



**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MÉXICO**

---

---

**CENTRO UNIVERSITARIO UAEM VALLE DE MÉXICO**

**MANUFACTURA Y PROCESAMIENTO DE MATERIALES  
AVANZADOS CERMETS BASE ALÚMINA REFORZADOS  
CON PARTICULAS DE PLATA**

**TESIS**

Que para obtener el Título de

**INGENIERO INDUSTRIAL**

P r e s e n t a

**C. Omar Figueroa Martínez**

**Asesor: Dr. en Ing. José Guadalupe Miranda Hernández**

**Atizapán de Zaragoza, Edo. De Méx. Agosto 2017**

## ÍNDICE

ÍNDICE .....	i
ÍNDICE DE TABLAS .....	iv
ÍNDICE DE FIGURAS .....	v
RESUMEN.....	1
ABSTRACT .....	3
1.1 JUSTIFICACIÓN .....	4
1.2 ANTECEDENTES .....	5
1.3 OBJETIVO GENERAL.....	8
1.4 OBJETIVOS ESPECÍFICOS .....	8
1.5 HIPÓTESIS .....	9
CAPITULO 2.- MARCO TEÓRICO .....	10
2.1.- Materiales Compuestos.....	10
• 2.1.1.- Propiedades de los materiales compuestos	11
• 2.1.2.- Clasificación de los Materiales Compuestos	12
• 2.1.3.- Materiales Reforzados por Partículas	13
• 2.1.4.- Materiales Reforzados por Fibras	14
• 2.1.5.- Materiales Compuestos Estructurales	15
2.2.- Alúmina .....	15
• 2.2.1.- Aplicaciones	16
2.3.- Plata.....	18
• 2.3.1.- Aplicaciones	19
2.4.- Nitrógeno .....	20
2.5.- Aleado mecánico.....	20
• 2.5.1.- Mezcla-Molienda	21
2.5.1.1.- Velocidad de Molienda .....	23
2.5.1.2.-Tiempo de molienda.....	23
• 2.5.2.-Compactación	24
2.5.2.1.- Compactación uniaxial en frio.....	24
2.5.2.2.- Compactación uniaxial en caliente .....	25
2.5.2.3.- Compactación isostática en frio.....	26
2.5.2.4.- Compactación isostática en caliente.....	27

• 2.5.3.- Sinterización	27
2.5.3.1.- Ventajas y Desventajas .....	32
2.5.3.2.- Sinterización en fase líquida .....	32
CAPÍTULO 3.- DESARROLLO EXPERIMENTAL .....	35
3.1.- Metodología .....	35
• 3.1.1.- Fase 1. Manufactura del composito cermets	36
3.1.1.1.- Mezcla-Molienda .....	36
3.1.1.2.- Compactación .....	38
3.1.1.3.- Sinterización.....	40
• 3.1.2.- Fase 2.- Determinación de la densidad, dureza y caracterización Microestructural por MO y MEB.	42
3.1.2.1.- Densidad y porosidad aparente.....	42
3.1.2.2.- Caracterización Microestructural .....	44
3.1.2.3.- Microscopia óptica y Electrónica de barrido.....	46
3.1.2.4.- Dureza Vickers .....	47
3.1.2.5.- Tenacidad a la Fractura.....	48
CAPÍTULO 4.- ANÁLISIS DE RESULTADOS .....	50
4.1.- Análisis de los Cermets sinterizados a 1500°C durante 1 y 2 horas. ....	50
• 4.1.1.- Densidad y Porosidad.	50
• 4.1.2.- Caracterización Microestructural por Microscopia Óptica	54
• 4.1.3.-Dureza Vickers	56
• 4.1.4.- Tenacidad a la Fractura	58
4.2.- Análisis de los Cermets sinterizados a 1600°C durante 1 y 2 horas .....	60
• 4.2.1.- Densidad y Porosidad	60
• 4.2.2.- Caracterización Microestructural	64
• 4.2.3.- Dureza Vickers	66
• 4.2.4.- Tenacidad a la Fractura	67
CAPÍTULO 5.- COMPARACIÓN DE RESULTADOS DE LOS SISTEMAS Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - Ag5% y Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Ag10% .....	70
5.1.- Análisis Comparativo de Densidad y % de Porosidad. ....	70
5.2.- Análisis Comparativo de Dureza y Tenacidad a la Fractura .....	72
5.3.- Análisis Comparativo Microestructural Mediante Microscopia Óptica (MO) y Microscopia Electrónica de Barrido (MEB). ....	75

---

• 5.3.1.- Microscopia Electrónica de Barrido (SEM)	77
6.- CONCLUSIONES .....	83
7.- BIBLIOGRAFÍA.....	85

---

## ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Principales propiedades de la alúmina. ....	16
Tabla 2. Principales propiedades de la plata.....	19
Tabla 3. Principales propiedades del nitrógeno.....	20
Tabla 4. Medidas de densidad de los materiales sinterizados a 1500°C durante 1 y 2 horas.....	51
Tabla 5. Porcentaje de contracción, porosidad y densificación de los compuestos sinterizados a 1500°C en un tiempo de 1 y 2 Horas.....	53
Tabla 6. Dureza Vickers de los Compuestos Sinterizados a 1500°C 1 y 2 horas. .	57
Tabla 7. Tenacidad a la Fractura (Kic) de los Compuestos Sinterizados a 1500°C 1 y 2 horas. ....	59
Tabla 8. Medidas de densidad de los materiales sinterizados a 1600°C durante 1y 2 horas.....	61
Tabla 9. Porcentaje de Contracción, Porosidad y Densificación de los Compuestos Sinterizados a 1600°C 1 y 2 Horas. ....	63
Tabla 10. Dureza Vickers de los Compuestos Sinterizados a 1600°C 1 y 2 horas	66
Tabla 11. Tenacidad a la fractura de los Compuestos Sinterizados a 1600°C 1 y 2 horas.....	68

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Esquema de distribución entre la matriz y refuerzo .....	11
Figura 2. Clasificación de los Materiales Compuestos. ....	13
Figura 3. a) Estructura cristalina de la alúmina; b) Celda unitaria de la alúmina....	16
Figura 4. Representación esquemática de la fuerza de impacto en un molino de bolas.....	23
Figura 5. Compactación uniaxial de simple efecto. ....	25
Figura 6. Evolución del grado de interconexión entre partículas y de la porosidad según la etapa de sinterizado. ....	28
Figura 7. Etapas durante la sinterización. ....	30
Figura 8. a) Densificación seguida de crecimiento de grano; b) Aumento del tamaño de grano.....	34
Figura 9. Diagrama del proceso de metalurgia de polvos. ....	36
Figura 10. Molino de giro planetario Fritsch Pulverisette 6.....	37
Figura 11. Tazón de acero inoxidable y Medios de molienda de zirconia. ....	37
Figura 12. a) Prensa hidráulica FIICS; b) Dado de acero inoxidable .....	38
Figura 13. Balanza analítica OHAUS Explorer pro y Calibrador digital de la marca MOORE & Wright.....	39
Figura 14. Horno de la marca Naberthem con capacidad de calentamiento de 25- 1800°C.....	41
Figura 15. Ciclo de Calentamiento. ....	42
Figura 16. Cálculo del peso en seco, suspendido y saturado.....	43
Figura 17. Pulidora de la marca Le Cube.....	45
Figura 18. Microscopio óptico metalográfico de la marca Olympus-GX51.....	46
Figura 19. Microdurómetro semiautomático de la marca Emco-Test (Dura Scan 200). ....	47
Figura 20. Representación de la huella y medición de la dureza Vickers. ....	48
Figura 21. Huella de la indentación Vickers .....	48

Figura 22. Gráfica de medidas de densidad de los materiales sinterizados a 1500°C durante 1y 2 horas. ....	52
Figura 23. Gráfica de porcentaje de Contracción, Porosidad y Densificación de los Compuestos Sinterizados a 1500°C 1 y 2 horas. ....	54
Figura 24. Micrografía por MO de los Cermets Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Ag 5% a 1500°C a 1 y 2 horas respectivamente a un aumento de 5X. ....	55
Figura 25. Micrografía por MO de los Cermets Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Ag 10% a 1500°C a 1 y 2 horas respectivamente a un aumento de 10X. ....	56
Figura 26. Dureza de los Compuestos Sinterizados a 1500°C 1 y 2 Horas. ....	58
Figura 27. Gráfica de tenacidad a la fractura (K <sub>ic</sub> ) de los compuestos sinterizados a 1500°C 1 y 2 horas. ....	60
Figura 28. Gráfica de densidad de los materiales sinterizados a 1600°C durante 1y 2 horas. ....	62
Figura 29. Gráfica de % de Contracción, Porosidad y Densificación de los Compuestos Sinterizados a 1600°C 1 y 2 Horas ....	64
Figura 30. Micrografía por MO de los Cermets Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Ag 5% a 1600°C a 1 y 2 horas respectivamente a un aumento de 5X. ....	65
Figura 31. Micrografía por MO de los Cermets Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Ag 10% a 1600°C a 1 y 2 horas respectivamente a un aumento de 10X. ....	65
Figura 32. Gráfica de Dureza de los Compuestos Sinterizados a 1600°C 1 y 2 horas.....	67
Figura 33. Gráfica de tenacidad a la fractura (K <sub>ic</sub> ) de los compuestos sinterizados a 1600°C 1 y 2 horas. ....	69
Figura 34. Gráfica de comparación de densidades para las temperaturas de sinterización de 1500 °C y 1600 °C respectivamente.....	70
Figura 35. Gráfica de comparación de porcentaje de porosidad y densificación para las temperaturas de sinterización de 1500 °C y 1600 °C respectivamente.....	72
Figura 36. Gráfica de comparación de dureza para las temperaturas de sinterización de 1500 °C y 1600 °C respectivamente.....	73
Figura 37. Gráfica de comparación de tenacidad a la fractura para las temperaturas de sinterización de 1500 °C y 1600 °C respectivamente. ....	74

Figura 38. Micrografía por MO de los cermetes $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Ag 5% y $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Ag 10% sinterizados a $1500^\circ\text{C}$ durante 1 Hora respectivamente a un aumento de 10X. ....	75
Figura 39. Micrografía por MO de los cermetes $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Ag 5% y $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Ag 10% sinterizados a $1500^\circ\text{C}$ durante 2 Horas respectivamente a un aumento de 10X. ..	76
Figura 40. Micrografía por MO de los cermetes $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Ag 5% y $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Ag 10% sinterizados a $1600^\circ\text{C}$ durante 1 Hora respectivamente a un aumento de 10X. ....	76
Figura 41. Micrografía por MO de los cermetes $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Ag 5% y $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Ag 10% sinterizados a $1600^\circ\text{C}$ durante 2 Horas respectivamente a un aumento de 10X. ..	77
Figura 42. Micrografías MEB del cermet $\text{Al}_2\text{O}_3$ -5% wt. Ag a $1500^\circ\text{C}$ por una hora .....	78
Figura 43. Micrografía MEB del cermet $\text{Al}_2\text{O}_3$ -5% wt. Ag a $1600^\circ\text{C}$ por una hora .	78
Figura 44. Micrografías MEB de los cermetes $\text{Al}_2\text{O}_3$ -10% wt. Ag a $1500^\circ\text{C}$ por 1 hora y $\text{Al}_2\text{O}_3$ -10% wt. Ag a $1500^\circ\text{C}$ por 2 horas respectivamente.....	79
Figura 45. Micrografías MEB de los cermetes $\text{Al}_2\text{O}_3$ -10% wt. Ag a $1600^\circ\text{C}$ por 1 hora y $\text{Al}_2\text{O}_3$ -10% wt. Ag a $1600^\circ\text{C}$ por 2 horas respectivamente.....	80
Figura 46. Micrografía MEB y espectro EDS del sistema de $\text{Al}_2\text{O}_3$ -5% wt a $1600^\circ$ una hora. ....	82

## RESUMEN

En esta investigación se realizó el estudio de un material cerámico avanzado, este material compuesto está formado por el sistema cerámico-metal también denominado CERMET. El sistema de estudio en particular está formado por alúmina-plata, el material cerámico y el material metálico utilizado en este sistema son alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) comercial en polvo de la marca Reasol con una pureza de 99.2% y plata (Ag) comercial en polvo de la marca Meyer con una pureza del 99.99%. La composición química del sistema consiste en la base cerámica con adiciones de plata al 5% y 10% en peso.

La composición química en polvos del material compuesto ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Ag) se sometió a un proceso de mezcla molienda en un molino de giro planetario de alta energía de la marca Fritsch durante un periodo de 2 horas a 200 rpm. Posteriormente los polvos fueron compactados uniaxialmente en frío mediante una prensa hidráulica a una presión de 200 MPa para obtener muestras cilíndricas de 20 mm de diámetro y un espesor de 5 mm.

Las muestras compactadas fueron sometidas al proceso de sinterización a una velocidad de calentamiento de 25 °C/min a una temperatura de sinterización de 1500°C y 1600 °C expuestos a un tiempo de 1 y 2 horas, en una atmósfera controlada con gas nitrógeno y enfriamiento en horno. Posterior al proceso de sinterizado se determinó la densidad y porosidad a las muestras obtenidas a partir del principio de Arquímedes.

Se realizó un análisis por microscopía óptica (MO) y microscopía electrónica de barrido (MEB/EDX) para observar las características microestructurales de los materiales fabricados. El MEB está equipado con un detector de energía dispersiva de rayos-X (EDX) el cual se ocupó para realizar un análisis puntual en diferentes zonas de los materiales manufacturados e identificar los elementos químicos de las especies existentes en el sistema fabricado.

Finalmente se determinó la propiedad mecánica de dureza Vickers con un indentador de punta de diamante, en un microdurómetro de la marca EMCOTEST que esta acondicionado con un software que determina la dureza a partir de la medición del tamaño de las diagonales de la huella del indentador Vickers y la carga aplicada.

## ABSTRACT

In this research was carried out the study of an advanced ceramic material, this composite material is mainly the ceramic-metal system also called CERMET. The study system in particular consists of alumina-silver, both the ceramic and the metal used in this system are commercial alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) powder (Reasol with a purity of 99.2%) and silver (Ag) commercial powder (Meyer with a purity of 99.99%). The chemical composition of the system consists of the ceramic base with additions of silver at 5 and 10 wt %.

The chemical composition in powder as  $\text{Al}_2\text{O}_3$  and Ag was submitted to a mix-milling process in a planetary mill (Fritsch) during 2 hours at 200 rpm. After the powders were compacted uniaxially in cold through a hydraulic press at a pressure of 200 MPa to obtain cylindrical samples of 20 mm diameter and a thickness of 5 mm.

The compacted samples were submitted to sintering process at 1500 °C or 1600 °C a rate of 25 °C/min for 1 and 2 hours respectively in controlled atmosphere with Nitrogen gas. After the sintering process, density and porosity were obtained by Archimedes principle.

The composites manufactured by optic microscopy (OM) and a scanning electron microscopy were analyzed. The MEB is equipped with and X-ray dispersive energy detector (EDX) which will be used to obtain an analysis of different manufactured materials and to identify the chemical elements of the species existing in the manufactured system.

Finally, it was determined the mechanical property of Vickers hardness by a microdurometer (EMCOTEST). The microdurometer is conditioned with a software that determines the hardness from measuring the size of the tread diagonals of the indenter Vickers and the applied load.

In conclusion, the composites materials were fabricated by powder technique, the propose route is ideal for the synthesis of this kind of materials.

## CAPITULO 1.- DESCRIPCIÓN DE LA INVESTIGACIÓN

### 1.1 JUSTIFICACIÓN

Las cerámicas bases alúmina ( $Al_2O_3$ ) poseen propiedades físicas y químicas, como: buena resistencia mecánica y buena estabilidad térmica [1]. Sin embargo, sus aplicaciones se ven limitadas ya que presentan una elevada fragilidad; es decir, no se deforma fácilmente bajo la acción de un esfuerzo debido a los altos valores de su módulo de elasticidad. Por causa de esta particularidad los cerámicos son sensibles a mínimas imperfecciones en su microestructura, la cual actúa como punto de inicio de grietas y la posible falla del material [2].

En consecuencia, la tendencia de obtener nuevos materiales con combinaciones de propiedades de cerámicos y metales con alta conductividad térmica, eléctrica, resistencia mecánica, junto con su buena resistencia a los medios de corrosión, ha hecho que se desarrollen nuevos sistemas de materiales con base cerámica, reforzados con partículas metálicas y además procesados por métodos de procesamiento emergentes.

En estudios recientes se ha demostrado en general que los materiales cerámicos se pueden hacer más tenaces mediante la incorporación homogénea partículas finas de metales dúctiles en su matriz logrando así posiblemente obtener un material capaz de mostrar mejor conductividad eléctrica, además de modificar sus propiedades mecánicas debido principalmente a la presencia del metal en el cerámico [1,3-4]. En la actualidad se buscan materiales para nuevas aplicaciones desde la industria aeronáutica, del deporte, transporte, médica y de entre otras.

Por tal motivo la presente propuesta de investigación se enfoca en el desarrollo de un nuevo material tomando como base un cerámico Alúmina ( $Al_2O_3$ ) y que combinado con un metal Plata (Ag), se logra obtener un material compuesto

capaz de modificar sus propiedades mecánicas debido principalmente a la presencia homogénea del metal de refuerzo en la base cerámica [1].

Por otro lado, aprovechando la presencia del metal en el compuesto y teniendo en cuenta que estos materiales se consideran biomateriales se deja abierta la investigación para futuros análisis de biocompatibilidad en su posible uso como implantes en el cuerpo humano en su función como prótesis, aunque no es objetivo de este trabajo.

## 1.2 ANTECEDENTES

Tomando en cuenta que los cerámicos tienen más de 400 años de uso, siendo la arcilla uno de los principales cerámicos más utilizados y este solo era considerado para la fabricación de ciertos productos, desde entonces se han estudiado a los materiales cerámicos un busca de obtener nuevas propiedades y nuevas aplicaciones. Entre los materiales comunes que se conocen tradicionalmente, se encuentran otros tipos de materiales que cada día se investigan y desarrollan en búsqueda de soluciones de problemas técnicos y/o tecnológicos específicos, en ocasiones a estos materiales se les conoce como nuevos materiales o materiales avanzados [5]. Se trata de materiales que cumplen con funciones específicas de acuerdo a los sistemas en donde son utilizados, por mencionar algunos en: sistemas eléctricos, electrónicos, ópticos, mecánicos, así como también en el cuerpo humano en donde se les conoce como biomateriales [6].

Los compositos CERMETS son materiales formados por un sistema cerámico-metal, donde el material cerámico corresponde al mayor porcentaje siendo la base del material compuesto. Estos materiales no son una clase separada de materiales sino representa un acercamiento de la ingeniería para modificar el arreglo estructural o químico de materiales o elementos en busca de la mejora con la finalidad de que estos tengan una función operativa dentro de un sistema, no solo dentro de ingeniería, si no también dentro de otras áreas del conocimiento [7].

Por tal motivo, es preciso buscar soluciones tecnológicas en fases cada vez más tempranas de los procesos de diseño y manufactura, teniendo como objetivo el contexto de la innovación técnica de fabricación y de aplicación [7,8]. Estos materiales tienen dos características importantes: por un lado, su capacidad de trabajo a elevada temperatura y por otro, su resistencia al ataque químico, que son debidas sustancialmente a la fortaleza del enlace entre sus átomos [10]. Este tipo de materiales nos ofrecen ventajas en los campos de aplicación como son la medicina debido a su caracterización de sus propiedades físicas, químicas y mecánicas, que los materiales tradicionales no son capaces de ofrecer.

Otros de los posibles usos de estos nuevos materiales que abarcan una infinidad de aplicaciones, entre los que se puede mencionar: vehículos aeroespaciales, blindaje de turbinas, fibras ópticas [11], rotores de turbo válvulas, matrices de extrusión en caliente expuestas a agentes corrosivos, piezas mecánicas para trabajo en caliente expuestas a agentes corrosivos, marcos de circuitos integrados, componente de tubos de microondas, etc. [21].

Uno de los principales métodos de fabricación para este tipo de materiales es la metalurgia de polvos o técnica de polvos que sin duda satisface la mejora en las propiedades físicas y químicas en estos nuevos materiales al respecto de los materiales tradicionales, y que consiste en; la preparación y acondicionamiento de la mezcla de polvos, conformado y secado de dicha mezcla y posterior sinterización, aplicando la energía calorífica con o sin presión simultánea y bajo la acción de una atmósfera controlada, para acabar con un maquinado de la pieza obtenida. La composición correcta de los polvos constituye un punto fundamental del proceso, para lo que es preciso eliminar totalmente las impurezas y uniformar el tamaño de las partículas [21, 4,11].

La técnica de procesamiento de polvos se ha definido como el método de fabricación de aleaciones por medios mecánicos. La aleación puede lograrse a partir de la mezcla de partículas finas de elementos en estado sólido, con la

aplicación de repetidas deformaciones con medios de molienda, ya sea a temperatura ambiente, húmeda o seca. El aleado mecánico es una técnica desarrollada desde los años 60 con el cual se obtienen materiales con microestructura controlada [1] y, por otro lado, también a través del mismo se puede conseguir una distribución fina y homogénea de dos o más materiales muy disimilares como el caso de una combinación de cerámicos y metales.

Los materiales compuestos cerámico/metal normalmente han sido preparados por el prensado en caliente de mezclas de polvos preparadas por rutas químicas o por procesos de molienda de bolas [12,13]. Sin embargo, ha habido problemas en la reproducción de sus muy peculiares propiedades y en su utilización rutinaria en aplicaciones prácticas de ese tipo de compuestos, debido a la contaminación de los polvos durante la operación de molienda, la complejidad de las soluciones químicas y lo costoso de producir grandes cantidades de materiales por prensado en caliente.

Por lo tanto, se ha estudiado el uso de técnicas convencionales de procesamiento, como métodos relativamente simples y económicos tal como el aleado mecánico para producir grandes cantidades de materiales compuestos cerámico/metal con una microestructura y densidad aceptable y con propiedades mecánicas mejoradas. Los materiales cerámicos de acuerdo a estudios muy recientes se pueden hacer más tenaces (mejorar su tenacidad a la fractura) mediante la incorporación en su matriz de partículas finas de metales [14-15].

En algunos de estos estudios se hace énfasis en los mecanismos de refuerzo, y estos indican que es muy importante el tamaño de la inclusión metálica y la homogénea distribución de la misma en la matriz cerámica para asegurar la obtención de un material compuesto con buenas propiedades de tenacidad [16-15]. Por lo tanto, se han hecho considerables esfuerzos por establecer las condiciones óptimas de procesamiento y de esta manera obtener compuestos con la microestructura y propiedades deseadas [17, 18, 19, 20]. En general, para

conseguir las mejores microestructuras y propiedades, un compuesto con base cerámica debe ser cuidadosamente preparado desde la etapa de síntesis del polvo.

Hasta ahora se han encontrado antecedente de la fabricación de un material compositos base  $\text{Al}_2\text{O}_3$  reforzados con partículas de Al, Ti, Fe, Cu y otros pero que las variables de procesamiento como presión, tiempo de molienda, tiempo de sinterización y temperatura de sinterización son muy acotadas [22], lo cual es interesante para este proyecto de investigación, ya que en la literatura solo reportan ciertas propiedades de los materiales resultantes, sin embargo, un análisis que aborde el comportamiento y las propiedades mecánicas de estos materiales son muy reducidas.

Por lo tanto, este estudio se enfoca al uso de técnicas convencionales de procesamiento que sean simples y económicas para producir grandes cantidades de materiales compuestos (cerámico/metal) con microestructuras homogéneas y propiedades físicas y mecánicas mejoradas.

### 1.3 OBJETIVO GENERAL

Procesar materiales avanzados (cermets) base  $\text{Al}_2\text{O}_3$  reforzados con partículas de Ag para de mejorar sus propiedades físicas y mecánicas.

### 1.4 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Establecer la ruta de procesamiento para los compositos cermets base  $\text{Al}_2\text{O}_3$  reforzados con partículas metálicas de Ag.
  - Determinar los efectos microestructurales de la adición de partículas de Ag en los compositos fabricados.

- Analizar tiempo y temperatura de sinterización de los materiales elaborados.
- Evaluar las propiedades físicas de densidad y porosidad del material.
- Analizar las propiedades mecánicas de dureza y tenacidad a la fractura de los materiales fabricados.
- Caracterizar la microestructura del material reforzado, a través de las técnicas de microscopía óptica (MO) y electrónica de barrido (SEM).

## 1.5 HIPÓTESIS

La incorporación de partículas metálicas de (Ag) en un material cerámico base Alúmina ( $Al_2O_3$ ) da origen a un nuevo material en donde las partículas metálicas tendrán influencia en la microestructura de la base con buenas características mecánicas.

## CAPITULO 2.- MARCO TEÓRICO

### 2.1.- Materiales Compuestos

Un material compuesto es aquel formado por dos, o más, materiales distintos que presenta algunas propiedades físicas determinadas superiores a las de los materiales que lo constituyen. Una de las definiciones de este tipo de materiales en las que aparece reflejada la finalidad de su diseño es la citada por Miravete “Se entiende por material compuesto aquel formado por dos o más componentes, de forma que los componentes y propiedades del material final sean superiores que las de los componentes por separado” [23].

Los materiales compuestos son combinaciones macroscópicas que poseen una interface discreta y reconocible que los separa. Son heterogéneos ya que sus propiedades no son las mismas en todo su volumen. Estos compuestos pueden seleccionarse para lograr combinaciones poco usuales de rigidez, resistencia, peso, rendimiento a altas temperaturas, resistencia a la corrosión, dureza y conductividad [24]. Este tipo de compuestos surgen como respuesta de la demanda de nuevos sistemas con propiedades que son imposibles de reunir en un solo tipo de material.

Dichos materiales están formados por dos o más fases, una continua llamada matriz y otra dispersa que se le denomina refuerzo y que se clasifica en función de su microestructura. El refuerzo proporciona al material compuesto un incremento en la resistencia y rigidez mecánica, pero, también se emplean refuerzos para mejorar el comportamiento a altas temperaturas o la resistencia a la abrasión. La resistencia térmica y ambiental las proporciona la matriz, el refuerzo y la matriz se encuentran separados por la interface como se muestra en la Figura 1 [25].

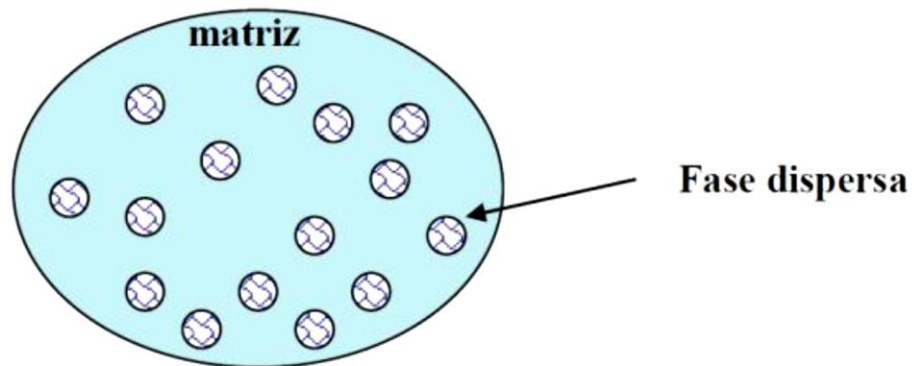


Figura 1. Esquema de distribución entre la matriz y refuerzo

### 2.1.1.- Propiedades de los materiales compuestos

Los materiales compuestos tienen ventajas y desventajas, las cuales es necesario tener en cuenta. Las ventajas de los materiales compuestos se encuentran en su módulo de elasticidad por unidad de peso (Módulo específico) y la resistencia de unidad de peso (Resistencia específica). Un mayor módulo específico y de resistencia específica de los materiales compuestos significa que puede reducirse el peso de los componentes, este es un factor de gran importancia en las piezas móviles, especialmente en todas las formas de transporte donde las reducciones de peso dan como resultado mayor rendimiento y ahorro de energía [24]. Entre las ventajas y desventajas más importantes se pueden destacar [26,27].

#### Ventajas:

- Resistencia mecánica
- Rigidez (su límite elástico corresponde con el de rotura)
- Resistencia al desgaste
- Resistencia a la corrosión.

- Propiedades térmicas: es posible diseñar compuestos con nulo o bajo coeficiente de conductividad térmica en el caso que se requiera.
- Fatiga: es posible diseñar compuestos donde la fatiga sea despreciable de acuerdo con la aplicación que se desee trabajar.
- Propiedades eléctricas: pueden obtenerse compuestos con altas o bajas características eléctricas. Los plásticos reforzados con vidrios son excelentes aisladores.

**Desventajas:**

- Pérdida de ductilidad.
- Complejidad en su confección.

**2.1.2.- Clasificación de los Materiales Compuestos**

La clasificación de los materiales compuestos es compleja. Una primera clasificación los divide en: materiales compuestos naturales (madera, hueso, bambú), materiales microcompuestos (aleaciones, termoplásticos endurecidos, plásticos reforzados), y macrocompuestos (acero galvanizado, vigas de hormigón armado) [28]. Otra clasificación se hace respecto a la naturaleza de la matriz y del refuerzo, para la cual se tiene: naturaleza polimérica, metálica o cerámica. Por último, también se clasifican en función de la distribución de los diferentes tipos de compuestos, tanto de factores dimensionales como morfológicos de los refuerzos [29].

Normalmente los compuestos se clasifican en tres categorías de acuerdo a sus formas: materiales particulados (formados o reforzados por agregados de partículas), fibras (materiales reforzados por fibras) y materiales estructurales (laminares) como se muestra en la Figura 2.

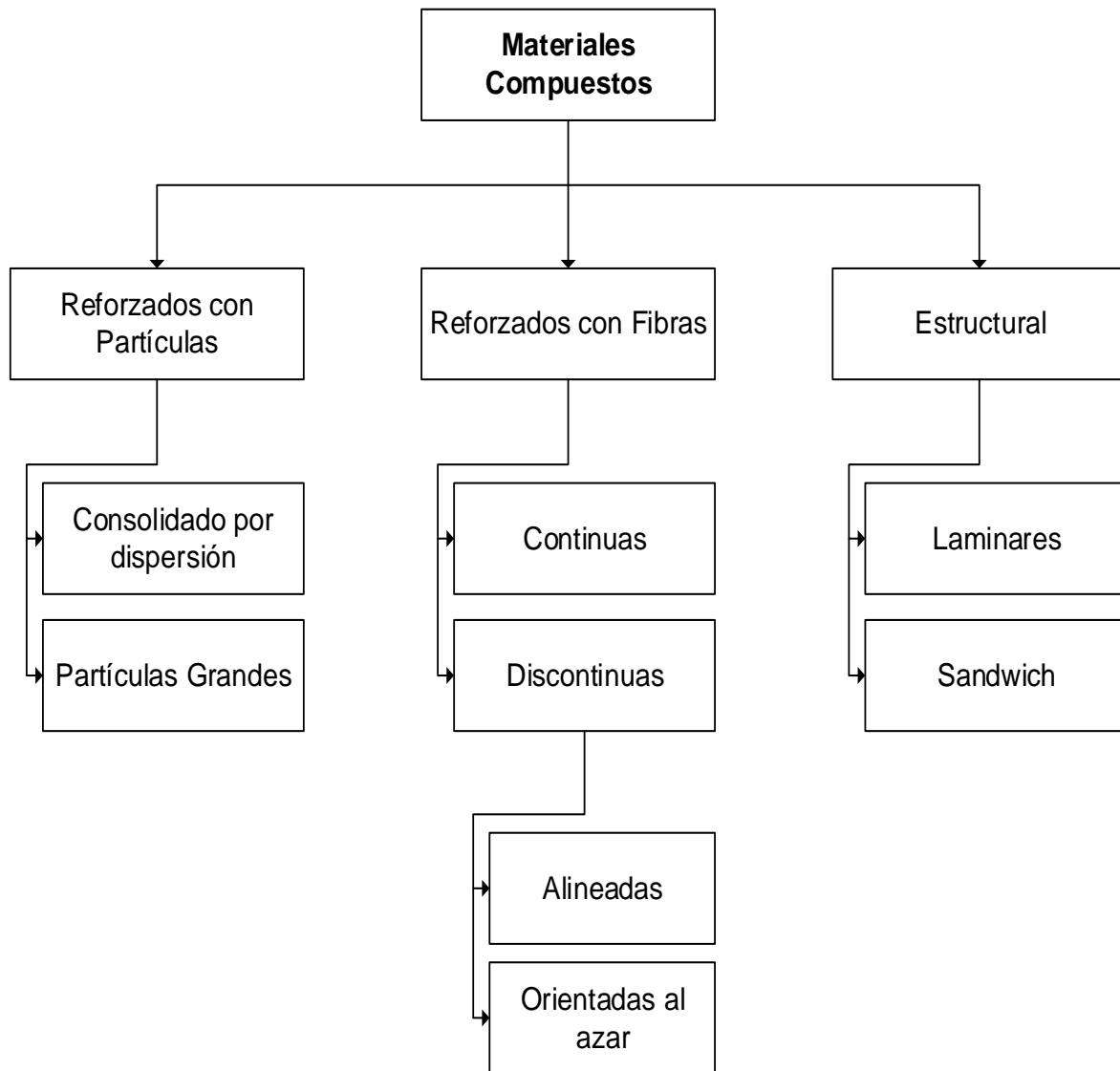


Figura 2. Clasificación de los Materiales Compuestos.

### 2.1.3.- Materiales Reforzados por Partículas

Los materiales reforzados con partículas a su vez se dividen en reforzados con partículas y consolidados por dispersión. El término “grande” se utiliza para indicar

que las interacciones matriz-partícula no se pueden describir a nivel atómico o molecular [30].

La adición de partículas de mayor o menor tamaño en una determinada matriz es utilizada para obtener materiales más resistentes. Este tipo de materiales son reforzados habitualmente por partículas más duras y resistentes a la de la matriz que se va reforzar, las partículas restringen los movimientos de la matriz que las rodea y soportan una parte importante de las fuerzas que se ejercen sobre ella, el reforzamiento es más efectivo mientras más pequeñas sean las partículas y mejor estén distribuidas en la matriz.

Las partículas de los materiales compuestos consolidados por dispersión normalmente son mucho más pequeñas: los diámetros tienen de 10 a 100 nm. Las interacciones matriz-partícula que conducen a la consolidación ocurren a nivel atómico o molecular. Mientras la matriz soporta la mayor parte de la carga aplicada, las pequeñas partículas dispersas dificultan o impiden el desplazamiento de dislocaciones. De este modo se restringe la deformación plástica de tal manera que aumenta el límite elástico, la resistencia a la tracción y la dureza [30].

#### **2.1.4.- Materiales Reforzados por Fibras**

El refuerzo es una fibra, es decir, un material con una relación longitud-diámetro muy alta. Las fibras pueden ser continuas o discontinuas y estas últimas pueden ser aleatorias o unidireccionales.

En su mayoría se diseñan materiales compuestos reforzados con fibras con el fin de conseguir gran resistencia y rigidez a baja densidad. Estas características se expresan mediante los indicadores de resistencia específica y módulo específico, que corresponden, respectivamente, a las relaciones entre la resistencia a la tracción, el peso específico y el módulo de elasticidad [31].

Los compuestos reforzados con fibras consisten de dos fases: la fibra y la matriz. La función de la fibra es soportar cargas relevantes de tracción en la dirección longitudinal, la matriz rodea las fibras, las orienta para optimizar su desempeño colectivo, protege los ataques ambientales y les trasfiere la carga [32].

### **2.1.5.- Materiales Compuestos Estructurales**

Un material compuesto estructural está formado tanto por materiales compuestos como por materiales homogéneos y sus propiedades no sólo dependen de los materiales constituyentes sino de la geometría del diseño de los elementos estructurales. Los compuestos laminares, los cuales poseen una dirección preferente con elevada resistencia, y los paneles sándwich, que poseen caras externas fuertes separadas por una capa de material menos denso, o núcleo, son dos de los compuestos estructurales más comunes [24].

### **2.2.- Alúmina**

La alúmina es un compuesto químico formado por oxígeno y aluminio cuya fórmula molecular es  $Al_2O_3$  con una estructura romboédrica. Los cristales de óxido de aluminio son normalmente hexagonales y de tamaño diminuto como se muestra en la Figura 3 [33].

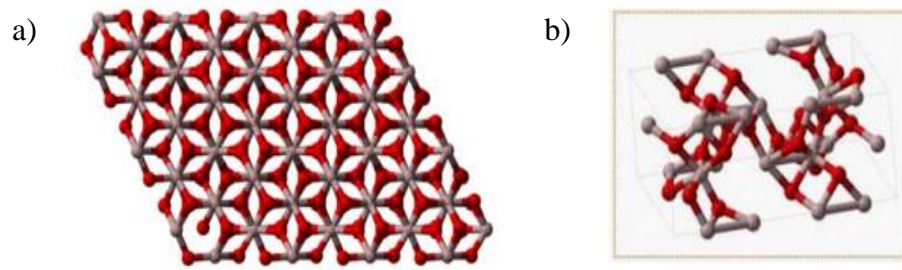


Figura 3. a) Estructura cristalina de la alúmina; b) Celda unitaria de la alúmina.

Es una cerámica conocida por su excelente biocompatibilidad, ya que posee grandes propiedades como lo es su alta dureza, punto de fusión elevado, alta resistencia mecánica entre otras y por ello es ampliamente empleada en aplicaciones biomédicas destacándose su uso en implantes dentales, prótesis de huesos, etc. [34]. Estas propiedades son mostradas en la Tabla 1.

Tabla 1. Principales propiedades de la alúmina.

<b>Propiedad</b>	<b>Valor</b>
<b>Color</b>	Blanco
<b>Densidad (gr/cm<sup>3</sup>)</b>	3.987
<b>Punto de Fusión (°C)</b>	2100
<b>Dureza Vickers</b>	15-20
<b>Módulo de Young (GPa)</b>	300-400
<b>Resistencia a la Compresión (MPa)</b>	2200-2600
<b>Resistencia a la Tracción (MPa)</b>	260-300

### 2.2.1.- Aplicaciones

Son muchas las aplicaciones en las que se puede emplear la Alúmina. Tiene aplicaciones industriales como absorbentes, catalizadores o soportes de

catalizadores, recubrimientos y abrasivos suaves, debido al tamaño de partícula fina, a su elevada área superficial y a la actividad catalítica de su superficie [33].

La Alúmina es un prototipo de cerámica conocida como biocompatible y por ello es ampliamente empleada en aplicaciones biomédicas, destacándose su uso en implantes (cerámica dental, implantes de huesos, etc.,) [36]. En los últimos años la Alúmina está empezando a sustituir a distintos materiales metálicos como el titanio debido a que la interacción entre el titanio y el tejido óseo no es de tipo químico y ello puede generar un desligamiento del implante en un futuro [34].

También se ha utilizado en cirugía ortopédica durante alrededor de 20 años, debido a su excelente biocompatibilidad y formación de capas delgadas finas que permite la fijación de prótesis, además de su excepcional bajo coeficiente de fricción y resistencia al desgaste. En Europa y Estados Unidos se usa principalmente en prótesis de cadera, siendo las bolas o cabezas femorales y el componente acetabular de alúmina [37].

Además, la alúmina se utiliza por sus propias cualidades en aplicaciones donde se necesite emplear un aislante eléctrico, en condiciones de altas temperaturas, como en [35]:

- Aislante térmico y eléctrico para la parte superior de las cubas electrolíticas.
- Revestimiento de protección para evitar la oxidación de los ánodos de carbono.
- También es utilizada para el secado del aire comprimido ya que tiene la propiedad de absorber y de sorber el agua.
- En el área sanitaria de las prótesis dentales, se utiliza como base de la estructura de coronas y puentes proporcionando gran dureza y resistencia, con bajo peso y su color blanco.

- En molinos de bolas empleados para preparar esmaltes u otros materiales cerámicos como bolas de molienda.
- Como aislante eléctrico en las bujías de los vehículos de gasolina.
- Como abrasivo en muchos procesos industriales de acabado, pulido, mecanizado por ultrasonidos, etc.

### 2.3.- Plata

La plata es un metal blanco, brillante, suave y maleable con las más altas conductividades térmica y eléctrica conocidas. Desde el punto de vista químico es considerado como un metal noble, sin embargo, desde el punto de vista comercial es clasificado como un metal precioso. La plata pura es un metal moderadamente suave (2.5-3 en la escala de dureza de Mohs), de color blanco, un poco más duro que el oro. Cuando se pule adquiere un lustre brillante y refleja el 95% de la luz que incide sobre ella.

La plata es uno de los metales más conocidos ya que es muy dúctil y maleable, químicamente tiene el número atómico 47 y su símbolo es Ag. Las principales características con las que cuenta son la más alta conductividad térmica y eléctrica de todos los metales, dureza elevada al igual que su punto de fusión y ebullición, otras de sus características se muestran en la Tabla 2. Uno de sus usos es en la medicina, a pesar de que no se oxida con facilidad y no es tóxico, es usado externamente.

Tabla 2. Principales propiedades de la plata.

<b>Propiedad</b>	<b>Valor</b>
<b>Estado Ordinario</b>	Sólido
<b>Densidad (kg/m<sup>3</sup>)</b>	10490
<b>Punto de Fusión (°C)</b>	962
<b>Punto de Ebullición (°C)</b>	2162
<b>Conductividad Térmica (W/K-m)</b>	429
<b>Conductividad Eléctrica (S/m)</b>	63*10 <sup>6</sup>
<b>Masa Atómica</b>	107,8683

### 2.3.1.- Aplicaciones

La plata se ha empleado a lo largo de la historia en aplicaciones tan diversas como joyerías, utensilios, moneda, fotografía o explosivos. Además, también ha resultado un compuesto que muestra actividad desinfectante, por lo que ha sido posible su uso con fines higiénicos y médicos. La plata ha sido utilizada durante siglos como agente antimicrobiano, por ejemplo, en el caso de tratamientos de quemaduras y heridas crónicas. Ya en el año 1000 A.C la plata era usada para potabilizar el agua [55,56].

Estudios realizados recientemente han definido a la plata como “oligodinámica”, debido a su capacidad para producir un efecto bactericida a concentraciones muy bajas. Son ya conocidas las propiedades antibacterianas de la plata en bajas concentraciones frente a una amplia gama de patógenos, incluidas las cepas de bacterias comunes causantes de las infecciones asociadas a implantes, así como la no toxicidad del material en el caso de células de mamíferos [57,58].

## 2.4.- Nitrógeno

El nitrógeno es un elemento químico que en su forma natural es un gas incoloro, inodoro, insípido e inerte con número atómico 7 y su símbolo químico es N, las principales características se observan en la Tabla 3. El nitrógeno es usado como refrigerante y conservador de alimentos envasados, al igual que en la fabricación de acero inoxidable.

Tabla 3. Principales propiedades del nitrógeno.

<b>Propiedad</b>	<b>Valor</b>
<b>Aspecto</b>	Incoloro
<b>Densidad (kg/cm<sup>3</sup>)</b>	1.2506
<b>Punto de Fusión (°K)</b>	63.14
<b>Punto de Ebullición (°K)</b>	77.35
<b>Temperatura Crítica (°K)</b>	126.19
<b>Presión Crítica (MPa)</b>	3.39
<b>Masa Atómica (u)</b>	14.0067

## 2.5.- Aleado mecánico

La metalurgia de polvos es una técnica de conformado de materiales que se remonta a la antigüedad en la cual se utilizaba para recubrir algunas joyas con polvo de metales preciosos o para la fabricación de herramientas utilizando polvo de hierro que data del año 300 A.C [38].

La metalurgia de polvos es el estudio del tratamiento de polvos metálicos, incluyendo su fabricación, caracterización y conversión de dichos polvos metálicos en componentes útiles de ingeniería [38].

Es decir, la metalurgia de polvos es el arte y ciencia de producir polvo metálico y de utilizarlo para la producción de materiales macizos y formar objetos [38].

Las ventajas para la producción de PM son piezas de alta pureza, con una porosidad controlada, no hay pérdida de material, las piezas pueden tener un tratamiento térmico adicional en el que se incrementa las propiedades mecánicas y físicas, además de hacer aleaciones con rangos amplios. Podemos destacar su uso en biomateriales en el caso de prótesis dentales, súper aleaciones de base de níquel, compositos, etc. [39].

Los materiales tipo cermet se suelen fabricar por metalurgia de polvos, la cual consiste en una técnica de conformado de materiales que se basa en la producción de componentes metálicos, cerámicos o compuestos a partir de polvos y a través de un proceso denominado sinterización [40].

Las fases que componen el aleado mecánico son las siguientes:

- Mezcla-Molienda
- Compactación
- Sinterización

### **2.5.1.- Mezcla-Molienda**

La molienda es el método en el que se obtiene la homogenización de la mezcla de los polvos con la mínima oxidación posible, la disminución del tamaño de partícula, cambios en la forma de la partícula, aglomeración de partículas, la mezcla o unión de dos o más materiales, entre otros. La diversidad de tamaño, forma y morfología superficial de los polvos depende de las condiciones del proceso [23].

La molienda se caracteriza por ser un proceso continuo de fractura y soldado en frío de las partículas en polvo atrapadas en las colisiones. La extensión de estos micro procesos individuales (fractura y soldado) que determinan el avance de las transformaciones depende asimismo de las propiedades mecánicas de los reactivos, por lo que se deben tener también en cuenta a la hora de racionalizar estos procesos. De esta forma, el tratamiento mecánico puede clasificarse en función de la naturaleza de los materiales en sistemas dúctil/dúctil, dúctil/frágil y frágil/frágil [41].

Las principales variables que existen durante el proceso de molienda son las siguientes:

- Tiempo de molienda
- Velocidad de molienda
- La mezcla de material
- Tamaño de bolas de molienda
- Tipos de molinos

Existe una gran variedad de equipos para realizar molienda entre los cuáles se encuentran los molinos de bolas rotatorios, este tipo de molinos es uno de los más utilizados e importantes debido a que el movimiento relativo de las bolas actúa directamente sobre las partículas provocando esfuerzos de impacto como es observado en la Figura 4. El desgaste, esfuerzo de corte y la compresión afectan el tamaño y forma de las mismas, es por esto que se le considera como uno de los más efectivos en la reducción de tamaño de partículas en polvos [42].

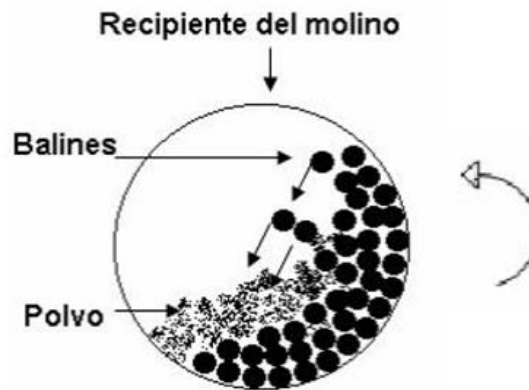


Figura 4. Representación esquemática de la fuerza de impacto en un molino de bolas.

#### 2.5.1.1.- Velocidad de Molienda

La velocidad de molienda junto con el tiempo son los parámetros más importantes a tener en cuenta puesto que son los que influyen en mayor medida en las propiedades del material. La velocidad de molienda se refiere a velocidad de rotación del molino, esta velocidad afecta directa o indirectamente a varios factores durante la molienda, como puede ser el afinamiento de partículas, la dispersión de las mismas, el incremento de la contaminación dentro de la vasija, el incremento de temperatura o el desgaste de la vasija de molienda [59].

#### 2.5.1.2.-Tiempo de molienda.

El tiempo de molienda debe de ser el suficiente para lograr un equilibrio entre la fractura y soldadura de las partículas, evitado en la medida de lo posible, tiempos largos de molienda que conllevan una mayor contaminación del polvo, al igual que si aumentamos la velocidad de rotación se aumenta la velocidad de las bolas, pero existe un valor límite, ya que, si se supera esta velocidad límite, las bolas permanecerían inmóviles en las paredes del contenedor [60, 50].

### **2.5.2.-Compactación**

El proceso de compactación para la formación de piezas consiste básicamente en la aplicación de presión sobre una masa de un material en polvo. La compactación se realiza mediante prensas verticales mecánicas, hidráulicas o mixtas [43]. Puede ser usada para controlar selectivamente el grado de porosidad y por lo tanto es muy eficaz para alcanzar propiedades específicas de ingeniería [44].

Los parámetros que determinan la compactación son:

- Composición química de los polvos
- Forma, tamaño y superficie específica de la partícula
- Flujo y la densidad aparente
- Densidad en verde

Existen diferentes tipos de compactación entre los que se encuentran son los siguientes: compactación por presión isostática y prensado uniaxial.

La compactación y los procesos de deformación en caliente implican la aplicación simultánea de presión y temperatura al polvo, el cual puede estar en un contenedor cerrado o en una matriz. La ventaja de estos procesos es que permiten alcanzar valores de densidad mayores respecto a los obtenibles mediante pulvimetalurgia convencional llegando incluso a obtener piezas completamente densas. Cabe recordar que, en general, a una mayor densidad corresponden mejores propiedades.

#### **2.5.2.1.- Compactación uniaxial en frío**

La etapa del conformado en frío también se conoce como compactación en frío o prensado en frío, la cual se puede realizar mediante prensas verticales mecánicas, hidráulicas o mixtas, y consiste básicamente en la aplicación de presión sobre una

masa de material en polvo, que se encuentra dentro de una matriz, que es el negativo de la pieza que se desea construir [45].

Uno de los principales métodos en el que se puede realizar la compactación en frío es el prensado uniaxial de simple efecto mostrado en la Figura 5, el cuál comprende tres fases: llenado del molde, compresión y expulsión del compacto. El llenado del molde se puede determinar mediante volumen o peso, posteriormente con ayuda de la prensa, los punzones de la matriz ejercen presión sobre el material para compactar la pieza y así producir una deformación permanente del polvo convirtiéndolo en una pieza como un todo, por lo que la distribución de la densidad de la pieza obtenida no es perfectamente homogénea. Al retirar la presión de compactación aplicada al material, con el punzón superior se realiza la expulsión de la pieza aplicando una fuerza externa [43].

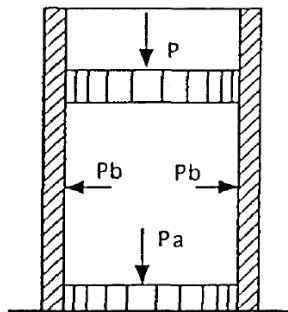


Figura 5. Compactación uniaxial de simple efecto.

### 2.5.2.2.- Compactación uniaxial en caliente

La forma más simple de prensado en caliente implica verter el polvo con la composición deseada en un molde, generalmente de grafito, que suele ser recubierto de un folio de material de baja reactividad con el fin de limitar la reacción entre el molde y el polvo. Además, se emplean sprays de materiales cerámicos de alta temperatura, como el nitruro de boro (BN) o la zirconia ( $ZrO_2$ ),

para reducir los fenómenos de reacción y para favorecer la separación y la extracción de las piezas finales [62, 63].

La atmósfera más comúnmente usada durante el proceso de prensado en caliente es gas inerte, como argón o nitrógeno, o vacío. La utilización de moldes y elementos de calentamiento de grafito genera una atmósfera rica en carbono en el interior de la cámara de compactación, que puede dificultar la compactación de polvos que tengan una fuerte tendencia a reaccionar con el carbono. Aunque el prensado en caliente se aplica mayoritariamente a polvos elementales o mezclas de polvos, en las aplicaciones más avanzadas esta técnica puede ser empleada para la fabricación de materiales compuestos [61].

#### **2.5.2.3.- Compactación isostática en frío**

En el caso de la compactación isostática se utiliza un líquido o un gas para transmitir la presión en lugar de la matriz y el punzón convencionales. La masa de polvo, rodeada por una membrana flexible o funda hermética, es colocada dentro de una cámara de presión, donde es sometida a presión por todas las direcciones. Se consiguen distribuciones de presiones uniformes y es posible compactar formas que no podrían ser compactadas por prensado uniaxial. Como inconvenientes, se trata de una técnica bastante complicada y de coste económico elevado. Además, el control dimensional es menor que en el caso de compactación uniaxial.

Al igual que en compactación uniaxial, existe compactación isostática en frío (CIP) y compactación isostática en caliente (HIP). Para el caso de la compactación isostática en frío el polvo se rodea de una funda de caucho o molde elastomérico. Normalmente se alcanzan mayores densidades en la superficie externa del compacto.

#### **2.5.2.4.- Compactación isostática en caliente**

La compactación isostática en caliente puede ser utilizada tanto para compactar polvo como para cerrar la porosidad residual de muestras previamente compactadas y sinterizadas. La compactación en caliente a partir de polvo se aplica para consolidar materiales de altas prestaciones, como los empleados en el sector aeronáutico (superaleaciones de níquel, titanio y aluminio), materiales compuestos o aceros rápidos. Las propiedades de los polvos que afectan a las propiedades finales incluyen la morfología, el tamaño de partícula y su distribución, la composición y el nivel de contaminantes. En el caso de piezas previamente sinterizadas existen dos posibilidades: una comporta la encapsulación de la muestra en un molde antes de someterla al procesado y la otra no precisa esta etapa previa.

El proceso se realiza en medio gaseoso inerte y se utilizan materiales que puedan deformarse a elevadas temperaturas para envolver el polvo. La compactación y sinterización se producen de manera simultánea y es posible alcanzar densidad total en muchos materiales por lo que presentan propiedades mecánicas equivalentes a los obtenidos por forja o incluso superiores [64].

#### **2.5.3.- Sinterización**

La sinterización es un proceso de consolidación que parte de un material en polvo o compacto en verde, cuando se calientan a una determinada temperatura. Se puede definir como un tratamiento térmico a temperaturas por debajo de la fusión del material (cuando se trata de un polvo elemental) o del componente mayoritario (cuando se trata de un material compuesto).

En este proceso el compacto adquiere resistencia y fuerza definitiva, esto depende de la difusión de átomos entre las partículas que integran el polvo inicial. La unión entre partículas ocurre a temperaturas inferiores a las de fusión del material, pero

la temperatura ha de ser lo suficientemente elevada para estimular los mecanismos de transporte de materia que conllevan a la densificación requerida y para permitir una velocidad de difusión mínima de átomos entre partículas [46]. Con esto se logra la difusión atómica del material y la unión entre los diferentes polvos, lograda durante el proceso de compactación, y se fortalecen los enlaces para formar una pieza uniforme con propiedades especiales [47].

En la Figura 6 se representa esquemáticamente que, durante el sinterizado, los poros inicialmente presentes pueden cambiar de forma, formando canales o esferas aisladas. En general tanto el tamaño como la forma de los poros presentan variación durante el tratamiento térmico, tornándose esféricos y de menor tamaño, al avanzar dicho proceso la unión entre partículas produce cambios significativos en la porosidad del material (eliminando los huecos) y en sus propiedades como pueden ser la resistencia, ductilidad, conductividad [38].

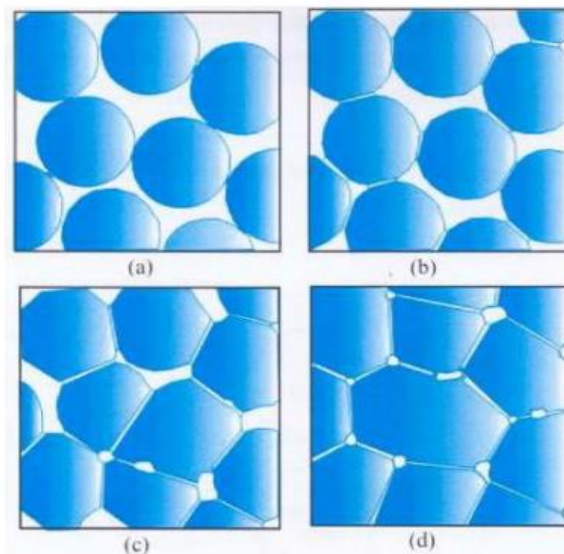


Figura 6. Evolución del grado de interconexión entre partículas y de la porosidad según la etapa de sinterizado.

La sinterización a su vez se puede dividir en tres etapas, según su tiempo y temperatura, aunque la frontera entre unas y otras no está claramente definida, ya

que todos los procesos ocurren en paralelo, pero en distinta proporción según las zonas debido a la heterogeneidad de propiedades del material [48].

- Formación y Crecimiento de cuellos
- Densificación
- Coalescencia

El proceso de sinterizado empieza con el enlace entre las partículas conforme el material se calienta por efecto del fenómeno de difusión. El enlace incluye la difusión de átomos donde hay contacto íntimo entre partículas adyacentes que dan lugar al desarrollo de fronteras de grano. Esta etapa origina un incremento en resistencia y dureza relativamente grande, aún después de breves exposiciones a elevadas temperaturas. Durante la siguiente etapa, las áreas de enlace recientemente formadas, llamadas cuellos, crecen en tamaño, seguidas por un redondeamiento de los poros. La última etapa es el encogimiento y la eventual eliminación del poro. Esta etapa rara vez se completa, ya que las temperaturas y los tiempos necesarios no son demasiado prácticos [49].

La unión entre partículas produce cambios significativos con el propósito de aumentar su resistencia. Durante la sinterización ocurre por tres etapas principales: reordenamiento, solución-reprecipitación y engrosamiento microestructural en la Figura 7 se muestra las etapas de sinterización.

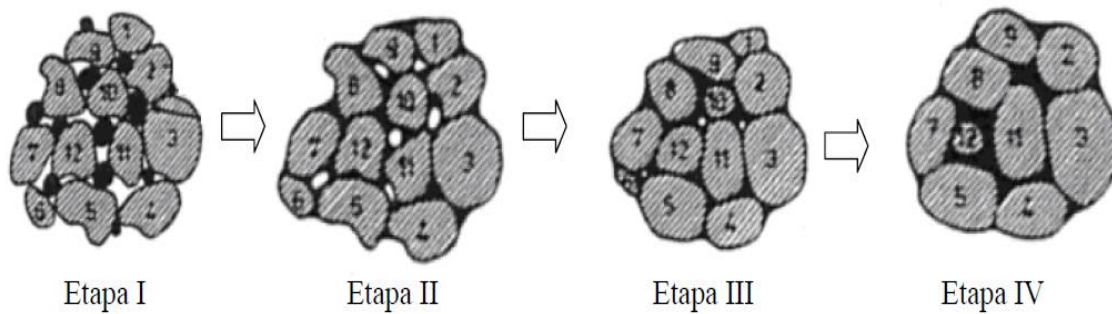


Figura 7. Etapas durante la sinterización.

A grandes rasgos la sinterización; es un tratamiento, en la cual los polvos de metal compactados o compuestos porosos, son transformados en un sólido uniforme mediante la combinación de presión y temperaturas por debajo de la temperatura de fusión del constituyente principal en donde con la unión de partículas se disminuye la porosidad y se contrae el material, en donde se toman en cuenta los parámetros de velocidad de calentamiento, temperatura, tiempo y atmosfera de sinterización [50].

**Velocidad de calentamiento:** Su influencia depende del material a sinterizar. En ciertos materiales un rápido calentamiento mantiene las tensiones inducidas durante la compactación y reduce el crecimiento de grano, activando la sinterización. Sin embargo, en otros materiales una excesiva velocidad de calentamiento puede producir hinchamiento, por lo que debe ser baja.

**Temperatura de sinterización:** La temperatura es la variable más importante del proceso de sinterización, pues dota a los átomos de la energía necesaria para que se produzca el transporte de masa. Altas temperaturas aceleran la sinterización aumentando la difusión atómica, lo cual permite reducir el tiempo del proceso y posibilita nuevas reacciones entre los aleantes. Sin embargo, un calentamiento excesivo produce un aumento del tamaño de grano y engrosamiento de los poros,

con lo que se empeoran las propiedades mecánicas del material. Es por esto por lo que es necesario llevar un control del tiempo y de la composición del material al trabajar a altas temperaturas [64].

**Tiempo de sinterización:** Esta variable está relacionada con la temperatura, pues en general el tiempo necesario para que se produzca la sinterización disminuye al aumentar la temperatura. La propiedad del material más afectada por el tiempo es la ductilidad. Mientras que propiedades como la resistencia o la dureza no experimentan grandes cambios tras elevados tiempos de sinterización, la ductilidad sigue creciendo. Esto es debido a que los poros continúan redondeándose, disminuyéndose así el efecto de las fisuras.

**Atmósfera de sinterización:** La atmósfera del horno de sinterización también juega un papel determinante sobre la microestructura final del compacto y, por tanto, en sus propiedades mecánicas. Usualmente la sinterización se realiza bajo una atmósfera reductora compuesta de una mezcla de gases o incluso en vacío a fin de evitar la oxidación, y por consiguiente un deterioro de las propiedades mecánicas. La atmósfera debe controlar las reacciones químicas entre el compacto y el ambiente que pueden interferir en el proceso de sinterización. Las principales funciones de la atmósfera de sinterización son [50]:

- Eliminación completa del lubricante
- Prevención frente a oxidación de las piezas
- Reducción de las capas de óxido en la superficie y dentro de las partículas de polvo.

### **2.5.3.1.- Ventajas y Desventajas**

El proceso se realiza en hornos a altas temperaturas, en los cuales se cargan las piezas en verde. Siendo las principales ventajas para decantarse por este método las siguientes [50].

- Pureza de los materiales de partida.
- Piezas con porosidad uniforme y controlada.
- Alto control en la composición del material.
- Productos de piezas próximas a su forma final.
- Posibilidad de fabricar piezas en prácticamente cualquier material, incluyendo combinaciones de materiales diferentes y materiales cerámicos.

Ahora bien, esta técnica no puede estar exenta de limitaciones como son las siguientes [50].

- Alto coste del material en polvo.
- Limitaciones de diseño.
- Limitaciones de tamaño de las piezas.

### **2.5.3.2.- Sinterización en fase líquida**

La sinterización puede ocurrir tanto en presencia como en ausencia de una fase líquida. La sinterización en presencia de fase líquida, las composiciones y temperaturas de calentamiento son elegidas de tal forma que se origine un líquido durante el proceso [52].

La sinterización en presencia de fase líquida es particularmente efectiva para cerámicas tales como el Cermet y el Metal Duro, las cuales poseen un alto grado de enlace covalente y, por tanto, resulta complicado densificarlas por sinterización

en estado sólido. El proceso también es importante cuando el uso de la sinterización en estado sólido es demasiado caro o se requieren altas temperaturas de fabricación [53].

Muchos de los materiales cerámicos son procesados por sinterización en fase líquida, incluyendo porcelana, aislantes y refractarios; ya que coexiste una partícula sólida a la temperatura del sinterizado, incrementando el grado de enlaces entre partículas durante la sinterización y acompañada de cambios en la estructura de los poros y características del compacto.

La principal ventaja de la sinterización en fase líquida es un sinterizado más rápido. La fase líquida proviene de una difusión atómica más rápida que la presente en la sinterización en estado sólido. El propósito de la sinterización en presencia de fase líquida es [54]:

- Aumentar la velocidad de densificación.
- Acelerar el crecimiento de grano.
- Producir propiedades específicas de los límites de grano.

Hay tres requisitos generales para la sinterización en presencia de fase líquida [54]:

- Debe de estar presente una fase líquida a la temperatura de sinterización.
- La fase líquida debe mojar adecuadamente al sólido, es decir el ángulo de contacto ha de ser pequeño.
- La solubilidad del sólido en la fase líquida debe ser apreciable.

En ausencia de una fase líquida, el proceso es conocido como sinterización en estado sólido, y consiste en la unión y densificación de las partículas cuando se le aplica un tratamiento térmico a una temperatura inferior a su punto de fusión. La

fuerza motriz para la sinterización en estado sólido es la reducción de la energía total del sistema. Pueden darse dos posibles caminos por los que un conjunto de partículas puede disminuir su energía, por un lado, se encuentra la densificación seguida de crecimiento de grano Figura (8a) y por otro lado está el aumento del tamaño de grano, donde los granos crecen a expensas de los más pequeños Figura (8b) [52].

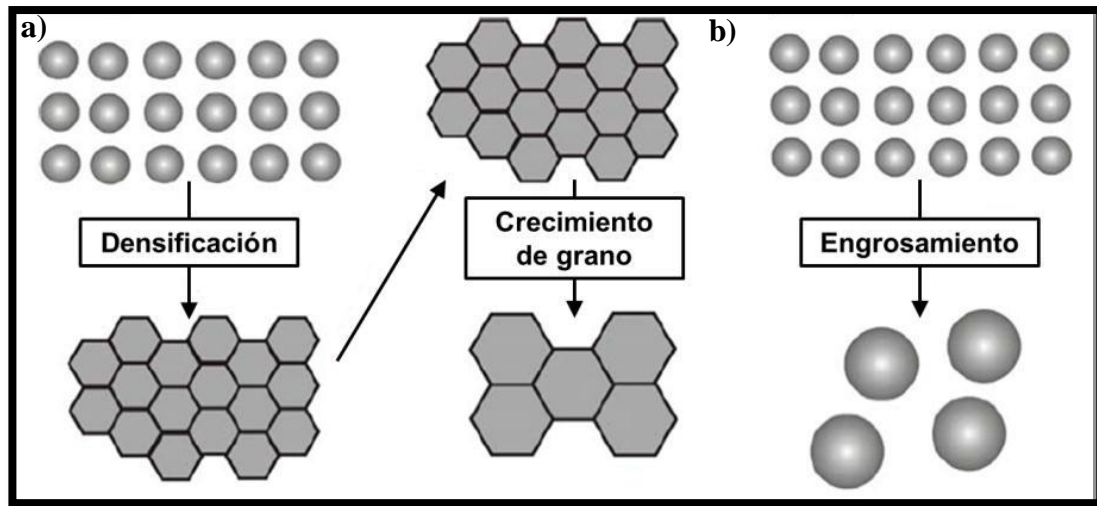


Figura 8. a) Densificación seguida de crecimiento de grano; b) Aumento del tamaño de grano.

## CAPÍTULO 3.- DESARROLLO EXPERIMENTAL

En este punto se describirán detalladamente los procedimientos y técnicas seguidas en este trabajo para lograr el objetivo principal de la investigación y analizar la influencia que tienen los diferentes porcentajes de plata (Ag) en la matriz cerámica de Alúmina ( $Al_2O_3$ ).

Se expondrán las principales características de los materiales utilizados, así como la metodología experimental seguida. Los equipos utilizados para la caracterización de las muestras a estudiar mediante el aleado mecánico son de alta tecnología.

### 3.1.- Metodología

Este trabajo de investigación tiene como fin la mejora de las propiedades mecánicas de los nuevos materiales fabricados a partir de cerámicos y metales, teniendo como base Alúmina ( $Al_2O_3$ ) comercial reasol con una pureza del 99.9 % con la incorporación de Plata (Ag) comercial en granalla al 99.9 % de pureza en la base cerámica. La metodología propuesta para la fabricación de los composites cermets se muestra en la Figura 9, la cual consta de dos fases:

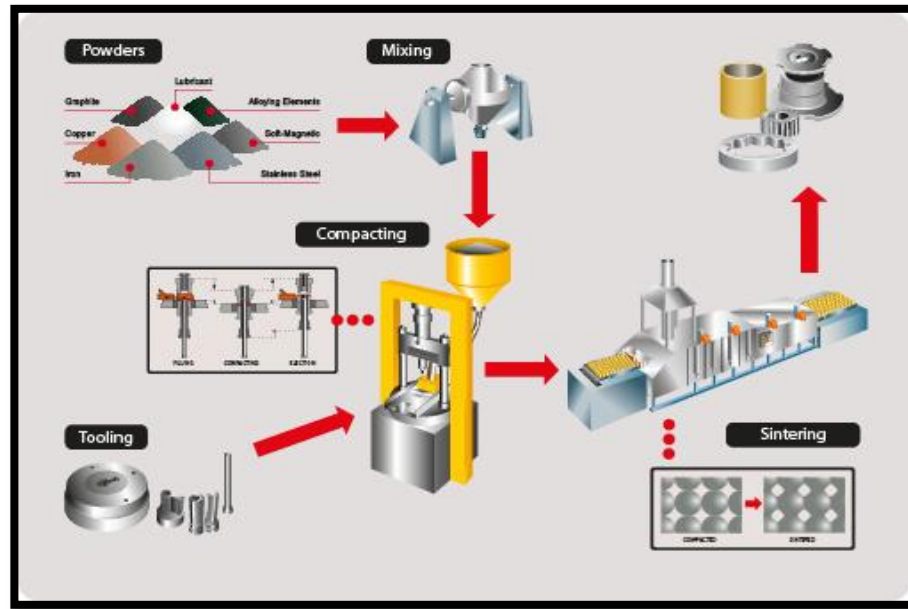


Figura 9. Diagrama del proceso de metalurgia de polvos.

### 3.1.1.- Fase 1. Manufactura del compuesto cermets

Consiste en la síntesis del compuesto cerámico-metal, a partir de la composición química propuesta de los composites cermets considerando el sistema  $\text{Al}_2\text{O}_3/ 10\%$  Ag y  $\text{Al}_2\text{O}_3/ 5\%$  Ag en peso. Se fabricaron 3 muestras para cada temperatura de sinterización propuesta en total 24 composites.

#### 3.1.1.1.- Mezcla-Molienda

La mezcla y molienda del polvo cerámico y el metálico se hizo durante 2 horas a 200 rpm en un molino de giro planetario de la marca Fritsch Pulverisette 6 que se muestra en la Figura 10.



Figura 10. Molino de giro planetario Fritsch Pulverisette 6.

Para este proceso se utilizó un tazón de acero inoxidable con medios de molienda de zirconia de 10 mm de diámetro Figura 11, en una relación en peso de 20:1, es decir por cada gramo de material se agregan 20 gr de medios de molienda. Durante la molienda se obtiene la homogeneización de la mezcla, así como la disminución de partícula.



Figura 11. Tazón de acero inoxidable y Medios de molienda de zirconia.

### 3.1.1.2.- Compactación

Los polvos resultantes de la mezcla-molienda se sometieron a un prensado uniaxial en frío con 3 gr de polvo para la obtención de muestras cilíndricas de un diámetro de 16 mm y un espesor de 5 mm a una presión de 200 MPa durante aproximadamente 60 segundos. Esto se llevó a cabo con la ayuda de una prensa hidráulica de la marca FIICS (Figura 12a) con una carga máxima de tres toneladas y un dado de acero inoxidable, como se aprecia en la Figura 12b.

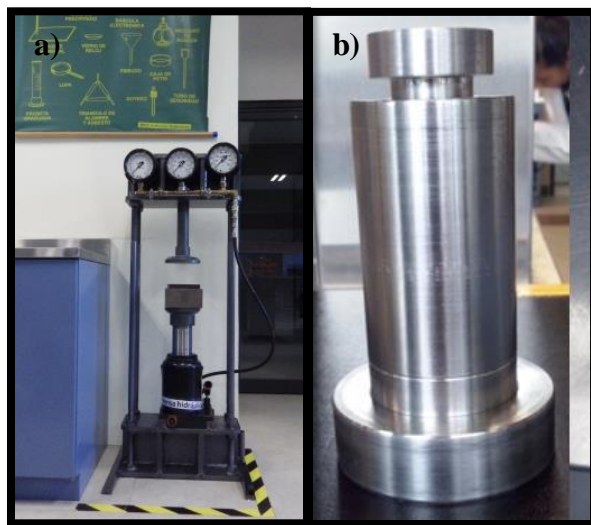


Figura 12. a) Prensa hidráulica FIICS; b) Dado de acero inoxidable

Los compactos cilíndricos obtenidos se le tomaron las medidas de dimensiones volumétricas y peso, con la ayuda de equipos de medición como la báscula analítica de precisión 0.001 gr de la marca OHAUS modelo Explorer Pro y un calibrador digital de la marca MOORE & Wright mostrados en la Figura 13.



Figura 13. a) Bascula analítica OHAUS Explorer pro; b) Calibrador digital de la marca MOORE & Wright.

Para la obtención de la densidad volumétrica de los compactos en verde primero se utilizaron las ecuaciones 1 y 2 para calcular el área y el volumen de los mismos, después se calculó el peso y por último la densidad la cual se determinó con ayuda de la ecuación 3.

$$A = \frac{\pi d^2}{4} \quad (1)$$

Dónde:

A= Es el área a calcular en  $\text{cm}^2$

d= Es el diámetro de la muestra

$$V = (A)(h) \quad (2)$$

Dónde:

V= Es el volumen a calcular

A= Es el Área calculada

h= Es la altura del material

$$\rho = \frac{m}{V} \quad (3)$$

Dónde:

$\rho$  = Densidad

m= Masa

v= Volumen

### 3.1.1.3.- Sinterización

La sinterización de las muestras cilíndricas obtenidas se llevó acabo en un horno de alta temperatura de la marca Naberthem con una capacidad de (25-1800°C) de temperatura de trabajo, cuenta con un controlador de temperatura para efectos cíclicos y está equipado con un aditamento para controlar la atmosfera Figura 14, teniendo una velocidad de calentamiento de 25 °C/min a una temperatura de sinterización de 1500°C y 1600 °C expuestos a un tiempo de 1 y 2 horas, en una atmósfera controlada con gas nitrógeno para evitar que el metal del sistema cerámico-metal se oxide.



Figura 14. Horno de la marca Naberthem con capacidad de calentamiento de 25-1800°C

El ciclo propuesto del tratamiento térmico para la consolidación de los compactos se muestra en la Figura 15, la cual nos muestra que el ciclo inicia a temperatura ambiente y que se incrementa durante 15 min hasta alcanzar la temperatura de 400°C donde se mantiene por 20 min, al término de esta etapa se vuelve a incrementar la temperatura durante 15 min hasta llegar a los 800°C donde se mantiene 20 min, y así sucesivamente hasta llegar a las temperaturas propuestas donde se mantiene durante 1 y 2 horas respectivamente. Posteriormente el enfriamiento se realizó dentro del horno para evitar fallas mecánicas en el material.

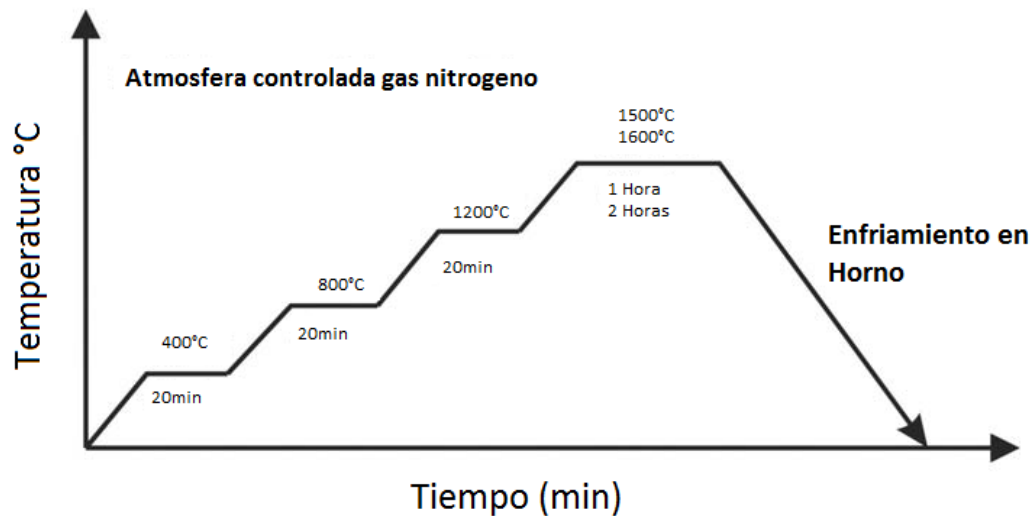


Figura 15. Ciclo de Calentamiento.

### 3.1.2.- Fase 2.- Determinación de la densidad, dureza y caracterización Microestructural por MO y MEB.

Se describirá la metodología para la determinación de las propiedades físicas y mecánicas, con el objetivo de identificar las distintas fases, morfología y características de los materiales fabricados a los diferentes porcentajes de plata y temperatura de sinterización.

#### 3.1.2.1.- Densidad y porosidad aparente

A partir del principio de Arquímedes se calcula el peso en seco ( $W_s$ ), peso suspendido ( $W_{sus}$ ) y peso saturado ( $W_{sat}$ ), donde  $W_s$  se determina mediante la balanza analítica descrita anteriormente, después de haber calentado la muestra por 30 minutos a una temperatura de 100°C, esto con la finalidad de eliminar toda la humedad que puedan tener los materiales y así obtener datos más confiables. Después se mide  $w_{sus}$  con la muestra suspendida en agua como se muestra en la

figura 2 y por último se determina  $w_{sat}$  después de haber estado sumergida en agua por 4 minutos como se muestra en la Figura 16.

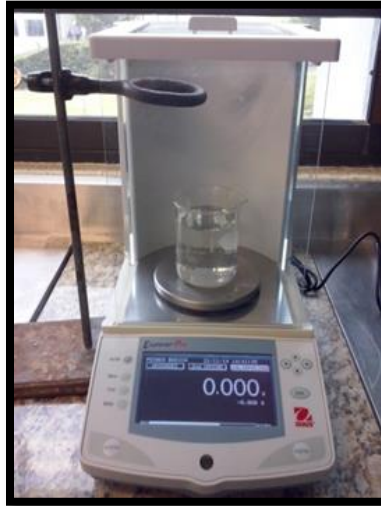


Figura 16. Cálculo del peso en seco, suspendido y saturado.

La densidad y porosidad de las muestras sinterizadas se obtuvo con ayuda de las ecuaciones 4 y 5 respectivamente:

$$\rho = \frac{w_s * \rho_{H_2O}}{w_{sat} - w_{sus}} \quad (4)$$

$$\rho = \frac{w_{sat} - w_{seco}}{w_{sat} - w_{sus}} * 100\% \quad (5)$$

Dónde:

$\rho_{H_2O}$	Densidad del agua $g/cm^3$
$W_s$	Masa de la muestra en seco en g
$W_{sus}$	Masa de la muestra suspendida en agua en g
$W_{sat}$	Masa de la muestra saturada en g

### 3.1.2.2.- Caracterización Microestructural

La principal función de este análisis es el observar las fases que se obtuvieron durante la etapa de síntesis del material, gracias a la influencia que tiene el material de refuerzo sobre la matriz cerámica, en este tipo de caracterización se emplearon técnicas de pulido para el estudio de la microestructura mediante Microscopía Óptica y Electrónica de Barrido.

Los cerments fabricados se han preparado siguiendo los pasos básicos de la metalografía convencional. En este punto se utilizó una pulidora de la marca Le Cube a  $\varnothing$  200 mm y de 250 mm, con una velocidad de rotación y giro variable de 150 y 300 rpm como se muestra en la Figura 17.



Figura 17. Pulidora de la marca Le Cube.

#### a) Desbaste

En este proceso, el objetivo del desbaste de la superficie a estudiar es eliminar las imperfecciones o capas distorsionadas que se puedan encontrar y que impidan la visualización de la microestructura. El método más común utilizado es el colocar papel lija sobre un plato giratorio, sosteniendo la muestra manualmente generando presión sobre ella para obtener líneas en un mismo sentido bañando continuamente con agua el papel abrasivo para evitar calentamiento u oxidación del material, en la cual se ocupó papel lija con una granulometría de 600, 800, 1200, 2500 y 4000, ya que el desbaste se debe ir generando con una lija cada vez más fina con el fin de eliminar las líneas generadas por la lija anterior, esto lo obtenemos girando el material  $90^\circ$  cada vez que se cambia la lija. Este desbaste se da por terminado cuando se obtiene una superficie totalmente plana con rayas muy finas en un solo sentido.

#### b) Pulido

Tiene como objetivo la eliminación de las rayas finas obtenidas durante en el último paso del desbaste, obteniendo una superficie limpia de marcas generando un pulido espejo, esto se logró montando un paño húmedo sobre el disco giratorio de la pulidora descrita anteriormente, colocando manualmente la muestra en una

sola dirección y añadiendo cloruro de sodio para evitar defectos en la superficie de la muestra.

### 3.1.2.3.- Microscopia óptica y Electrónica de barrido

La realización del análisis por microscopia óptica (MO) tuvo lugar en un microscopio óptico metalográfico de la marca Olympus-GX51 el cual es observado en la Figura 18, este equipo nos permite observar las muestras a magnificaciones de 50X, 100X, 200X y 500X para poder evaluar las características microestructurales y la distribución de partículas de plata (Ag) en la matriz cerámica de Alúmina ( $Al_2O_3$ ) de los materiales fabricados, y así mismo observar la distribución de las fases obtenidas durante el proceso de síntesis del material.



Figura 18. Microscopio óptico metalográfico de la marca Olympus-GX51.

El MEB se realizó en el equipo JEOL-JSM 6400 que está equipado con un detector de energía dispersiva de rayos-X (EDX), el cual se ocupó para realizar un análisis puntual en diferentes zonas de los materiales manufacturados analizando la morfología, tamaño de partícula y verificar la composición química de las

especies existentes en los mismos, identificando si existe una posible contaminación del material durante el proceso.

#### 3.1.2.4.- Dureza Vickers

La medida de dureza se obtuvo en un microdurómetro semiautomático de la marca Emco-Test (Dura Scan 200) equipado con un indentador de punta diamante. Figura 19 la cual consiste en la resistencia que se opone a la penetración sobre la superficie de un material. En este ensayo se midió la dureza Vickers de los cermetes fabricados, el indentador origina una huella en forma piramidal en la cual se midieron las diagonales para poder realizar el cálculo de la dureza, dicha dureza fue determinada automáticamente por el equipo.



Figura 19. Microdurómetro semiautomático de la marca Emco-Test (Dura Scan 200).

Se efectuaron 10 indentaciones para cada uno de los compositos elaborados aplicando una carga de 0.3HV, 0.5HV y 1HV durante un tiempo determinado, así obteniendo una huella como se muestra en la Figura 20.

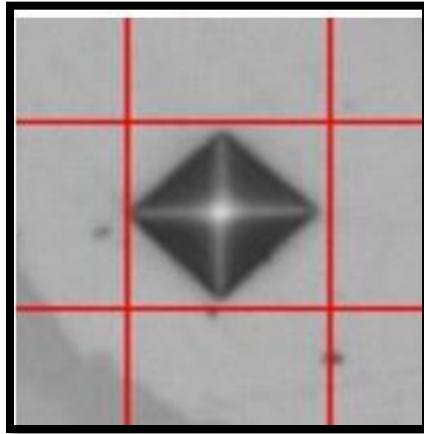


Figura 20. Representación de la huella y medición de la dureza Vickers.

### 3.1.2.5.- Tenacidad a la Fractura

Como se sabe los cerámicos son materiales con una gran oposición a la penetración y por consiguiente la tenacidad a la fractura es baja; es decir, son susceptibles a la generación de grietas cuando son sometidos a esfuerzo mecánicos, por tal motivo cuando se aplica una carga elevada mediante un indentador a un material cerámico se produce una huella y grietas en los vértices como se muestra en la Figura 21. Las propagaciones de estas grietas fueron utilizadas para el cálculo de la Tenacidad a la fractura ( $K_{Ic}$ ). Mismo que fue calculado mediante la ecuación 6, la cual se muestra a continuación.

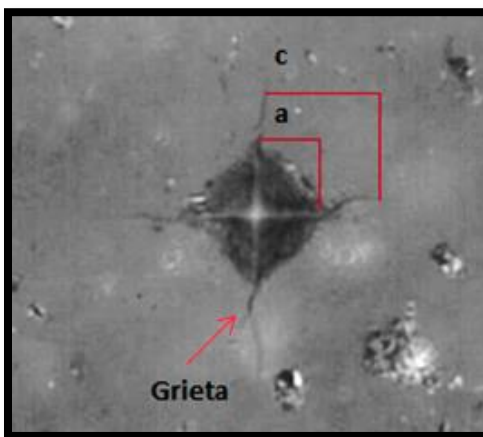


Figura 21. Huella de la indentación Vickers

Una vez medida el tamaño de la grieta C, se determina  $K_{IC}$  y se hace mediante la relación de la Ecuación 6 para materiales cerámicos porosos.

$$K_{ic} = 0.01 \left( \frac{E}{H} \right)^{\frac{1}{2}} \frac{P}{C^{3/2}} \quad (6)$$

La ecuación 7 es obtenida a partir de la ecuación 6, a partir de la relación de  $\frac{E}{H} = 2.742$  valor promedio para materiales cerámicos y de esta manera se tiene.

$$K_{ic} = 80 \frac{P}{C^{3/2}} \quad (7)$$

Dónde:

$K_{IC}$ = Tenacidad de la fractura ( $\text{MPa} * \text{m}^{1/2}$ )

P= Carga aplicada por el durómetro Vickers (N)

C= Longitud media de las grietas (micrómetros).

## **CAPÍTULO 4.- ANÁLISIS DE RESULTADOS**

A continuación, se exponen los datos obtenidos para cada uno de los sistemas fabricados a las diferentes temperaturas de sinterización y composición de los sistemas elaborados. Se analiza la influencia que tienen los distintos porcentajes de plata (Ag) en la matriz cerámica de alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), así como cada una de las propiedades físicas y mecánicas que estos presentan.

### **4.1.- Análisis de los Cermets sinterizados a 1500°C durante 1 y 2 horas.**

En este apartado se analizan los resultados de la caracterización de los cermets  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Ag 5% y  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Ag 10% sinterizados a una temperatura máxima de 1500°C durante 1 y 2 horas, en la cual el método de fabricación fue expuesto en el capítulo anterior dando los siguientes resultados.

#### **4.1.1.- Densidad y Porosidad.**

Después de la compactación de los polvos se tomaron medidas de espesor y diámetro para hacer el cálculo de la densidad en verde del material, se le nombra así; ya que en este punto solo adquiere resistencia mecánica y forma final, lo cual ayuda para su posterior manipulación, este cálculo nos va a servir como punto de referencia inicial y claramente se ve como está densidad es menor que las demás porque solo tenemos el polvo compactado y aún no está consolidado.

La densidad experimental se obtuvo después de la sinterización, en dicho proceso se obtienen cambios fundamentales tanto en las dimensiones del material como en la consolidación del material, este cálculo se hizo por el método de Arquímedes donde se tomó el peso en seco, suspendido y saturado. Después con ayuda de la fórmula mencionada en el capítulo anterior se pudo obtener el valor de la densidad

experimental, donde el valor es mayor que el de la densidad en verde pero menor que la densidad teórica, aunque es muy cercano a ella. La densidad teórica se obtuvo mediante la regla de las mezclas, para este cálculo se toman en cuenta los porcentajes en peso y la densidad de cada uno de los materiales del cermet. Dicha densidad es mayor a la densidad experimental resultante ya que está densidad es libre de poros.

En el caso de los cermets elaborados se observó que el material con mejor densificación fue el de 10% de Plata (Ag) sinterizado a 1500°C por un tiempo de 2 horas con una densidad de 3.84 gr/cm<sup>3</sup>, después le sigue el de 10% de Plata (Ag) sinterizado a 1500°C por un tiempo de 1 hora de acuerdo a los datos reportados en la Tabla 4, la cual contiene los valores del material cermet sinterizado a 1500°C a 1 y 2 horas, además de los valores ideales para la densidad de cada sistema.

Tabla 4. Medidas de densidad de los materiales sinterizados a 1500°C durante 1 y 2 horas

	Compuesto	Densidad en Verde g/cm <sup>3</sup>	Densidad Arquímedes g/cm <sup>3</sup>	Densidad Teórica g/cm <sup>3</sup>
<b>1 hora</b>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Ag 5%	1.70	3.71	4.27
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Ag 10%	1.76	3.83	4.60
<b>2 horas</b>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Ag 5%	1.70	3.76	4.27
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Ag 10%	1.78	3.84	4.60

De acuerdo a los datos reportados la densificación del material está en función al porcentaje del material de refuerzo Plata (Ag) y tiempo de sinterización, podemos observar gracias a estos resultados que el porcentaje de Plata (Ag) permitió que haya un mejor fenómeno de difusión en las muestras elaboradas a un tiempo de sinterización de dos horas y se observa que es el mejor comportamiento de

densificación del material con respecto a los sistemas fabricados en una temperatura de sinterización 1500°, de la misma manera, el sistema elaborado con el mismo porcentaje de Plata (Ag) pero en un tiempo de sinterización de una hora tuvo menor densificación, quiere decir que al disminuir el porcentaje del material de refuerzo y el tiempo de sinterizado disminuye la densificación del material provocando mayor porosidad en la muestra.

En la Figura 22 se muestra el comportamiento de las densidades ya antes mencionadas a una y dos horas respectivamente, haciendo una comparación de las mismas, en donde la densidad experimental se encuentra cerca de la densidad teórica.

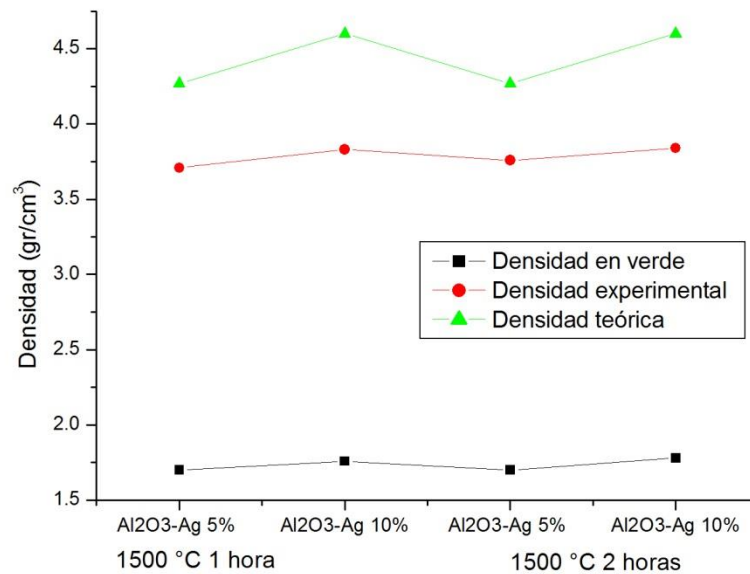


Figura 22. Gráfica de medidas de densidad de los materiales sinterizados a 1500°C durante 1 y 2 horas.

Después del cálculo de la densidad se determinó el porcentaje de porosidad, de contracción y el porcentaje de densificación del material, en la Tabla 5, se aprecian los resultados de los sistemas 5 y 10% de plata a 1500°C en sinterización aun tiempo de 1 y 2 horas, estos resultados indican que el aumento de densificación es mayor en el material elaborado con 5% de Plata a 2 horas en sinterización con un porcentaje de densificación del 88.05% seguido del cermet elaborado al 5% de plata a 1 hora con un porcentaje de 86.88% y mostrando porcentajes más bajos los materiales que se elaboraron a una hora de sinterización, por otra parte se aprecia que el material elaborado con un porcentaje de 10% de Plata tiene resultados similares a los del sistema anterior, se aprecia que en el sistema elaborado a dos horas su porcentaje es mayor que el elaborado a una hora en el mismo porcentaje.

El porcentaje de densificación está ligado al porcentaje de contracción del material, ya que al momento de que el material tiene mayor porcentaje de densificación incrementa de la misma manera el porcentaje de contracción y a su vez disminuye el porcentaje de porosidad debido a que aumentando el tiempo de sinterización hay más tiempo para el acomodo de las partículas.

Tabla 5. Porcentaje de contracción, porosidad y densificación de los compuestos sinterizados a 1500°C en un tiempo de 1 y 2 Horas.

Compuesto		% de Contracción	% de Porosidad	% de Densificación
1 Hora	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Ag 5%	33.98	18.83	86.88
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Ag10%	33.77	21.68	83.26
2 horas	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Ag 5%	37.37	13.54	88.05
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Ag 10%	42.23	11.31	83.47

Los datos obtenidos de los cermets fabricados a 1 y 2 horas aplicadas al tratamiento térmico de sinterización son mostrados en la Figura 23, donde se aprecia el aumento de la densificación del material con respecto al tiempo de sinterización en el cual se tiene un pequeño aumento en las densidades con respecto al compuesto reforzado con Plata al 10 %.

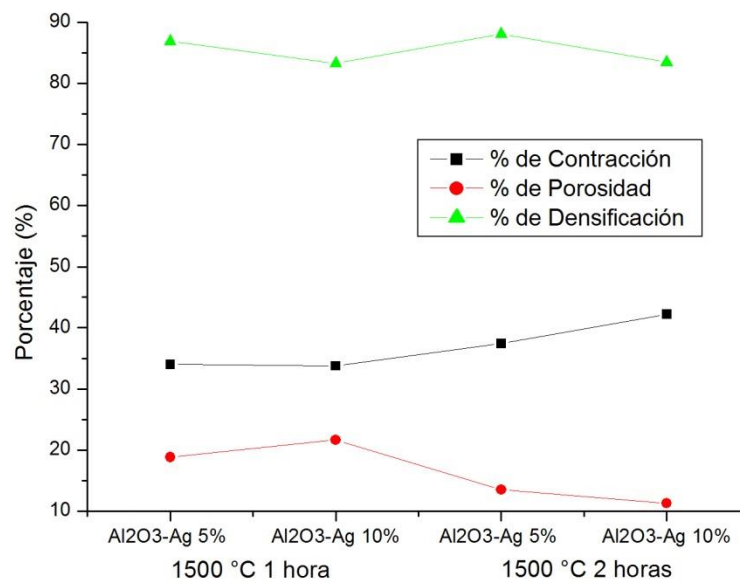


Figura 23. Gráfica de porcentaje de Contracción, Porosidad y Densificación de los Compuestos Sinterizados a 1500°C 1 y 2 horas.

#### 4.1.2.- Caracterización Microestructural por Microscopía Óptica

El análisis microestructural de los sistemas elaborados consistió en identificar y observar las fases y puntos de referencia de la superficie del material con el fin de identificar los cambios sufridos después de la sinterización y tener una perspectiva general de este análisis.

Por medio de la técnica de microscopía óptica se hizo un análisis visual donde se identificaron diversas fases del material. En las Figuras 24 y 25 se muestra la microestructura de los cermets  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ag}$  5% y  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ag}$  10% a 1 y 2 horas de tratamiento térmico por sinterización respectivamente, a un aumento de 5X y 10 X, en estos aumentos se obtuvieron las imágenes más representativas de estos sistemas, donde se observó que se presentan 2 fases, una gris clara y una gris oscura, además de la presencia de poros. La fase gris oscura representa al material base alúmina, la fase gris clara representa el material dopante el cual no presenta una distribución uniforme, pero se puede apreciar en parte de la superficie,

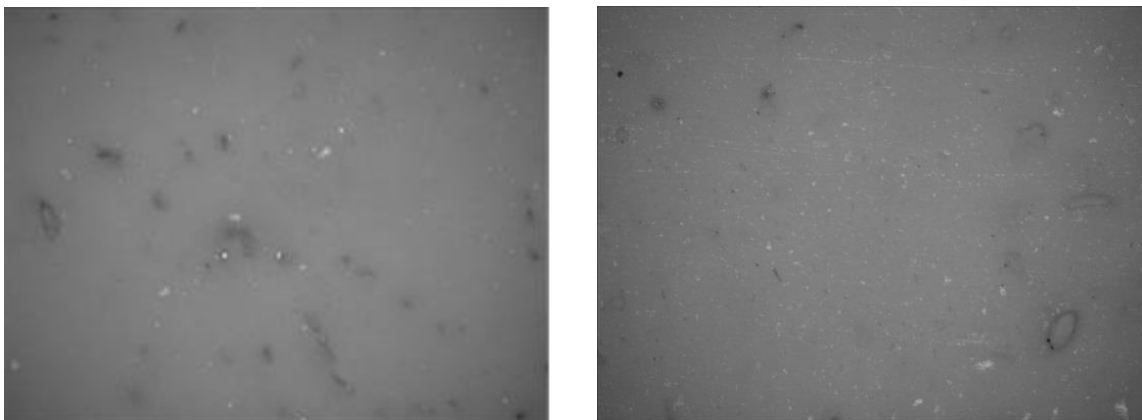


Figura 24. Micrografía por MO de los Cermets  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ag}$  5% a  $1500^\circ\text{C}$  a 1 y 2 horas respectivamente a un aumento de 5X.

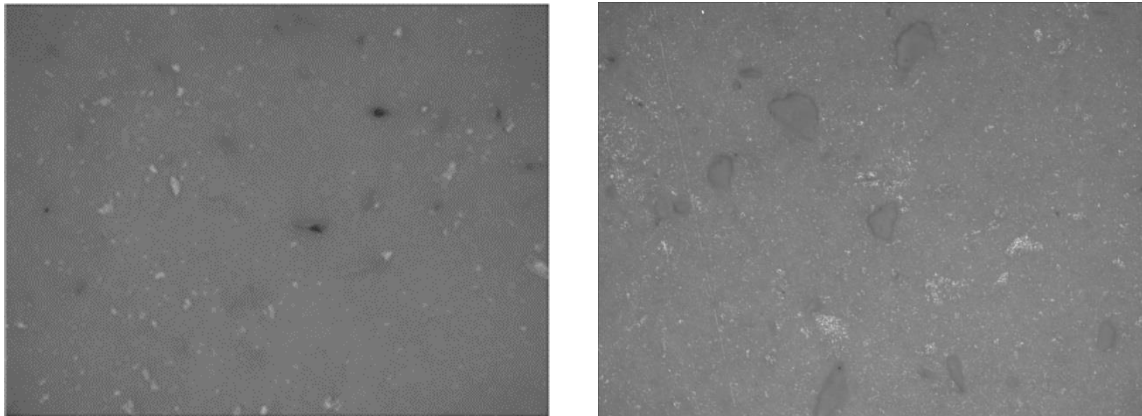


Figura 25. Micrografía por MO de los Cermets  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Ag 10% a  $1500^\circ\text{C}$  a 1 y 2 horas respectivamente a un aumento de 10X.

Con respecto a la porosidad, va disminuyendo con forme aumenta el tiempo de sinterización y este comportamiento es razonable ya que al aumentar el tiempo se permite que haya una mejor difusión en el proceso de sinterizado y así mismo obtuviera una mejor densificación y por lo cual la porosidad disminuye considerablemente, eso se aprecia en las micrografías anteriores.

#### 4.1.3.-Dureza Vickers

Ya se mencionó que la dureza es la resistencia de un material a la penetración, para determinar esta propiedad en los cermets elaborados se utilizó una carga de 0.3 y 0.5 HV para los ambos sistemas con la ayuda de un indentador de punta diamante, esto con el fin de generar una huella en el material que nos ayudó a medir los vértices de la misma y así determinar la dureza, cabe mencionar que el microdurómetro utilizado es semiautomático y nos da la dureza automáticamente. En la Tabla 6 se muestran los valores de Dureza que se obtuvieron para los materiales sinterizados a  $1500^\circ\text{C}$  durante 1 y 2 horas.

Tabla 6. Dureza Vickers de los Compuestos Sinterizados a 1500°C 1 y 2 horas.

Compuesto		Dureza (HV)
1 Hora	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Ag 5%	230
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Ag 10%	433
2 Horas	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Ag 5%	448
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Ag 10%	671

Se observa que existe un incremento de dureza en el cermet con mayor porcentaje de plata a un tiempo de 2 horas de sinterización ya que tiene un menor porcentaje de porosidad con respecto a los cermets mencionados en este capítulo. El comportamiento de la dureza está relacionado con el porcentaje de plata, al tiempo y temperatura de sinterización, esta propiedad está relacionada con la densidad ya que cuando el material densifica obtiene mejor consolidación y por ese efecto disminuye su porosidad haciendo que el cermet aumente su propiedad de dureza, en la Figura 26 se observa el comportamiento ya descrito.

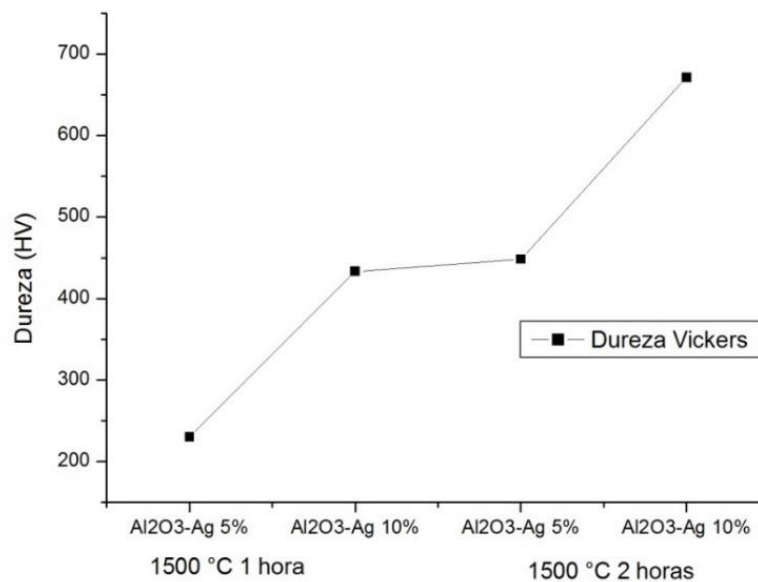


Figura 26. Dureza de los Compuestos Sinterizados a 1500°C 1 y 2 Horas.

#### 4.1.4.- Tenacidad a la Fractura

Se dice que es la oposición de un material a la falla o agrietamiento cuando el material es sometido a esfuerzos mecánicos. Para realizar esta prueba se utilizó la técnica de indentación, en la cual se genera una grieta por medio de una carga con ayuda de un microdurómetro, de manera indirecta se mide el tamaño de la grieta ya generada y con ayuda de las ecuaciones ya antes descritas se calcula esta propiedad. En la siguiente Tabla 7 se aprecian los resultados de los cermets, donde se aprecian los valores ya evaluados.

Tabla 7. Tenacidad a la Fractura ( $K_{Ic}$ ) de los Compuestos Sinterizados a 1500°C 1 y 2 horas.

Compuesto		Tenacidad a la Fractura ( $K_{Ic}$ )
1 Hora	$Al_2O_3$ -Ag 5%	1.51
	$Al_2O_3$ -Ag 10%	1.46
2 Horas	$Al_2O_3$ -Ag 5%	2.57
	$Al_2O_3$ -Ag 10%	2.61

Los resultados que se aprecian en la tabla anterior nos dicen que el material con mejor comportamiento a la grieta es el elaborado a un tiempo de 2 horas con 10% de plata, y el material más bajo es el elaborado con 10% de plata a una hora, esto quiere decir que el material que puede ser más susceptible a fallas mecánicas es el último ya que uno de los factores que influyen en estos resultados es que los materiales cerámicos no son dúctiles y entre más denso y duro sea el material menor es su valor de tenacidad. En la siguiente Figura 27 se aprecia el comportamiento de los cermets.

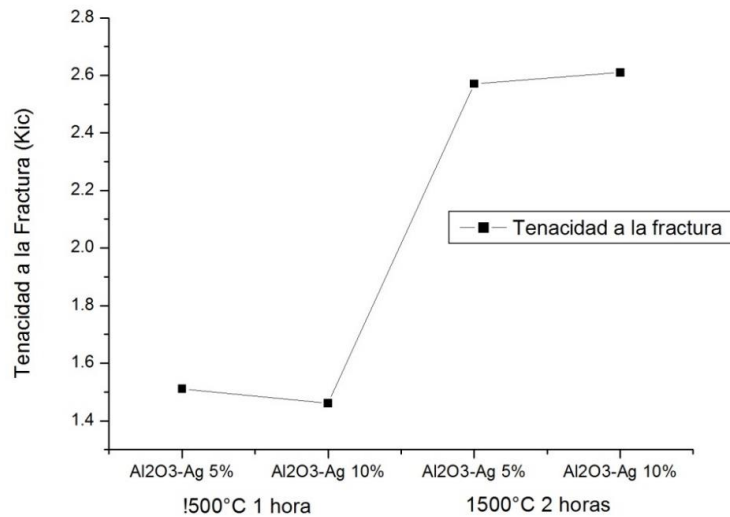


Figura 27. Gráfica de tenacidad a la fractura (Kic) de los compuestos sinterizados a 1500°C 1 y 2 horas.

#### 4.2.- Análisis de los Cermets sinterizados a 1600°C durante 1 y 2 horas

Como ya se expuso con anterioridad se determinaron varias temperaturas de sinterización con diferente tiempo para los sistemas de estudio propuestos. En este apartado se observarán los resultados obtenidos de la caracterización microestructural y mecánica para ambos sistemas sinterizados a una temperatura máxima de 1600°C durante 1 y 2 horas, dichos resultados son mostrados a continuación.

##### 4.2.1.- Densidad y Porosidad

Primero las pastillas son compactadas, en este proceso se les da una forma deseada y resistencia a posteriores manipulaciones, como ya se mencionó anteriormente después de la compactación de los polvos se tomaron medidas de espesor y diámetro para hacer el cálculo de la densidad en verde, el objetivo de este cálculo nos sirvió como punto de referencia inicial, posteriormente las pastillas son sinterizadas, en este proceso se obtiene cambios fundamentales y un

material consolidado, inmediatamente se hace el cálculo de la densidad experimental por el método de Arquímedes y por último se hace el cálculo de la densidad teórica por el método de la regla de las mezclas. En la Tabla 8 se observan los resultados.

Tabla 8. Medidas de densidad de los materiales sinterizados a 1600°C durante 1 y 2 horas.

	Compuesto	Densidad en Verde g/cm <sup>3</sup>	Densidad Arquímedes g/cm <sup>3</sup>	Densidad Teórica g/cm <sup>3</sup>
<b>1 hora</b>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Ag 5%	<b>1.70</b>	<b>3.80</b>	<b>4.27</b>
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Ag 10%	<b>1.74</b>	<b>3.85</b>	<b>4.60</b>
<b>2 horas</b>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Ag 5%	<b>1.66</b>	<b>3.82</b>	<b>4.27</b>
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Ag 10%	<b>1.78</b>	<b>3.88</b>	<b>4.60</b>

En el caso de los cermetts elaborados, se identificó que el cermet con mejor densificación fue el de 10% de Plata (Ag) sinterizado a 1600°C por un tiempo de 2 horas con una densidad de 3.88 gr/cm<sup>3</sup>, después le sigue el de 10% de Plata (Ag) sinterizado a 1600°C por un tiempo de 1 hora, con una densidad de 3.85 gr/cm<sup>3</sup> de acuerdo a los datos reportados, estos valores nos ayudan a corroborar que el aumento de la densidad del material está en función del incremento del material de refuerzo y el tiempo de sinterizado, hacen que las muestras tengan una mejor densificación ya que puede apreciarse que los sistemas que se elaboraron con un porcentaje menor de Plata (Ag) sus resultados de las densidades son bajas en ambos sistemas.

En la Figura 28 se muestra la gráfica con el comportamiento de las densidades ya antes analizadas. Se observa que las densidades experimentales se encuentran por arriba de la densidad en verde debido a que aún no se encuentra consolidado, efecto que cambia después de la sinterización del material, pero se encuentra por debajo de la densidad teórica ya que esta marca el límite de densidad del material correspondiente siendo la densidad ideal ya que no cuenta con porosidad.

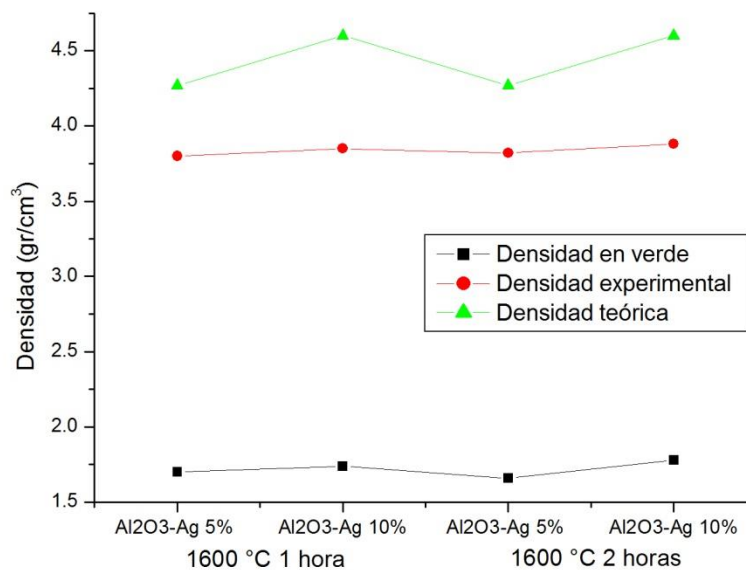


Figura 28. Gráfica de densidad de los materiales sinterizados a 1600°C durante 1y 2 horas.

Gracias a los datos ya obtenidos se puede determinar el porcentaje de porosidad, porcentaje de contracción y el porcentaje de densificación, estos porcentajes en teoría deben ir a la mano con la densidad experimental ya que son consecuencia de ello. Los resultados se muestran en la siguiente Tabla 9.

Tabla 9. Porcentaje de Contracción, Porosidad y Densificación de los Compuestos Sinterizados a 1600°C 1 y 2 Horas.

Compuesto		% de Contracción	% de Porosidad	% de Densificación
1 Horas	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Ag 5%	49.90	7.14	88.99
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Ag 10%	51.61	7.49	83.69
2 Horas	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Ag 5%	52.47	3.3	89.46
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Ag 10%	54.20	2.35	84.34

Como se puede apreciar en los resultados el porcentaje de densificación mayor es el del sistema de Plata (Ag) al 5% en un tiempo de sinterización a dos horas con el 89.46% de densificación, esto se deba a que la densidad experimental de dicho material fue mayor que la de los demás sistemas y de la misma manera muestra un buen porcentaje de contracción que en comparación a los demás sistemas sinterizados a una temperatura de 1600°C.

El porcentaje de porosidad va disminuyendo para el compuesto con respecto al sistema de 10% de Plata (Ag) a un tiempo de sinterizado de dos horas, esta reacción fue porque este sistema tuvo mayor densificación y fue la más cercana a la densidad teórica o ideal. Esta relación en teoría se debe al incrementar la temperatura y el tiempo, ya que, incrementando el tiempo, permitimos una mejor difusión en el material y al incrementar la temperatura aumenta la energía para el transporte de masa y de esta manera tenga el material una mejor difusión.

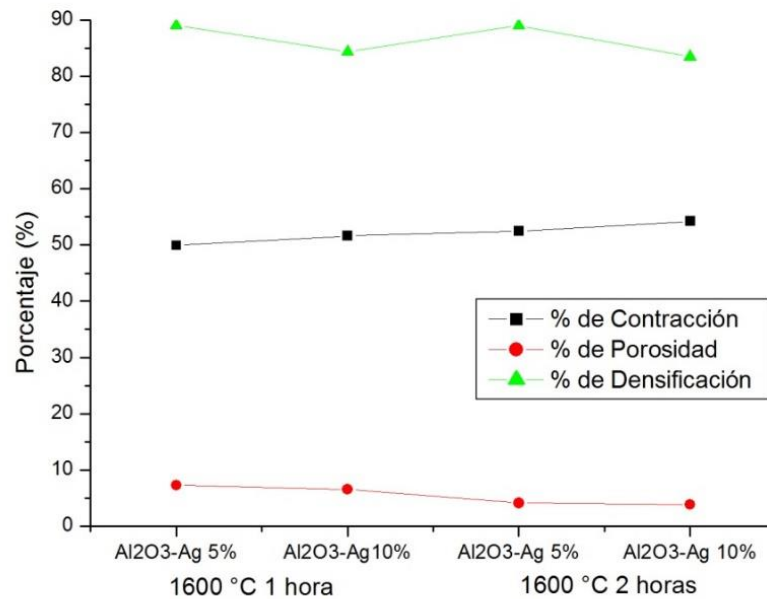


Figura 29. Gráfica de % de Contracción, Porosidad y Densificación de los Compuestos Sinterizados a 1600°C 1 y 2 Horas

#### 4.2.2.- Caracterización Microestructural

Debido al aumento de la temperatura de sinterización se tiene una distribución más uniforme del metal en la matriz cerámica reduciendo de manera significativa la cantidad de porosidad de los cermets. Esto se puede apreciar en las micrografías obtenidas por microscopía óptica con aumentos de 5X y 10X para los sistemas Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>- 5% Ag y Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-10% Ag sinterizados a una temperatura máxima de 1600 °C a un tiempo de 1 y 2 horas mostradas en las Figuras 30 y 31 respectivamente, en dichas micrografías podemos ver que aumentando el porcentaje de material de refuerzo, la temperatura y tiempo de sinterización hay una mayor distribución de metal (Ag) en la matriz cerámica (fase gris clara), teniendo una menor cantidad de porosidad, donde también se observa que la menor porosidad se encuentra en el sistema Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Ag 10%.

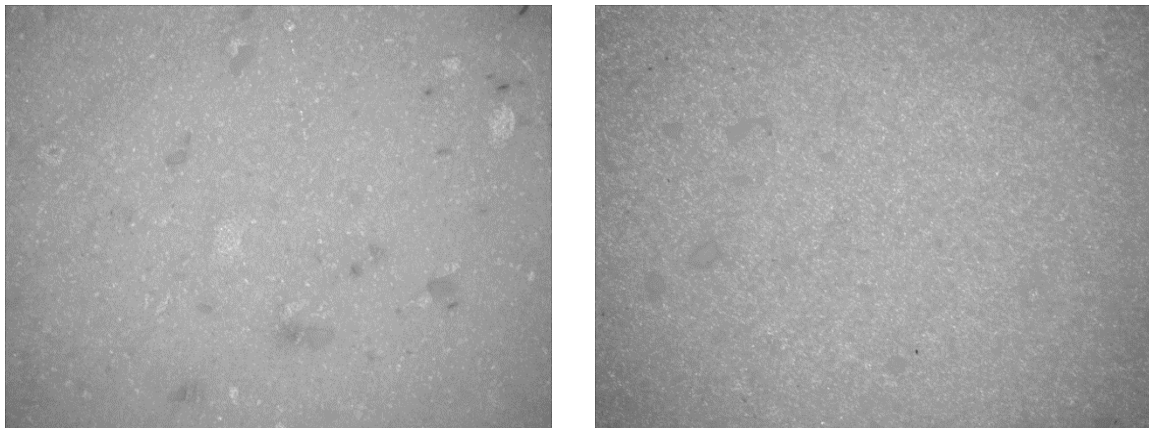


Figura 30. Micrografía por MO de los Cermets Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Ag 5% a 1600°C a 1 y 2 horas respectivamente a un aumento de 5X.

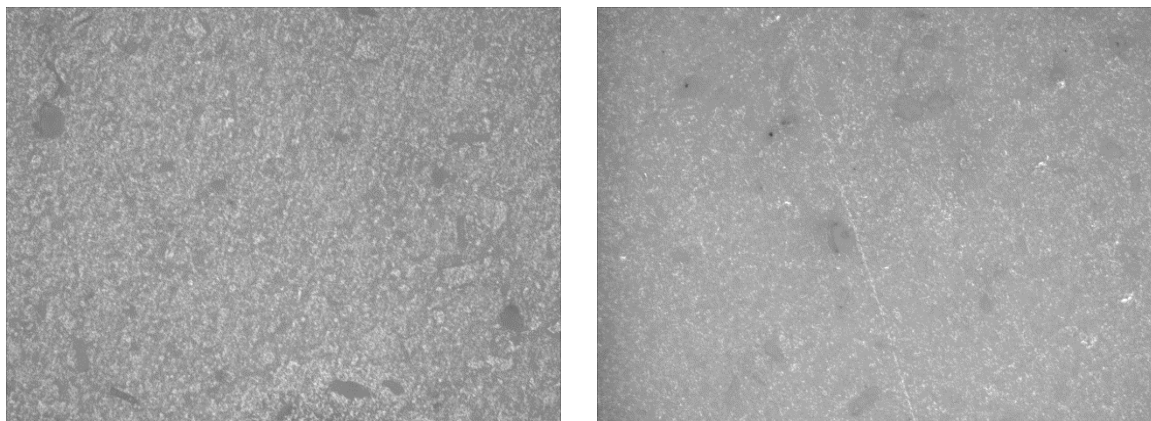


Figura 31. Micrografía por MO de los Cermets Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Ag 10% a 1600°C a 1 y 2 horas respectivamente a un aumento de 10X.

### 4.2.3.- Dureza Vickers

La dureza que se obtiene en esta temperatura de sinterización tiene un aumento considerable para ambos porcentajes de Ag con respecto a la temperatura anterior, la cual es mostrada en la Tabla 10.

Al igual que en la temperatura de sinterización de 1500°C durante dos horas se aplica una carga de 0.5 HV para esta temperatura en ambos sistemas, dando como resultado los datos mostrados en la Tabla 10.

Tabla 10. Dureza Vickers de los Compuestos Sinterizados a 1600°C 1 y 2 horas

Compuesto		Dureza (HV)
<b>1 Hora</b>	<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Ag 5%</b>	753
	<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Ag 10%</b>	787
<b>2 Horas</b>	<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Ag 5%</b>	1010
	<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Ag 10%</b>	1109

Con la disminución de la porosidad del material reforzado con el 10 % de Ag se obtiene una dureza mayor ya que es directamente proporcional, esto quiere decir que mientras menos porosidad se tenga la dureza va aumentar al igual que la densidad mejorara, tenemos una mejor resistencia a la penetración en el cermets reforzado con 10% de plata (Ag) sinterizado a 1600 °C 2 horas con un valor de 1109 HV, seguido del cermets dopado con el 5% de plata (Ag) sinterizado a 2 horas con una dureza de 1010 HV. En la Figura 32 se observarán el comportamiento de la dureza a la temperatura de sinterización de 1600 °C 1 y 2 horas.

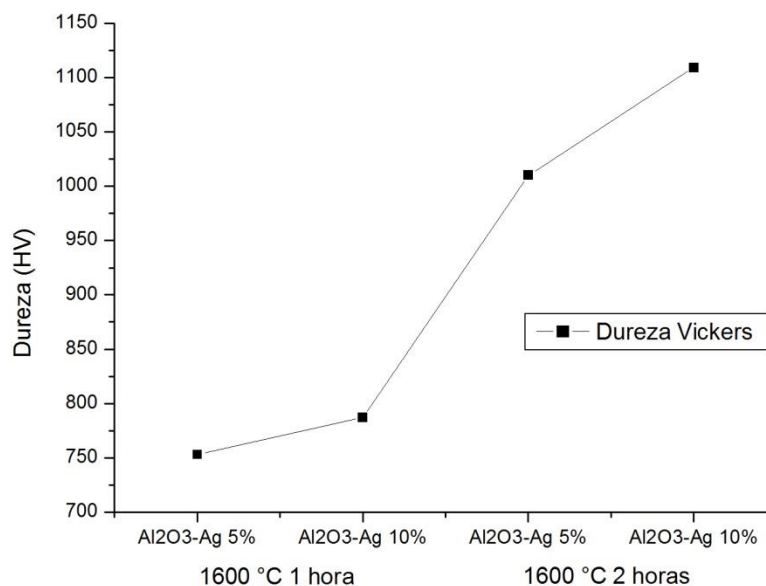


Figura 32. Gráfica de Dureza de los Compuestos Sinterizados a 1600°C 1 y 2 horas

#### 4.2.4.- Tenacidad a la Fractura

Para la determinación de la tenacidad a la fractura se realizó mediante la técnica de indentación, la cual consiste en la aplicación de una carga lo suficientemente fuerte para generar un esfuerzo mecánico y provocar un agrietamiento en los cermetes en donde se mide el tamaño de grieta generado por este esfuerzo mecánico aplicado a los materiales, para generar dicho agrietamiento en los sistemas Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Ag 5% y Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Ag 10% sinterizados a una temperatura máxima de 1600 °C durante 1 y 2 horas se aplicó una carga de 5 HV para ambos sistemas. Los datos obtenidos mediante esta técnica se muestran en la Tabla 11.

Tabla 11. Tenacidad a la fractura de los Compuestos Sinterizados a 1600°C 1 y 2 horas

Compuesto		Tenacidad a la Fractura (Kic)
<b>1 Hora</b>	<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Ag 5%</b>	5.88
	<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Ag 10%</b>	5.86
<b>2 Horas</b>	<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Ag 5%</b>	6.09
	<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Ag 10%</b>	5.94

Cabe mencionar que los resultados mostrados en la Tabla 11 son el resultado del promedio de 10 indentaciones realizadas en los cermets, en los cuales podemos apreciar que se tiene un mejor comportamiento mecánico en el sistema Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Ag 5% sinterizado a 1600 °C a un tiempo de 2 horas donde tenemos como resultado un valor de 6.09 HV en comparación con el sistema Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Ag 5% sinterizado a 1600 °C a un tiempo de 1 hora en el cual se tiene un resultado menor con un valor de 5.88 HV. Como se puede observar existe una pequeña variación en los resultados obtenidos de tenacidad a la fractura de ambos sistemas, en donde se esperaba tener un mejor comportamiento al esfuerzo mecánico en el sistema Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Ag 10% sinterizado a 1600 °C a un tiempo de 2 horas y por lo contrario obtuvimos un resultado menor con mayor riesgo a la falla mecánica donde posiblemente se debe a que en este sistema se tiene la dureza más alta con un valor de 1109 HV, dicha variación se puede visualizar en la Figura 33.

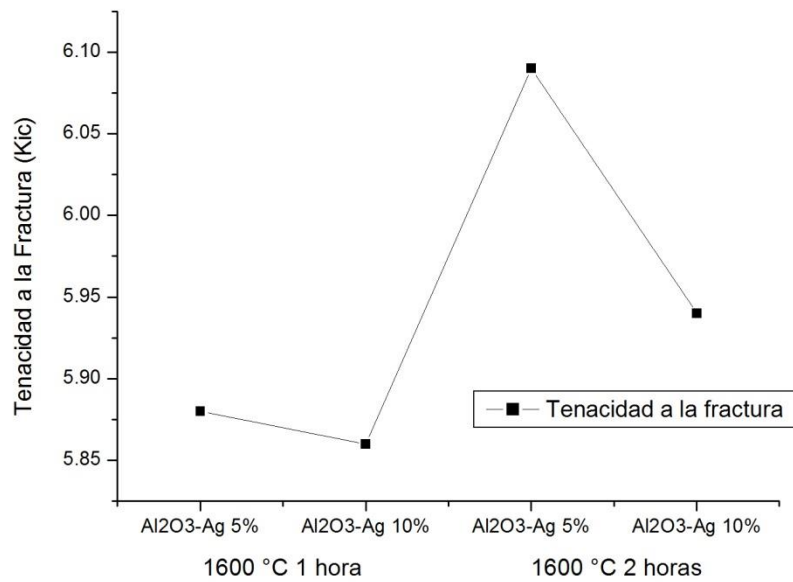


Figura 33. Gráfica de tenacidad a la fractura (Kic) de los compuestos sinterizados a 1600°C 1 y 2 horas.

## CAPÍTULO 5.- COMPARACIÓN DE RESULTADOS DE LOS SISTEMAS $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ag}5\%$ y $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ag}10\%$

En este capítulo expondremos los resultados obtenidos de todas las muestras fabricadas para ambos sistemas, se compararán las diferencias que existen entre ellas para poder evaluar las propiedades físico-químicas y mecánicas que presentan debido al efecto que tiene la adición de partículas de plata a diferentes porcentajes sobre la matriz cerámica de alúmina, al igual que el incremento en la temperatura de sinterización.

### 5.1.- Análisis Comparativo de Densidad y % de Porosidad.

La densidad experimental se realizó mediante el método de Arquímedes ya descrito anteriormente para todos los casos de los sistemas estudiados. En la Figura 34 se observa la variación de la densidad experimental en función del porcentaje de Plata (Ag), temperatura y tiempo de sinterización.

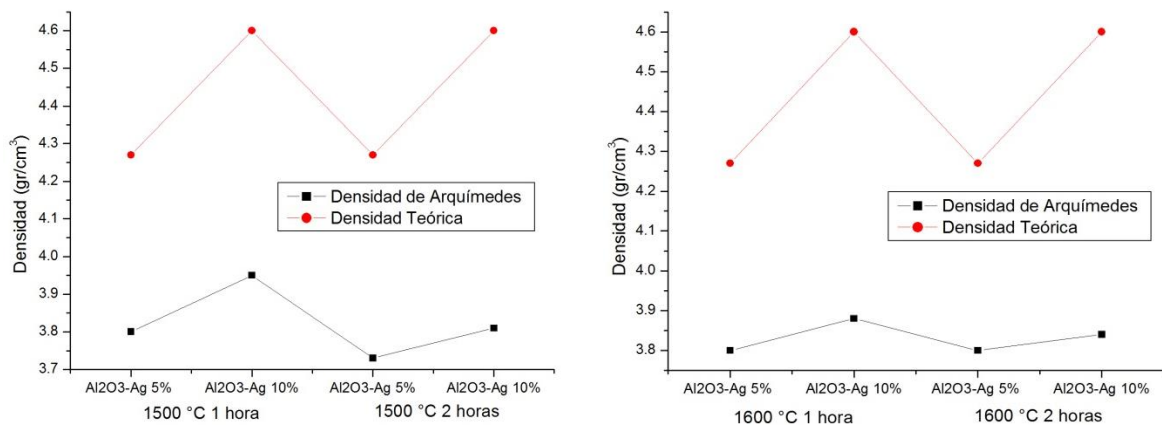


Figura 34. Gráfica de comparación de densidades para las temperaturas de sinterización de 1500 °C y 1600 °C respectivamente.

En la Figura 34 se aprecia que la variación que se tiene con respecto al porcentaje de material de refuerzo, temperatura y tiempo de sinterización es mínima, se tiene el valor más bajo de densidad en el sistema  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ag} 5\%$  sinterizado a una temperatura de  $1500\text{ }^\circ\text{C}$  durante una hora en el cuál obtuvimos un valor de la densidad de  $3.71\text{ gr/cm}^3$  con respecto al cermet  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ag} 10\%$  sinterizado a una temperatura máxima de  $1600\text{ }^\circ\text{C}$  a dos horas con un valor de  $3.88\text{ gr/cm}^3$  donde se obtuvo una mejor densificación porque hubo una mejor difusión de las partículas en el cual influyo la cantidad de material de refuerzo, ya que tiene más porcentaje de plata y el proceso de sinterización nos permite que las partículas se unan y así el metal pueda ocupar espacios vacíos en la matriz.

El material que alcanza un mejor porcentaje de porosidad es el cermet  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ag} 10\%$  sinterizado a dos horas a una temperatura máxima de  $1600\text{ }^\circ\text{C}$  con un porcentaje de porosidad de  $2.35\%$  y un porcentaje de densificación de  $84.34\%$  en comparación con el cermet  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ag} 5\%$  sinterizado a una hora y una temperatura de  $1500\text{ }^\circ\text{C}$  con un porcentaje de porosidad de  $18.83\%$  y un porcentaje de densificación de  $86.88\%$ . Este comportamiento va disminuyendo de forma gradual ya que conforme aumenta la temperatura y el tiempo de sinterización se tiene mayor tiempo para el acomodo de las partículas reduciendo la porosidad y aumentando la densificación del cermet, esto se observa en la Figura 35.

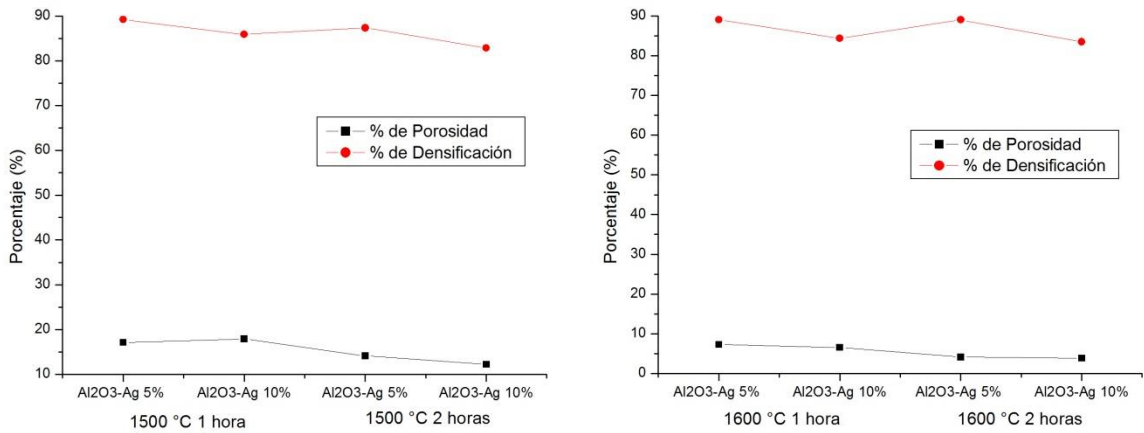


Figura 35. Gráfica de comparación de porcentaje de porosidad y densificación para las temperaturas de sinterización de 1500 °C y 1600 °C respectivamente.

## 5.2.- Análisis Comparativo de Dureza y Tenacidad a la Fractura

Para la realización de la medida de dureza se realizaron 10 indentaciones a cada uno de los cermets estudiados en esta tesis, se tomó el promedio de dichas muestras en los cuales observamos que el cermets que presento una mayor dureza es en el sistema  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ag} 10\%$  sinterizado al mayor tiempo y temperatura de estudio en esta tesis, obteniendo un valor de 1109 HV para este sistema se tiene el porcentaje más bajo de porosidad de todas las muestras, como se explicó en capítulos anteriores esto se debe a que al tener mayor temperatura y tiempo de sinterización existe un mejor enlace de partículas por el fenómeno de difusión de energía teniendo como consecuencia una mayor densificación y una mejora en la dureza del cermets. Por lo contrario, en el sistema  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ag} 5\%$  sinterizado a la temperatura de 1500 °C por un tiempo de una hora se tiene el valor más bajo en la dureza de todos los cermets estudiados con un valor de 230 HV este resultado se debe a que en este sistema se tiene el mayor porcentaje de porosidad influyendo de manera directa en la dureza del cermets.

En la Figura 36 se muestra la gráfica de comparación del comportamiento de la dureza de los sistemas  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ag} 5\%$  y  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ag} 10\%$  sinterizados a  $1500\text{ }^\circ\text{C}$  y  $1600\text{ }^\circ\text{C}$  durante un tiempo de 1 y 2 horas, donde podemos apreciar que la dureza se comporta de manera creciente conforme aumenta el porcentaje del material de refuerzo, temperatura y tiempo de sinterización, teniendo los resultados más altos de dureza en los cermetes sinterizados a una temperatura de  $1600\text{ }^\circ\text{C}$  por un tiempo de dos horas.

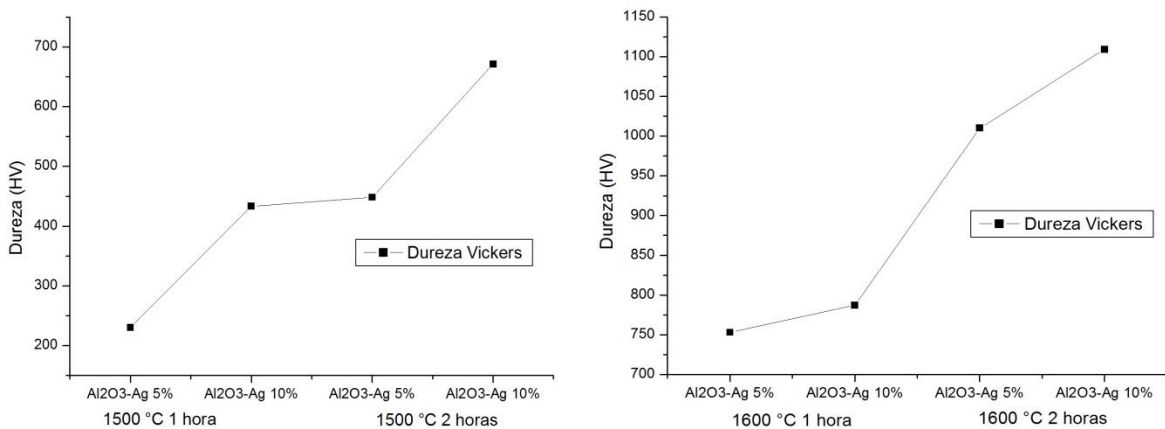


Figura 36. Gráfica de comparación de dureza para las temperaturas de sinterización de  $1500\text{ }^\circ\text{C}$  y  $1600\text{ }^\circ\text{C}$  respectivamente.

En la tenacidad a la fractura de igual forma que en la dureza se reportan los resultados promedio de 10 indentaciones realizadas a cada uno de los cermetes. Con el aumento del material de refuerzo, temperatura y tiempo de sinterización se buscaba una disminución de porosidad y que esto influyera directamente en el incremento de la tenacidad a la fractura, esto quiere decir que los cermetes fabricados mejoraran sus propiedades mecánicas y disminuirían su probabilidad al agrietamiento y a la falla mecánica al someterlos primordialmente a esfuerzos mecánicos.

En los sistemas Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Ag 5% y Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Ag 10% sinterizado a una temperatura de 1500 °C durante una hora se tienen los valores de tenacidad a la fractura más bajos debido a que su porcentaje de porosidad son los más altos, conforme se incrementa la temperatura y tiempo de sinterización van mejorando las propiedades mecánicas y de igual manera va acrecentando el valor de la tenacidad a la fractura. El comportamiento de la tenacidad a la fractura se muestra en la Figura 37 para los cermetes Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Ag 5% y Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Ag 10% sinterizados a las diferentes temperaturas en donde podemos apreciar cómo va incrementando el valor de la tenacidad a la fractura en función al aumento de la temperatura y tiempo del tratamiento térmico al que se sometieron los cermetes a excepción del cermetes Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Ag 5% sometido a tratamiento térmico a una temperatura máxima de 1600 °C por un tiempo de dos horas, el cual tuvo el mejor comportamiento en este rubro obteniendo un incremento significativo en comparación con los demás cermetes fabricados.

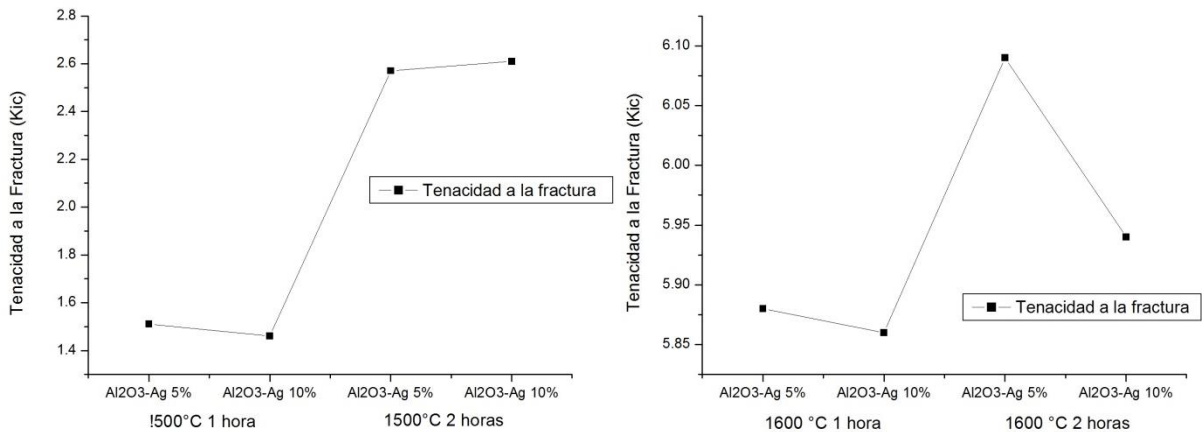


Figura 37. Gráfica de comparación de tenacidad a la fractura para las temperaturas de sinterización de 1500 °C y 1600 °C respectivamente.

### 5.3.- Análisis Comparativo Microestructural Mediante Microscopia Óptica (MO) y Microscopia Electrónica de Barrido (MEB).

Las micrografías para el análisis microestructural por microscopia óptica se obtuvieron a los aumentos de 5X y 10X para ambos sistemas estudiados. En el caso de los sistemas  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ag} 5\%$  y  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ag} 10\%$  sinterizados a  $1500\text{ }^\circ\text{C}$  durante una hora se muestran en la Figura 38 a un aumento de 10X dichas micrografías muestran la distribución de las fases que provocó la adición de partículas de plata (Ag) en la matriz cerámica de Alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), podemos apreciar que tenemos dos fases grises en donde la fase gris clara corresponde a la matriz cerámica y la fase gris oscura es la distribución de partículas metálicas en la matriz, además de estas fase tenemos zonas oscuras que corresponden a la porosidad del cermets. En la Figura 39 tenemos las micrografías de los sistemas  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ag} 5\%$  y  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ag} 10\%$  sinterizados a  $1500\text{ }^\circ\text{C}$  durante dos horas respectivamente, podemos observar que contamos con las mismas fases que presenta presentan los cermets sinterizados a una hora con la diferencia que la porosidad (zonas oscuras) reduce, esto demuestra que a mayor temperatura de sinterización hay cambios significativos en los cermets.

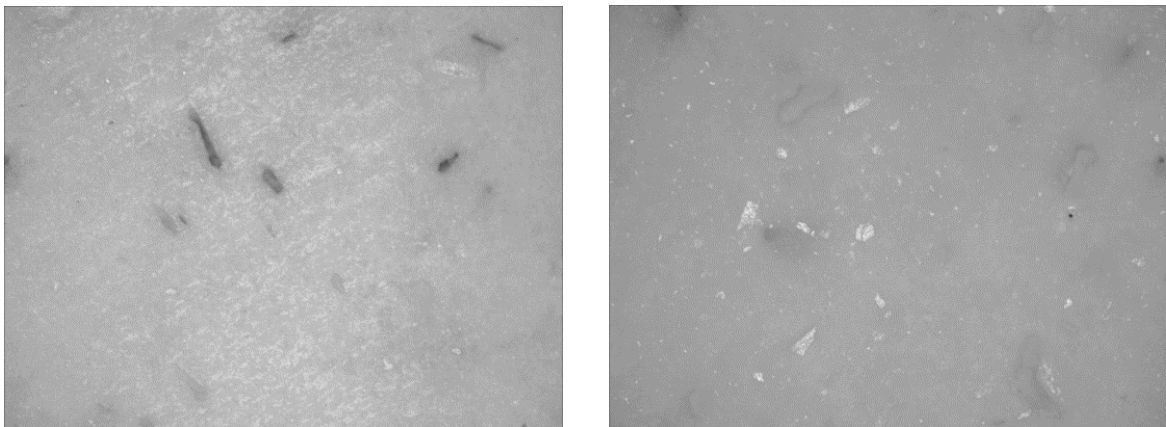


Figura 38. Micrografía por MO de los cermets  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ag} 5\%$  y  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ag} 10\%$  sinterizados a  $1500^\circ\text{C}$  durante 1 Hora respectivamente a un aumento de 10X.

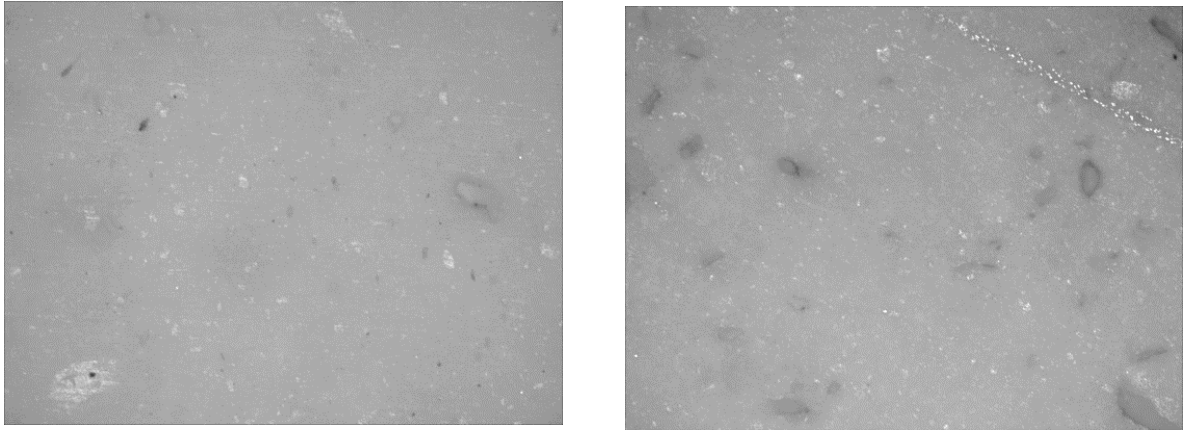


Figura 39. Micrografía por MO de los cermets  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ag} 5\%$  y  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ag} 10\%$  sinterizados a  $1500^\circ\text{C}$  durante 2 Horas respectivamente a un aumento de 10X.

En las Figuras 40 y 41 tenemos las micrografías de los cermets  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ag} 5\%$  y  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ag} 10\%$  sinterizados a una temperatura de  $1600^\circ\text{C}$  durante 1 y 2 horas respectivamente en donde podemos identificar una distribución más uniforme de partículas de plata (Ag) sobre la matriz cerámica disminuyendo considerablemente la porosidad de los materiales en comparación con los cermets sinterizado a  $1500^\circ\text{C}$  en donde la microestructura presenta una mayor cantidad de poros y menor distribución de partículas de plata debido a que como ya lo mencionamos a mayor temperatura y tiempo de sinterización hay una mejor formación de enlaces químicos entre las partículas gracias al fenómeno de transporte de masa.

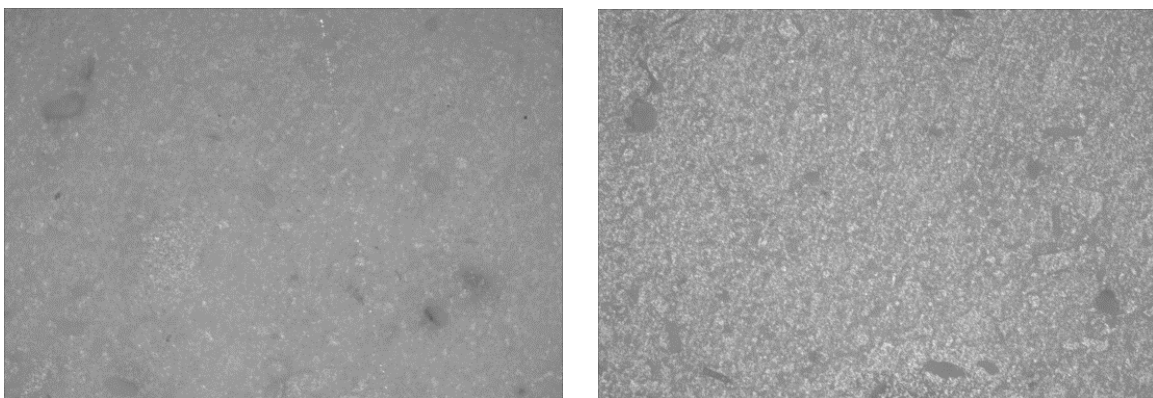


Figura 40. Micrografía por MO de los cermets  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ag} 5\%$  y  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ag} 10\%$  sinterizados a  $1600^\circ\text{C}$  durante 1 Hora respectivamente a un aumento de 10X.

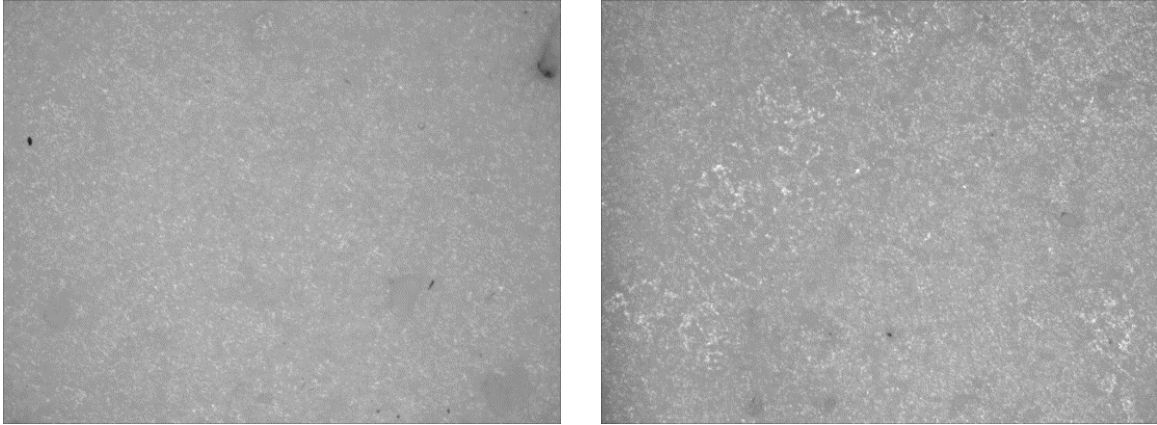


Figura 41. Micrografía por MO de los cermetes  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Ag 5% y  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Ag 10% sinterizados a  $1600^\circ\text{C}$  durante 2 Horas respectivamente a un aumento de 10X.

### 5.3.1.- Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)

Esta técnica permite analizar y observar la microestructura de los materiales a mayores aumentos, este equipo está equipado por un EDS, el cual permite hacer un análisis fino y puntual de composición para identificar con certeza los elementos presentes en una zona.

En la Figura 42 se muestra la micrografía correspondiente a la composición de plata al 5% sinterizada por una hora, se observó que la mayoría de granos son de tamaños irregulares de acuerdo a la escala de 10 micrómetros, la menor cantidad de granos grandes y aparentemente con una mayor población de granos pequeños ya que no se hizo un conteo de los mismos, superficialmente se aprecia porosidad definida ubicada alrededor de los granos grandes. De igual manera se aprecian dos fases donde se puede apreciar que una fase blanca nos da indicios de que está compuesta por el material de refuerzo en este caso Plata (Ag) y una fase gris la cual es considerada como el material base en este caso de Alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ).

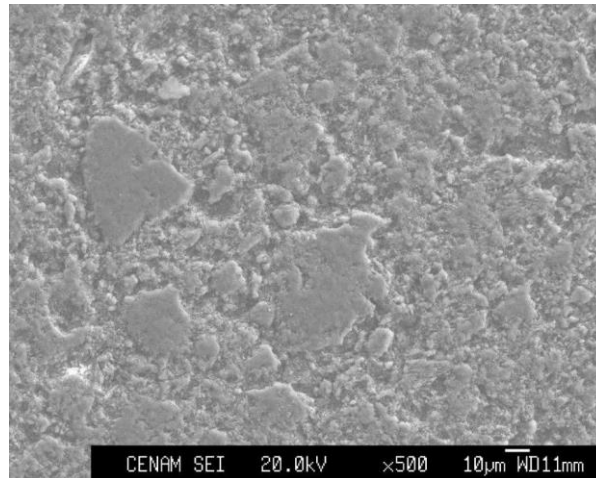


Figura 42. Micrografías SEM del cermet  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -5% wt. Ag a  $1500^\circ\text{C}$  por una hora

En la Figura 43 se aprecia la micrografía que corresponde a la composición de plata al 5% sinterizada a  $1600^\circ\text{C}$  por una hora, se apreció granos con tamaños irregulares de acuerdo a la escala de 10 micrómetros, pero aparentemente con una mayor población de granos pequeños ya que como se comentó anteriormente no se hizo un conteo de los mismos, superficialmente se aprecia poca porosidad alrededor de los granos, se observan dos fases diferentes una blanca la cual puede estar compuesta por el material de refuerzo en este caso Plata (Ag) y una gris que está compuesta por el material base alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ).

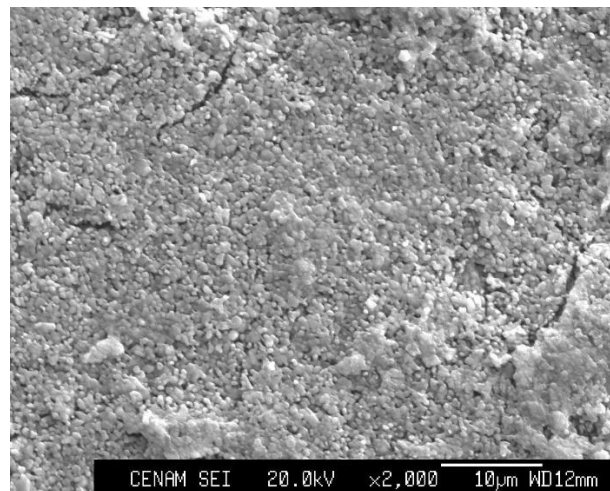


Figura 43. Micrografía SEM del cermet  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -5% wt. Ag a  $1600^\circ\text{C}$  por una hora

A continuación, se muestran las micrografías de la alúmina obtenidas por MEB para los sistemas elaborados por plata al 10%, en ambos casos la composición de la plata es la misma, aunque el tiempo y temperatura de sinterizado cambia.

En la Figura 44 se muestra la micrografía correspondiente a la composición de plata al 10% sinterizada a una temperatura de  $1500^\circ\text{C}$  por una y dos horas, se pudo observar que los granos son de tamaños irregulares de acuerdo a la escala de 10 micrómetros para los dos sistemas, se aprecia porosidad mínima ubicada alrededor de los granos grandes para el sistema que esta sinterizado a una hora, para el sistema que esta sinterizado a dos horas se aprecia porosidad menor, este efecto es provocado por el incremento de tiempo y gracias a eso el material se consolida de mejor manera evitando o eliminando poros.

Por otra parte, se aprecian dos fases una fase blanca nos da indicios de que está compuesta por el material de refuerzo en este caso Plata (Ag) y que se aprecia dispersa aleatoriamente por la superficie del material y una fase gris la cual es considerada como el material base en este caso de Alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ).

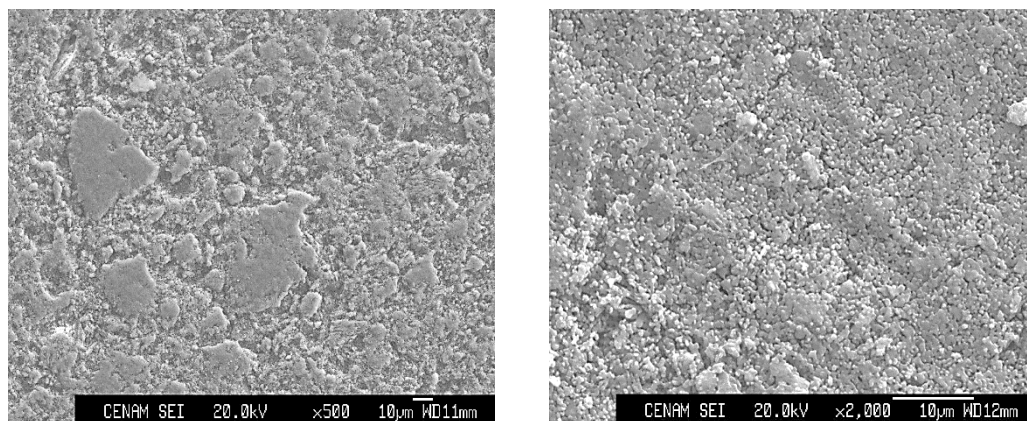


Figura 44. Micrografías SEM de los cermetos  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -10% wt. Ag a  $1500^\circ\text{C}$  por 1 hora y  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -10% wt. Ag a  $1500^\circ\text{C}$  por 2 horas respectivamente

La Figura 45, muestra las microestructuras correspondientes a las composiciones de plata al 10% sinterizada a una temperatura de  $1600^\circ\text{C}$  por una y dos horas, se pudo ver que la morfología de los granos no presentan forma ni tamaños regulares de acuerdo a la escala de 10 micrómetros para los dos sistemas, se observa porosidad mínima ubicada alrededor de los granos pero es mínima, distribuida aleatoriamente y no presenta forma ni tamaños regular para el sistema que esta sinterizado a una hora, para el sistema que esta sinterizado a dos horas se aprecia porosidad mayor ubicada alrededor de los granos pequeños, este efecto es provocado por el incremento de tiempo y gracias a eso nos pudimos constatar que el material se consolido mejor a una hora de manera que se evitan o eliminando poros.

En estas micrografías también se aprecian dos fases, una fase gris la cual es considerada como el material base en este caso de Alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) y una fase blanca nos da indicios de que está compuesta por el material de refuerzo en este caso Plata (Ag) y que gracias al resultado de EDS se puede comprobar de que material está compuesto y la cual se aprecia distribuida por la superficie del material.

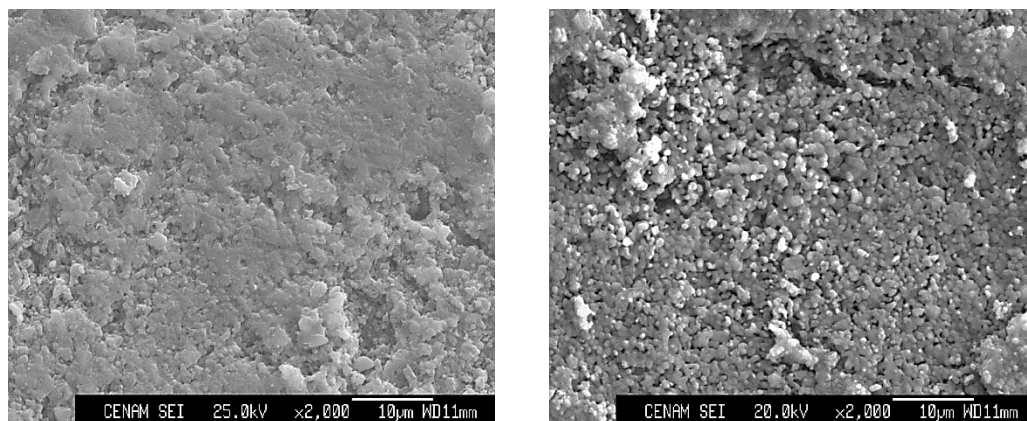


Figura 45. Micrografías SEM de los cermets  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -10% wt. Ag a  $1600^\circ\text{C}$  por 1 hora y  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -10% wt. Ag a  $1600^\circ\text{C}$  por 2 horas respectivamente

En los análisis de EDS donde se puede apreciar la composición química del material elaborado. Este análisis se le aplicó a una muestra general por cada sistema en un punto de interés o representativo.

En la Figura 46 se identifican los elementos componentes de la imagen analizada por EDS, a partir de esta información se puede apreciar que se encuentran elementos como el aluminio el cual es característico de la alúmina, también se encuentra el elemento plata, además de una intensidad de oro, esta intensidad aparece porque fue necesario cubrir la muestra por una capa de oro muy delgada con lo que se aumenta la producción de electrones y se mejora el contraste de las imágenes.

Se muestra la microestructura junto con el espectro correspondiente de la zona que fue analizada y se confirman las intensidades de Aluminio (Al), Plata (Ag), Oro (Au) y Calcio (Ca). Es lógico encontrar aluminio ya que la alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) está compuesta por óxido de aluminio, lógicamente es el pico de tamaño mayor ya que las muestras están compuestas por su mayoría de este material y el equipo capta la mayor cantidad de Rayos X característicos del mismo, de la misma manera se observan picos de menor tamaño como es el de Plata (Ag) y que nos indica que el elemento se encuentra presente en el sistema, la presencia del elemento Oro (Au) es por el preparativo de la muestra al ser analizada con el equipo y la presencia de Calcio (Ca) se atribuye a contaminación del material el cual pudo ser adquirido en la etapa de la síntesis o por la manipulación de las muestras.

De esta manera se eligió solo un sistema es el más representativo de todos los sistemas elaborados.

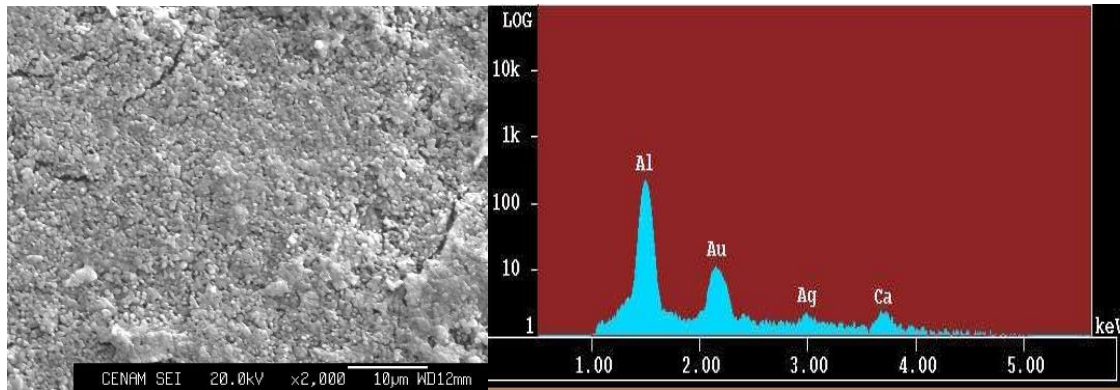


Figura 46. Micrografía SEM y espectro EDS del sistema de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -5% wt a  $1600^\circ$  una hora.

De acuerdo a lo analizado y discutido anteriormente permite decir que la formación de cermet se efectuó a través de la sinterización en estado líquido gracias a la técnica de metalurgia de polvos lo cual es viable a las condiciones establecidas.

Es decir, gracias al fenómeno físico de difusión que permite la formación de estos compuestos considerando que la alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) es un material que alcanza un alto punto de fusión, con mayor porcentaje en la composición de los sistemas y la temperatura de sinterización utilizada fue al 90% y 95% del punto de fusión de este material, se tiene la energía suficiente para que la difusión de la Plata (Ag) la cual en este punto ya es líquida, lleve a cabo y logre consolidar el material y así se difunda homogéneamente para formar el material compuesto.

## 6.- CONCLUSIONES

De acuerdo a los objetivos planteados en este trabajo de investigación, se estableció la ruta para la manufactura y procesamiento de materiales avanzados cermet base Alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) adicionados con partículas de plata (Ag), dando origen a la creación de un nuevo material avanzado, en el cuál, obtenemos mejoras en sus propiedades físicas y mecánicas. Analizando dichas mejoras podemos concluir lo siguiente:

El tiempo y temperatura de sinterización al igual que el porcentaje de material de refuerzo son factores muy importantes dentro de la manufactura y procesamiento de materiales avanzados, ya que intervienen de manera directa en la mejora de las propiedades de los compositos.

Conforme a los elementos mencionados anteriormente tenemos que todos los compositos tuvieron una mejora significativa en la densidad del material, pero en específico el cermet que mostro una mejor densidad de acuerdo a las variables de tiempo y temperatura de sinterización fue el cermet  $\text{Al}_2\text{O}_3 + 10\%$  Ag sinterizado a una temperatura de  $1600\text{ }^\circ\text{C}$  durante un tiempo de 2 horas, al tener una mejor densificación en este cermet, logramos reducir la porosidad del composito, ya que al tener un mayor porcentaje de partículas de refuerzo y un mayor tiempo en el tratamiento térmico se alcanzó una mejor distribución homogénea del material de refuerzo en la matriz cerámica. Esto lo podemos observar en las micrografías tomadas por MO donde se manifestaron las fases morfológicas de material y la dispersión de las partículas metálicas en la base cerámica

Los nuevos materiales avanzados también sufrieron cambios en sus propiedades mecánicas como lo es la dureza y tenacidad a la fractura. El composito  $\text{Al}_2\text{O}_3 + 10\%$  Ag sinterizado a la temperatura y tiempo máximo de estudio establecido en esta

## 6.- CONCLUSIONES

---

investigación resulto con mejor comportamiento presentando una dureza de 1109 HV, seguido del composito  $\text{Al}_2\text{O}_3 + 5\% \text{Ag}$  sometido a las mismas condiciones mostrando una dureza de 1010 HV, esto se debe a que los compositos mencionados obtuvieron un mayor porcentaje de densificación en relación al porcentaje de peso del material de refuerzo.

En cuanto a la tenacidad a la fractura de los cermets fabricados tenemos que el sistema  $\text{Al}_2\text{O}_3 + 5\%$  sinterizado a  $1600\text{ }^\circ\text{C}$  durante 2 horas mostro un mayor valor de tenacidad haciendo que este material sea viable ante la propagación de la grieta ya que tiene una mayor capacidad de absorber energía antes de que se genera la fractura cuando son sometidos a esfuerzos.

Es factible la fabricación de nuevos materiales base  $\text{Al}_2\text{O}_3$  con adiciones de partículas de Ag mediante la molienda mecánica, ya que se obtuvo un material compuesto en el cuál se mejoraron las propiedades físicas y mecánicas que la base cerámica por sí sola no tiene.

## 7.- BIBLIOGRAFÍA

1. José G. Miranda Hdz. “Efecto del contenido de Cu en las propiedades mecánicas y resistencia eléctrica de un material compuesto base  $Al_2O_3$ ” Tesis maestría, UAM-AZC México 2006.
2. Coca. Rebolledo P. y Rosique Jiménez J. “Ciencia de Materiales Teoría-Ensayos-Tratamientos”. 1993. Ediciones Pirámide
3. S. J. Ko, K. H. Min, Y. D. Kim and I-H.”A study on the fabrication of  $Al_2O_3/Cu$  nanocomposite and its mechanical Properties” Journal of Ceramic Processing Research. Vol. 3, No. 3, pp. 192~194 (2002).
4. J. Guerrero, R. Esquivel, J.G. Cabañas. y D. Jaramillo. “Aleado mecánico” Publicación interna, ESQUIE-IPN México 1997.
5. S. J. Ko, K. H. Min, Y. D. Kim and I-H.”A study on the fabrication of  $Al_2O_3/Cu$  nanocomposite and its mechanical Properties” Journal of Ceramic Processing Research. Vol. 3, No. 3, pp. 192~194 (2002).
6. B. Valdez, M Schorr. “Biomateriales para la rehabilitación del cuerpo humano.”  
[www.conacyt.mx/comunicacion/revista/ArticulosCompleto/C\\_Biomateriales.html](http://www.conacyt.mx/comunicacion/revista/ArticulosCompleto/C_Biomateriales.html). CONACyT. (2005).
7. José G. Miranda, “Síntesis y Caracterización Mecánica de Materiales Funcionales Oxido-Metal-Nitruro” Tesis de doctorado UAM, México D.F. 2011.
8. J. K. Wessel, The Handbook of Advanced Materials, John Wiley & Sons, 2004.
9. D. Freitag, Progress and Oportunities in the Development and Application of Advanced
10. JURADO López Ma. Belén, “Cerámicas Avanzadas”, Revista Spin Cero, pp. 52-55.

11. T. Suehiro, J. Tatami, T. Meguro, S. Matsuo, and K. Komeya, "Synthesis of Spherical AlN Particles by Gas-Reduction-Nitridation Method," J. Eur. Ceram. Soc., 22 [4] 521–26 (2002).
12. K. Niihara, "Interface Structure of Ceramic/Metal Nanocomposites" The American Ceramic Society, Westerville, OH, pp. 243-251 (1991).
13. José G. Miranda-Hernández, Socorro Moreno-Guerrero, Ana B. Soto-Guzmán, Enrique Rocha-Rangel." Production and characterization of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Cu composite materials". Journal of Ceramic Processing Research. Vol. 7, No. 4 (2006).
14. M. Sternizke, M. Knechtel, M. Hoffman, E. Broszeit and J. Rodel, Wear Properties of Alumina/Aluminum Composites with Interpenetrating Networks, J. Am. Ceram. Soc., Vol 79, 1996
15. E. Rocha Range, C. Vilchis-Pacheco, Fabrication and Consolidation of NiAl/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Composites Using Simultaneously In-Situ Displacement reactions and Hot Pressing, Proceedings 5th International Conference on High-Temperature Ceramic Matrix Composites – HTCMC5, Sept. 12-16, 2004, Seattle, USA, p 347-352.
16. L. Mas Gutiérrez, A. Altamirano Torres, F. Sandoval Pérez, E. Rocha Rangel, Alumina Matriz Composites With Aluminide Phases, Proceedings 5th International Conference on High-Temperature Ceramic Matrix Composites – HTCMC5, Sept. 12-16, 2004, Seattle, USA.
17. D. B. Price, R. E. Chinn and T. K. Brog, Fracture Toughness and Strength of 96% Alumina, Am. Cera. Bull., Vol 76, No. 5, 1997.
18. M. Sternizke, M. Knechtel, M. Hoffman, E. Broszeit and J. Rodel, Wear Properties of Alumina/Aluminum Composites with Interpenetrating Networks, J. Am. Ceram. Soc., Vol 79, 1996
19. T. Sekino, T. Nakajima, S. Ueda and K. Niihara, Reduction and Sintering of a Nickel-Dispersed-Alumina Composite and its Properties, J. Am. Ceram. Soc., Vol 80, 1997.
20. R. E. Loehman, K. Ewsuk and P. Tomsia, Synthesis of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Al Composites by Reactive Melt Penetration, J. Am. Ceram. Soc., Vol 79 (No. 1), 1996.

## 7.- BIBLIOGRAFÍA

---

21. Sergio Moya” La revolución científica de los materiales avanzados” Ciencia y Desarrollo, Sep-oct., 2004, vol. 30, No. 178. pp. 34 -54.
22. James K. Wessel. “Hanbook of Advanced Materials”. Chapter 10, pp 466 – 482 (2004)
23. Abajo Clemente Carolina, “Estudio de los tratamientos térmicos de un material compuesto base hierro reforzado con TiCN”, Proyecto fin de Carrera, Universidad Carlos III de Madrid, octubre 2009.
24. Jesús Ángel Peñaloza Nieblas, “Elaboración de materiales compuestos a base de fibras orgánicas con posibles aplicaciones aeronáuticas”, Tesis de Licenciatura, Instituto Politécnico Nacional, enero 2015.
25. Francisco Javier Pérez López, “Diseño, prensado y características mecánicas de laminados cermet (TiC0.5N0.5) Metal duro (WC-Co)”, Proyecto fin de carrera Universidad de Sevilla, 2014.
26. D. Hull, T. W. Clyne, “An Introduction to Composite Materials”, Cambridge Solid State Science Series, 1996.
27. University of Cambridge department of engineering <[www-materials.eng.cam.ac.uk](http://www-materials.eng.cam.ac.uk)> [Consulta Mayo 2009].
28. Smith, W. F., “Fundamentos de la Ciencia e Ingeniería de Materiales”, Ed. Mc Graw Hill, España (2004).
29. Germán Morales Antigüedad, “Procesado y caracterización de materiales compuestos de matriz polimérica reforzados con nanofibras de carbono para aplicaciones tecnológicas”, Memoria para optar al grado de doctor, Universidad Complutense de Madrid, 2008.
30. Alberto Moral Borque, Marar Nogueira López, “Materiales de Última Generación y Materiales Eficientes”, junio 2007.
31. CALLISTER, W. 2014. Introducción a la Ciencia e Ingeniería de los Materiales. Novena. Estados Unidos: John Wiley & Sons; Inc, 2014. ISBN: 978-118-32457-8. Pag.551.
32. Tixe Subina Joffre Marcelo, Vistín Bastidas Jhonatan Davis, “Aplicación de los materiales compuestos para la formación de guardabarros y tapas

- laterales de una mata de 125CC, 4 tiempos”, Tesis de Licenciatura, Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, Ecuador 2015.
33. Marisol Martínez Sánchez, “Obtención de alúmina a partir del reciclado de latas de aluminio en medio ácido en Poza Rica, Veracruz”, Tesis de Licenciatura, Universidad Veracruzana, 2013.
34. Marta Suárez Menéndez, “Materiales Cerámicos Policristalinos de  $Al_2O_3$  y YAG con Funcionalidad Óptica”, Tesis Doctoral, Universidad de Oviedo. (2009).
35. M. F. de Riccardis, D. Carbone, E. Piscopiello, M. Vittori Antisari, “Electron beam treatments of electrophoretic ceramic coatings”, Applied Surface Science, 254 1830-1836 (2008).
36. J. Andertová, R. Tláškal, M. Marysake, J. Havrda, “Functional gradient alumina ceramic materials-Heat treatment of bodies prepared by slip casting method”, Journal of the European Ceramic Society, 1325-1331 (2007).
37. Heidy Lorena Calambás Pulgarín, “Materiales Compuestos de Alúmina – Zirconia para aplicaciones biomédicas”, Tesis Doctoral, Universidad Nacional de la Plata, Argentina 2014.
38. Randall M. German. “Powder Metallurgy Science”, MPIF, 2 ED. New Jersey
39. Ainhoa Moreno Sánchez, “Desarrollo de Aceros Sinterizados con Nanofibras de Carbono”, Tesis Licenciatura, Escuela Politécnica Superior, Julio 2011.
40. Powder Metallurgy Cermets and Cermented Carbides, Powder metal technologies and applications, Vol 7 ASM Handbook, 1998.
41. José M. Córdoba Gallego, “Reacciones de auto-propagación inducidas mediante energía mecánica (MSR) Sistema metal T-carbono-nitrógeno”, tesis doctoral, Universidad de Sevilla, abril 2007.
42. Fredy Eli Tapia Pineda, “Obtención de Nanopartículas de Mo a Partir de la Molienda y Reducción Térmica de  $MoO_3$ ”, Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, diciembre 2005.
43. Juan Carlos Cante Terán “Simulación numérica de procesos de compactación de pulvimateriales. Aplicaciones de técnicas de cálculo paralelo”, Tesis Doctoral, Universidad Politécnica de Catalunya, abril 1995).

44. Joel S. Hirschhorm, "Introduction to Powder Metallurgy" APMI (American Powder Metallurgy Institute) 1969.
45. Peñafiel Vercher J. Nuevas Técnicas de Lubricación y Mezclado de Polvos en Pulvimetalurgia de Aceros, Tesis de Doctorado, Departamento de Ingeniería Química y Metalurgia.
46. Viswanathan, V., et al., Challenges and advances in nanocomposite processing techniques. Materials Science & Engineering R-Reports, 2006. 54(5-6): p. 121-285.
47. Camilo Marín villar, "Pulvimetalurgia En Busca de Nuevos Materiales", Artículo, Revista Metal Actual. (diciembre, 2010), págs. 4-9.
48. Andrej Salak. "Ferrous Powder Metallurgy". Cambridge International Publishing (1995). Págs.: 1-149.
49. Sebastián Díaz Becerro, "Diferentes aspectos de la metalurgia de polvos", Revista digital para profesionistas de la enseñanza, N° 3, 2009, Andalucía.
50. Fabián Botello Villa, "Manufactura y procesamiento de aleaciones nanoestructuradas Zinc-Níquel por molienda mecánica", Tesis de licenciatura, Universidad Autónoma del Estado de México, junio 2016.
51. Beatriz Núñez González, "Influencia de la molienda de alta energía en la cinética de sinterización por descarga eléctrica pulsada de cerámicos de ultra-altas temperaturas basados en ZrC", Universidad de Extremadura, tesis doctoral, 2013.
52. Francisco Javier Pérez López, "Diseño, procesado y características mecánicas de laminados Cermet ( $TiC_{0.5}N_{0.5}$ ) / Metal duro (WC-Co)", Proyecto fin de carrera, Escuela superior de Ingenieros Sevilla, Sevilla 2014.
53. Autor no definido, "Tema 14.- Sinterización en presencia de fase-líquida (LPS)." Universidad de Oviedo.
54. Richard J. W., Spencer B.A., McCoy L.F., Carina E., Washington J., Edgar P., Rosenblatt J., Goodheart R., Hegggers J.P. Acticoat versus silverlon: the truth. Journal of Burns and Surgical Wound Care, 1 11-20 (2002).

55. Castellano J.J., Shafii S.M., Ko F., Donate G., Wright T.E., Mannari R.J., Payne W.G., Smith D.J., Robson M.C, “Comparative evaluation of silver containing antimicrobial dressings and drugs”, *International Wound Journal*, 4 (2) 114-22 (2007).
56. Li Y.C., Wang C.P., Hu P.F., Liu X.J. A method for synthesizing the core (Ag)/shell (PST) composite nanoparticles. *Materials Letters*, 63 (20) 165961 (2009).
57. Stone J., Fifield K., Beer J., Vonmoos M., Obrist C., Grajcar M., Kubik P., Munscheler R., Frinkel R., Caffee M., “Co-precipitated silver-metal oxide aggregates for accelerator mass spectrometry of  $^{10}\text{Be}$  and  $^{26}\text{Al}$ ”, *Nuclear instruments and methods in physics research B*, 223-224 272-7 (2004).
58. Suryanarayana, C., ed. *Mechanical Alloying and Milling*. Ed. M. Engineering. 2004, Marcel Dekker: New York.
59. Paula Alvaredo Olmos, “Nuevos materiales tipo cermet de matriz Fe: Estudio de la composición, microestructura y propiedades”, Tesis doctoral, noviembre 2012.
60. M. J. Donachie, *Titanium. A Technical Guide*, 2nd Edition ed. Ohio, USA, ASM International, pp. 1-137, 2000.
61. A. Bose and W. B. Eisen, *Hot Consolidation of Powders & Particulates*. Princeton, USA, Metal Powder Industries Federation, pp. 1-88, 2003.
62. K. T. Kim and H. C. Yang, "Densification Behavior of Titanium Alloy Powder during Hot Pressing", *Materials Science and Engineering A*, vol. 313, pp. 46-52, 2001.
63. Leandro Bolzoni, "Diseño y procesado de aleaciones de titanio mediante técnicas pulvimetalúrgicas avanzadas", Tesis doctoral, Leganés 2011.
64. Howard A. Kuhn, Alan Lawley, “Powder Metallurgy Processing, New Techniques and Analyses”, ACADEMIC PRESS, New York, 1978, Chapter 2 “Triaxial Stress State Compaction of Powders” págs. 33-47.