

# ÍNDICE GENERAL

---

Resumen	Página
Abstract	i
	v

## **CAPÍTULO 1- INTRODUCCIÓN A LOS COMPUESTOS DE MATRIZ METÁLICA (MMC) Y DEFINICIÓN DE TEMAS DE TESIS**

1.1-	INTRODUCCIÓN	1
1.1.1-	Los materiales compuestos	1
1.1.2-	Clasificación de los materiales compuestos de matriz metálica	3
1.1.3-	Orientación de los refuerzos dentro de la matriz	4
1.1.4-	Fibras largas, fibras cortas e interfase	5
1.1.5-	Las aplicaciones de los MMC	6
1.1.5.1-	Aplicaciones estructurales	6
1.1.5.2-	Aplicaciones eléctricas y electrónicas	7
1.1.5.3-	Aplicaciones para altas temperaturas	7
1.2-	ALGUNOS MÉTODOS DE OBTENCIÓN DE MMC	8
1.2.1-	Métodos en estado sólido	9
1.2.1.1-	Pulvimetalurgia	9
1.2.1.2-	Hot-pressing (HP)	10
1.2.1.3-	Otros Métodos	11
1.2.1.4-	Métodos complementarios	11
1.2.1.4.1-	Extrusión	11
1.2.2-	Métodos en estado líquido: infiltración metálica o squeeze casting (SC)	12
1.3-	OBJETIVOS GENERALES, PARTICULARES, MOTIVACIONES Y DESARROLLO DE LA TESIS	14
	REFERENCIAS	17

## **CAPÍTULO 2- TÉCNICAS EXPERIMENTALES**

2.1-	LOS MATERIALES PARA PULVIMETALURGIA	21
------	-------------------------------------	----

## Índice general

---

	Página	
2.1.1-	Los polvos metálicos	21
2.1.1.1-	Polvos de Al puro	22
2.1.1.2-	Alumix 13	26
2.1.1.3-	Polvos de plata	27
2.1.2-	Los refuerzos cerámicos	28
2.1.2.1-	Fibras de carburo de silicio Nicalon	28
2.1.2.2-	Fibras de $\delta$ -alúmina Saffil	31
2.1.2.3-	Partículas submicrónicas de $\alpha$ -alúmina	33
2.2-	OBTENCIÓN DE MUESTRAS FINALES	34
2.2.1.1-	Composición de los MMC	34
2.2.1.2-	Mezcla de polvos y refuerzos	35
2.2.1.3-	Secado	36
2.2.2-	Obtención de muestras PM	37
2.2.2.1-	Compactación en frío (CP)	38
2.2.2.2-	Hot pressing (HP)	40
2.2.2.2.1-	Dispositivo	40
2.2.2.2.2-	Procedimiento	41
2.2.2.3-	Extrusión	42
2.2.2.3.1-	Matriz utilizada para la extrusión de mezcla Alumix 13-20% de fibras Saffil	42
2.2.3-	Obtención de muestras por inyección metálica (SC)	44
2.2.3.1-	Caracterizaciones de muestras SC en condición "as made"	47
2.2.3.1.1-	Módulo de corte	47
2.2.3.1.2-	Tensiones residuales	48
2.3-	TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN	48
2.3.1-	Densidad final $D_F$ de las muestras	49
2.3.2-	Caracterizaciones superficiales	49
2.3.2.1-	Cortes, pulidos y preparación de superficies metalográficas	49
2.3.2.2-	Microscopía óptica (MO)	50
2.3.2.3-	Microscopía electrónica de barrido (SEM)	50
2.3.2.3.1-	Equipo SEM	52
2.3.2.3.2-	Analizador dispersivo de energía (EDS)	53
2.3.3-	Caracterizaciones volumétricas	53

	<b>Página</b>
2.3.3.1-	Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM) 53
2.3.3.1.1-	Equipo TEM 53
2.3.3.1.2-	Preparación de muestras 55
2.3.3.2-	Dilatometría 57
2.3.4.-	Técnicas complementarias 59
2.3.4.1-	Difracción de rayos x (XRD) 59
2.3.4.2-	Macro y microdureza 59
2.4-	<b>DEFORMACIÓN A ALTA TEMPERATURA</b> 61
2.4.1-	Ensayos de creep en compresión 62
2.4.2-	Obtención de probetas de compresión 63
2.4.3-	Dispositivo de compresión 63
2.4.4-	Metodología de los ensayos 64
2.4.5.1-	Ensayos de creep interrumpidos por templado con agua (QC) 66
2.4.5.2-	Procedimiento de templado (QC) 67
2.5-	<b>MANEJO EXPERIMENTAL, CUIDADOS Y ADVERTENCIAS</b> 68
2.5.1-	Recomendaciones sobre el manejo y uso de materiales PM 68
2.5.2-	Entrenamiento y seguridad 68
	<b>REFERENCIAS</b> 68

**CAPÍTULO 3- ASPECTOS TEÓRICOS SOBRE DENSIFICACIÓN  
DE MATERIALES METÁLICOS DE PULVIMETALURIA Y CONCEPTOS  
DE MECANISMOS DE DEFORMACION EN CALIENTE (CREEP)**

3.1-	<b>INTRODUCCIÓN: densificación, procesos, etapas y mecanismos</b> 71
3.1.1-	Definiciones básicas 75
3.1.2-	Procesos actuantes en un material en la PM 75
3.1.2.1-	Compactación 75
3.1.2.2-	Sinterización 76
3.2-	<b>ASPECTOS FUNDAMENTALES DE LA SINTERIZACIÓN</b> 78
3.2.1-	Las etapas durante la sinterización por difusión en estado sólido (SSS) 78
3.2.1.1-	Etapas 0 79
3.2.1.2-	Etapas 1 o etapa inicial (E1 o EI) 79
3.2.1.3-	Etapas 2 o etapa intermedia (E2 o EM) 78

## Índice general

	Página	
3.2.1.4-	Etapa 3 o etapa final (E3 o EF)	79
3.2.2-	Los mecanismos de sinterización en estado sólido (SSS)	79
3.2.3-	La fuerza impulsora total	80
3.3-	ALGUNOS MECANISMOS DIFUSIVOS EXPLÍCITOS DURANTE LA SSS	81
3.3.1-	Etapa inicial	81
3.3.2-	Etapa inicial en la densificación mediante difusión por bordes de grano en condiciones isotérmicas	82
3.3.3-	Etapa inicial de densificación a velocidad de calentamiento constante (CHR) mediante difusión por bordes de grano o difusión volumétrica	82
3.3.4-	Etapa intermedia	83
3.3.4.1-	Etapa intermedia en condiciones de velocidad de calentamiento constante (CHR)	83
3.3.5-	Modelo de densificación para distintas velocidades de calentamiento para SSS	83
3.4-	LOS MECANISMOS DE DENSIFICACIÓN MEDIANTE DEFORMACIÓN PLÁSTICA	84
3.4.1-	Respuesta mecánica de los materiales: modelos de comportamiento simple	84
3.4.2-	Criterios de fluencia	86
3.4.3-	Modelos plásticos de densificación	87
3.4.3.1-	Los modelos fenomenológicos semiempíricos	87
3.4.3.1.1-	Konopicky – Shapiro	87
3.4.3.1.2-	Kawakita–Lüdde	89
3.4.3.1.3-	Panelli–Ambrozio	90
3.4.3.2.1-	El modelo plástico de arreglo aleatorio de esferas durante la etapa inicial	90
3.4.3.2.2-	Modelo de la esfera hueca de Torre y Hewitt – Wallace – Malherbe	92
3.4.3.2.3-	Power-Law Creep (PLC)	94
3.5-	DISCUSIÓN DE LOS PROCESOS DENSIFICATORIOS	96
3.5.1-	La inhibición de los procesos difusivos debido a capas oxidadas	96
3.5.2-	Los mecanismos difusivos con presión externa	99
3.5.3-	Validez y aplicabilidad de los modelos plásticos de densificación	99
3.6-	DISTRIBUCIÓN ESPACIAL DE LA DENSIDAD EN UN	

		Página
	COMPACTO PRENSADO AXIALMENTE	103
3.6.1-	La compactación axial	103
3.6.2-	Modelo de compactación local en una matriz cilíndrica	104
3.7-	DEFORMACIÓN PLÁSTICA POR CREEP	107
3.7.1-	El fenómeno de Creep.	107
3.7.1.1-	Etapas Inicial o creep transiente o primario	109
3.7.1.2-	Etapas estacionaria o creep secundario	109
3.7.1.3-	Etapas final o creep terciario	109
3.7.2-	Descripción fenomenológica del creep: ecuaciones constitutivas	111
3.7.2.1-	Dependencia con la tensión aplicada: <i>Power Law Creep</i>	112
3.7.2.2-	Dependencia con la temperatura: energía de activación	112
3.7.2.3-	Mecanismos de dislocaciones en el creep	114
3.7.2.4-	Dependencia con la subestructura cristalina	114
3.7.2.5-	Mecanismos a temperaturas elevadas e intermedias	115
3.7.2.6-	Mecanismos difusivos	117
3.7.3-	Otros comportamientos del tipo PLC	117
3.7.4-	La variación de las constantes elásticas	118
3.7.5-	Tensión umbral (" <i>threshold stress</i> ")	119
3.8-	CONCLUSIONES	120
	REFERENCIAS	122

**CAPÍTULO 4 - DENSIFICACIÓN PLÁSTICA MEDIANTE  
COMPACTACIÓN EN FRÍO Y HOT PRESSING**

4.1-	INTRODUCCIÓN	130
4.2-	CARACTERIZACIÓN DE LA COMPACTACIÓN EN FRÍO	130
4.2.1-	Experimental	130
4.2.2-	Las curvas de compactación para polvo de Al puro	132
4.2.3-	Los mecanismos plásticos durante la compactación	133
4.2.3.1-	Al puro	133
4.2.3.2-	Compactación de materiales base Alumix 13	137
4.2.4-	Microestructura final de los compactos	142
4.2.5-	Discusión del proceso de densificación	146

## Índice general

	Página	
4.2.5.1-	La compactación	146
4.2.5.2-	La evolución de la microestructura	147
4.2.5.3-	Las propiedades mecánicas y los mecanismos plásticos	148
4.2.6-	Efectos de $L/\phi$	153
4.2.6.1-	Evolución de la tensión y la densidad local	153
4.2.6.1.1-	Tensiones $\sigma_z(r, z)$	154
4.2.6.1.2-	Densidad relativa $D(r, z)$	157
4.2.6.2-	Corrección de la presión para los gráficos MK	158
4.2.7-	Sinterización dilatométrica de compactos Al99-x	163
4.3-	HOT PRESSING DE MATERIALES PM BASE AL PURO	166
4.3.1.1-	Introducción	166
4.3.1.2-	Experimental	167
4.3.2-	Las curvas HP	167
4.3.3-	Las curvas de ajustes correspondientes al mecanismo MK	173
4.3.3.1-	Aluminio puro	173
4.3.3.2-	Aluminio -Nicalon	176
4.3.3.3-	Aluminio-Saffil	178
4.3.3.4-	Corrección por efectos $L/\phi$	180
4.3.4-	Ajustes según el modelo de Kawakita	181
4.3.5-	Densificación isobárica IS	183
4.3.6-	Microestructura final de las muestras HP	187
4.3.6.1-	Muestras de Al sin reforzar	187
4.3.6.2-	Muestras de MMC - matriz Alfa 99	189
4.3.6.3-	Muestras de MMC AS081-Nicalon	191
4.3.6.4-	Muestras de MMC AS081-Saffil	193
4.3.7-	Discusión sobre el hot pressing	193
4.3.7.1-	Efectos del tipo de fibras, del contenido volumétrico y de las características geométricas	193
4.3.7.2-	Efectos de los polvos elementales de Al puro	197
4.3.7.3-	Preponderancia del mecanismo Konopicky sobre Kawakita a altas temperaturas	200
4.4-	CONCLUSIONES	202
	REFERENCIAS	206

**CAPÍTULO 5 - SINTERIZACIÓN Y HOT PRESSING  
CON PRESENCIA DE FASE LÍQUIDA  
EN EL SISTEMA Al-4.5Cu-0.5Mg-0.2Si**

5.1-	INTRODUCCIÓN	211
5.1.1-	Procesos durante la sinterización	213
5.2-	ESTUDIOS DE SINTERIZACIÓN SIN PRESIÓN DE MUESTRAS COMPACTADAS EN FRÍO Y OTRA EXTRUIDA A 420°C	216
5.2.1-	Materiales	216
5.2.2-	Procesamiento	217
5.2.3-	El crecimiento lineal o “ <i>swelling</i> ”	219
5.2.4-	La contracción lineal o “ <i>shrinkage</i> ”	220
5.2.5-	Comportamiento dilatométrico de expansión térmica durante el calentamiento y posterior enfriamiento de muestras con y sin refuerzo	222
5.2.6-	Microestructura	228
5.2.6.1-	Material compactado en verde	228
5.2.6.2-	Muestras templadas (QC)	229
5.2.7-	Análisis y discusión	231
5.2.7.1-	La compactación y los parámetros de sinterizado	231
5.2.7.2-	Evolución de la microestructura	232
5.2.7.3-	Los procesos asociados a la fase líquida	234
5.2.7.4-	Efectos de las fibras	237
5.2.8 -	Mediciones adicionales	240
5.2.8.1-	Microdureza Vickers	240
5.2.8.2-	Difracción de rayos x	241
5.3-	ESTUDIOS DE HOT PRESSING ISOTÉRMICO A $T > T_{EU}$	243
5.3.1-	Introducción	243
5.3.2-	Densificación durante el hot pressing (HP)	244
5.3.2.1-	Materiales	244
5.3.2.2-	Metodología de los ciclos de hot pressing	244
5.3.2.3-	Densificación durante la rampa de presión (RP)	246

	Página	
Densificación durante la etapa isobárica (IS)	250	
Microestructura de las muestras finales HP	252	
Muestras A13-x	252	6.2.1.1-
Muestras A13S5-x	255	6.2.1.2-
Análisis y discusión	258	6.2.2-
Efectos microestructurales del HP	258	6.2.3-
Materiales finales HP	260	6.2.4-
1- Difracción de rayos x	260	6.3-
2- Microdureza	261	6.3.1-
Mecanismos de densificación en relación a la evolución		6.3.2-
de la microestructura	263	6.3.3.1-
Viscosidad del líquido	266	6.3.3.2-
Propiedades finales de macro y microdureza	267	
Muestras "as HP"	267	
Muestras tratadas térmicamente	270	6.3.4-
Resumen de los estudios de macro y microdureza	273	6.3.5-
CONCLUSIONES	273	6.3.6-
REFERENCIAS	278	6.3.7-
		6.4. -
<b>CAPÍTULO 6 -DENSIFICACIÓN DE PARTÍCULAS DE PLATA</b>		
<b>(ESCAMAS Y POLVO SUBMICRÓNICO) CON Y SIN REFUERZOS</b>		
<b>CERÁMICOS POR MECANISMOS DIFUSIVOS</b>		
<b>CON Y SIN PRESIÓN EXTERNA</b>		
INTRODUCCIÓN	281	
Marco teórico de los efectos de deformación plástica, contribución difusiva,		7.1-
contaminación de bordes de grano y presión de gases internos ("bloating")	281	7.1.1-
Etapa inicial en la densificación isotérmica por estado sólido	283	7.1.2-
DENSIFICACIÓN SIN PRESION	284	7.1.3-
Análisis de la densificación dilatométrica de Ag pura		7.1.3.1
y con refuerzos cerámicos	284	7.1.3.2
Experimental	284	7.1.3.3-
DENSIFICACIÓN SIN PRESION	284	7.1.4-
Análisis de la densificación dilatométrica de Ag pura		7.2-



		Página
	y con refuerzos cerámicos	284
6.2.1.1-	Experimental	284
6.2.1.2-	Las curvas dilatómetricas	287
6.2.2-	Ajustes para la etapa inicial	288
6.2.3-	Densificación isotérmica a 450 °C	289
6.2.4-	Discusión relacionada a la densificación dilatómetrica	290
6.3-	<b>DENSIFICACIÓN POR PLASTICIDAD A ALTA TEMPERATURA</b>	292
6.3.1-	Las relaciones entre D y la presión externa $P_e$	293
6.3.2-	Análisis de densificación isotérmica IT mediante hot-pressing (HP) durante la rampa de presión (técnica (i))	294
6.3.3.1-	Primer análisis de densificación isobárica durante el CHR (técnica (ii))	296
6.3.3.2-	Segundo análisis densificatorio en términos lineales de $\Delta x/x_0$ durante el CHR	298
6.3.4-	Expansión térmica de la matriz y de los materiales compuestos	303
6.3.5-	Microestructura final de S10-1	304
6.3.6-	Efecto "bloating" post-HP (CHR) en Ag-1	305
6.3.7-	Densificación isobárica e isotérmica de las muestras Ag-2, S10-2 y T10-2 (técnica (iii))	308
6.4. -	<b>CONCLUSIONES</b>	310
	<b>REFERENCIAS</b>	312

**CAPÍTULO 7 - DEFORMACIÓN MECÁNICA  
A ALTAS TEMPERATURAS (CREEP)**

7.1-	ESTUDIOS INICIALES DE CREEP EN COMPRESIÓN	316
7.1.1-	Deformación de Al puro de lingote	316
7.1.2-	Aluminio refinador de grano	320
7.1.3-	Deformación de MMC obtenidos por pulvimetalurgia (PM)	321
7.1.3.1	Muestras PM reforzadas con fibras cortas Nicalon "as HP"	321
7.1.3.2	Muestras PM reforzadas con fibras cortas Nicalon forjadas	324
7.1.3.3-	Muestras PM reforzadas con fibras cortas Saffil "as HP"	326
7.1.4-	Resumen y discusión de los ensayos iniciales en materiales fundidos y PM	328
7.2-	<b>DEFORMACIÓN DE MUESTRAS INYECTADAS (SC) DE ALEACIÓN MAHLE 124</b>	329

		Página
7.2.1-	Microestructura de los materiales SC	330
7.2.2-	Ensayos de compresión de los materiales SC	330
7.2.3-	Energías de deformaciones plásticas	335
7.2.4-	Efecto de las fibras	338
7.2.5-	Comportamiento de creep	341
7.2.6-	Geometría de las probetas luego de los ensayos	342
7.2.7-	Resumen y discusión de creep en materiales SC base Mahle 124	344
7.3-	<b>CREEP DE MATERIALES PM-HP CON Y SIN REFUERZOS DE FIBRAS NICALON</b>	345
7.3.1-	Ensayos de compresión	345
7.3.2-	Comportamiento de tensión constante de "plateau"	347
7.3.3-	Estudios en materiales PM de matriz de aluminio puro A81	347
7.3.3.1-	Etapas de deformación	347
7.3.3.2-	Definición de la tensión característica $\sigma_{0,01}$	348
7.3.3.3 -	Curvas de creep $\log \dot{\gamma} - \log \tau$	349
7.3.3.4 -	Tensión umbral $\tau_0$	351
7.3.4.1-	Deformación de N5 y N11	353
7.3.4.2-	Energías de activación	355
7.3.5-	Barreling	357
7.3.6-	Microestructura final	358
7.4-	<b>ANÁLISIS FINAL DE LA DEFORMACIÓN POR CREEP EN MATERIALES PM AS081</b>	361
7.4.1-	Efectos de las fibras en N5 y N11	361
7.4.2-	Mecanismos de deformación	363
7.4.3-	Aspectos microestructurales	365
7.5-	<b>CONCLUSIONES</b>	366
	<b>REFERENCIAS</b>	368

**CAPÍTULO 8 - CONCLUSIONES FINALES Y TRABAJOS FUTUROS**

8.1-	CONCLUSIONES FINALES	371
8.2-	TRABAJOS FUTUROS	384

**APÉNDICE A.3-1**

	Página
A.3-1- Cálculo de la distribución de tensiones axiales y densidades en un compacto de radio R y altura H prensado axialmente por un pistón de acción simple (Quick Basic 4.5)	387
 <b>APENDICE A.5-1</b>	
A.5-1.1- Microestructura del extruido	393
A.5-1.2- Microdureza	394
A.5-1.3- Sinterización	395
A.5-1.3.1 Microestructura del sinterizado	395
REFERENCIAS	397