# Materiales compuestos de matriz metálica rica en Zn con alto contenido de Al y componente estructural de ZnO

J. A. Aragón<sup>*a*</sup> y J. R. Miranda<sup>*b*</sup>

<sup>a</sup>Área de Ciencia de Materiales, Depto. de Materiales, Univ. Autónoma Metropolitana, Unidad Azcapotzalco. <sup>b</sup>Depto. de Electrónica, Univ. Autónoma Metropolitana, Unidad Azcapotzalco. Av. San Pablo 180, Col. Reynosa Tamaulipas, 02200 México, D.F. e-mail: alja@correo.azc.uam.mx y jrmt@correo.azc.uam.mx.

Recibido el 7 de mayo de 2004; aceptado el 31 de marzo de 2005

Los objetivos del trabajo consisten en elaborar compuestos de matriz metálica rica en Zn con alto contendido de Al y distintos contenidos de partículas de ZnO por la técnica de metalurgia de polvos convencional, establecer el tiempo inicial de sus manufacturas, los cambios microestructurales, las propiedades mecánicas básicas de constituyentes y microestructuras, y los fenómenos básicos ocurridos durante la formación de los compuestos en función del tiempo de proceso y del contenido de ZnO. Se inició con la preparación de mezclas de polvos de Zn y Al en proporciones adecuadas para formar la liga Zn – 22 % p Al y con contenidos de ZnO en polvo de 0.0%, 0.01 %, 0.1 %, 1 % y 10% del peso total de cada mezcla. Las mezclas fueron después compactadas con una carga de 16 toneladas y acetona como lubricante. El sinterizado se realizó en etapas de 15 minutos de duración a  $357^{\circ}$ C. Antes de cada etapa, las muestras fueron desbastadas, pulidas y atacadas convencionalmente. Las estructuras resultantes fueron fotografiadas. La microdureza Vickers y dureza Rockwell G fueron medidas respectivamente en integrantes y microestructuras. La presencia del ZnO en proporciones no mayores al 0.1 % en peso causa que se concentre la compresión en los polvos metálicos, lo cual mejora la difusión de las especies atómicas y, por tanto, acelera la unión entre componentes, la formación de soluciones sólidas y de la aleación de interés, produciendo un reforzamiento inicial de la matriz que parece no depender de la cantidad de óxido a tiempos cortos de proceso. Para tiempos más largos de proceso, se estableció un incremento del tamaño de los componentes y la aparición de la subestructura tipo perlita, característica de la liga Zn - 22 % p Al homogeneizada, en gran parte de las microestructuras, que causan el ablandamiento de la matriz y hacen evidente el refuerzo por ZnO. El contenido de ZnO por arriba del 0.1 % en peso retarda la formación de a liga en la matriz. El tiempo inicial de elaboración de esto se materiales es 75 minutos.

Descriptores: Compuestos de matriz metálica rica en Zn; componente estructural de ZnO; metalurgia de polvos.

The aims of this work were to elaborate composites of metallic matrix rich in Zn with high content of Al and different contents of particulate ZnO by the conventional technique of powders metallurgy; to establish initial times of theirs manufactures, structural changes, basic mechanical properties of integrants and microstructures, and basic phenomena happened during formation of this composites as a function of the process time and ZnO content. It was begun with preparation of Zn and Al powder mixes, in convenient proportions to form Zn – 22 % wt Al alloy, and powders quantities of ZnO that were 0.0%, 0.01%, 0.1%, 1% y 10% of the total weight of each mix. The mixes were after compacted with a load of 16 tons and acetone as lubricant. The sintering was made in steps of 15 minutes of duration at  $357^{\circ}$ C. Before each sintering step, the samples were conventionally grinded, polished and etched. The obtained structures were photographed. Vickers micro-hardness and Rockwell G hardness were respectively measured in constituents and microstructures. The ZnO in proportions not higher than 0.1 % wt causes that it is concentrated the compression on metallic powders. Which improves atomic species diffusion and, therefore, it accelerates the union among components, formation of solid solutions and the interest alloy, producing an initial reinforcement of the matrix that seems not to depend on the oxide quantity at short times of process. It is established an increase of integrants size and the formation of pearlite type substructure, which is characteristic of the homogenized Zn - 22 % wt Al alloy, in a considerable proportion of the microstructures at longer process times. This causes a softening of the matrix and then it is evident the reinforcement caused by ZnO. The ZnO content above 0.1 % wt. delays the alloy formation in matrix. The minimal time for elaboration of these materials is 75 minutes. *Keywords:* Composites of metallic matrix rich in Zn; structural component of ZnO; powders metallurgy.

PACS: 81.20.Ev; 81.20.Jz; 81; 61.20.Lc

## 1. Introducción

Las aleaciones ricas en Zn con alto contenido de Al y adiciones pequeñas de elementos de aleación, han sido ampliamente investigadas en los últimos años [1,2,3]. Las ligas de este tipo que han sido elaboradas tomando como base la aleación de composición Zn – 22 % p Al, han recibido mayor atención porque dicho metal binario presenta la propiedad de superplasticidad [4,5], la cual tiene atractivo tecnológico, bajo condiciones estructurales y rapidez de aplicación de carga específicas. Algunas de estas aleaciones, nombradas ZA, presentan propiedades convenientes para aplicaciones de soporte y desgaste como para sustituir algunos bronces comerciales [6]. En consecuencia, estos materiales tendrán posiblemente mejores propiedades para dichas aplicaciones si son elaborados con tipos y cantidades adecuados de reforzamientos, como para obtener materiales compuestos.

La técnica de metalurgia de polvos (P/M) es considerada adecuada, rápida y barata, no obstante el gran número de técnicas distintas que se han propuesto hasta el momento para la elaboración de gran cantidad de materiales compuestos de matriz metálica [7]. Esta técnica es superada tan sólo por la de infiltración del metal líquido [8]. Técnica que junto con la de deformación del metal en estado semisólido fueron ya evaluadas para la manufactura de materiales compuestos de matriz Zn – Al con polvos de SiC o fibras cortas de alúmina [9].

En este artículo se reporta la elaboración de materiales compuestos de matriz metálica rica en Zn y alto contendido de Al y diferentes contenidos de ZnO en forma de partículas por la técnica P/M convencional. Se establecen el tiempo inicial para sus manufacturas, los cambios microestructurales, las propiedades mecánicas básicas de constituyentes y microestructuras y los fenómenos básicos ocurridos en función del tiempo y el contenido de ZnO durante la formación de estos materiales, que complementan lo establecido en un trabajo previo [10].

## 2. Desarrollo experimental

Los polvos de Zn, Al y ZnO empleados tenían pureza grado reactivo, formas y tamaños promedios de partículas similares a los usados en trabajos anteriores [10, 11].

Pares de muestras de polvos fueron preparados, pesando cantidades adecuadas de los elementos metálicos y óxido de cinc en una balanza analítica con una precisión de 0.0001g. Los polvos metálicos estaban en las proporciones 78 % p Zn y 22 % p Al en cada muestra, y tenían partículas de ZnO en cantidades que representaban el 0.0 %, 0.01 %, 0.1 %, 1 % o 10 % del peso total de 50g de cada muestra.

Las muestras de polvos fueron mezcladas por separado a velocidad constante durante cinco minutos y compactadas posteriormente con una carga de 16 toneladas y 5ml de acetona como lubricante: sustancia que fue elegida sobre la base de los resultados obtenidos en un trabajo anterior [12]. En la compactación se usaron una prensa manual y herramental para compactación simple que fueron construidas [11] para tal fin según norma ASTM B – 312. Posteriormente, se eligió una briqueta de cada par y el resto de compactos se conservó para imprevistos en un desecador.

Los compactos elegidos fueron sinterizados juntos en una atmósfera de gas argón y en etapas de 15 minutos de duración cada una a la temperatura constante de 357 °C. Se empleó en este proceso un horno Adamel de atmósfera controlada que tiene accesorios y bombas para calentar al vacío y sistema de enfriamiento por agua; la temperatura de sinterizado de 357 °C se obtuvo al considerar una temperatura homóloga de 0.8, respecto a la temperatura de fusión de la aleación Zn - 22 % p Al.

En cada una de las etapas de sinterizado, se evacuó primero la cámara del horno, con las briquetas adentro, hasta lograr la presión de  $10^{-4}$  torr para extraer el aire y sustancias volátiles en poros abiertos de briquetas. El argón se introdujo después en la cámara y se mantuvo a una presión 40 torr por encima de la presión atmosférica. Las muestras se calentaron desde la temperatura ambiente hasta los 357 °C en aproximadamente 15 minutos, se mantuvieron 15 minutos a esta temperatura y se enfriaron en el horno.

Antes de iniciar cada etapa de sinterizado, una cara de cada briqueta o muestra seleccionada fue preparada y ata-

cada convencionalmente para revelar su microestructura: se emplearon lijas y alúmina de distintas granulometrías, paños de *micro-cloth* y alcohol como lubricante en el desbaste y pulido; la sustancia de ataque químico fue: 1ml de ácido clorhídrico, 1ml de ácido fluorhídrico y 18ml de alcohol etílico.

Las microestructuras obtenidas fueron coloreadas artificialmente - empleando la técnica Nomarsky para incrementar su nitidez - analizadas y fotografiadas a distintos aumentos en un microscopio óptico Olympus PMG3. Se determinó también la microdureza Vickers de los componentes, con un instrumento Micromet 2003 de Buehler, carga de prueba de 10g, y la dureza Rockwell G en briquetas o muestras con un equipo Mitutoyo.

### 3. Resultados

#### 3.1. Microestructuras

Los integrantes de microestructuras ricos en Zn, Al o de Al puro adquieren respectivamente una tonalidad clara, gris o negra al ser atacados por el reactivo empleado para revelar las estructuras.

En las Figs. 1, 2, 3, 4 y 5 se presentan series de fotomicrografías que muestran el desarrollo de las microestructuras en probetas con los distintos contenidos de ZnO al incrementar el tiempo de sinterizado.

Las microestructuras de briquetas estaban integradas por componentes uniformemente distribuidos que tenían contornos bien definidos. El ZnO formaba cúmulos que incrementaron de tamaño con el contenido de este compuesto.

En la briqueta sin óxido, los constituyentes metálicos presentaron formas y dimensiones semejantes a las de partículas de polvos sin compactar. En compactos con 0.01 % y 0.1 % en peso de ZnO, las formas de dichos componentes fueron distintas y el tamaño de integrantes de Al pareció ser mayor, porque algunos de éstos quedaron juntos, en comparación con los mismos atributos de partículas en polvos: fue evidentemente mayor la diferencia relativa de forma de integrantes de Zn en el último compacto. En briquetas con proporciones de óxido por arriba del 0.1 % en peso, los componentes de Al estaban más separados entre sí que en briquetas con menor cantidad de óxido; estos componentes fueron también más largos y menos anchos que las partículas de polvos de Al sin compactar, y la forma de componentes de Zn o Al fue parecida a la esférica o tipo roseta de los polvos respectivos.

Con el sinterizado durante 15 minutos, la microestructura de la probeta sin ZnO tenía islas grandes ricas en Zn, nombradas ZC, y regiones ricas de Al, más continuas entre sí, identificadas por ZG: las formas y dimensiones de estos integrantes fueron cercanas a las de partículas de los polvos sin compactar; la cantidad de ZC, mayor que la de ZG. En probetas con ZnO se lograron estructuras que tenían ZC, ZG, regiones con subestructura tipo perlita mal formada, nombrada perlita inicial, PI, (excepto en la muestra con 10 % en peso de ZnO) y partículas o cúmulos de ZnO entre integrantes: en



FIGURA 1. Fotomicrografias que representan las microestructuras de la briqueta y muestra sin ZnO que fue sinterizada los tiempos indicados. Microscopio óptico, 237X.



FIGURA 2. Fotomicrografias que representan las microestructuras de la briqueta y probeta con 0.01 % p ZnO que fue procesada los tiempos anotados. Microscopio óptico, 237X.



FIGURA 3. Fotomicrografias que representan las microestructuras de la briqueta y muestra con 0.1 % p ZnO que fue sinterizada los tiempos indicados. Microscopio óptico, 237X.

Rev. Mex. Fís. 51 (4) (2005) 356-364



FIGURA 4. Fotomicrografias que representan las microestructuras de la briqueta y muestra con 1 % p ZnO que fue procesada los tiempos anotados. Microscopio óptico, 237X.



FIGURA 5. Fotomicrografias que representan las microestructuras de la briqueta y muestra con 10% p ZnO que fue sinterizada los tiempos indicados. Microscopio óptico, 237X.

estas microestructuras, a diferencia de lo observado en la estructura de la muestra sin ZnO, y sin considerar la estructura de la probeta con 10 % p ZnO, la cantidad de ZC fue menor que la de ZG; la mayoría de ZC y ZG tenían formas y tamaños diferentes a los de partículas de polvos metálicos sin compactar. Mientras que las ZC y ZG tenían dimensiones y formas diversas y la cantidad de ZC fue similar a la proporción de Zn en las mezclas de polvos, en la microestructura de la probeta con el mayor contenido de ZnO.

A tiempos de sinterizado por arriba de los 15 minutos, se formaron las subestructuras tipo perlita fina o gruesa, PF y PG, en microestructuras de muestras con ZnO desde los 30 minutos de proceso; apareció además la PI en la muestra con 10% p ZnO. Se formó sólo la PF en la muestra sin ZnO a partir de los 45 minutos de sinterizado. La aparición y aumento de cantidad de estos componentes estuvieron asociados a la reducción de cantidades de ZC y ZG, que estuvieron presentes en las microestructuras hasta los 75 minutos de proceso, siendo más rápida la disminución para las ZC, excepto en las muestras sin ZnO y con 10% p ZnO, cuya eliminación de ZC fue más lenta, mucho más en la última probeta: las microestructuras en esta muestra conservaron su similitud con la de su briqueta hasta los 60 minutos de sinterizado, y una porción considerable de la microestructura inducida con el sinterizado durante 75 minutos, fue similar a la estructura obtenida en la probeta con 1 % p ZnO y sinterizada por 45 minutos. En la muestra con 0.01 % p ZnO aumentó también el tamaño de la mayoría de componentes: siendo más pronunciado este incremento en las PF y PG, desde los 45 minutos de proceso; no fue evidente el incremento de tamaño de los integrantes en la probeta con 0.1 % p ZnO; los constituyentes en la muestra con 1 % p ZnO fueron de mayor tamaño, la PG fue más basta y la PI estuvo presente en mayor cantidad que en la muestra con 0.1 % p Zn0, hasta los 75 minutos de sinterizado. En la probeta con 10 % p ZnO ocurrió primero un aumento y posteriormente un decremento de los tamaños de componentes metálicos a los 30 y 45 minutos de proceso, respectivamente. La tonalidad de los componentes en estructuras se uniformó más y por eso la distinción entre ZC y ZG fue posible sólo a 1000 magnificaciones en microscopio, en las probetas

con 0.01 %, 0.1 % y 1 % en peso de ZnO procesadas desde los 60, 30 y 45 minutos, correspondientemente.

Con el fin de evidenciar de manera cualitativa la diferencia relativa en la proporción de subestructura tipo perlita formada en las microestructuras, lo cual da cuenta de la distinta cantidad de aleación Zn – 22 % p Al que fue obtenida con el sinterizado, en la Fig. 6 se presentan fotomicrografías que fueron tomadas a mayores magnificaciones que las de Figs. 1, 2, 3, 4 y 5 para las probetas con los distintos contenidos de óxido y sinterizadas durante 75 minutos: destaca principalmente la microestructura de la probeta con el 0.1 % p ZnO, en la que se formó una mayor proporción de aleación.

La distribución del ZnO en las probetas, después de haber sido sinterizadas 75 minutos y según el contenido de óxido, se muestra en las fotografías presentadas en la Fig. 7.

#### 3.2. Durezas

Los Gráficos de micro-dureza Vickers de componentes estructurales en función del tiempo de sinterizado y para cada porcentaje de ZnO en briquetas y muestras, están en las Fig. 8, 9 y 10. En las briquetas, las partículas de Zn y Al tuvieron durezas bajas, siendo este atributo mayor en el Zn que en el Al; se estableció una ligera diferencia de dureza entre estos componentes en la briqueta sin óxido. La dureza de ambos integrantes incrementó primero considerablemente y después ligeramente con el contenido de ZnO, alcanzando los valores máximos cuando el contenido de ZnO fue del 0.1 % en peso; decreció después y aumentó de nuevo al contener la briqueta el 1 % y 10 % en peso de óxido, respectivamente: el aumento inicial de dureza fue más pronunciado en el Zn; la reducción posterior, aproximadamente en la misma proporción en ambos componentes, y el incremento último, mayor en el Al.

Al realizar la primera etapa de sinterizado, las durezas de la mayoría de integrantes metálicos aumentaron en cada muestra, en comparación con las durezas de componentes respectivos de sus briquetas, excepto las de ZC en compactos con 0.01 % y 10 % en peso de ZnO, cuyas durezas fueron ligera y pronunciadamente más bajas, respectivamente, que las del Zn puro en los compactos respectivos. Incrementos de dureza que fueron pequeños en las ZC y ZG de la probeta sin óxido, y de magnitudes que aumentaron en todos los integrantes estructurales con la proporción de óxido en las



FIGURA 6. Detalles de las estructuras de muestras con los distintos contenidos de ZnO empleados y sinterizadas 75 minutos. Es evidente la diferencia relativa en la proporción de subestructura tipo perlita formada: mayor cantidad relativa en la fotomicrografía de la muestra con 0.1 % p ZnO. Microscopio óptico, 450X.

Rev. Mex. Fis. 51 (4) (2005) 356-364



FIGURA 7. Fotografías de las probetas con los diferentes contenidos de ZnO y sinterizadas 75 minutos. Se observa la distribución del ZnO, partículas o cúmulos blancos. Microscopio estereoscópico, 6.6X.



FIGURA 8. Micro-dureza Vickers de los constituyentes en las briquetas y muestras con 0.0 % y 0.01 % en peso de ZnO como una función del tiempo de sinterizado. Los puntos se unieron con curvas suavizadas para mejorar la comprensión. Al, aluminio puro; Zn, cinc puro; ZG y ZC, zonas grises y claras ricas en Al y Zn, respectivamente; PF, PG y PI, subestructuras tipo perlita fina, gruesa e inicial.

muestras: se estableció el aumento máximo de dureza en las ZC de probetas con contenidos entre 0.1 % y 1 % en peso de óxido; el mayor valor de dureza de la PI en la muestra con 0.1 % p ZnO, y el incremento de dureza de mayor grado de ZG en la muestra con 1 % p ZnO. Y fueron de menor magnitud los aumentos de dureza en estos componentes en muestras con mayores contenidos de óxido.

Al sinterizar durante tiempos superiores a los 15 minutos, las durezas de ZC y ZG en la muestra sin óxido aumentaron ligeramente a los 30 minutos, pero disminuyeron a los 45 minutos, más en las ZG, incrementaron de nuevo a los 60 minutos y se mantuvieron aproximadamente sin variación después de este tiempo: las durezas de ZC fueron mayores que las de ZG durante todo el sinterizado, las de la PF, más o menos

Rev. Mex. Fís. 51 (4) (2005) 356-364



FIGURA 9. Micro-dureza Vickers de los integrantes estructurales en las briquetas y muestras con 0.1 % y 1 % en peso de ZnO como una función del tiempo de sinterizado. Los puntos se unieron con curvas suavizadas para mejorar la comprensión. Al, aluminio puro; Zn, cinc puro; ZG y ZC, zonas grises y claras ricas en Al y Zn, respectivamente; PF, PG y PI, subestructuras tipo perlita fina, gruesa e inicial.



FIGURA 10. La Micro-dureza Vickers de los integrantes en briqueta y muestra con 10% en peso de ZnO al variar el tiempo de sinterizado. Para mejorar la comprensión, curvas suavizadas unen los puntos. Al, aluminio puro; Zn, cinc puro; ZG y ZC, zonas grises y claras ricas en Al y Zn, respectivamente; PF, PG y PI, subestructuras tipo perlita fina, gruesa e inicial.

similares entre sí y considerablemente mayores que las de ambos tipos de zonas claras y grises desde los 45 minutos de proceso. Asimismo, las durezas de ZC, ZG y PG, de ZC, ZG y PI, de ZC, PI y PF, y de ZC y PG en probetas con 0.01 %, 0.1 %, 1 % y 10 % en peso de ZnO, respectivamente, se elevaron primero, siendo más pronunciado el incremento de dureza en las ZC de todas las probetas y en las ZG de las muestras con los dos primeros contenidos de óxido; de magnitud intermedia, en la PF de la probeta con 1 % p de óxido y en las PG de muestras con 0.01 % y 10 % en peso de ZnO, y de menor grado, en la PI de probetas con las proporciones intermedias de cerámico. Alcanzando las durezas valores máximos: las de ZC y ZG entre los 30 y 45 minutos, y la de PG, a los 45 minutos, en la muestra con 0.01 % p ZnO; las de ZC, ZG y PI de la probeta con la siguiente cantidad de ZnO, a tiempos menores, muy cerca de los 30 minutos; las durezas de ZC y PF fueron máximas a los 45 minutos de sinterizado, y la de PI tuvo el valor máximo a los 30 minutos, en la probeta con 1 % p ZnO; la dureza de ZC, a los 30 minutos, y la de PG fue máxima a los 60 minutos de sinterizado, en la

muestra con el 10 % p ZnO. Esta propiedad decreció después en las ZC, ZG y PG de la muestra con más bajo contenido de ZnO, en la PI y PF de la probeta con 1 % p ZnO y en la PG de la probeta con 10% p ZnO hasta la última etapa de proceso; mientras que las durezas de las ZC, ZG y PI en la muestra con 0.1 % p ZnO, de la PI y PF en la probeta con la proporción de 1 % p ZnO y de las ZC de la muestra con la mayor cantidad de ZnO, disminuyeron hasta presentar valores terminales a los 60 minutos e incrementaron de nuevo a los 75 minutos de proceso. En tanto que en la probeta con 0.1 % p ZnO, las durezas de las PF y PG disminuyeron, como sucedió con las de sus ZC y ZG desde sus valores máximos, continuamente desde los 30 minutos de sinterizado y hasta un valor extremo a los 60 minutos de proceso, y aumentaron después a los 75 minutos. Variaciones similares experimentaron las durezas de las PF en muestras con 0.01 % y 10 % en peso de ZnO desde los 30 y hasta los 75 minutos de manufactura. En cambio, este atributo en la PI, en la PG y en las ZG y PI de muestras con 0.01 % 1 % y 10 % en peso de ZnO, respectivamente, varió cíclicamente entre valores extremos: con una tendencia clara a disminuir en los constituyentes de las dos primeras muestras mencionadas o a mantenerse casi sin cambio en las ZG y PI de la probeta con 10% p ZnO al final de la primera y la última etapas de proceso; mientras que la dureza de ZG disminuyó leve y linealmente en la probeta con 1 % p ZnO.

Las curvas de durezas Rockwell G (DRG) de microestructuras en función del tiempo y para cada contenido de óxido en probeta, están en la Fig. 11. Es evidente desde esta figura que las DRG fueron similares en compactos con óxido, y éstas ligeramente más bajas que la de briqueta sin este compuesto.

Al sinterizar por 15 minutos, las DRG incrementaron en las muestras sin ZnO y en las que tenían proporciones de 0.1 %, 1 % y 10 % en peso de ZnO, y disminuyó ligeramente la DRG en la probeta con 0.01 % p ZnO, en comparación con las DRG de briquetas: las durezas fueron de baja a alta en el orden: muestras con 0.01 % p ZnO, sin ZnO y con 1 % en peso de ZnO; las DRG fueron similares, y éstas de mayor



FIGURA 11. La Dureza Rockwell G (DRG) en briquetas y muestras en función del tiempo de sinterizado y para los contenidos de ZnO empleados. Para mejorar la comprensión, curvas suavizadas unen los puntos.

magnitud que las de probetas anteriores, en muestras con 0.1 % y 10 % en peso de ZnO.

Con el sinterizado durante tiempos mayores a los 15 minutos, las DRG de muestras con 0.1 %, 1 % y 10 % en peso de ZnO disminuyeron desde sus valores máximos, las de probetas sin ZnO y con 0.01 % p ZnO incrementaron hasta alcanzar valores extremos: el espécimen sin ZnO tuvo la DRG máxima entre los 30 y 45minutos; la probeta con 0.01 % p ZnO, cerca de los 30 minutos, y las muestras con 0.1 %, 1 % y 10% en peso de ZnO cerca de los 15 minutos. El decrecimiento de las DRG fue continuo en todas las muestras, hasta que alcanzaron valores bajos extremos: en probetas sin ZnO y con 0.01 % p ZnO, a los 75 minutos; en los especímenes con 0.1 % y 10 % en peso de ZnO, a los 45 minutos, y en la muestra con 1 % p ZnO a los 60 minutos de sinterizado. Finalmente, aumentaron de nuevo las DRG en las muestras con 0.1%, 1% y 10% en peso de ZnO a tiempos posteriores de sinterizado.

## 4. Discusión

Las características estructurales de briquetas y los valores de durezas establecidos en los componentes metálicos, informan que la carga aplicada produjo distintos grados de deformación y de endurecimiento por este mecanismo, de magnitudes que dependieron del tipo de elemento y de la presencia e incremento del ZnO: los endurecimientos y deformaciones del Zn fueron mayores que los del Al, no importando la cantidad de óxido; los endurecimientos y deformaciones de ambos integrantes fueron bajos en la briqueta sin ZnO e incrementaron primero considerablemente y después ligeramente con el contenido de cerámico, alcanzando grados máximos en el compacto con 0.1 % p ZnO, decrecieron después y aumentaron de nuevo cuando los contenidos de este compuesto eran 1 % y 10 %, respectivamente. Se cree entonces que al no existir ZnO en la mezcla de polvos, un número importante de espacios vacíos quedó entre las partículas antes y durante la compactación, y la carga aplicada se transmitió deficientemente a través de éstas; en las otras mezclas, el ZnO se situó entre los componentes metálicos, disminuyó la proporción de espacios vacíos e incrementó la eficiencia de la compactación sobre los componentes metálicos, siendo máxima en la mezcla con 0.1 % p ZnO, y mínima en la de 10 % en peso de ZnO. Parece ser que en esta mezcla la carga se comunicó preferentemente a través de regiones de ZnO. Además, los valores de DRG similares en compactos con ZnO, y el que éstos hayan sido menores que el de la DRG de la de briqueta sin ZnO, demuestran que este compuesto facilitó la separación de integrantes.

Los cambios estructurales en muestras y de durezas en sus constituyentes metálicos con el avance del sinterizado, indican que el proceso produjo progresivamente la igualación de potenciales químicos de especies atómicas en componentes. Lo cual ocasionó inicialmente endurecimientos de los integrantes metálicos porque se introdujo soluto en ellos; la aparición y aumento de la cantidad de subestructuras tipo perlita mal formada, fina o gruesa, que son indicios de que estaba a punto de formarse o se había formado ya la aleación Zn – 22 % p Al, y la desaparición de zonas ricas en Zn y Al. Todos estos fenómenos se verificaron a rapideces disímiles porque ocurrieron, incrementaron de magnitud y/o fueron máximas a tiempos diferentes, según la ausencia o presencia y aumento del contendido de ZnO, de acuerdo a un esquema similar al de fluctuaciones de los endurecimientos por deformaciones, mencionado antes, de componentes metálicos en briquetas. Es evidente entonces que la difusión atómica, inherente al fenómeno de igualación de los potenciales químicos, fue aumentada a magnitudes que dependieron de la cantidad de energía almacenada durante las deformaciones de polvos de metal en su compactación, y limitada por la proporción de áreas de contacto entre componentes metálicos, determinada esta última por el número de espacios vacíos o por la existencia de mayores cantidades de ZnO entre los componentes. El sinterizado a tiempos posteriores ocasionó la salida de partículas de elementos soluto de las zonas ricas en Zn y Al, y esta materia se integró a otras regiones con composiciones cercanas a la Zn - 22 % p Al para formar las PF o convertir éstas en las PG. Entonces las ZC y ZG se ablandaron a tiempos posteriores a los de sus endurecimientos máximos producidos por la introducción de soluto, tal y como sucedió claramente al formarse las PF, a los 45 minutos, en la probeta sin ZnO.

Por otro lado, las variaciones de DRG en muestras no se explican considerando solamente las fluctuaciones de durezas de sus constituyentes metálicos al incrementar el tiempo de sinterizado. Ya que, por ejemplo, los valores de DRG obtenidos para las probetas con 0.1 % y 10 % en peso de ZnO fueron similares y máximos a los 15 minutos de proceso, no obstante la gran diferencia entre sus contenidos de óxido y que el promedio de las durezas de constituyentes metálicos en la primera probeta fuera mucho mayor que la media de durezas de integrantes de metal en la última; las DRG de estas muestras disminuyeron, mientras que las de sus integrantes incrementaron más a los 30 minutos de proceso. Entonces se infiere que la magnitud de la unión entre sus componentes, regulada por la rapidez de difusión de especies atómicas, fue determinante en las DRG alcanzadas por las muestras con bajos contenidos de óxido y para los primeros tiempos de proceso. Pero en probetas con contenidos del 1 % y 10 % en peso de ZnO, donde la difusión fue más lenta, el ZnO fue el que opuso resistencia a la deformación de su matriz.

Las disminuciones de DRG ocurridas a tiempos superiores a los de sus durezas máximas, están asociadas con los incrementos de tamaños de componentes y con la aparición de las PF y PG de menor dureza. Conforme se reducen en intensidad los cambios en la matriz, tanto más evidente es el aumento de su DRG por el refuerzo producido por la cantidad de ZnO.

Se afirma que a los 75 minutos de proceso, la liga Zn – 22 % p Al se formó en las matrices de los compuestos elaborados porque existió en ellas cantidades diversas de subestructura tipo perlita, que es la estructura característica de dicha aleación cuando se elabora por fusión y moldeo, y después se homogeneiza: la mayor proporción de aleación Zn – 22 % p Al se formó en el material con 0.1 % p ZnO y por arriba de este contenido de óxido ocurre un retardo en la formación de la liga.

Las durezas de los materiales con 0.01 %, 0.1 %, 1.0 % y 10 % en peso de ZnO y sinterizados 75 minutos son respectivamente 1.78, 1.84, 2.04 y 2.75 veces mayores que la dureza de la matriz.

#### 5. Conclusiones

Los contenidos de ZnO menores o iguales al 0.1 % en peso causan que la compactación se concentre en los constituyentes metálicos, lo cual promueve la unión entre estos componentes, la formación de soluciones sólidas y de la liga de interés a tiempos cortos de sinterizado, produciendo un reforzamiento de la matriz que parece no depender de la cantidad de óxido. Se establece un incremento adicional del tamaño de los componentes y la aparición de la subestructura tipo perlita, característica de la liga Zn - 22 % p Al homogeneizada y a temperatura ambiente, en gran parte de las estructuras de estos materiales, que causan ablandamiento en la matriz y por eso sea evidente el refuerzo por ZnO, cuyo aumento de contenido retarda la formación de la liga. El tiempo inicial para la elaboración de estos materiales es 75 minutos. A este tiempo, se forma la mayor proporción de aleación Zn – 22 % p Al en el material con el 0.1 % p ZnO y los contenidos de 0.01 %, 0.1 %, 1 % y 10 % en peso de ZnO causan respectivamente durezas 1.78, 1.84, 2.04 y 2.75 veces mayores que la dureza de la matriz sin refuerzo.

## Agradecimientos

Se agradece al departamento de Ciencia de Materiales de la ESFM del IPN el haber permitido el uso de su horno al vacío, la prensa de 25 toneladas y parte de sus instalaciones para realización de la etapa inicial de este trabajo.

- 1. B.J. Li y C.G. Chao, Metall and Mater Trans. 30A (1999) 917.
- 2. A. Sandoval, J. Negrete y G. Torres, *Rev. Mex. Fis.* **46** (2000) 361.
- J.A. Aragón, J.R. Miranda y A.S. de Ita, Información Tecnológica, la Serena – Chile 13(4) (2002) 97.
- W.A. Backofen y I.R. Turner, *Transactions of the ASM*. 57 (1964) 980.
- 5. K. Nutall, J. Inst. Metals. 100 (1972) 114.
- E.J. Kubel, Advanced Materials & Process, Metal Progress 7 (1987) p. 51.
- Zhu Z., A Literature Survey on Fabrication Methods of Cast Reinforced Metal Composites. Cast Reinforced Metal Composites. (ASM – International, 1988) p. 93
- 8. P. Bracke, H. Schurmans y A.K. Verhoest, Inorganic Fibres & Composite Materials. A Survey of Recent Developments,

(Pergamon International. EPO Applied Technology Series (3), 1984) p. 81.

- J.A. Cornie, R. Guerriero, L. Meregalli y I.Tangerini, *Microstructures and Properties of Zinc Alloy Matrix Composite Materials. Cast Reinforced Metal Composites*, (ASM, 1988) p. 155.
- J.A. Aragón, J.R. Miranda y A.S. De Ita, 6<sup>a</sup> Reunión Académica de Física y Matemáticas. ESFM-IPN, México (2001) p. 103.
- J.I. Arcaraz y C.A. Rosas, Estudio del Proceso de Compactación y Sinterizado de Polvos de Zn, Al y Cu Puros y de la Liga Zn – 22 % p Al, Modificada o no con Cu. Proyecto terminal en Ingeniería Metalúrgica, UAM – Azcapotzalco (1998)
- J.A. Aragón, J.C. Villegas y A.S. de Ita, *Información Tecnológica, la Serena Chile* 12(3) (2001) 1113.