prepared by the powder metallurgy technique. The combined conditions of the mixing, compacting and hardening steps during the manufacturing process determined the material response in the application field.

The X-ray diffraction analysis did not show the presence of crystalline alumina particles in the composites without thermal treatment but in the case of sintered copper-alumina composites the alumina phase was identified. The sintered heat treatment effect was the copper re-crystallization

Material reinforcement with different crystalline structure than the matrix, as in this case alumina particles (hexagonal) and copper (face center cubic) normally affects the reinforcement function. The difference between crystalline structures produced the alumina particle layering as a consequence of the copper re-crystallization process and due to the unidirectional compacting pressure that was applied to the studied samples.

Energy dispersive spectroscopy results demonstrated that 6 h milling time allowed preparing powder mixtures free of iron impurities as result of the mill container abrasion.

The ball milling process produced a uniform distribution of alumina particles around the grain boundaries but the particles were not found as intra-granular inclusions.

When the alumina particle content was increased, the Vickers micro-hardness and the tensile strength decreased. This behavior was explained by the layered alumina without reinforcement function.

The conclusion is that the combination of milling, compacting and sintering steps of the 1 to 3% vol alumina based copper composites manufacturing process did not produce significant mechanical properties improvement due to the extrusion and layering of the hexagonal alumina particles among the grain boundaries of the copper matrix.

ACKNOWLEDGEMENTS

This work was supported by projects 120809 PAPIIT-UNAM and Conacyt 103032 Mexico. Authors want to thank M. en C. Alicia del Real and Dra. Beatriz Millan for their technical support.

REFERENCES

- 1. Rajković, M.V.; Bozic, D.; Popovic, M.; Jovanovic, M.T. The Influence of Powder Particle Size on Properties of Cu- Al₂O₃ Composites. *Science of Sintering* 2009, 41, 185 – 192. [CrossRef], [Web of Science ®]
- 2. Korać, M.; Kamberović, Z.; Andjić, Z.; Filipović, M.; Tasić, M. Sintered Material Based on Copper Alumina Powders Synthesized by a Nobel Method. *Science of Sintering* 2010, 42, 81 – 90. [CrossRef], [Web of Science ®]
- 3. Lee, M.K.; Kim, G.H.; Hong, S.M.; Lee, J.K.; Hong, S.J.; Huhm, Y.R.; Rhee, C.K. The Mechanical Milling Behavior of Ductile Cu Flakes when using Ultrafine Al₂O₃ Reinforcement. *Solid State Phenomena* 2007, 119, 179 – 182. [CrossRef]
- 4. Olmos, L.; Martin, C.L.; Bouvard D. Sintering of Mixtures of Powders: Experiments and Modelling. *Powder Technology* 2008, 4 (57).
- 5. James, P.J. Cooper Powder Consolidation Techniques, Fundamental Aspects of the Consolidation of Powders. *Powder Metallurgy*, 2008, 4 – 82.
- 6. Rojas-Rodríguez, I.; Jaramillo-Vigueras, D.; Velázquez-Hernández, R.; Del Real-Baños, A.; Serroukh, I.; Baños, L.; García, J.; Rodríguez-García, M.E. Thermal and Structural Characterization of Copper–Steel Bonding Interfaces Produced by Impact Welding. *Materials and Manufacturing Processes* 2008, 23, 823 – 828. [Taylor & Francis Online], [Web of Science ®]
- 7. Curiel-Reyna, E.; Herrera, A.; Castaño, V.M.; Rodríguez, M.E. Influence of Cooling Rate on the Structure of Heat Affected Zone after Welding a High Manganese Steel. *Materials and Manufacturing Processes* 2005, 20, 813 – 822. [Taylor & Francis Online], [Web of Science ®]
- 8. Rajković, M.V.; Bozic, D.; Stasic, J.; Dimicic, B. Properties of Cu-Al₂O₃ Composites Prepared by High Energy Milling and Internal Oxidation. *Association of Metallurgical Engineers of Serbia* 2009, 15 (3), 181 – 188.
- 9. Besterci, M.; Ivan, J.; Kovac, L. Influence of Al₂O₃ Particles Volume Fraction on Fracture Mechanism in the Cu-Al₂O₃ Sistem. *Materials Letters* 2000, 46, 181 – 184. [CrossRef], [Web of Science ®], [CSA]
- 10. Das, D.; Samanta, A.; Chattopadhyay, P.P. Synthesis of Bulk Nano-Al₂O₃ Dispersed Cu-Matrix Composite Using Ball Milled Precursor. *Materials and manufacturing Processes* 2007, 22, 516 – 524. [Taylor & Francis Online], [Web of Science ®]
- 11. Copper Matrix Hardening by Alumina Particles. *Key to Metals* 2008, Non Ferrous.
- 12. Rangel-Ortiz, T.; Chávez-Alcalá, F.; Curiel-Reyna, E.; Del Real-Baños, A.; López-Hirata, J.M.; Rodríguez-García, M.E. Structural and Mechanical Characterization of As-Cast Al–Li–Hf. *Alloy Materials and Manufacturing Processes* 2007, 22, 247 – 250. [Taylor & Francis Online], [Web of Science ®]
- 13. Zuhailawati, H.; Koay, H.K. Studies on Alumina Dispersion-strengthened Copper Composites through Ball Milling and Mechanical Alloying Method. *Journal Technology* 2005, 43 (A), 1 – 10.



<input checked="" type="checkbox"/> Solicitud de Patente <input type="checkbox"/> Solicitud de Registro de Modelo de Utilidad <input type="checkbox"/> Solicitud de Registro de Diseño Industrial, especifique cuál: <input type="checkbox"/> Modelo Industrial <input type="checkbox"/> Dibujo Industrial	Uso exclusivo de Delegaciones y Subdelegaciones de la Secretaría de Economía en las Oficinas Regionales del IMPI	Uso exclusivo del IMPI
	RECIBIDO Folio de entrada 428 29/10 Fecha y hora de recepción 29/04/10 12:00	No. de expediente No. de folio de entrada

Antes de llenar la forma lea las consideraciones generales al reverso

I DATOS DEL (DE LOS) SOLICITANTE(S)

El solicitante es el inventor El solicitante es el causahabiente

1) Nombre (s): Alberto Lara Guevara

2) Nacionalidad (es): Mexicana

3) Domicilio; calle, número, colonia y código postal: Circuito Antonio Pérez Alcocer 428, Candiles, Cp 76010

Población, Estado y País: Corregidora, Querétaro, México

4) Teléfono (clave): 442 2851597 5) Fax (clave):

II DATOS DEL (DE LOS) INVENTOR(ES)

6) Nombre (s): Alberto Lara Guevara, Domingo José Gómez Meléndez, Jorge Domingo Mendiola Santibáñez, Gilberto Herrera Ruiz, Andrés Herrera Vázquez.

7) Nacionalidad (es): Mexicana, Mexicana, Mexicana, Mexicana, Mexicana

8) Domicilio; calle, número, colonia y código postal: Circuito Antonio Pérez Alcocer 428, Candiles, Cp 76010

Población, Estado y País: Corregidora, Querétaro, México

9) Teléfono (clave): 442 2851597 10) Fax (clave):

III DATOS DEL (DE LOS) APODERADO (S)

11) Nombre (s): 12) R G P:

13) Domicilio; calle, número, colonia y código postal:

Población, Estado y País: 14) Teléfono (clave): 15) Fax (clave):

16) Personas Autorizadas para oír y recibir notificaciones:

17) Denominación o Título de la invención:

Material cobre-alumina (5-2% en volumen)

18) Fecha de divulgación previa

Día Mes Año

19) Clasificación Internacional uso exclusivo del IMPI

20) Divisional de la solicitud 21) Fecha de presentación

Número Figura jurídica 22 01 2010

Día Mes Año

22) Prioridad Reclamada:

País	Fecha de presentación			No. de serie
	Día	Mes	Año	

Lista de verificación (uso interno)

No. Hojas		No. Hojas	
	Comprobante de pago de la tarifa		Documento de cesión de derechos
	Descripción y reivindicación (es) de la invención		Constancia de depósito de material biológico
	Dibujo (s) en su caso		Documento (s) comprobatorio(s) de divulgación previa
	Resumen de la descripción de la invención		Documento (s) de prioridad
	Documento que acredita la personalidad del apoderado		Traducción
			TOTAL DE HOJAS

Observaciones:

Bajo protesta de decir verdad, manifiesto que los datos asentados en esta solicitud son ciertos.

Nombre y firma del solicitante o su apoderado Lugar y fecha



CENTRO DE INVESTIGACIÓN
Y DESARROLLO CARSO

Querétaro, Qro. 12 de octubre del año 2012
REF.: CDC/023-12

At'n: Dr. Aurelio Dominguez González
Director de la Facultad de Ingeniería
Universidad Autónoma de Querétaro
Prsente

Estimado Dr. Dominguez:

Por medio de la presente le informo que nuestro Centro de Investigación y Desarrollo ha estado trabajando con el Maestro Alberto Lara Guevara en la modificación de propiedades mecánicas de cobre a través de la formulación de distintos compósitos.

Con este motivo el Maestro Lara ha hecho el depósito de una solicitud de patente, misma que es de interés de nuestro Centro de Investigación y Desarrollo en caso de que los resultados sean positivos.

Quedo a sus órdenes.

Atentamente

Ing. Antonio Sierra Gutierrez
Director CIDECC

CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y DESARROLLO CARSO
Carretera Constitución a San Luis Potosí Km. 9.6
Parque Industrial Jurica
Querétaro, Qro.
C.P. 76127
Tels: Conm. (442) 238 90 00 Fax (442) 218 07 17
www.cidec.com.mx

- CAE-12-227 successfully submitted

15.10.2012

-

iskander@spectra.eng.hawaii.edu

-

alarag77@hotmail.com
15-Oct-2012

Dear Prof. Lara-Guevara,

Your manuscript entitled "Simulation of the copper-alumina composite manufacturing process" has been successfully submitted online and is presently being given full consideration for publication in Computer Applications in Engineering Education.

Your manuscript number is CAE-12-227. Please mention this number in all future correspondence regarding this submission.

You can view the status of your manuscript at any time by checking your Author Center after logging into <http://mc.manuscriptcentral.com/cae> . If you have difficulty using this site, please click the 'Get Help Now' link at the top right corner of the site.

Thank you for submitting your manuscript to Computer Applications in Engineering Education.

Sincerely,
Computer Applications in Engineering Education Editorial Office



**Simulation of the copper-alumina composite manufacturing
process**

Journal:	<i>Computer Applications in Engineering Education</i>
Manuscript ID:	CAE-12-227
Wiley - Manuscript type:	Research Article
Date Submitted by the Author:	15-Oct-2012
Complete List of Authors:	Lara-Guevara, Alberto; Universidad Autónoma de Queretaro, Ingeniería; Universidad del Valle de Mexico, Ingenierias Rojas-Rodriguez, Ignacio; Universidad Tecnologica de Queretaro, Ambiental Rodriguez-Garcia, Mario; Universidad Autonoma de Mexico, CEFATA
Keywords:	simulation , composites, sintering, Matlab, Lagrange

SCHOLARONE™
Manuscripts