

**CENTRO DE INVESTIGACIÓN EN MATERIALES AVANZADOS
DEPARTAMENTO DE ESTUDIOS DE POSGRADO**



**Nanocompósito conductor de Al-C en forma de alambre para
potenciales aplicaciones tecnológicas**

**TESIS
PARA OBTENER EL GRADO DE
MAESTRA EN CIENCIA DE MATERIALES**

Presenta:
Ing. Lucía del Carmen García Martínez

ASESOR:
Dra. Ana María Arizmendi Morquecho

RESUMEN

El desarrollo de materiales ligeros energéticamente eficientes con un alto nivel de rendimiento es una preocupación importante en varios campos industriales para cumplir con las regulaciones ambientales y mantener la producción. El cobre y el aluminio son materiales ampliamente empleados en la generación y transmisión de energía, así como en la industria electrónica. Sin embargo, ante la creciente demanda industrial, las aleaciones de aluminio han comenzado a ser cada vez más atractivas para aplicaciones conductoras debido a su bajo costo, ligereza y abundancia, por lo que lo hace más accesible y sostenible; no obstante, para su uso en cables eléctricos, debe cumplir un requisito crítico: equilibrar una buena conductividad eléctrica con alta resistencia mecánica. En este trabajo, se estudió el efecto de la modificación química superficial en nanotubos de carbono (NTC) para sintetizar nanocompósitos Al-C en forma de alambre, basado en la aleación 1350-H19 usando procesos de fundición. Se analizaron los efectos de la temperatura y la deformación mecánica para optimizar la microestructura y distribución de los refuerzos en la matriz metálica, logrando obtener nanocompósitos con una mejora en la conductividad eléctrica de 68.4% IACS, lo cual supera en promedio 12% al estándar para estas aleaciones.

Los materiales fueron caracterizados en cada etapa del proceso usando técnicas avanzadas, como ICP, DRX, espectroscopía Raman, XPS, SEM-EDS y análisis térmico. El comportamiento mecánico fue estudiado en la microescala mediante ensayos de tensión y microdureza, mientras que en la nanoescala se determinaron mapeos de las propiedades mecánicas por nanoindentación (PMN) incluyendo la rigidez (S), el módulo elástico reducido (Er) y la dureza (H). Finalmente, el comportamiento eléctrico fue evaluado utilizando el método de cuatro puntas de acuerdo a la norma D4496 – 21.

Palabras clave: Nanotubos de carbono de pared simple; nanocompósitos de matriz metálica, Al 1350-H19, aleaciones de aluminio, fundición, conductividad eléctrica, propiedades mecánicas, trefilado

ABSTRACT

The development of lightweight, energy-efficient materials with high performance is a major concern in various industrial fields to comply with environmental regulations and maintain production. Copper and aluminum are widely used materials in energy generation and transmission, as well as in the electronics industry. However, with increasing industrial demand, aluminum alloys have become increasingly attractive for conductive applications due to their low cost, light weight, and abundance, making them more accessible and sustainable. Nevertheless, for their use in electrical cables, they must meet a critical requirement: balancing good electrical conductivity with high mechanical strength.

This study examined the effect of surface chemical modification on carbon nanotubes (CNTs) to synthesize Al-C nanocomposites in wire form, based on the 1350-H19 alloy using casting processes. The effects of temperature and mechanical deformation were analyzed to optimize the microstructure and reinforcement distribution within the metallic matrix, achieving nanocomposites with an improved electrical conductivity of 68.4% IACS, which is on average 12% higher than the standard for these alloys.

The materials were characterized at each stage of the process using advanced techniques such as ICP, XRD, Raman spectroscopy, XPS, SEM-EDS, and thermal analysis. The mechanical behavior was studied on the microscale through tensile and microhardness tests, while at the nanoscale, mechanical property mappings were determined by nanoindentation (PMN), including stiffness (S), reduced elastic modulus (Er), and hardness (H). Finally, the electrical behavior was evaluated using the four-point method according to standard D4496–21.

Keywords: Single-walled carbon nanotubes; metal matrix nanocomposites, Al 1350-H19, aluminum alloys, casting, electrical conductivity, mechanical properties, drawing

ÍNDICE

1	INTRODUCCIÓN	1
1.1	ANTECEDENTES	3
1.2	PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	10
1.3	JUSTIFICACIÓN	11
1.4	OBJETIVOS	12
1.4.1	General.....	12
1.4.2	Específicos	12
1.5	HIPÓTESIS	13
2	MARCO TEÓRICO	14
2.1	Aleaciones de Aluminio	14
2.1.1	Aleación de aluminio 1350-H19.....	17
2.2	Nanotubos de Carbono (NTC)	19
2.3	Materiales Compuestos.....	21
2.3.1	Materiales Compuestos de Matriz Metálica	22
2.4	Procesos para la manufactura de compuestos de matriz metálica de Al en forma de alambres	24
2.4.1	Depositación Electroforética (EPD)	24
2.4.2	Metalurgia en estado líquido (Fundición).....	25
2.4.3	Torneado	27
2.4.4	Procesos de Deformación	27
2.4.5	Tratamiento térmico de recocido	34
3	METODOLOGÍA EXPERIMENTAL.....	36
3.1	Modificaciones químicas superficiales a los NTC	38
3.2	Depositación Electroforética (EPD)	40
3.3	Fundición.....	45

3.4	Deformación en frío (Prensado)	52
3.5	Proceso de Trefilado	55
3.6	Medición de Propiedades Eléctricas	57
3.7	Medición de Propiedades Mecánicas.....	58
3.8	Caracterización de los materiales	61
4	RESULTADOS Y DISCUSIÓN	63
4.1	Modificaciones químicas superficiales a los NTC	63
4.1.1	Caracterización química y morfológica por SEM-EDS.....	63
4.1.2	Caracterización química superficial por XPS.....	70
4.1.3	Caracterización de modos vibratorios por Espectroscopia Raman ...	73
4.1.4	Caracterización cristalográfica por XRD	75
4.1.5	Caracterización térmica por TGA-DSC.....	76
4.2	Protección de la nanoestructura.....	78
4.2.1	Caracterización química superficial por XPS.....	78
4.2.2	Caracterización cristalográfica por XRD	79
4.2.3	Caracterización térmica por TGA-DSC.....	80
4.3	Recubrimiento de los sustratos de aluminio.....	81
4.3.1	Caracterización química por ICP-OES	82
4.3.2	Caracterización química y morfológica por SEM-EDS.....	82
4.3.3	Caracterización química superficial por XPS.....	97
4.3.4	Caracterización térmica por TGA-DSC.....	99
4.4	Caracterización de la matriz metálica (aleación Al 1350-H19)	100
4.4.1	Caracterización química por ICP-OES	100
4.4.2	Caracterización térmica por TGA-DSC.....	101
4.4.3	Caracterización microestructural	102

4.4.4	Propiedades eléctricas y mecánicas de la matriz	109
4.5	Material compuesto	119
4.5.1	Cálculos del proceso de trefilado.....	122
4.5.2	Desempeño eléctrico	124
4.5.3	Desempeño mecánico	133
5	CONCLUSIONES	150
6	Trabajo a futuro	152
7	REFERENCIAS	152
8	ANEXOS.....	165

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Ilustraciones de algunas aplicaciones tecnológicas de las aleaciones de Al (imágenes adquiridas de shutterstock.com).....	15
Figura 2. Nanotubos de carbono de: a) pared simple, b) pared doble y c) pared múltiple.....	19
Figura 3. Imagen esquemática que muestra la quiralidad de los NTC.	20
Figura 4. Clasificación general de los materiales compuestos.	22
Figura 5. a) Proceso y componentes de la deposición electroforética (EPD), b) deposición catódica y c) deposición anódica.....	24
Figura 6. a) Representación de la solidificación de un metal puro mediante curva de temperatura en función del tiempo. b) Esquema de la estructura de solidificación de un metal puro [70].	26
Figura 7. Tipos de extrusión.	30
Figura 8. Esquema que ilustra la sección transversal de la extrusión y sus componentes a) directa y b) indirecta.	31
Figura 9. Esquema del proceso de trefilado.	32
Figura 10. Diagrama de flujo general mostrando la metodología experimental de la investigación.....	37
Figura 11. Diagrama esquemático del procedimiento realizado para los tratamientos superficiales a la fase reforzante.....	39
Figura 12. Esquema del proceso de reacción de los tratamientos superficiales a los NTC.	40
Figura 13. Diagrama de flujo para la obtención de la suspensión con Al.	41
Figura 14. Representación esquemática de los recubrimientos de NTC-M y polvo de Al vistos en sección transversal. Recubrimiento de a) 1 capa y b) 2 capas de NTC _M	42
Figura 15. a) Celda y equipo utilizado para la EPD. b) Esquema de la celda indicando el movimiento de las partículas.	43
Figura 16. Suspensiones utilizadas en el proceso de EPD. a) Suspensiones con NTC _M , sin y con iodine respectivamente. b) Suspensión con polvo de Al.	44

Figura 17. Electrodos de Al utilizados como sustratos en el proceso de EPD, a) alambre recubierto con NTC _M , y b) lámina, recubierto con NTC _M y polvo de aluminio.	45
Figura 18. Diseño con medidas del molde metálico elaborado en SolidWorks: a) lado A, b) lado B y c) pieza a obtener.	47
Figura 19. Molde metálico maquinado. a) Vista superior y b) vista frontal de ambas piezas.	48
Figura 20. Diagrama esquemático del acomodo de los alambres (rojo) y de las láminas (verde) en el molde metálico para la fundición.	49
Figura 21. Vaciado del metal líquido (aluminio) en el molde maquinado.	50
Figura 22. Fundición de aluminio. a) Pieza obtenida del molde metálico y b) probeta de interés recuperada después del corte con segueta.	51
Figura 23. Probeta obtenida con menores dimensiones utilizando un molde cilíndrico.	52
Figura 24. Prensa utilizada y proceso para aplicar una deformación plástica a los billets de fundición.	53
Figura 25. Muestras obtenidas después del proceso de prensado y corte.	53
Figura 26. Probetas maquinadas de manera secuencial, usando desbaste mecánico, lijas metálicas planas y desbaste abrasivo fino con papel lija de 4 granulometrías entre 180 y 800.	54
Figura 27. Horno y rampa de calentamiento utilizados en el recocido de las probetas.	54
Figura 28. Equipo Trefilador, mecanismos y accesorios para la fabricación de alambres.	55
Figura 29. Dados utilizados en el proceso de trefilado.	56
Figura 30. Horno utilizado para el tratamiento de recocido con su rampa de calentamiento empleada.	57
Figura 31. Configuración utilizada para la medición de resistividad, que se realizó por el método de las cuatro puntas, empleando una fuente de corriente y un nanovoltímetro.	58
Figura 32. Equipo de tensión y mordazas utilizadas.	59

Figura 33. Microdurómetro y punta utilizada.....	60
Figura 34. Equipo de nanoindentación utilizado.....	60
Figura 35. Imágenes del SEM de los NTC prístinos a a) 20,000X, b) 200,000X, c) micrografía indicando la zona donde se realizó el análisis EDS y d) análisis químico elemental de la nanoestructura.	64
Figura 36. Imágenes del SEM de los NTC funcionalizados a) fotomicrografía tomada a 20,000X, b) fotomicrografía tomada a 200,000X, c) micrografía indicando la zona donde se realizó el análisis EDS y d) análisis químico elemental de la nanoestructura.	66
Figura 37. Imágenes del SEM de los NTC sensibilizados a) fotomicrografía tomada a 20,000X, b) fotomicrografía tomada a 200,000X y c) micrografía indicando la zona donde se realizó el análisis EDS y d) análisis químico elemental de la nanoestructura.	67
Figura 38. Imágenes del SEM de los NTC metalizados a) fotomicrografía tomada a 20,000X, b) fotomicrografía tomada a 200,000X, c) micrografía indicando la zona donde se realizó el análisis EDS y d) análisis químico elemental de la nanoestructura.	69
Figura 39. Espectros de XPS de barrido amplio de nanotubos de carbono prístinos, funcionalizados, sensibilizados y metalizados.....	71
Figura 40. Espectros desconvolucionados XPS C1s de a) nanotubos prístinos, b) nanotubos funcionalizados, c) nanotubos sensibilizados y d) nanotubos metalizados con Cu.	72
Figura 41. Comparación de los espectros Raman de los NTC prístinos y tratados superficialmente.	73
Figura 42. Difractogramas de los NTC prístinos y tratados.	76
Figura 43. Curva TGA y DSC para los a) nanotubos prístinos, b) nanotubos funcionalizados, c) nanotubos sensibilizados y d) nanotubos metalizados.	77
Figura 44. Espectros de XPS de barrido amplio de los polvos de Al grado reactivo, molidos y con adición de AIP.	79
Figura 45. Difractogramas del polvo de Al.....	80

Figura 46. Curva TGA y DSC para el polvo de Al a) grado reactivo, b) molido y c) con AIP.....	81
Figura 47. Imágenes SEM del sustrato de aluminio en forma de alambre a: a) 100X y b) 500X con su respectivo análisis puntual.....	83
Figura 48. Micrografías del sustrato con geometría de lámina a: a) 100X y b) 2,500X, con su respectivo análisis puntual.....	84
Figura 49. Imágenes SEM del recubrimiento con NTC comerciales sobre alambre a: a) 30X, b) 200X y c) 2,500X con su respectivo análisis puntual.....	85
Figura 50. Micrografías del recubrimiento con NTC prístinos sobre la lámina a: a) 100X, b) 200X y c) 2,500X con su análisis puntual	86
Figura 51. Imágenes SEM del recubrimiento de NTC _M sobre alambre a: a) 30X, b) 200X y c) 2,500X con su análisis puntual.....	88
Figura 52. Micrografías del recubrimiento con NTC _M sobre lámina a: a) 100X, b) 200X y c) 2,500X con análisis puntual.	89
Figura 53. Imágenes SEM del recubrimiento con NTC comerciales y polvo de Al sobre alambre a: a) 30X, b) 200X y c) 2,500X con su análisis puntual.	91
Figura 54. Micrografías del recubrimiento con NTC y polvo de Al sobre lámina a: a) 30X, b) 200X y c) 2,500X con su análisis puntual.	93
Figura 55. Imágenes SEM del recubrimiento con NTC _M y polvo de Al sobre alambre a: a) 30X, b) 200X y c) 2,500X con su análisis puntual.	95
Figura 56. Micrografías del recubrimiento con NTC _M y polvo de Al sobre lámina a: a) 30X, b) 200X y c) 2,500X con su análisis puntual.	96
Figura 57. Surveys de XPS de los diferentes recubrimientos obtenidos sobre sustratos en forma de a) alambres y b) láminas.....	98
Figura 58. Perfil de concentración para los recubrimientos con NTC _M sobre, a) alambre y b) lámina.....	98
Figura 59. Análisis térmicos de los recubrimientos. a) TGA de los alambres, b) DSC de los alambres, c) TGA de las láminas y d) DSC de las láminas.....	100
Figura 60. Curvas TGA y DSC de la aleación de aluminio 1350-H19.	102
Figura 61. Micrografías de la matriz metálica Al 1350-H19 a diferentes magnificaciones. a) 7X, b) 100X, c) 500X y d) 2,000X con análisis EDS.	103

Figura 62. Micrografías de la matriz metálica de Al fundida tomadas a diferentes magnificaciones. a) 7X, b) 100X, c) 500X y d) 2,000X con análisis puntual.....	105
Figura 63. Micrografías de la matriz metálica de Al fundida con deformación en prensa tomadas a diferentes magnificaciones. a) 7X, b) 100X, c) 500X y d) 2,000X con análisis puntual.....	107
Figura 64. Micrografías de la matriz metálica de Al fundida con deformación en prensa y tratada térmicamente tomadas a diferentes magnificaciones. a) 7X, b) 100X, c) 500X y d) 2,000X con análisis puntual.....	108
Figura 65. Comparación de los difractogramas de la matriz de Al 1350-H19 original, fundida (F), con deformación (F+D) y tratada térmicamente (F+D+TT) con un patrón de difracción de una aleación AISi.	110
Figura 66. Sistema de caracterización de semiconductores KEITHLEY 4200-SCS empleado para la determinación de la conductividad eléctrica de las aleaciones de Al 1350-H19.	111
Figura 67. Resultados de cinco ensayos mecánicos en tensión evaluados en la aleación Al 1350-H19.	112
Figura 68. Resultados de los ensayos de microdureza de las muestras de aluminio.	114
Figura 69. Área donde se realizaron las indentaciones en las muestras de Al 1350-H19, a) matriz de aluminio, b) fundición, c) fundición + deformación sin TT y d) fundición + deformación con TT.	115
Figura 70. Curvas carga-desplazamiento obtenidas para las aleaciones Al 1350-H19, a) matriz de aluminio, b) fundición, c) fundición + deformación sin TT y d) fundición + deformación con TT.	116
Figura 71. Mapeo de propiedades mecánicas (PMN) de la matriz metálica y sus modificaciones térmicas y de deformación.....	119
Figura 72. Alambres obtenidos después del proceso de trefilado utilizando 10 dados.	120
Figura 73. Probeta trefilada de manera secuencial utilizando 10 dados.	121
Figura 74. a) Porcentaje total de reducción para cada etapa del proceso de trefilado y b) porcentaje de reducción acumulado.....	122

Figura 75. Esfuerzo de trefilado (MPa) empleado en cada paso de deformación.	123
Figura 76. Parámetros del proceso de trefilado, a) fuerza y b) potencia.	124
Figura 77. Conductividad eléctrica promedio (lado izquierdo) y conductividad máxima (lado derecho) de los alambres obtenidos mediante una fundición, a) sin TT, b) con TT y c) con doble TT.	126
Figura 78. Conductividad eléctrica promedio (lado izquierdo) y conductividad máxima (lado derecho) de los alambres obtenidos mediante doble fundición, a) sin TT, b) con TT y c) con doble TT.	128
Figura 79. Comparación de la conductividad eléctrica promedio (lado izquierdo) y conductividad máxima (lado derecho) de los alambres nanocompuestos Al-NTC _M (A1) obtenidos mediante doble fundición con deformación simple y deformación acumulada, a) sin TT, b) con TT y c) con doble TT.	130
Figura 80. Comparación de la conductividad eléctrica promedio (lado izquierdo) y conductividad máxima (lado derecho) de los alambres nanocompuestos Al-NTC _M (L1) obtenidos mediante una, dos y tres fundiciones, a) sin TT, b) con TT y c) con doble TT.	132
Figura 81. Resultados de los ensayos de tensión realizados a los alambres obtenidos mediante una fundición, a) curvas esfuerzo-deformación, b) UTS, c) límite elástico y d) porcentaje de deformación.	134
Figura 82. Resultados de los ensayos de tensión realizados a los alambres obtenidos mediante doble fundición, a) curvas esfuerzo-deformación, b) UTS, c) límite elástico y d) porcentaje de deformación.	135
Figura 83. Comparación de los ensayos de tensión realizados a los alambres nanocompuestos Al-NTC _M (A1) obtenidos mediante doble fundición con deformación simple y deformación acumulada, a) curvas esfuerzo-deformación, b) UTS, c) límite elástico y d) porcentaje de deformación.	136
Figura 84. Comparación de los ensayos de tensión realizados a los alambres nanocompuestos Al-NTC _M (L1) obtenidos mediante una, dos y tres fundiciones, a) curvas esfuerzo-deformación, b) UTS, c) límite elástico y d) porcentaje de deformación.	137

Figura 85. Valores de microdureza de los alambres obtenidos mediante una fundición, a) sin TT y b) con TT.....	138
Figura 86. Valores de microdureza de los alambres obtenidos mediante doble fundición, a) sin TT y b) con TT.....	139
Figura 87. Comparación de la microdureza de los alambres nanocomuestos Al-NTCM (A1) obtenidos mediante doble fundición con deformación simple y deformación acumulada, a) sin TT y b) con TT.....	140
Figura 88. Comparación de la microdureza de los alambres nanocomuestos Al-NTCM (L1) obtenidos mediante una, dos y tres fundiciones, a) sin TT y b) con TT.	
.....	142
Figura 89. Comparación del efecto térmico sobre la microdureza de las muestras representativas de cada grupo.....	142
Figura 90. Curvas carga-desplazamiento (lado izquierdo) y huellas de nanoindentación (lado derecho) de los alambres, a) referencia, b) Al-NTC (A1) con 1 fundición, c) Al-NTCM (A1) con 1 fundición, d) Al-NTCM (L2) con 2 fundiciones, e) Al-NTCM (A1) Deformado + 2 fundiciones y f) Al-NTCM (L1) con 3 fundiciones ..	146
Figura 91. Mapeo de propiedades mecánicas obtenidas mediante nanoindentación, se muestra la rigidez, el módulo elástico reducido y la dureza.....	149
Figura 92. Mapeo elemental de los NTC prístinos.....	165
Figura 93. Mapeo elemental de los NTC _F	165
Figura 94. Mapeo elemental de los NTC sensibilizados.....	166
Figura 95. Mapeo elemental de los NTC _M	166
Figura 96. Medición del tamaño de partícula del polvo de Al previo a la molienda.	
.....	167
Figura 97. Medición del tamaño de partícula del polvo de Al después de la molienda.	
.....	167
Figura 98. Comparación de los difractogramas del alambre de Al sin reforzar sin, con y con doble tratamiento térmico.....	168
Figura 99. Comparación de las curvas esfuerzo-deformación de las muestras de aluminio en forma de alambre sin reforzar, con uno (línea negra) y dos (línea roja) tratamientos térmicos	169

Figura 100. Caracterización microestructural de los alambres realizada mediante estereoscopio, microscopía óptica y SEM.....	171
Figura 101. Referencia Al.....	172
Figura 102. Análisis elemental del nanocompuesto Al-NTC (A1) con una fundición.	172
Figura 103. Análisis elemental del nanocompuesto Al-NTCM (A1) con una fundición.	173
Figura 104. Análisis elemental del nanocompuesto Al-NTCM (L2) con dos fundiciones.....	173
Figura 105. Análisis elemental del nanocompuesto Al-NTCM (A1) con dos fundiciones y deformación acumulada.	174
Figura 106. Análisis elemental del nanocompuesto Al-NTCM (L1) con tres fundiciones.	174

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Sistema de designación numérica para aleaciones de aluminio.....	16
Tabla 2. Designación del tipo de temple para aleaciones de aluminio.....	17
Tabla 3. Composición química nominal de la aleación Al 1350-H19 (% e.p).....	17
Tabla 4. Designación H19 para una aleación de aluminio	18
Tabla 5. Propiedades de la aleación Al 1350-H19.....	18
Tabla 6. Composición química del polvo de Aluminio.....	40
Tabla 7. Condiciones y parámetros de proceso utilizados en la electroforesis....	43
Tabla 8. Nomenclatura y configuración utilizada para cada probeta obtenida.....	50
Tabla 9. Especificaciones dimensionales de los dados metálicos intercambiables usados en el proceso de trefilado.....	56
Tabla 10. Composición elemental de los NTC prístinos.	65
Tabla 11. Composición elemental de los NTC después del tratamiento de purificación y funcionalización.....	66
Tabla 12. Composición elemental de los NTC después del tratamiento de sensibilización.	68
Tabla 13. Composición elemental de los NTC metalizados con Cu.....	69
Tabla 14. Energía de enlace de los diferentes grupos funcionales presentes en las muestras de NTC tratadas superficialmente.	72
Tabla 15. Resumen de las señales identificadas en los espectros Raman de las muestras de nanotubos de carbono prístinos y tratados superficialmente.....	74
Tabla 16. Composición química de los sustratos de aluminio (% e.p.).....	82
Tabla 17. Composición elemental del sustrato con geometría de alambre (% e.p.).	83
Tabla 18. Composición elemental del sustrato con geometría de lámina (% e.p.).	84
Tabla 19. Composición elemental del recubrimiento con NTC prístinos sobre alambre (% e.p.).....	85
Tabla 20. Composición elemental del recubrimiento con NTC sobre lámina (% e.p.).	87

Tabla 21. Composición elemental del recubrimiento con NTC _M sobre el alambre (% e.p.)	88
Tabla 22. Composición elemental del recubrimiento con NTC _M sobre lámina (% e.p.)	90
Tabla 23. Composición elemental del recubrimiento de NTC y polvo de Al sobre alambre (% e.p.)	91
Tabla 24. Composición elemental del recubrimiento con NTC y polvo de Al sobre lámina (% e.p.)	93
Tabla 25. Composición elemental del recubrimiento con NTC _M y polvo de Al sobre alambre (% e.p.)	95
Tabla 26. Composición elemental del recubrimiento con NTC _M y polvo de Al sobre lámina (% e.p.)	97
Tabla 27. Composición química de la aleación Al 1350-H19 (% e.p.)	101
Tabla 28. Composición elemental obtenida por EDS de la aleación Al 1350-H19 (% e.p.)	103
Tabla 29. Composición elemental obtenida por EDS de la matriz de Al 1350-H19 fundida (% e.p.)	105
Tabla 30. Composición elemental de la muestra de Al fundida con deformación en prensa (% e.p.)	107
Tabla 31. Composición elemental de la matriz de aluminio fundida con deformación en prensa y tratada térmicamente (% e.p.)	108
Tabla 32. Resultados de los ensayos de tensión realizados a la matriz metálica Al 1350-H19	113
Tabla 33. Valores de rigidez, módulo elástico y nanodureza obtenidos mediante nanoindentación de las muestras de Al 1350-H19	117
Tabla 34. Comparación de los diámetros obtenidos en cada paso de deformación vs el diámetro del dado utilizado	121
Tabla 35. Resumen de propiedades mecánicas y eléctricas de las muestras tratadas una vez mostrando los valores de resistencia máxima, límite elástico, deformación a la rotura, microdureza y conductividad de los alambres nanocompuestos	

sintetizados en comparación con la muestra de referencia la cual corresponde a la aleación Al 1350 sin adición de nanotubos. 143

Tabla 36. Valores de rigidez, módulo elástico y nanodureza obtenidos mediante nanoindentación de los alambres nanocompuestos..... 147

AGRADECIMIENTOS

Quiero expresar mi agradecimiento al Consejo Nacional de Humanidades, Ciencias y Tecnologías (CONAHCYT) por la beca otorgada durante mi maestría que fue fundamental para la realización de este proyecto.

A mi asesora de tesis, la Dra. Ana Arizmendi, le agradezco profundamente su dedicación, paciencia y conocimiento. Gracias por creer en mí, por motivarme en los momentos difíciles y por guiarme con sabiduría y compromiso en cada etapa de este trabajo.

Al Centro de Investigación en Materiales Avanzados (CIMAV), extiendo mi gratitud por los recursos, equipos y conocimientos brindados, que fueron esenciales para el desarrollo de esta investigación. Asimismo, agradezco a los técnicos por su apoyo en las diversas caracterizaciones realizadas, siempre con disposición y profesionalismo.

A mi equipo de investigación, a Leo, quien fue un gran apoyo y guía para poder realizar mis experimentaciones con éxito.

A mis sinodales, gracias por sus consejos y por su tiempo dedicado a enriquecer este trabajo con su experiencia y conocimientos.

A mi familia, especialmente a mi mamá y a mi hermano Arnoldo, les agradezco por estar siempre al pie del cañón, pendientes de todo para que no me faltara nada. Su amor, apoyo incondicional y confianza en mí fueron mi mayor fortaleza durante este proceso.

A mi novio Miguel, gracias por tu ayuda, paciencia y constante motivación. Tu apoyo fue clave para que pudiera alcanzar esta meta.

Finalmente, a mis amigos, les agradezco por sus consejos, por esos momentos de diversión que me ayudaron a despejarme y por estar siempre ahí con palabras de ánimo y apoyo.

Este logro no habría sido posible sin cada uno de ustedes. ¡Gracias!

DEDICATORIA

A mi mamá, por su infinito amor, su apoyo incondicional y su fe inquebrantable en mí. Por escucharme siempre, incluso cuando hablaba sin parar sobre mi trabajo, por darme consejos que iluminaron mi camino y por ser mi mayor ejemplo de paciencia y fortaleza.

A mi hermano Arnoldo, por ser mi mayor soporte, mi confidente y mi amigo. Por sus palabras de aliento, por animarme en los momentos difíciles, por sus valiosos consejos y por nunca dejarme rendir.

A ambos, por nunca dejarme sola, por ser mi refugio en cada etapa de este camino y por recordarme que, aunque somos tres, somos una gran familia unida y llena de amor.

Gracias por ser mi mayor fortaleza y motivación.

1 INTRODUCCIÓN

El cobre (Cu) y el aluminio (Al) son los conductores estándar tradicionalmente usados para la generación, transmisión y distribución de energía, fabricación de componentes eléctricos, sistemas electrónicos y de telecomunicaciones. Lo anterior se debe a la combinación inigualable de su conductividad eléctrica, propiedades mecánicas y propiedades físicas. Dichas aplicaciones tecnológicas modernas muestran una demanda creciente de materiales con una mejor capacidad de transporte eléctrico a un nivel más alto respecto a los materiales convencionales, debido además a que el desempeño de la propiedad conductora puede verse afectada por diversos factores como la corrosión, la expansión térmica, la degradación ambiental o las impurezas en el material. Por lo que esta necesidad ha impactado en la investigación de nuevos materiales conductores eléctricos con propiedades mejoradas respecto a los metales puros.

Entre las enormes aplicaciones que estos materiales conductores puedan tener, las aplicaciones de interés se enfocan a aquellas que impactan las tendencias mundiales sobre el ahorro de la energía y el cuidado de la salud y el medio ambiente, las cuales requieren no solo mejores materiales, sino que además tengan mayor disponibilidad y se procesen a menor costo. Algunos ejemplos puntuales que se pueden mencionar son alambres ultra-conductores para sensores de contaminantes ambientales y detección de enfermedades; dispositivos, componentes y procesos para el sector de energía, cables de transmisión DC (que son sensibles al peso, el tamaño y la disipación de calor), conductores eficientes para vehículos automotores eléctricos (EVs), celdas solares y circuitos eléctricos integrados para la construcción (viviendas sustentables).

Para las aplicaciones en los sectores mencionados, el aligeramiento de los componentes es primordial, ya que la reducción del peso conlleva un menor consumo de combustible y se utiliza menor cantidad de materias primas para su manufactura, además de requerir menor energía para el transporte.

Un material alterno al Cu es el Al, ya que dicho material puede lograr una reducción del peso desde un 30% [1] hasta un 48% [2], debido a su menor densidad. No obstante, el Al, posee solo el 61% de la conductividad eléctrica respecto al Cu, por lo que su aplicación como material conductor actualmente es algo limitada. Algunas mejoras recientes para el Al es su uso como matriz en la síntesis y manufactura de materiales compuestos metálicos. Sin embargo, la mayoría de dichas investigaciones se han enfocado en la mejora de las propiedades mecánicas y es bastante limitada la información respecto a la mejora de sus propiedades conductoras, por el simple hecho que estas propiedades son inversamente proporcionales.

Los polimorfos de carbono tales como el grafito, el grafeno y los nanotubos de carbono (NTC) constituyen la base reforzante del Al para la síntesis de esta clase de nanocompósitos metálicos. Los temas a considerar más importantes para su inclusión en la matriz metálica, siguen siendo el control de su dispersión, el enlace químico y la unión interfacial y su efecto en la microestructura general y los defectos cristalinos.

Es por esto que en el presente trabajo de investigación se propone una metodología experimental viable que minimice los problemas mencionados, con potencial de escalamiento para la manufactura de un material compuesto base Al-C en forma de alambre, que presente las propiedades antes mencionadas para las aplicaciones de interés, tomando en consideración el lograr un balance adecuado de las propiedades mecánicas y su desempeño frente a propiedades conductoras.

1.1 ANTECEDENTES

En los últimos 10 años se ha observado un aumento de los estudios sobre la producción y desarrollo de nanocompósitos de matriz metálica reforzados con NTC [3]. Este interés se debe al enorme potencial de estos nanocompósitos para dar respuesta a los altos retos que impone el desarrollo de nuevos materiales y componentes. Existe un creciente interés en desarrollar nuevos materiales ligeros con propiedades atractivas con el fin de establecer una industria más sostenible.

Particularmente en la industria automotriz se han llevado a cabo varias estrategias para lograr el aligeramiento de vehículos en base a la sustitución de algunos componentes, por ejemplo, algunas estructuras pesadas del chasis y la carrocería. La mayoría de ellas se centran en el cambio de algún material por otro más ligero, en este caso, el acero ha sido el material escogido para ser sustituido, ya sea por aluminio o algún otro metal con menor densidad, o por materiales compuestos (usualmente de matriz polimérica reforzados con fibras de carbono), esto va a depender del componente que se quiera modificar y su función [4].

Dentro de las estrategias que existen en este ámbito referente a los cables eléctricos, la principal, como ya se mencionó anteriormente es la sustitución del Cu por el Al. Esta tendencia es relevante ya que, a diferencia del Al, el Cu es un recurso escaso. Reemplazar el Cu con Al significa que el costo será significativamente más bajo y protegerá la economía contra fluctuaciones dramáticas en los mercados de metales. Otra justificación es que el Al es el más reciclablable de todos los materiales, además de la amplia gama de procesos que existen a nivel industrial para su manufactura. No obstante, y a pesar de dichas ventajas, aún existen retos importantes en la mejora, reproducibilidad y estabilidad de las propiedades del aluminio, sus aleaciones y materiales compuestos.

Para lograr una buena combinación de propiedades y hacer que este elemento sea utilizado con éxito en la industria automotriz, se le han realizado ciertas modificaciones; una de ellas es la adición de hierro (0.5% e.p.) en la aleación de aluminio (8176 y Al-Mg-Si) [5], esto hace que se formen precipitados de Al_3Fe , los cuales son duros y ayudan a mejorar las propiedades mecánicas del alambre,

además de que la conductividad eléctrica se mantuvo. Otro ejemplo, es el endurecimiento por precipitación de nanofases en aleaciones Al-Zn-Mg, donde se han mejorado las propiedades mecánicas del metal en base a solamente el control de la morfología de las fases respecto a los tratamientos térmicos [6]. Así como también, la mejora de las propiedades mecánicas del Al por la presencia de grafito como fase reforzante [7].

Otra de las cosas que se tienen que tomar en cuenta es la modificación del área transversal del alambre, ya que, al ser el Cu mejor conductor, el cable de Al tiene que ser más grueso para poder igualar este valor de conductividad (la sección transversal del Al debe ser aproximadamente 1.6 veces mayor que la del Cu para transportar la misma corriente), además de que con esto también se asegura que el alambre pueda soportar las condiciones de trabajo (desde el punto de vista del estado de esfuerzos mecánicos) [8].

En este sentido, Gaertner [8] realizó una modificación a la geometría del alambre casi puro de Al (97.7%) y, encontró que un cable de Al de 2.5 mm^2 a 6 mm^2 sigue siendo viable para la lograr el objetivo de reducción de peso, además de que ofrece buenas propiedades. Otra modificación que realizó fue un revestimiento metálico selectivo al arnés de cableado, con la finalidad de lograr un contacto eléctrico confiable, entre el cable de Al y la terminal de Cu.

También se ha usado Al en cables de calibre más pequeño (0.35 mm^2 y 0.5 mm^2) [9], en donde para poder utilizar estos diámetros se escogió una aplicación particular dentro del automóvil, la cual solo requiere un cierto grado de conductividad de 50% IACS y una resistencia a la tensión de 220 MPa, para esto la aleación seleccionada fue Al-0.6%Mg-0.5%Si ya que la serie 6000 posee las propiedades más similares a las propiedades que se quieren alcanzar. Se realizó un tratamiento térmico de solución para disolver el Mg y el Si en el Al, después se llevó a cabo un tratamiento térmico de envejecimiento con la finalidad de precipitar Mg_2Si , lo que incrementó las propiedades mecánicas, posteriormente el material fue extruido y mediante este proceso se logró obtener una conductividad de 52% IACS y una resistencia a la tensión de 250 MPa.

En cuanto a los vehículos eléctricos (Evs), actualmente se exigen cambios en las arquitecturas eléctricas y electrónicas, debido en parte, a los altos voltajes que se manejan y a las reducciones de peso necesarias para maximizar la autonomía del automóvil [10]. Por lo que una buena parte del enfoque de reducción de peso se centra en la cantidad del cableado eléctrico, ya que se sabe que se utilizan hasta 2 km lineales de cableado de Cu, aportando hasta 30 kg adicionales de peso total en cada vehículo [10]. Se ha documentado que una reducción del 10% en peso puede reducir el consumo de combustible en aproximadamente un 7%, lo cual impacta directamente en la eficiencia total alcanzada [11].

Por otra parte, el Al puro y sus aleaciones se han utilizado también ampliamente para aplicación en líneas de transmisión de corriente (DC) [12], debido a la excelente conductividad eléctrica y la alta relación resistencia-peso [13]. Estos sistemas metálicos ofrecen buenas propiedades mecánicas y propiedades eléctricas moderadas mostrando valores máximos de 60% IACS [14]. Sin embargo, estos cables sufren de peso excesivo (debido a que contienen un núcleo de acero para aportar la estabilidad mecánica), alta pérdida de electricidad o alta resistividad, alta densidad y mala estabilidad térmica. Estos cables conductores de Al reforzado con acero es el cable conductor eléctrico más común utilizado para líneas de transmisión DC [15]. En Estados Unidos, con el uso de estos conductores se estima que las pérdidas anuales de transmisión y distribución de electricidad son alrededor del 5% [15], lo que se puede traducir en alrededor de 24 mil millones de dólares, sin embargo, para México no se encontró este dato, pero se asume que el desempeño de los materiales podría ser similar.

En la actualidad el uso del Al en conductores eléctricos ha tomado gran importancia, no solo por el aligeramiento que proporciona, sino también por su bajo costo de procesamiento y mecanizado, además de que al existir en abundancia es más barato [1]. Para que las aleaciones de Al puedan ser utilizadas en estas áreas de aplicación, necesitan tener buena conductividad eléctrica, buena resistencia térmica y a la corrosión y buenas propiedades mecánicas [14], siendo la conductividad eléctrica y la resistencia mecánica las propiedades más relevantes para estas

aplicaciones [16] (aunque son mutuamente excluyentes [17]), ya que necesitan tener un balance adecuado entre estas propiedades.

Las aleaciones de la serie 1XXX y 6XXX (de baja aleación) son las más utilizadas en este campo, siendo estas últimas las más relevantes, esto gracias a sus buenas propiedades, entre ellas la más utilizada es la aleación de Al-Mg-Si [14]. Para poder obtener la combinación de propiedades requeridas, se han implementado diferentes métodos, una de las estrategias es la modificación de la microestructura [18], en donde se requiere lograr un refinamiento de grano [14], [19].

Este refinamiento se ha conseguido mediante deformación plástica severa (DPS) por torsión de alta presión [17], en donde a temperatura ambiente el alambre tuvo buenas propiedades mecánicas (límite elástico de 448 MPa), no obstante, su conductividad eléctrica no fue tan buena, alcanzando solamente 47.7% IACS. También, se ha empleado junto con el refinamiento de grano del Al la adición de boro mejorando la propiedad eléctrica en 56.5% IACS [14]. Se ha implementado un tratamiento termo-mecánico, el cual incluye una deformación plástica mediante la técnica conocida como ECAP por sus siglas en inglés (equal-channel angular pressing), seguido de un tratamiento de envejecido artificial para finalizar con una deformación en frío [19], obteniendo así una resistencia de 364 MPa y una conductividad de 56.4% IACS.

También se ha investigado la posibilidad de reforzar la aleación con alótropos del carbono para mejorar la respuesta eléctrica. Estos nanocomuestos Al-C son parte de la próxima generación de materiales conductores, donde el metal aporta los beneficios de la conductividad eléctrica, procesabilidad o bajo peso, mientras que los nanomateriales aportan un reforzamiento de la propiedad de interés, otorgando un balance adecuado en la relación de propiedades-procesamiento [20], [21]. Los mecanismos de reforzamiento mecánico de los sistemas metálicos mencionados, no han sido problema, se sabe que los metales se pueden fortalecer mediante diferentes mecanismos como lo son el endurecimiento por precipitación, la aleación y la reducción del tamaño de grano [22], [23], por lo que se han obtenido exitosamente mejoramiento de la propiedad mediante la deformación plástica

severa [24], torsión a alta presión [25], unión por laminación acumulada [26], tratamiento de solución sólida [27], refinamiento de límites de grano (efecto Hall-Petch) [28], adición de elementos de aleación [13] o el reforzamiento por dislocaciones o precipitación [29]. Sin embargo, las demandas de la nueva generación de cables eléctricos, sin demeritar las buenas propiedades mecánicas del Al, aún no se pueden satisfacer, por lo que el cambio es aún una transición, debido a que falta validar más a las aleaciones de Al de interés (para conducción eléctrica se usa mayormente la aleación Al 1350-H19, la cual tiene aproximadamente una conductividad de 61% IACS [23]). El reforzar estas matrices metálicas con nanocarbonos puede mejorar sus propiedades mecánicas a través de mecanismos similares, ya que pueden actuar como barreras para el movimiento de las dislocaciones e impedir el crecimiento del tamaño de grano (por mecanismos como el de Orowan) [22], [23].

Como se sabe existen diferentes alótropos de carbono, aunque según la literatura revisada, los que han dado mejores resultados en cuanto a conductividad eléctrica son los nanotubos de carbono, el grafeno y el grafito. El grafeno es solo una capa de átomos de carbono unidos mediante un enlace sp^2 acomodados de manera hexagonal, mientras que el grafito es una pila de varias de estas capas y los NTC son grafenos enrollados (ya sea de una capa o multicapa). Estos alótropos utilizados para aplicaciones eléctricas contienen impurezas y defectos estructurales, por lo que para los NTC se prefieren los de pared simple o doble ya que la cantidad de capas afecta la conducción y su calidad [23]. En cuanto al grafito, al ser anisotrópico, se tiene que considerar que solo es buen conductor eléctrico (y térmico) dentro de las capas, no obstante, entre todos estos materiales, es el más económico [30].

Entre los refuerzos de carbono más utilizados se encuentran los nanotubos de carbono, esto debido a sus excelentes propiedades. Entre sus propiedades mecánicas se ha reportado que los nanotubos de pared múltiple cuentan con una resistencia máxima de hasta 63 GPa, sin embargo se ha demostrado que son los NTC de pared simple los que cuentan con una mayor resistencia y rigidez; esta alta resistencia y baja densidad los convierte en refuerzos de gran interés para

materiales compuestos [22], ya que uno de los objetivos principales al reforzar con materiales carbonosos en matrices metálicas es la mejora de su resistencia a la tensión y de su módulo de Young, se ha logrado un aumento de hasta el 300% en la resistencia máxima y un aumento de hasta el 130% en la dureza, en comparación al metal sin reforzar [31].

Los alambres compuestos de matriz metálica reforzados con NTC han alcanzado propiedades eléctricas similares a las de sus partes metálicas, entre estos materiales, los compuestos por Al y NTC han cobrado importancia para aplicaciones recientes aeroespaciales y en la industria automotriz, esto debido a su excelente relación resistencia-peso, y a sus buenas propiedades entre las que se encuentran una resistencia en condiciones extremas y una buena conductividad eléctrica y térmica [32].

La mala humectabilidad de los nanocarbonos con el Al impide la mejora de las propiedades [33], para tratar con los problemas de aglomeración y la unión interfacial, se ha optado por la utilización de diferentes procesos de fabricación como la molienda con bolas, el procesamiento por fricción y agitación, la pulvimetallurgia (que es la técnica más utilizada para elaborar este tipo de compuestos), la pulverización, y la fusión selectiva por láser, sin embargo estos métodos no son aplicables en gran escala ya que requieren de mucho tiempo o de diversos pasos [34], [35]. Otro enfoque que se ha tomado para mejorar la unión interfacial y la humectabilidad entre el Al y los nanocarbonos es mediante un proceso asistido por electro-carga [35], en donde al metal fundido se le hace pasar una corriente eléctrica mientras se mezclan y agitan partículas de carbono activado, lo que genera la formación de nanoestructuras de carbono [36].

Como ya se mencionó la pulvimetallurgia es la ruta más utilizada, ya que se consigue una mejor dispersión del refuerzo dentro de la matriz, sin embargo para aplicaciones de cableado eléctrico no es la mejor opción, esto debido a que se tienen dificultades para extruir el material en forma de alambre, tal es el caso del trabajo de D. Huerta [37], quien utilizó como reforzante grafito (ya que sigue teniendo las buenas propiedades eléctricas debido a que también cuenta con una hibridación sp^2 [30])

en una aleación de Al 1350-H19, pero al tener estas dificultades, prefirió utilizar la ruta de fundición mediante la cual si se obtuvo una conductividad elevada (de aproximadamente el 60% IACS), pero existe dificultad para dispersar esta fase reforzante.

La ruta de alta temperatura no es muy utilizada en la literatura en este tipo de compuestos de matriz metálica reforzada con alótropos del carbono, ya que existen dos limitaciones principales, la primera es la alta temperatura de fusión del elemento base, la cual puede dañar a los nanocarbonos y la segunda es la segregación de estos debido a la tensión superficial del metal fundido [38], para el Al su tensión superficial a la temperatura de fusión es de 955 mN/m, que es muy superior a la de los alótropos del carbono (por ejemplo la tensión superficial de los NTC es de 45.3 mN/m), por lo que el metal no puede humedecer lo suficiente la superficie del refuerzo; generalmente las estructuras carbonosas tienden a quedar suspendidas en la superficie del metal fundido debido a la diferencia de densidades que existe entre estos (la densidad del Al es de 2.7 g/cm³, mientras que los NTC, tienen una densidad de 1.4 g/cm³) [32]. Específicamente para los compuestos de Al y C los problemas que se tienen, además de los ya mencionados es que a alta temperatura los materiales carbonosos van a reaccionar con el Al formando un carburo de aluminio (Al_4C_3), el cual disminuye las propiedades mecánicas de los compuestos, además de que también se tiene que considerar que las propiedades de algunos alótropos del carbono son anisotrópicas, como es el caso de los NTC y el grafito [33].

Para la mejora de la humectabilidad entre el Al y el C se han propuesto diferentes métodos, entre ellos uno de los más utilizados es la modificación de la superficie del refuerzo ya sea por revestimiento de un metal (los metales líquidos pueden humedecer fácilmente los metales sólidos) o un cerámico o por la creación de defectos [22], [33]. Los revestimientos más comunes son el Cu, el Ni, y el Si, siendo los metales los más efectivos para la reducción del ángulo de contacto, debido a la formación de compuestos intermetálicos (Al_3Ni , Al_3Ni_2 y CuAl_2) [32]. Sin embargo, estos intermetálicos o los carburos que se forman al revestir el refuerzo disminuyen

las propiedades eléctricas, por lo que hay que controlar el espesor de los revestimientos [33].

Adicionalmente, existe una patente [39] en donde además de utilizar grafito como reforzante también se utilizaron los nanotubos de carbono; esta patente está asignada a la compañía Nexans, en donde mediante la ruta líquida por fundición obtuvieron el material compuesto. Utilizaron una aleación de Al 1350 que reforzaron con grafito y NTC (entre 1 y 5% e.p.) funcionalizados con óxido de estaño y mediante agitación ultrasónica dispersaron la fase reforzante. Las piezas obtenidas después del proceso de colada fueron cilindros, que posteriormente se deformaron una primera vez para disminuir su diámetro y una segunda vez mediante estirado para obtener el diámetro final. El mayor valor de conductividad eléctrica obtenido fue de 62.5% IACS. Aun así, la patente no menciona que tan reproducible fue la medición, ni tampoco en qué rango de temperatura se calculó.

1.2 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

Los conductores eléctricos avanzados que superan al Cu y al Al convencionales pueden revolucionar nuestras vidas al permitir ahorros considerables de energía y facilitar la transición hacia un futuro basado en la movilidad eléctrica. Los NTC presentan una oportunidad única para desarrollar conductores avanzados que tienen amplia aplicación en diversos sectores, como energía, eléctrica y electrónica, comunicaciones, vivienda, entre otras; destacando las necesidades actuales en la creación, implementación y comercialización de tecnologías nacionales que tengan competencia a nivel global. El problema principal se centra en el uso de conductores, circuitos electrónicos, electrodos o sensores, en base al uso de materiales convencionales como el Al y Cu, los cuales tienen propiedades eléctricas y mecánicas limitadas y que además presentan inconvenientes ya que dichas propiedades se contraponen. Las pérdidas de eficiencia de los dispositivos se deben en muchas ocasiones a las pérdidas de poder asociadas al deterioro de la resistividad eléctrica (lo cual es relacionado a su microestructura y los defectos estructurales), a la afectación térmica y ambiental de los conductores, afectando

negativamente el desempeño buscado en cables eléctricos, dispositivos, sensores o equipos.

Desde un punto de vista en la síntesis de nanocompósitos Al-C en forma de alambre, los procesos que se consideran con alto potencial para el escalamiento industrial, se reducen a métodos de alta temperatura, sin embargo, dicha ruta metalúrgica en estado líquido es bastante limitada, principalmente por los problemas de manejabilidad y de compatibilidad química de estructuras en la escala nanométrica a temperatura hasta 700°C, lo cual limita su uso experimental. Los problemas de aglomeración de las nanoestructuras carbonáceas pueden conducir a defectos considerables de segregación química, conduciendo a la formación de carburos de aluminio, los cuales son dañinos al desempeño eléctrico buscado. Los retos principales a resolver se basan en mejorar la protección y humectabilidad de los nanocarbonos con el Al desde el punto de vista químico y lograr con ello una mejor incorporación, dispersión y homogeneidad en el material compuesto final.

Por lo tanto, el desarrollo del proyecto se centra en sintetizar materiales nanocompuestos Al-C en forma de alambre que puedan implementarse en el corto plazo como cables eléctricos conductores de bajo peso en las aplicaciones tecnológicas modernas.

1.3 JUSTIFICACIÓN

Actualmente las aleaciones de Al tienen una alta aplicabilidad tecnológica basada en su alto desempeño en métodos de procesamiento mecánico, sin embargo, su resistencia se ve comprometida cuando se trata de disminuir el peso e incrementar su propiedad eléctrica. Este comportamiento se debe en gran parte, al transporte libre de los electrones, lo cual principalmente se limita por los defectos estructurales, los límites de grano y la alta cantidad de interfaces presentes en la microestructura del material.

Siguiendo con el avance en el estado del arte, se busca mejorar la aleación de Al y sus propiedades eléctricas y mecánicas para su uso en aplicaciones que demandan actualmente algunos sectores industriales importantes, como el automotriz, aeronáutico, aeroespacial y energía. El principal reto es mejorar las propiedades

eléctricas de Al (aleación conductora actual 1350-H19), sin disminuir las propiedades mecánicas. La disminución en el peso (aligeramiento) de los componentes estructurales en forma de alambre que actualmente son de Cu, es de relevancia adicional para ligar el tema de investigación con los avances paralelos del cuidado del medio ambiente y la disminución del gasto energético, lo cual repercute directamente con la disminución de desprendimiento de gases de efecto invernadero de los productos terminados.

1.4 OBJETIVOS

1.4.1 General

Desarrollar un prototipo de alambre nanocompuesto de Al-NTC que presente una mejor relación de propiedades eléctricas y mecánicas respecto a la aleación original Al 1350H-19 para potenciales aplicaciones tecnológicas, proponiendo un proceso viable para su manufactura a gran escala.

1.4.2 Específicos

- Llevar a cabo la modificación química superficial de la fase reforzante (funcionalización, sensibilizado y metalización) de los NTC.
- Caracterizar las fases reforzantes provenientes de las etapas de tratamiento superficial.
- Realizar la caracterización microestructural y mecánica a la aleación de Al 1350-H19 usada como matriz metálica.
- Fabricar las probetas de los materiales nanocompuestos usando técnicas de electrodeposición y métodos de metalurgia en estado líquido.
- Llevar a cabo el trefilado de una probeta en forma de billet, para la posterior obtención de prototipos de alambre de 30 cm de longitud × 3 mm de diámetro.
- Evaluar propiedades eléctricas y mecánicas de los nanocompósitos desarrollados.
- Proponer el mecanismo de reforzamiento, para la mejora de propiedades eléctricas y mecánicas, considerando los fenómenos físicos y químicos de la interfase nanoestructura-matriz y su distribución en la matriz metálica.

1.5 HIPÓTESIS

El reforzamiento de la matriz metálica a base de Al realizado mediante la incorporación en baja concentración (<1% e.p.) de NTC modificados en la química superficial, mejorará la relación de propiedades eléctricas y mecánicas de los nanocomuestos Al-C sintetizados usando procesos metalúrgicos. Con la metodología propuesta, se espera superar estas propiedades en el nanocomuesto Al-C en al menos 5% respecto a la aleación original Al 1350-H19. El enfoque científico de la hipótesis, se dirige hacia la mejor inclusión y distribución del C en la matriz metálica de Al en forma de alambre, creando patrones de conducción eléctrica favorable, alineados a la deformación de los granos y a la vez actuando como refuerzo para el movimiento de las dislocaciones del metal bajo deformaciones acumuladas sin fracturarse en el procesamiento.

2 MARCO TEÓRICO

2.1 Aleaciones de Aluminio

El Al es uno de los elementos más abundantes en la naturaleza, cuenta con una densidad baja comparable a una tercera parte de la del acero (2.7 g/cm^3), convirtiéndolo así en un material ligero, presenta buenas propiedades como su alta resistencia a la corrosión, su gran conductividad eléctrica y térmica, además de que tiene buena maleabilidad y formabilidad, lo que lo hace ideal para aplicaciones en las industrias de transporte, envases, construcción, eléctricas, entre otras [40], [41]. Aunque tiene una resistencia a la tensión inferior al acero, su excelente relación resistencia-peso lo convierte en un material eficiente estructuralmente [24]. Sin embargo, su baja temperatura de fusión y dureza limitada restringen su uso en ciertas aplicaciones.

Una de las características más destacadas del aluminio es su maquinabilidad y su capacidad de trabajado, ya que se le pueden aplicar una amplia gama de procesos de conformado, además, es reciclabl e con bajo consumo energético, lo que lo convierte en un material sostenible [42]. La Figura 1 presenta imágenes de algunas aplicaciones tecnológicas actuales de las aleaciones de Al.

En general, las aleaciones de aluminio se dividen principalmente en dos categorías: fundidas y forjadas, esta clasificación se expresa mediante un sistema de nomenclatura desarrollado por la Asociación del Aluminio la cual incluye la forma del producto (forjado, colado o lingote de fundición) y su respectivo tratamiento de templado el cual es regulado por la norma ANSI H35.1 [43]. Estas aleaciones se agrupan en familias para simplificar su clasificación.



Figura 1. Ilustraciones de algunas aplicaciones tecnológicas de las aleaciones de Al
(imágenes adquiridas de shutterstock.com).

Para clasificar las aleaciones forjadas, se utiliza un sistema de cuatro dígitos como a continuación se describe.

- Primer dígito: Indica el grupo de aleación, según los principales elementos de aleación.
- Segundo dígito: Indica la modificación de la aleación original (0 para original, 1-9 para modificaciones).
- Últimos dos dígitos: Indican la pureza de la aleación, identificando diferentes aleaciones dentro del grupo.

Para las aleaciones de fundición se emplea un sistema de tres dígitos seguido de un decimal como se detalla a continuación.

- Primer dígito: Sugiere la organización de la aleación según el elemento de aleación principal.
- Segundo y tercer dígito: identifican la aleación de Al específica y la pureza del material.

- El dígito final sugiere la forma del producto: Fundición (distinto a través de cero) o lingote (mediante el uso de 1 o 2 con base en el límite de composición química que cumplen con especificaciones de fundición y procesamiento).

En la Tabla 1 se presenta el sistema designado para cada familia de las aleaciones basadas en Al [42], [43].

Tabla 1. Sistema de designación numérica para aleaciones de aluminio.

Forjadas		Fundidas	
Serie	Principal elemento aleante	Serie	Principal elemento aleante
1xxx	Aluminio con alta pureza (>99%)	1xx.x	Aluminio con alta pureza (>99%)
2xxx	Cobre	2xx.x	Cobre
3xxx	Manganoso	3xx.x	Silicio con cobre o magnesio
4xxx	Silicio	4xx.x	Silicio
5xxx	Magnesio	5xx.x	Magnesio
6xxx	Magnesio y silicio	7xx.x	Zinc
7xxx	Zinc	8xx.x	Estaño
8xxx	Otro elemento	9xx.x	No usada actualmente

Algunas aleaciones de fundición no son tratables térmicamente y se utilizan en condiciones únicamente de fundición o con tratamientos térmicos específicos no relacionados con la solubilidad o precipitación.

La designación del temple para estas aleaciones se adoptó en 1948 [42], dicho tratamiento se indica mediante una letra seguida, o en algunos casos, de dígitos adicionales y se halla separada de la aleación por un guion, como se describe en la Tabla 2.

Tabla 2. Designación del tipo de temple para aleaciones de aluminio.

Letra	Significado
F	Condición de fabricado, sin garantías específicas de propiedades mecánicas.
O	Recocido o recristalizado, ofreciendo el temple más suave.
H	Endurecido por deformación, seguido de dos dígitos que especifican el grado de endurecimiento.
W	Tratados térmicamente en solución.
T	Tratamiento térmico específico, seguido de dígitos que indican una combinación de operaciones.

Los números que siguen a la H o T indican la cantidad de endurecimiento por deformación, el tipo de tratamiento térmico u otros aspectos del procesamiento. En la H el primer dígito indica la combinación de las operaciones básicas, mientras que el segundo dígito designa la cantidad de trabajo en frío realizada, en donde el 8 representa la condición de dureza total [41].

2.1.1 Aleación de aluminio 1350-H19

Representa la aleación más utilizada en aplicaciones eléctricas, la cual se usa como conductor según la norma ASTM B233 [44], y es muy empleada en las líneas de transmisión de energía [45]. Esta aleación tiene una conductividad eléctrica máxima de 61% IACS, además de que presenta una alta resistencia a la corrosión, buena conformabilidad, buena soldabilidad y responde bien a la anodización, su composición química nominal se encuentra detallada en la Tabla 3 [46].

Tabla 3. Composición química nominal de la aleación Al 1350-H19 (% e.p.).

Al	B	Cr	Cu	Ga	Fe	Mn	Si	V+Ti	Zn
≥99.5	≤0.05	≤0.01	≤0.05	≤0.03	≤0.4	≤0.01	≤0.1	≥0.02	≤0.05

La aleación 1350-H19 pertenece a la serie 1xxx lo que indica que tiene pureza mínima del 99% de Al y no ha experimentado un tratamiento térmico, los dos últimos dígitos indican el porcentaje mínimo de Al, mientras que el segundo dígito indica un control especial de una o más impurezas individuales, la siguiente designación indica el tratamiento al que fue expuesta la aleación [43], la cual se enlistó previamente en la Tabla 2. La designación H19 de esta aleación se explica en la Tabla 4.

Tabla 4. Designación H19 para una aleación de aluminio.

Designación	Explicación
H	Aleación endurecida por deformación con o sin tratamientos térmicos supplementarios.
1	Únicamente templado por deformación.
9	Indica el grado de endurecimiento por deformación, en este caso el número 9 designa templos cuya mínima UTS excede la del temple 8 en 10 MPa (2 ksi) o más.

Las propiedades requeridas de la aleación 1350-H19 (en forma de alambre) para aplicaciones eléctricas según la norma ASTM B230 [47] se presentan a continuación en la Tabla 5.

Tabla 5. Propiedades de la aleación Al 1350-H19.

Propiedades eléctricas		Propiedades mecánicas		
% IACS	Resistividad $\Omega \cdot \text{mm}^2/\text{m}$	Resistividad $\Omega \cdot \text{g}/\text{m}^2$	Esfuerzo de tensión (MPa)	Elongación (%)
61	0.028265	0.076399	160	1.7

2.2 Nanotubos de Carbono (NTC)

Los nanotubos de carbono, descubiertos en 1991 [48], son estructuras tubulares únicas de diámetro nanométrico, en términos más simples son grafenos enrollados con una gran relación longitud/diámetro (oscila entre 1000:1 hasta más de 10,000:1), y con enlaces químicos de hibridación sp^2 [49]. Se han demostrado varios métodos diferentes para sintetizar NTC, pero las tres rutas más relevantes son la descarga de arco, ablación láser y la deposición química catalítica en fase de vapor (CCVD). Todos los métodos requieren tres elementos básicos: una fuente de carbono, energía suficiente y un catalizador [50].

Como se aprecia esquemáticamente en la Figura 2, este tipo de nanoestructuras pueden sintetizarse de pared simple, doble o múltiple [51], [52] y pueden constar de una a decenas o cientos de capas concéntricas de carbonos con una separación de capas adyacentes de ~0.34 nm [53].

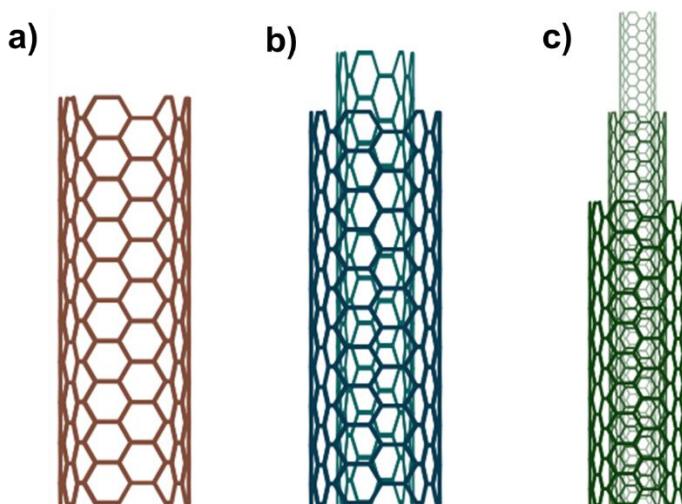


Figura 2. Nanotubos de carbono de: a) pared simple, b) pared doble y c) pared múltiple.

Las estructuras de los nanotubos de pared simple se pueden dividir en Armchair, Zigzag y Quiral según su vector quiral, que describe básicamente la forma en la que se envuelve la capa de grafeno (Figura 3) y está representada por un par de índices (n, m) [54]. Esta quiralidad tiene implicaciones importantes en sus propiedades electrónicas. Los nanotubos armchair ($n=m$) exhiben un comportamiento metálico,

mientras que los nanotubos en zigzag ($m=0$) o quirales ($n=m$) son semiconductores [55].

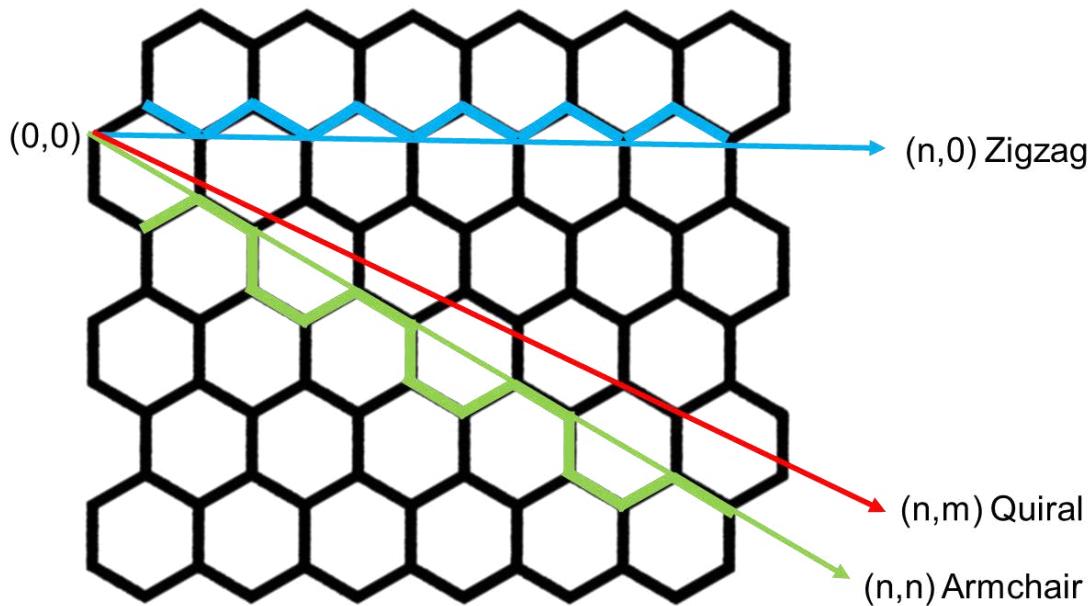


Figura 3. Imagen esquemática que muestra la quiralidad de los NTC.

Los NTC tienen excelentes propiedades entre las que destacan:

- Mecánicas: Alta resistencia a la tracción (hasta 63 GPa para los nanotubos de pared simple) y un módulo de Young que puede alcanzar hasta 1 TPa [48].
- Eléctricas: Conductividad eléctrica excepcional, con la capacidad de transportar densidades de corriente de 10^7 a 10^9 A/cm² [32], que es mayor a la de los cables de cobre (hasta 1000 veces mayor), proporcionada por su hibridación sp² [56].
- Térmicas: son estables térmicamente hasta los 2800 °C en vacío y cuentan con una conductividad térmica aproximadamente del doble que la del diamante [57], [58].
- Otros: Ligereza, alta relación resistencia-peso, propiedades autolubricantes y buena capacidad de amortiguación [59].

Es importante tener en cuenta que el comportamiento electrónico de los NTC depende de su quiralidad y diámetro, lo que puede resultar en conductividad metálica o semiconductor. Además, el costo de los nanotubos aumenta significativamente con la pureza y calidad [55].

Los NTC son altamente competitivos frente a otros materiales debido a su bajo coeficiente de expansión térmica, alta capacidad de carga eléctrica y propiedades mecánicas sobresalientes, lo que los hace adecuados para una amplia gama de aplicaciones avanzadas, entre las cuales se utiliza comúnmente como refuerzo para materiales compuestos.

Sin embargo, para obtener estas propiedades excepcionales, los NTC deben procesarse químicamente para purificarlos y lograr las funcionalizaciones apropiadas ya que sus propiedades están influenciadas por estos defectos en las paredes y en los extremos [60]. La incorporación de funcionalidades que contienen oxígeno (como los grupos carboxílicos) en la superficie ayudan a mejorar la adhesión interfacial, y con esto transferir sus buenas propiedades a los materiales compuestos [61].

2.3 Materiales Compuestos

Un material compuesto es aquel que está formado por la combinación de dos o más materiales o fases distintas (químicamente), las cuales están separadas por una interfase, con el objetivo de obtener propiedades que no tienen sus componentes por separado [40], [62].

Los materiales compuestos suelen estar formados por dos fases: una fase continua, llamada matriz y una fase dispersa llamada refuerzo, que puede tener diferentes geometrías. Las propiedades de los compuestos dependen de las propiedades de las fases, sus cantidades relativas, y la geometría de la fase dispersa [41].

Los compuestos se clasifican en dos grupos principales como se observa en la Figura 4, según el tipo de matriz [63] o según la forma del refuerzo [40].

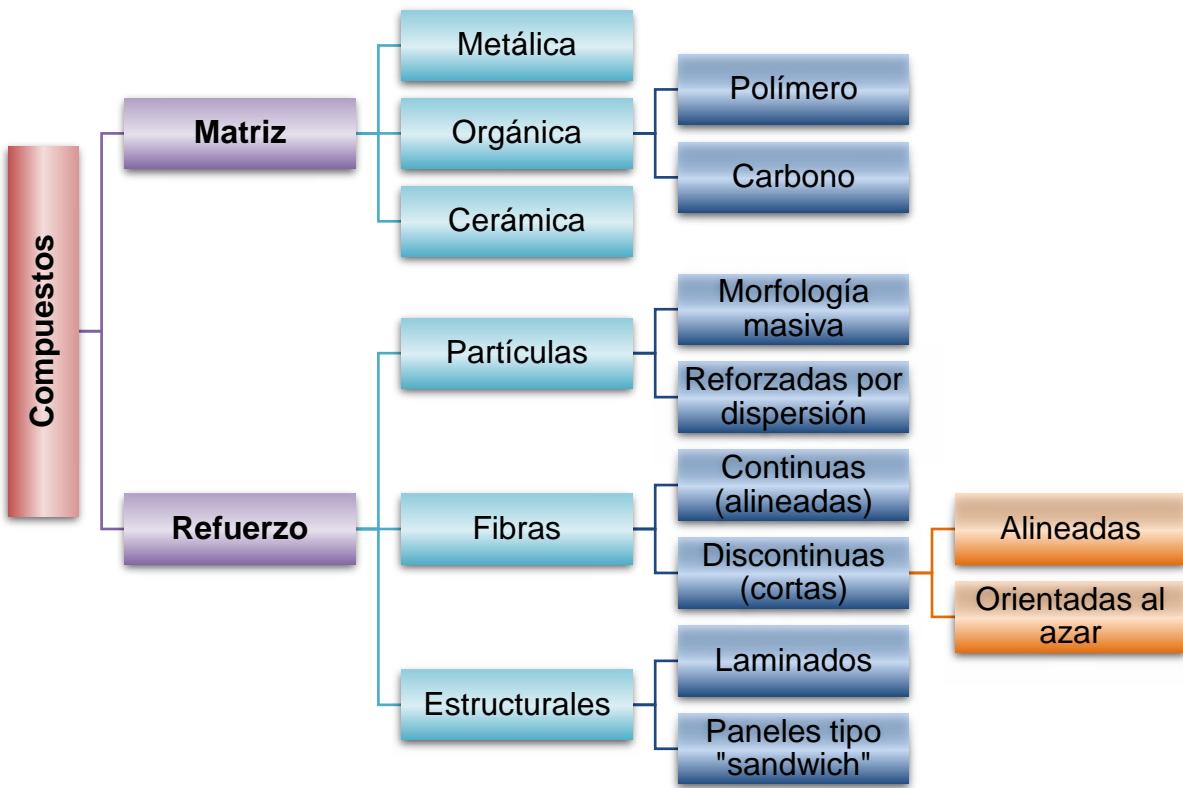


Figura 4. Clasificación general de los materiales compuestos.

Los compuestos de matriz de carbono se forman típicamente a partir de los compuestos de matriz polimérica al incluir los pasos adicionales de carbonización y densificación de la matriz polimérica original [63]. Los compuestos de matriz cerámica incluyen aquellos sólidos inorgánicos no metálicos, de los cuales los más comunes son los vidrios (silicatos amorfos) o materiales cerámicos tradicionales (basados en silicatos) o cerámicos avanzados, los cuales son compuestos de óxidos y carburos destacando los de Al_2O_3 y SiC .

2.3.1 Materiales Compuestos de Matriz Metálica

Los materiales compuestos de matriz metálica (CMM) son aquellos en donde la fase dispersa es un metal [40], el cual va a contribuir significativamente con la resistencia del compuesto, además de que también proporciona una forma sólida al compuesto que es necesaria para su manipulación [63].

Las matrices metálicas en los CMM proporcionan cohesión, adhesión y transferencia de carga, además de protección ambiental para los refuerzos. Los

CMM pueden tener matrices de aleaciones de aluminio, titanio, hierro, cobalto, cobre, plata y berilio. En algunas ocasiones especiales la matriz también puede ser una solución sólida entre dos metales [63], [64].

Este tipo de compuestos se pueden dividir en tres grupos según el tipo de refuerzo que presenten, como se ha comentado previamente, pueden ser partículas, fibras cortas o whiskers y fibras continuas [62].

Entre los materiales de refuerzo más utilizados como partícula se encuentran el carburo de silicio y el óxido de aluminio, los materiales de fibra continua incluyen carbono, carburo de silicio, boro, óxido de aluminio y metales refractarios, mientras que los refuerzos discontinuos consisten principalmente en whiskers de carburo de silicio, fibras de óxido de aluminio y carbono [40].

El tipo de refuerzo en los CMM influye en la elección de la aleación de la matriz, que puede requerir diferentes características dependiendo si el refuerzo es continuo o discontinuo. Otros factores a considerar incluyen reacciones refuerzo/matriz, tensiones térmicas y comportamiento bajo carga cíclica [64].

El refuerzo puede mejorar la rigidez específica, la resistencia específica, la resistencia a la abrasión, la resistencia a la fluencia, la conductividad térmica y la estabilidad dimensional, las concentraciones de la fase reforzante suelen variar entre 10% y 60% en volumen.

Las propiedades mecánicas de los MMC pueden mejorarse aún más disminuyendo el tamaño de las partículas de refuerzo o los granos de la matriz desde la escala micrométrica hasta el rango nanométrico, creando así los llamados "nanocompuestos" [55].

El procesamiento de estos compuestos consta de dos fases, la consolidación o síntesis que es la introducción del refuerzo a la matriz (normalmente son operaciones estándar de trabajo para metales) y la operación de conformado [40].

2.4 Procesos para la manufactura de compuestos de matriz metálica de Al en forma de alambres

A continuación, se describen los procesos utilizados para la obtención del material compuesto Al-C en forma de alambre.

2.4.1 Depositación Electroforética (EPD)

La deposición electroforética se utiliza principalmente para formar recubrimientos, mediante un proceso sencillo que emplea una suspensión acuosa u orgánica en la cual las partículas dispersas o suspendidas son atraídas por el sustrato conductor de carga opuesta, al aplicar un campo eléctrico de corriente continua (o corriente pulsada) [65], como se observa en la Figura 5. Los recubrimientos resultantes son homogéneos en microestructura y el espesor se controla ajustando algunos parámetros como el voltaje, el espaciado entre electrodos y el tiempo de deposición [66].

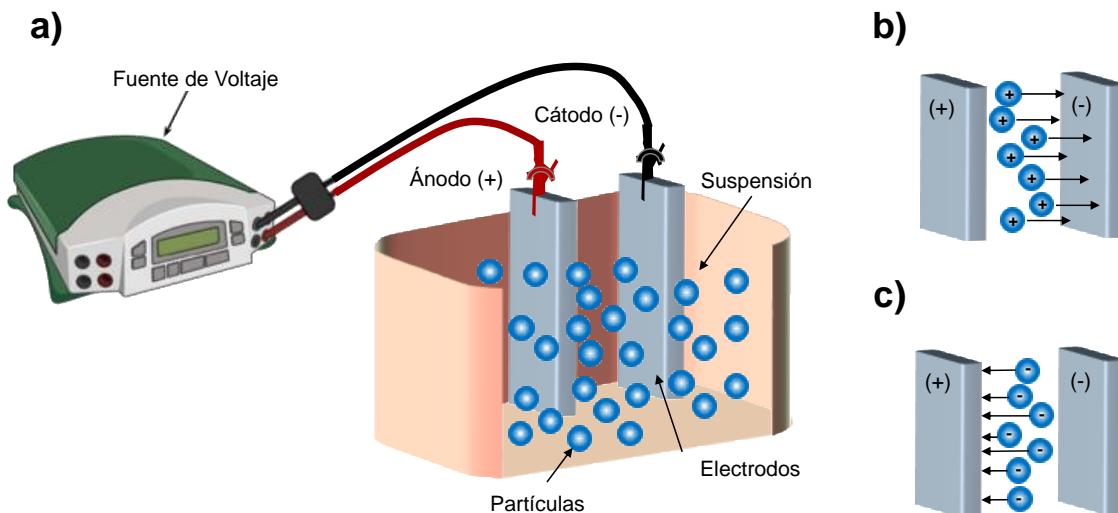


Figura 5. a) Proceso y componentes de la deposición electroforética (EPD), b) deposición catódica y c) deposición anódica.

La EPD se ha utilizado con nanomateriales de carbono, lo cual requiere una dispersión estable en un disolvente, siendo los líquidos orgánicos comúnmente empleados [67]. La EPD se clasifica en catódica y anódica según la carga de las partículas (Figura 5b y 5c) y se caracteriza por su capacidad de adaptarse a

diferentes formas de sustratos. Sin embargo, no se puede utilizar agua como medio líquido debido a la evolución de gases y la electrólisis que afectarían la calidad de los depósitos [68].

La fuerza impulsora de la EPD es la carga de partículas y su movilidad electroforética bajo un campo eléctrico aplicado, dependiendo el tipo de fuente, se puede realizar mediante la aplicación de corriente de forma directa o pulsatoria. Los factores que influyen en la EPD incluyen parámetros relacionados con la suspensión y el proceso, como la naturaleza eléctrica de los electrodos, las condiciones eléctricas y el tamaño y carga superficial de las partículas [69].

2.4.2 Metalurgia en estado líquido (Fundición)

La fundición es un proceso de manufactura donde el metal fundido se vierte en un molde que tiene la forma de la pieza que se desea producir, se deja enfriar y solidificar, y luego se retira la pieza del molde. Algunos factores a considerar son el flujo del metal en el molde, la solidificación, el enfriamiento, y el tipo de material utilizado en el molde.

Cuando se vacía el metal fundido en el molde, comienza a solidificarse y a tomar forma. Durante esta etapa, se desarrollan estructuras y composiciones en los granos que influyen en las propiedades de la pieza. Factores como el tipo de metal, las propiedades térmicas del material y la geometría del molde afectan el desarrollo de estos granos. En el caso de metales puros, la solidificación ocurre a temperatura constante como se muestra en la Figura 6a y genera una estructura que varía desde granos finos en las superficies del molde hasta granos columnares en el interior, debido a la rápida extracción de calor. Este proceso de solidificación da lugar a una estructura anisotrópica, con propiedades que pueden variar en distintas direcciones de la pieza [70], [71]. En la Figura 6b se muestra la estructura de los granos de fundición de un metal puro, solidificado en un molde cuadrado.

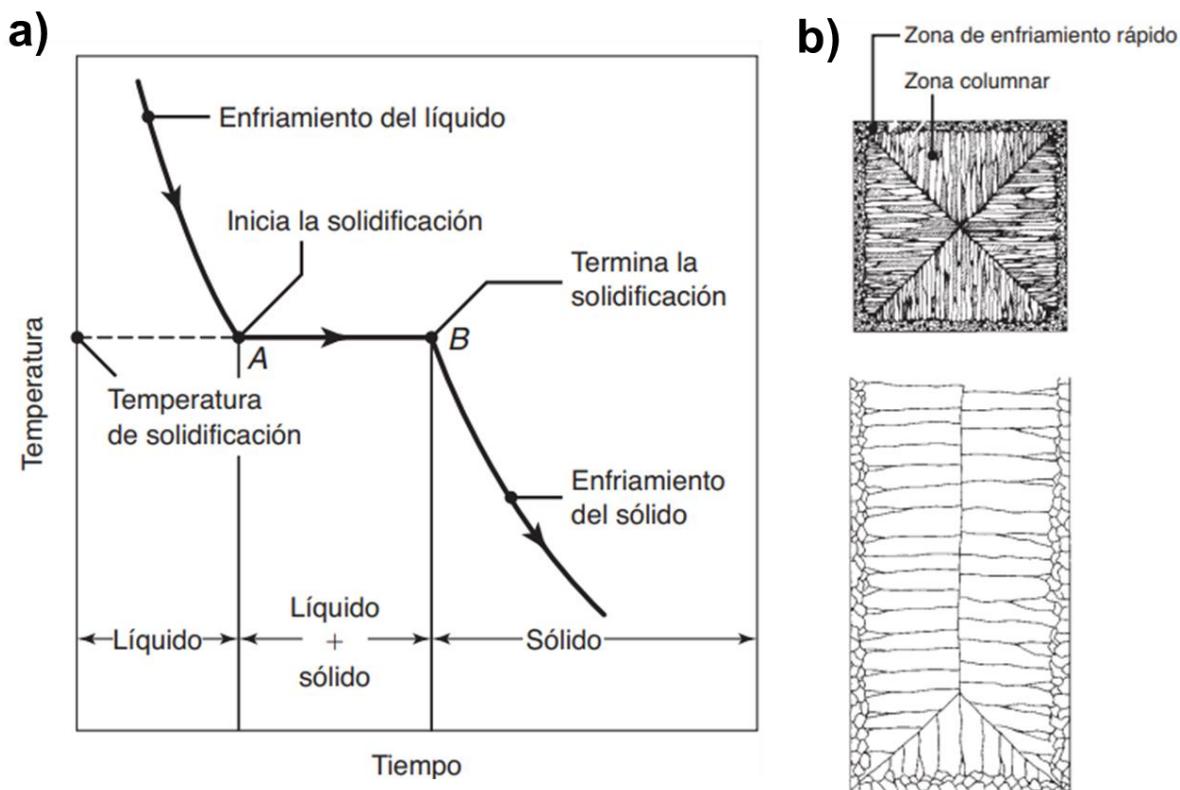


Figura 6. a) Representación de la solidificación de un metal puro mediante curva de temperatura en función del tiempo. b) Esquema de la estructura de solidificación de un metal puro [70].

Las propiedades de una fundición dependen no solo de su composición, sino también del tamaño, forma y distribución de sus granos. El enfriamiento rápido en las paredes del molde genera granos equiaxiales en la superficie, mientras que el centro, al enfriarse más lentamente, presenta granos más gruesos y equiaxiales. Dado que la mayoría de los metales se contraen al solidificarse, es posible que aparezcan cavidades de contracción si no se agrega metal líquido adicional durante el proceso [70], [71].

Actualmente, los procesos de fundición para la obtención de CMM tiene mayor importancia que la metalurgia de polvos, ya que resulta más económica, además de que se pueden obtener una gran variedad de formas dependiendo del molde a utilizar [72].

2.4.3 Torneado

El torneado es un proceso de mecanizado preciso para obtener piezas cilíndricas, mediante la eliminación de material (viruta) de una pieza en rotación.

Se lleva a cabo en un torno el cual proporciona un movimiento giratorio a la pieza de trabajo mientras la herramienta de corte avanza. La pieza se sujeta mediante dispositivos como mandriles o platos, y en el caso de piezas largas, se apoya con el contrapunto. El cabezal contiene el sistema de impulso, y el carro es el encargado de mover la herramienta.

Las herramientas de corte son pieza clave, ya que su geometría, como los ángulos de ataque y alivio, afecta la eficiencia del corte y la formación de virutas. La velocidad de remoción del material es importante, y los ángulos adecuados mejoran tanto la resistencia de la herramienta como la calidad del acabado.

Los tornos pueden operar a diferentes velocidades y configuraciones. Pueden ser operados manualmente, aunque se requieren operadores con experiencia y el uso de equipo de protección adecuado, esto para los tornos mecánicos, pero hoy en día la mayoría usa motores eléctricos. Los tornos más avanzados, como los automáticos o copiadores, permiten mayor eficiencia en procesos masivos.

Al diseñar piezas para el proceso de torneado, es esencial tener en cuenta factores como la facilidad para sujetar la pieza, la precisión dimensional requerida, evitar esquinas agudas y seleccionar materiales con buena maquinabilidad [70], [71].

2.4.4 Procesos de Deformación

a) Deformación en Frío (Prensado)

El proceso de prensado consiste en deformar un material mediante la aplicación de fuerza controlada, la deformación consiste en que el material es aplastado al aplicarle una carga. Este proceso se realiza en una prensa, una máquina diseñada para ejercer presión sobre un material, el cual al ser aplastado cambia sus dimensiones por lo que se considera que sufre una deformación volumétrica, el volumen se mantiene, pero no sus medidas originales como su sección transversal.

Este proceso combina precisión, fuerza y velocidad para lograr la deformación requerida y tiende a aumentar la resistencia del material a través de la deformación [70], [71].

El trabajado en frío consiste en aplicar una fuerza que exceda la resistencia a la fluencia del material metálico, por lo que a la vez se conforma y endurece el material, por eso también a este proceso se le conoce como endurecimiento por deformación.

Al deformar un metal en frío se le aplica una energía y, por lo tanto, el material pasa a un estado de inestabilidad, puesto que su energía interna es ahora mayor que la que tenía sin deformar. A temperatura ambiente, la velocidad con que se pasa a la forma estructural estable es muy lenta, siendo posible aumentarla elevando un poco su temperatura. Con ello se incrementa la agitación térmica y, en consecuencia, la movilidad atómica [73].

b) Deformación en caliente

En contraste al prensado en frío, los procesos en caliente aplican temperatura o gradientes térmicos para darle forma al metal [73]. Para las aleaciones de aluminio el rango de temperatura que comúnmente se utiliza para la deformación varía entre 350 y 470 °C. La conformación en caliente se realiza operando a temperaturas superiores a la de recristalización. Conforme se eleva la temperatura de un metal, a la vez se deforma, aumenta la agitación térmica y disminuye la tensión crítica de cizallamiento, aumentando así la capacidad de deformación de los granos. Simultáneamente se produce también una disminución de la resistencia de los límites de grano. Aparecen dos factores, ambos dependientes de la temperatura: la resistencia de los límites de grano y la resistencia de los cristales.

En el trabajo en caliente es necesario mantener la temperatura siempre por encima de la de recristalización. Durante el tratamiento tienen lugar simultáneamente las deformaciones plásticas y la recristalización de los granos deformados, por lo que se requiere que la velocidad de recristalización sea suficientemente elevada, para que todos los granos hayan recristalizado al terminar el proceso. Por tanto, no basta con efectuar el trabajo por encima de la temperatura de recristalización; hay que

mantener al metal con esa temperatura el tiempo suficiente para que la recristalización haya sido completada. La temperatura de trabajo tiene también un límite superior. Ha de ser inferior a la temperatura de fusión del metal y de las impurezas; y en caso de que haya eutéctico, por debajo de la temperatura de formación de este.

Para la obtención de productos metálicos con forma de alambre existen dos procesos que se usan ampliamente los cuales son la extrusión seguido de trefilado. En ocasiones solo se usa el trefilado, únicamente cuando se tienen una geometría con sección transversal lo suficientemente pequeña para pasar por los dados de trefilado, de no ser el caso se tendría que pasar primero al proceso de extrusión para disminuir esa área.

Se pueden usar otros procesos antes de pasar al trefilado para reducir la sección transversal del material como el prensado y un posterior torneado para darle forma cilíndrica al metal, en caso de querer obtener un alambre de sección redondeada.

c) Extrusión

La extrusión es un proceso de conformado mediante el cual una barra o un bloque de metal llamado tocho, es forzado a pasar a través de unos dados (matriz) mediante la aplicación de presión, con el fin de reducir su sección transversal y así obtener la pieza deseada. Mediante este método se pueden obtener diferentes productos, como lo son barras, tubos, varillas y otras geometrías complejas [40], [73].

La Figura 7 presenta una clasificación de los diversos tipos de extrusión, se puede llevar a cabo en caliente o en frío dependiendo del metal a trabajar. La extrusión en caliente es adecuada para metales difíciles de formar (como los aceros inoxidables y aleaciones de alta temperatura), la temperatura de trabajo depende del material a extruir y se utiliza para producir productos largos y rectos de sección transversal constante como barras, tubos alambres, entre otros [73], [74]. Existen tres tipos de extrusión en caliente: sin lubricación, lubricada e hidrostática, en esta última existe

una película de fluido entre el tocho y la matriz la cual va a ejercer presión sobre el metal [74].

La extrusión en frío se realiza a temperatura ambiente y genera calor debido a la deformación del metal [74], se utiliza en la fabricación de piezas pequeñas y simétricas, y permite una alta producción con buen control dimensional y acabado superficial [73].

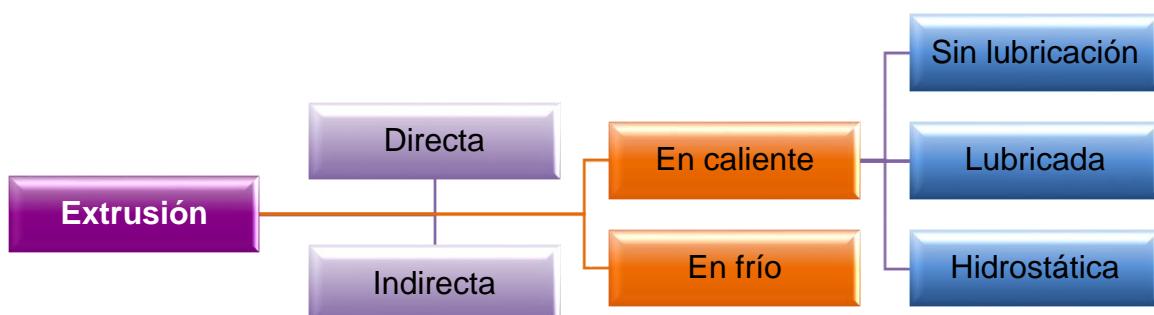


Figura 7. Tipos de extrusión.

Existen también dos tipos principales de extrusión: directa e indirecta. En la extrusión directa (Figura 8a), también llamada hacia adelante, el tocho se empuja a través de la matriz mediante un pistón, lo que genera altas fuerzas de fricción, mientras que en la extrusión indirecta conocida también como hacia atrás o inversa (Figura 8b), el pistón se mantiene estacionario y el contenedor con el tocho se mueve, lo que reduce las fuerzas de fricción y la potencia necesaria, aunque existen limitaciones debido a la necesidad de un pistón hueco [73], [74].

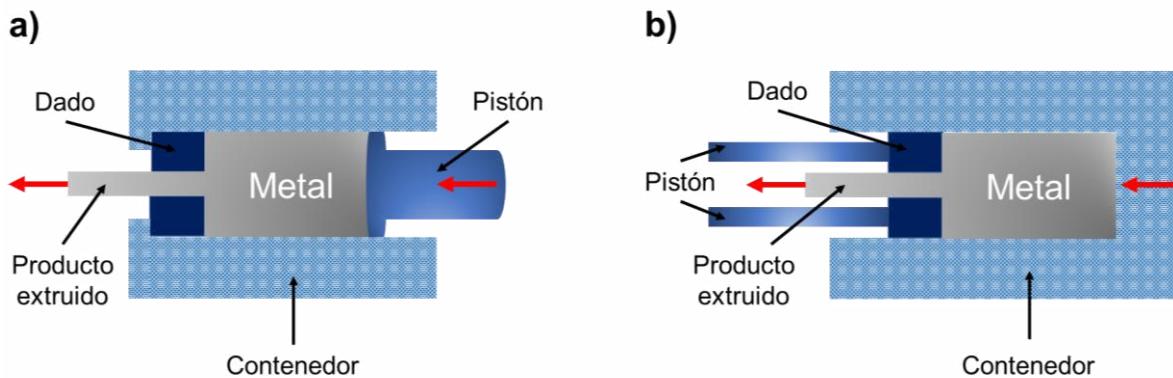


Figura 8. Esquema que ilustra la sección transversal de la extrusión y sus componentes
a) directa y b) indirecta.

El equipo utilizado para este proceso son las prensas hidráulicas, las cuales pueden ser horizontales o verticales. La velocidad del pistón de la prensa es crucial, especialmente en la extrusión a altas temperaturas, donde una velocidad demasiado alta puede causar defectos en el producto final. Por lo tanto, la velocidad debe ser cuidadosamente controlada para evitar problemas como el disparo del material en el caso de aleaciones de aluminio y cobre [73].

d) Trefilado

El trefilado es un proceso de fabricación en donde se tira del metal, en forma de barra a través de una serie de matrices mediante una fuerza de tensión para producir un alambre [73], generando altas deformaciones debido a la reducción de la sección transversal del material [75], este estiramiento provoca que haya un cierto comportamiento anisotrópico en el metal ya que durante el proceso los granos giran y se largan ocasionando que ciertas direcciones y planos cristalográficos queden alineados, generando también una textura fibrosa [41]. La Figura 9 presenta un esquema general del proceso de trefilado y los cambios dimensionales que ejerce la pieza.

El trefilado comienza con varillas o barras que se limpian y preparan para mejorar la lubricación. Se utilizan lubricantes adecuados, dependiendo del tipo de trefilado, ya sea en seco, utilizando jabón, o en húmedo haciendo uso de aceites, para

minimizar el desgaste de los dados y mejorar el acabado superficial de las piezas [73].

La capacidad del proceso depende de tres factores principales: las propiedades del material, la geometría de la matriz y las condiciones de procesamiento, como la velocidad y la fricción [75], [76]. La geometría de la matriz va a determinar las dimensiones finales del alambre, la reducción del área y por lo tanto el área final [74].

Aunque el proceso se lleva a cabo en frío, la deformación plástica y la fricción entre el dado y el material pueden generar un incremento en la temperatura del alambre [73], lo que puede ocasionar un calentamiento no uniforme, afectando la calidad del producto, las condiciones de lubricación y provocando un desgaste a la matriz [75], [76]. Así también se desarrollan esfuerzos residuales debido a la deformación, ya que un porcentaje del esfuerzo aplicado se almacena en el metal como una red de dislocaciones incrementando así la energía interna [41], esto no es muy deseable ya que puede ocasionar la fractura del alambre. Para minimizar estos efectos negativos, en ocasiones se hace uso de un tratamiento térmico de recocido para aliviar las tensiones, durante etapas intermedias del proceso y al final de este, se puede volver a tratar el metal para su aplicación final [74].

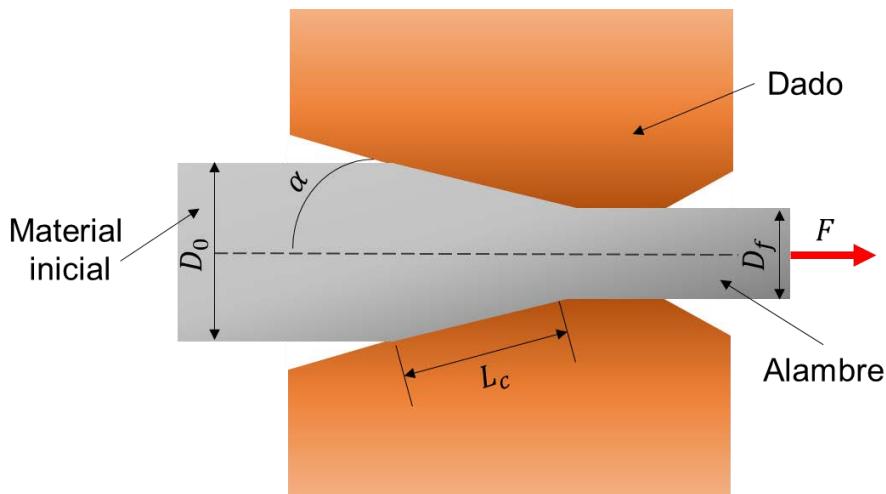


Figura 9. Esquema del proceso de trefilado.

Mediante diversos cálculos, conociendo las propiedades del material y las características geométricas de los dados empleados, se puede determinar el efecto de diversos factores del proceso, como a continuación se describe.

El porcentaje de reducción [75] se puede obtener con la ecuación 1, mediante el área inicial (A_0) y el área final (A_f) del alambre:

$$\%r = \frac{A_0 - A_f}{A_0} \times 100 \quad (1)$$

Para calcular el esfuerzo de trefilado (σ_T), se utiliza el ángulo del dado (α), el cual comúnmente es de 15° y el coeficiente de fricción (μ) que no debe de pasar de 0.1, por lo que normalmente es de ~ 0.07 [76] y se obtiene con la siguiente ecuación 2:

$$\sigma_T = \varepsilon \cdot \sigma_{prom} \cdot \emptyset \left(1 + \frac{\mu}{\tan(\alpha)} \right) \quad (2)$$

Donde:

- ε es la deformación equivalente [77], [78]:

$$\varepsilon = \ln \frac{A_0}{A_f} \quad (3)$$

- σ_{prom} es el esfuerzo de fluencia promedio [73], en donde K (coeficiente de resistencia) y n (coeficiente de endurecimiento por deformación) son valores propios del material:

$$\sigma_{prom} = \frac{K \varepsilon^n}{1 + n} \quad (4)$$

- \emptyset es el factor psi, factor de corrección para la deformación [73]:

$$\emptyset = 0.88 + 0.12 \frac{D}{Lc} \quad (5)$$

- D es el diámetro promedio, se necesitan los diámetros inicial y final (D_0 y D_f):

$$D_m = \frac{D_0 + D_f}{2} \quad (6)$$

- L_c es la longitud de contacto [75]:

$$L_c = \frac{D_0 - D_f}{2 \operatorname{sen}(\alpha)} \quad (7)$$

La fuerza (F) y la potencia (P) de trefilado [73], se obtienen de las ecuaciones 8 y 9:

$$F = \sigma_T \cdot A_f \quad (8)$$

$$P = F \cdot v \quad (9)$$

en esta última ecuación, v es la velocidad del proceso.

2.4.5 Tratamiento térmico de recocido

El recocido es un tratamiento térmico aplicado a los metales para eliminar los efectos del trabajo en frío, restaurando su ductilidad y mejorando su acabado superficial. [40]. Este proceso implica calentar el metal y luego enfriarlo lentamente para aliviar tensiones y restaurar su estructura cristalina, si se lleva a cabo a baja temperatura se pueden eliminar los esfuerzos residuales sin afectar las propiedades mecánicas finales [41].

El recocido es un proceso térmico que consta de tres etapas principales:

- **Recuperación:** Al calentar el metal, se alivian los esfuerzos internos causados por el trabajo en frío. Las dislocaciones dentro de la microestructura se reorganizan, lo que reduce o elimina las tensiones residuales. Este proceso mejora la conductividad eléctrica y la resistencia a la corrosión sin cambiar drásticamente la estructura del material.
- **Recristalización:** Cuando el metal se calienta por encima de su temperatura de recristalización, se forman nuevos granos con pocas dislocaciones. Estos granos reemplazan a los deformados por el trabajo en frío, lo que da como resultado un material más dúctil, pero con menor resistencia.

- **Crecimiento de grano:** A temperaturas más altas, los granos formados durante la recristalización crecen en tamaño. Los granos más grandes tienen menos energía que los pequeños, y el equilibrio entre la temperatura y la rigidez de la red determina el tamaño máximo de los granos en el material. El recocido incluye tres etapas principales: recuperación (alivio de esfuerzos internos sin grandes cambios en la microestructura), recristalización (formación de nuevos cristales) y crecimiento de grano (aumento del tamaño de los granos a temperaturas altas) [41], [42], [79].

Existen diferentes tipos de recocido para las aleaciones de aluminio según el objetivo a alcanzar, ya sea, eliminar el endurecimiento por deformación o mejorar las propiedades del material, las condiciones iniciales como los tiempos y la temperatura van a depender del tipo de aleación y el temple inicial.

- **Recocido completo:** Es el tratamiento más suave que se aplica a aleaciones forjadas, restableciendo completamente la ductilidad y eliminando los efectos del endurecimiento por deformación.
- **Recocido parcial:** Se utiliza para obtener propiedades mecánicas intermedias en aleaciones trabajadas en frío, con temperaturas que no llegan a producir una recristalización completa.
- **Recocido para aliviar tensiones:** Se usa para eliminar los efectos del trabajo en frío sin recristalización total, aplicando temperaturas moderadas.

Durante el recocido, es esencial mantener la temperatura adecuada para garantizar una microestructura y propiedades consistentes en el material [80].

3 METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

En la Figura 10 se muestra un diagrama de flujo general correspondiente a la experimentación. De manera general se mencionan brevemente las etapas realizadas y a continuación se describirá cada una de éstas de manera detallada. La primera etapa consistió en realizar las modificaciones superficiales a la fase reforzante (NTC).

Se continuó con la preparación de los sustratos incluyendo corte y limpieza química, para posteriormente someterlos a un proceso de depositación de bicapas: una capa de los NTC metalizados y a continuación una capa de Al. Estos sustratos fueron utilizados como soportes para los NTC y el recubrimiento de aluminio fue depositado con la intención de formar una capa protectora sobre la nanoestructura. Después de realizar los recubrimientos, éstos se sometieron a un ciclo térmico para llevar a cabo la sinterización y evitar la pérdida de material carbonoso por desprendimiento. A continuación, los sustratos recubiertos fueron colocados en el interior de un molde metálico en el cual se vierte la aleación Al 1350-H19 previamente fundida por separado. La posterior solidificación permite la obtención de probetas con geometría cilíndrica usando la ruta de metalurgia en estado líquido. La pieza final que se obtiene es un nanocompósito Al-C en forma de billet con dimensiones de 2 cm de diámetro × 10 cm de longitud. Estas probetas posteriormente fueron sometidas a un proceso de deformación plástica utilizando una prensa hidráulica con la intención de disminuir el diámetro y así poder obtener mediante un corte simétrico 2 probetas de cada billet. Paralelamente algunas de las muestras obtenidas mediante esta ruta experimental, también se introdujeron por segunda ocasión al horno de fundición y así explorar la obtención de una probeta cilíndrica de 1.2 cm de diámetro × 10 cm de longitud.

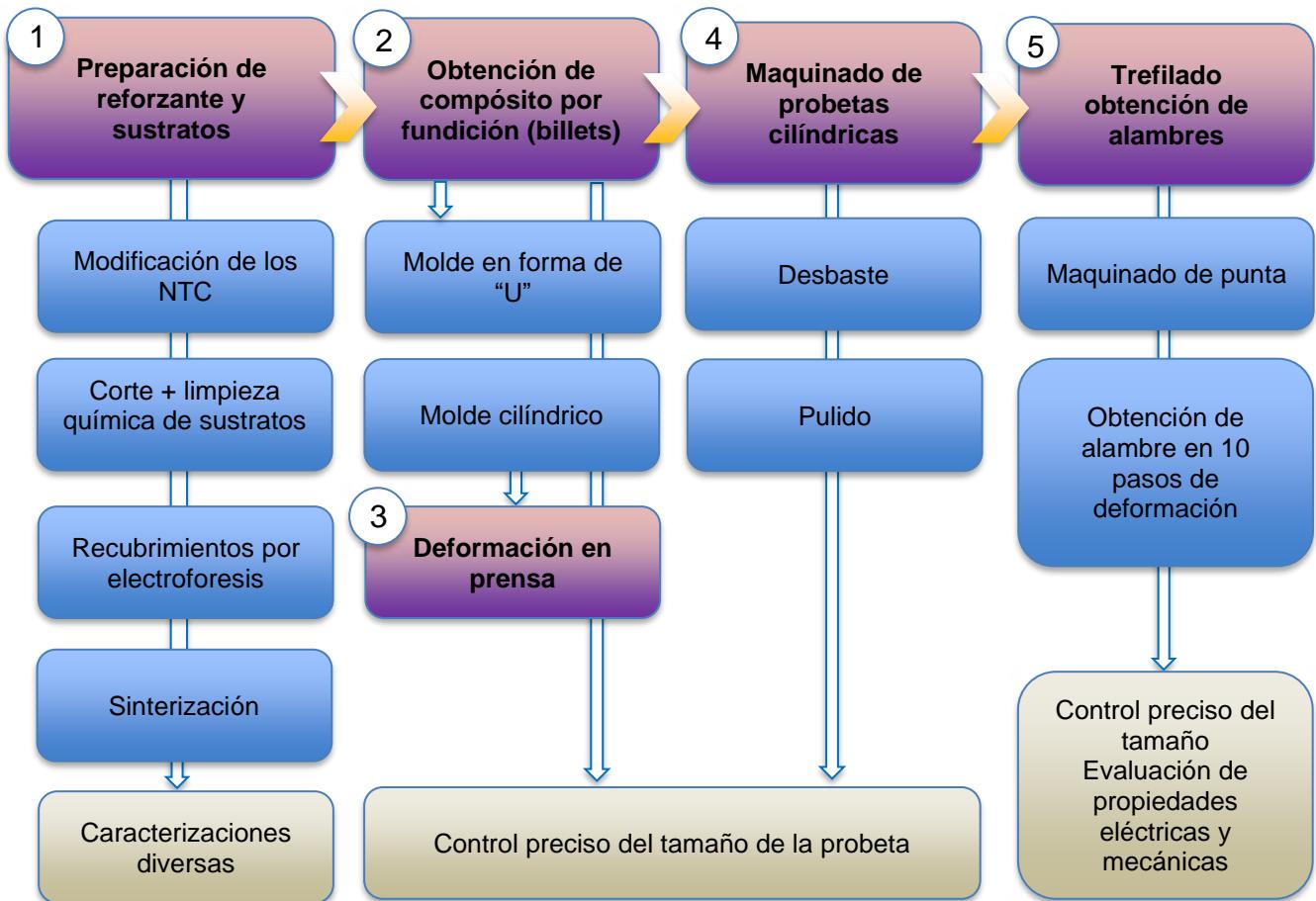


Figura 10. Diagrama de flujo general mostrando la metodología experimental de la investigación.

El siguiente paso consistió en someter cada una de las probetas obtenidas a un maquinado superficial usando un torno convencional de donde se obtuvieron probetas cilíndricas con una longitud de 9 mm de diámetro × 10 cm de longitud. Todas las probetas se sometieron a un tratamiento térmico de recocido con el objetivo de eliminar los esfuerzos internos creados por la deformación y el maquinado. Finalmente, las probetas cilíndricas se sometieron a un proceso de trefilado para la obtención de secciones de nanocompósitos Al-C con geometría de alambre de 3 mm de diámetro × 40 cm de longitud. Al término de cada etapa del proceso se realizaron diversas caracterizaciones químicas y/o morfológicas de los materiales obtenidos, incluyendo ICP, DRX, Espectroscopia Raman, XPS, SEM-EDS, Análisis Térmico, Propiedades Mecánicas y Eléctricas.

A continuación, se describen con más detalle cada una de las etapas experimentales. Las materias primas empleadas fueron una aleación de Al tipo 1350-H19 en forma de alambrón, que fue utilizada como matriz metálica, alambre y lámina de aluminio puro, los cuales fueron usados como sustrato y nanotubos de carbono de pared simple que son utilizados como refuerzo.

3.1 Modificaciones químicas superficiales a los NTC

Se les realizaron diversos tratamientos superficiales a los NTC comerciales con la finalidad de eliminar algunas impurezas y crear grupos funcionales que contengan oxígeno (carboxilo e hidroxilo) y sitios activos en su superficie.

Funcionalización. Se inició con la funcionalización de los NTC comerciales haciendo uso de soluciones ácidas siguiendo un procedimiento previamente reportado en la literatura [81]. Primero se utilizó una solución 3M de ácido nítrico (HNO_3) a la cual se le añadieron los NTC, esta solución se sonicó durante 2 h a 40 kHz, posteriormente el material se lavó con agua desionizada, después los NTC se dejaron secar a temperatura ambiente, este tratamiento con HNO_3 ayuda a la eliminación de impurezas y de plaquetas grafíticas amorfas [81]. Los NTC lavados y secados se añadieron a una solución 6M de ácido clorhídrico (HCl) y fueron sonicados durante 30 minutos, para posteriormente retirar el exceso de ácido mediante tres lavados con agua desionizada y de igual forma los NTC se dejaron secar a temperatura ambiente. El uso de HCl es un método de purificación, que ayuda también a la eliminación de impurezas como óxidos metálicos [81], [82].

Sensibilizado. El siguiente paso es el sensibilizado de la estructura en donde se crean sitios activos superficiales utilizando estaño (Sn), los cuales van a permitir una unión estable entre los iones metálicos y el material carbonoso [24]. La sensibilización inició sometiendo los nanotubos de carbono previamente funcionalizados a sonicar durante 2 h junto a dos soluciones de 0.1M, la primera de cloruro de estaño (SnCl_2) y la segunda de HCl. La solución se filtró y se lavó con agua desionizada haciendo uso de una bomba de aire para finalmente dejar secar los NTC a temperatura ambiente.

Metalizado. El último tratamiento que se realizó fue la metalización de los NTC con la finalidad de proteger al material carbonoso y crear una buena solubilidad entre este refuerzo y la matriz metálica. Los NTC ya tratados previamente se sonicaron durante 30 minutos junto con sulfato de cobre (CuSO_4). Después la solución se colocó en una plancha previamente precalentada a $\sim 60^\circ\text{C}$, en donde se agregó citrato trisódico y formaldehído, además de las pastillas de hidróxido de sodio, con la finalidad de cambiar el pH a básico, la solución se dejó con agitación durante 2 h. Finalmente se hicieron lavados con acetona y agua desionizada, para posteriormente dejar secar a temperatura ambiente.

En la Figura 11 se puede observar el procedimiento que se llevó a cabo en cada uno de los tres tratamientos superficiales que se les realizaron a los NTC, para poder obtenerlo reforzado con cobre y así protegerlo manteniendo su integridad estructural y por consiguiente sus buenas propiedades

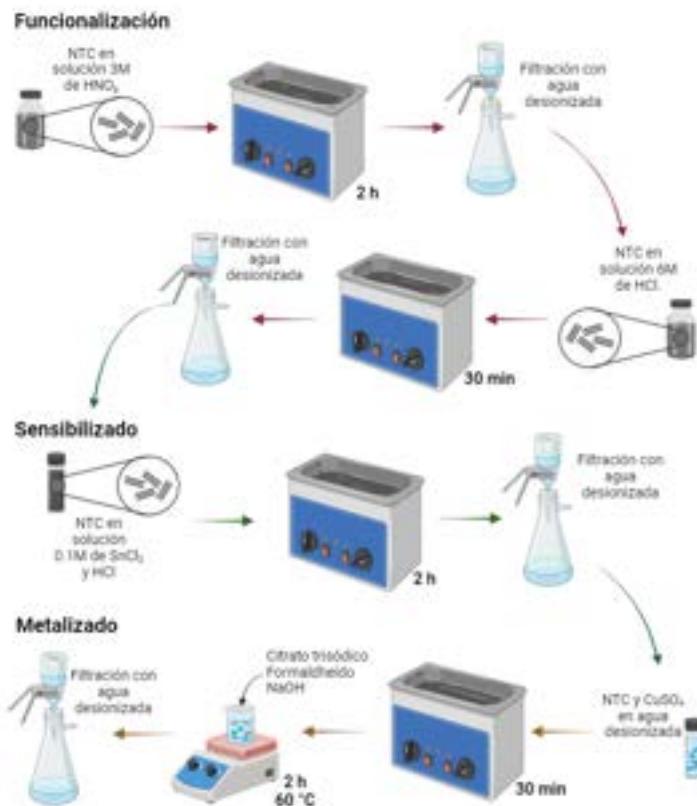


Figura 11. Diagrama esquemático del procedimiento realizado para los tratamientos superficiales a la fase reforzante.

Después de los tratamientos realizados a los NTC, estos se pueden modificar superficialmente tanto en la punta como en la pared lateral [83]. El esquema de reacción para la funcionalización, sensibilizado y metalizado de los NTC se muestra en la Figura 12.

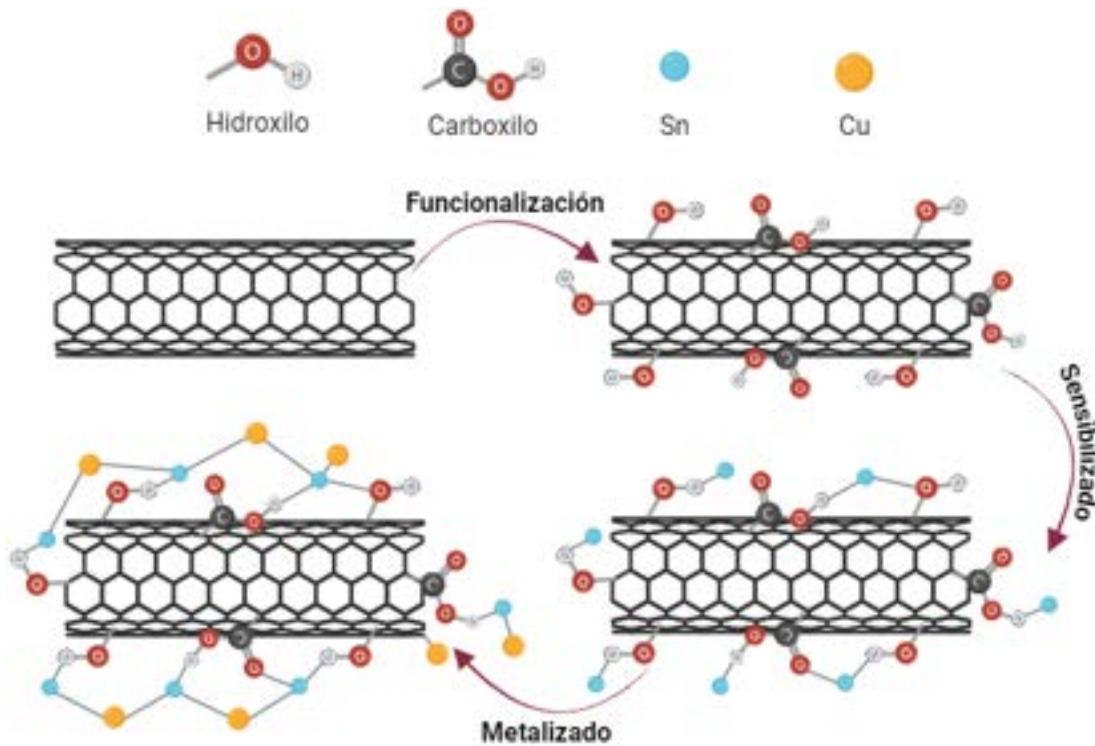


Figura 12. Esquema del proceso de reacción de los tratamientos superficiales a los NTC.

3.2 Depositación Electroforética (EPD)

Se utilizó el método de electroforesis para obtener sustratos recubiertos con el material reforzante, los sustratos utilizados fueron alambres y láminas de aluminio de alta pureza, los cuales pasaron por un proceso de limpieza en medios básicos y ácidos para después ser recubiertos mediante con NTC prístinos y metalizados, posteriormente se hizo un segundo recubrimiento con polvo de Al grado reactivo (ver composición en la Tabla 6) para proteger aún más a la nanoestructura.

Tabla 6. Composición química del polvo de Aluminio.

Fe	Cu	Mn
0.5% máx.	0.02% máx.	0.02% máx.

Antes de poder realizar el recubrimiento de Al, el polvo tuvo que pasar por un proceso de molienda ya que su tamaño de partícula original (de $41.6 \pm 9.6 \mu\text{m}$) permitía la precipitación de partículas evitando la depositación electroforética.

Los polvos fueron molidos con la finalidad de obtener un recubrimiento más homogéneo haciendo uso de un molino planetario utilizando bolas de carburo de tungsteno, durante 2 h a 250 rpm, con una relación de medio de molienda:polvo de 5:1. El tamaño de partícula del polvo de Al obtenido después de la molienda fue de $21.09 \pm 4.3 \mu\text{m}$, además de que también se mezclaron con isopropóxido de aluminio (AIP) al momento de hacer la suspensión, para que éste lograra generar grupos funcionales y así mejorar el recubrimiento durante el proceso de deposición. El AIP primero se disolvió en el medio de dispersión (isopropanol) mediante agitación magnética por 10 minutos, para después agregar el polvo de aluminio. La suspensión se agitó durante otros 10 minutos y finalmente se sometió a ultrasonido por 20 minutos adicionales para fomentar la dispersión. La Figura 13 muestra un diagrama de los pasos experimentales para la preparación de la suspensión usada en EPD.

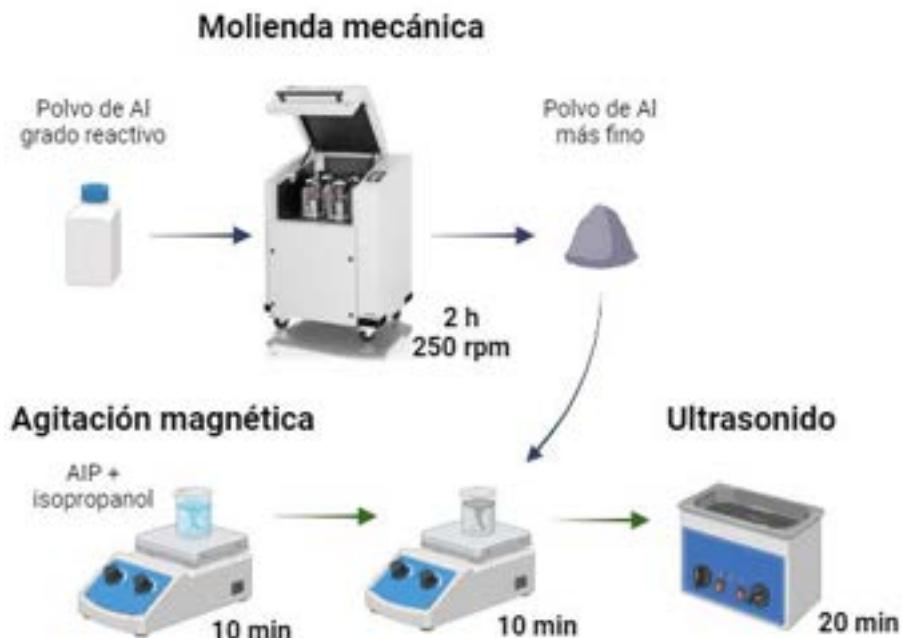


Figura 13. Diagrama de flujo para la obtención de la suspensión con Al.

Los sustratos recubiertos obtenidos constan de una y dos capas de NTC metalizados (NTC_M) para ambas geometrías, esto con la finalidad de tener concentraciones diferentes de carbono en el material compuesto. Para lograr una mejor adhesión de los recubrimientos al sustrato, estos fueron sometidos a un tratamiento de sinterizado a 400 °C en atmósfera de nitrógeno durante 1 hora.

En la Figura 14 se presenta el diseño esquemático de la sección transversal de los sustratos recubiertos.

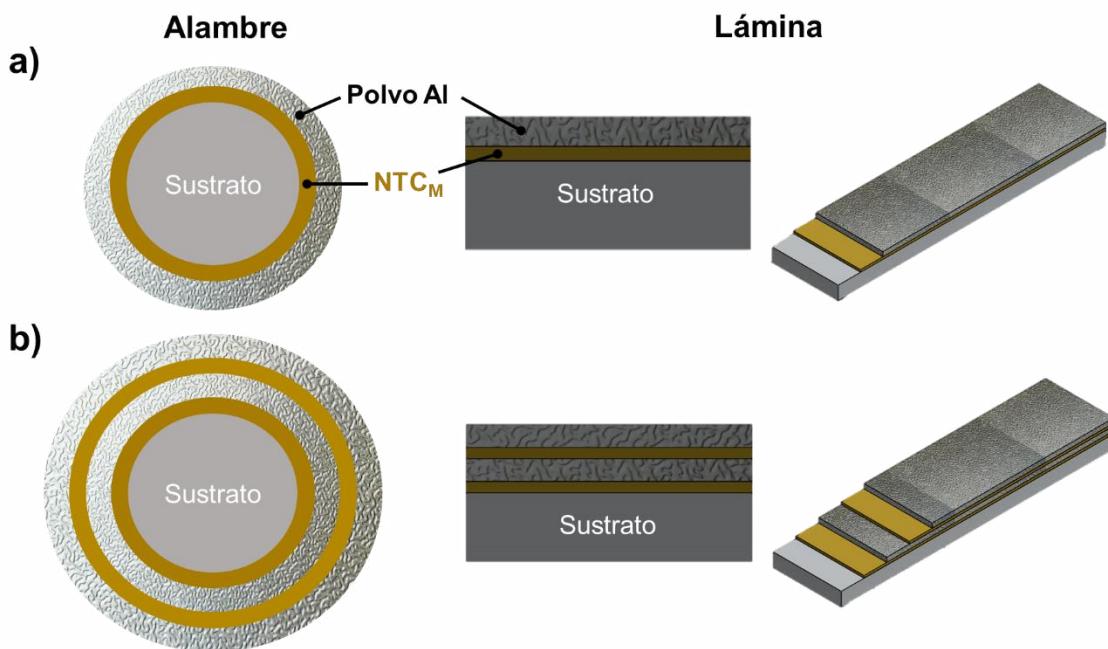


Figura 14. Representación esquemática de los recubrimientos de NTC-M y polvo de Al vistos en sección transversal. Recubrimiento de a) 1 capa y b) 2 capas de NTC_M .

El equipo donde se llevó a cabo el recubrimiento consiste de una celda en la cual se colocó una suspensión previamente sonicada. Los electrodos utilizados fueron los mismos, tanto para el cátodo como para el ánodo, dependiendo de la geometría a recubrir (alambre o lámina de Al); se sometieron dentro del medio y se conectaron a una fuente que suministró el voltaje requerido durante un periodo de tiempo determinado. En la Figura 15a se muestra una fotografía de la celda de electroforesis empleada tanto para el recubrimiento con NTC como con polvo de Al, la carga de las partículas para los NTC prístinos como metalizados es negativa por

lo que la deposición fue anódica, mientras que la carga de los polvos de Al fue positiva depositándose así sobre el cátodo (Figura 15b).

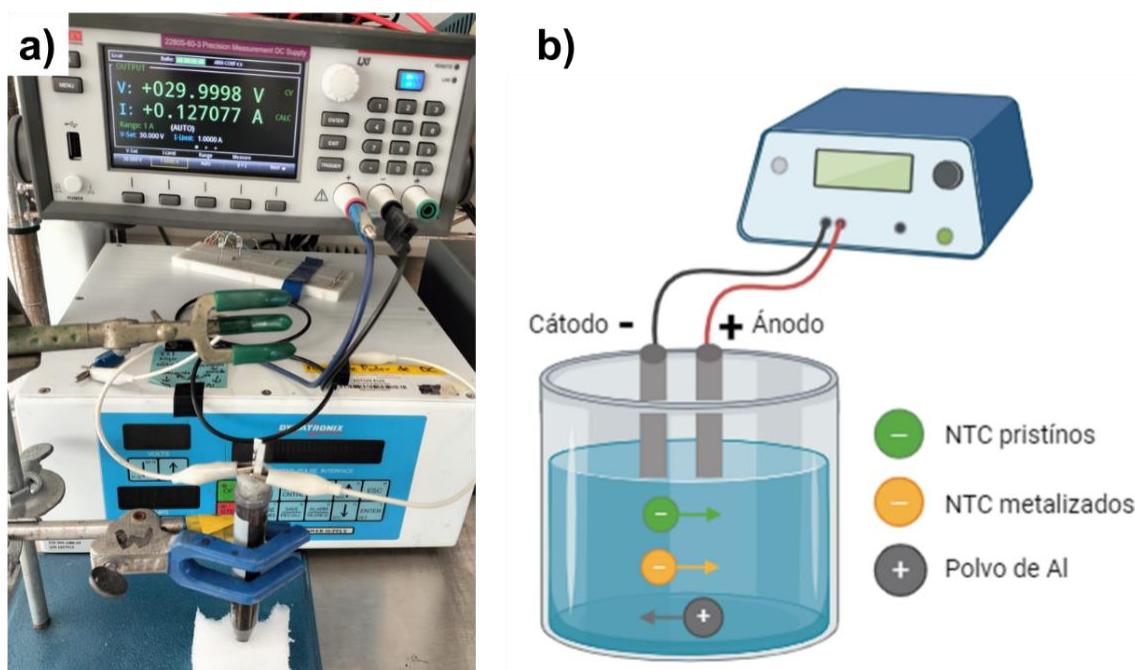


Figura 15. a) Celda y equipo utilizado para la EPD. b) Esquema de la celda indicando el movimiento de las partículas.

Se probaron experimentalmente diferentes condiciones para obtener el recubrimiento, las variables que se fueron modificando son las siguientes: tipo de solvente, concentración de los NTC y del polvo de Al, tiempo, voltaje, tiempo de ultrasonido de baja y alta frecuencia. Las condiciones utilizadas para obtener cada recubrimiento se presentan en la Tabla 7.

Tabla 7. Condiciones y parámetros de proceso utilizados en la electroforesis.

Recubrimiento	Variable					Agente extra
	Medio de dispersión	Tiempo	Voltaje	Sonicado		
NTC comercial	Isopropanol y etanol	5 min	30 V	Ultrasonido de baja y alta frecuencia 20 min		Iodine
NTC metalizado	Isopropanol y etanol	5 min	30 V	Ultrasonido de baja y alta		Iodine

				frecuencia 20	
				min	
Polvo de Al	Isopropanol	5 min	60 V	Ultrasonido de baja frecuencia	AIP
				20 min	

Las suspensiones utilizadas fueron de 20 ml cada una como se aprecia en la fotografía de la Figura 16. A las suspensiones con NTC se les agregó iodine (al aplicar tan poca cantidad no modificó la carga de las partículas) para lograr tener una suspensión más estable como se muestra en la Figura 16a.

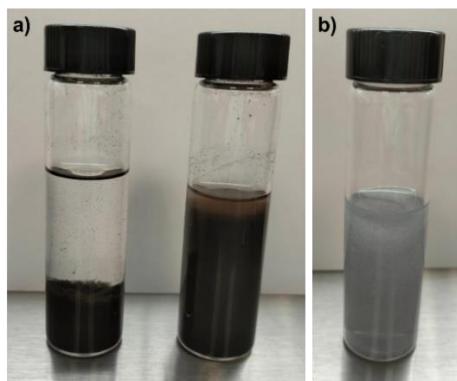


Figura 16. Suspensiones utilizadas en el proceso de EPD. a) Suspensiones con NTC_M , sin y con iodine respectivamente. b) Suspensión con polvo de Al.

En la Figura 17 se aprecian fotografías de los sustratos recubiertos en una longitud de 9 cm. El alambre se probó como un electrodo doble, es decir doblado de manera paralela el sustrato como se presenta en la Figura 17a, con lo que se logró obtener en un solo depósito 2 alambres recubiertos, mientras que, con la lámina al tener mayor área superficial, los recubrimientos se obtuvieron con mayor cantidad de NTC (Figura 17b) optimizando así el proceso de EPD.

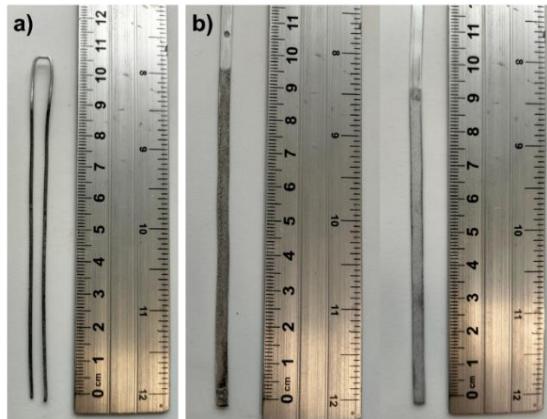
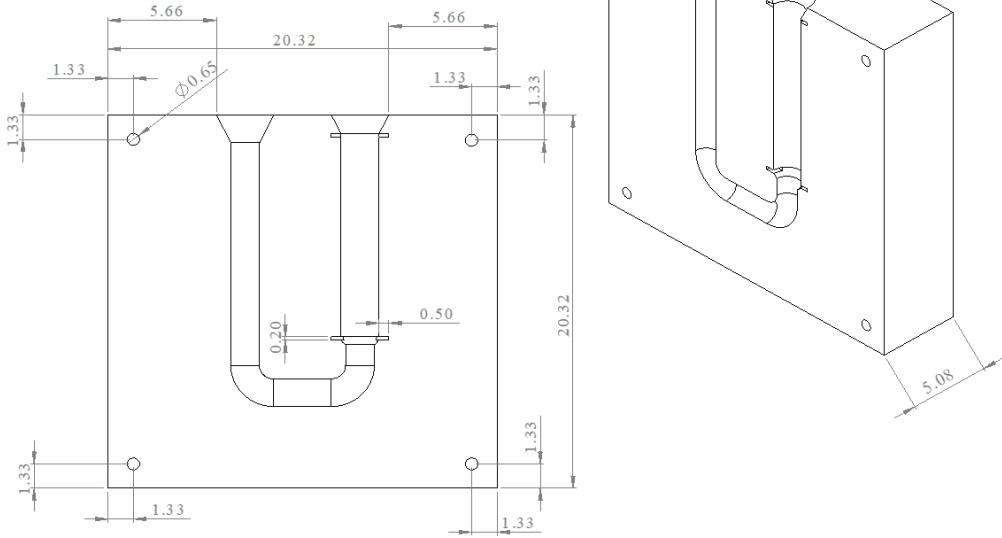
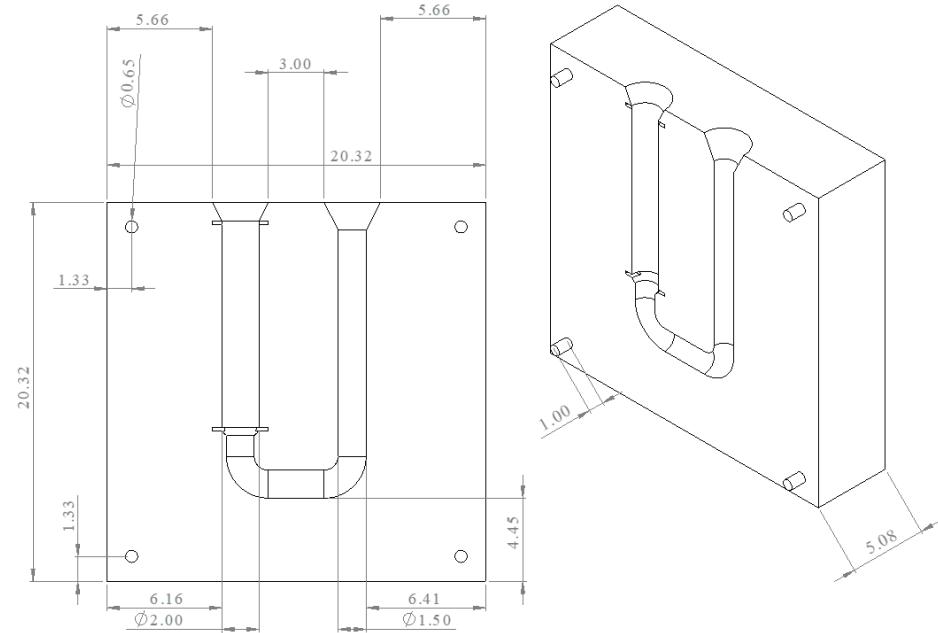


Figura 17. Electrodos de Al utilizados como sustratos en el proceso de EPD, a) alambre recubierto con NTC_M , y b) lámina, recubierta con NTC_M y polvo de aluminio.

3.3 Fundición

Previo al proceso de fundición, primeramente, se realizó el diseño de un molde metálico para la obtención del billet solidificado basado en la norma ASTM B108/B108M – 19 [84], el diseño del molde y sus medidas se presenta en la Figura 18, el cual fue creado en el software SolidWorks.

a)**b)**

c)

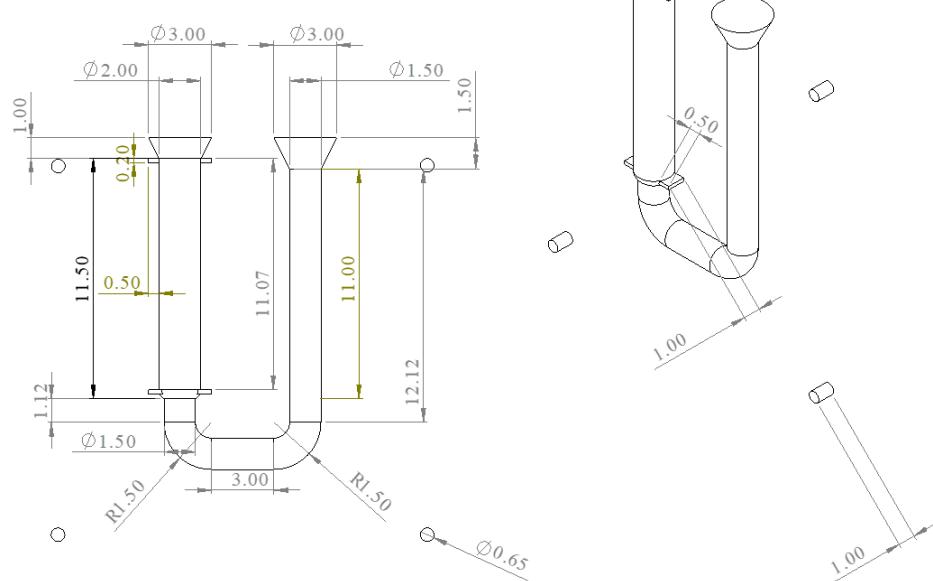


Figura 18. Diseño con medidas del molde metálico elaborado en SolidWorks: a) lado A, b) lado B y c) pieza a obtener.

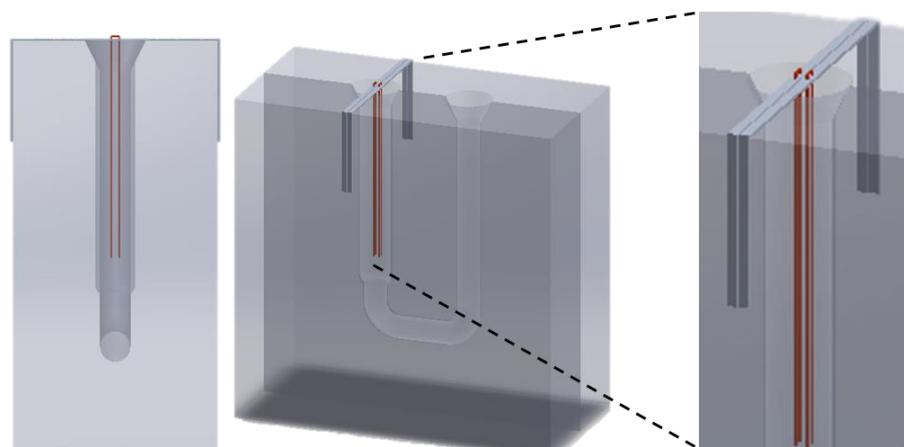
El molde posteriormente fue maquinado mediante manufactura CNC, a partir de dos bloques de acero grado herramienta D2 de $8 \times 8 \times 2$ pulgadas cada uno. En la Figura 19 se presenta el molde obtenido en dos secciones después del maquinado, el cual cuenta con dos agarraderas en ambos lados para su manipulación.





Figura 19. Molde metálico maquinado. a) Vista superior y b) vista frontal de ambas piezas.

Para obtener las probetas fundidas, los sustratos recubiertos se colocaron previamente en el molde como se observa en la Figura 20, en donde se utilizaron 2 electrodos de cada geometría, dando un total de 4 alambres y 2 láminas, dependiendo de la configuración a utilizar, para después pasar al vaciado del metal líquido. Los sustratos obtenidos sirven como medio para poder introducir los NTC en la parte central del molde metálico, en donde se realiza el vaciado del metal líquido, lo cual también va a ayudar a lograr una mejor dispersión de la nanoestructura en el compósito resultante.



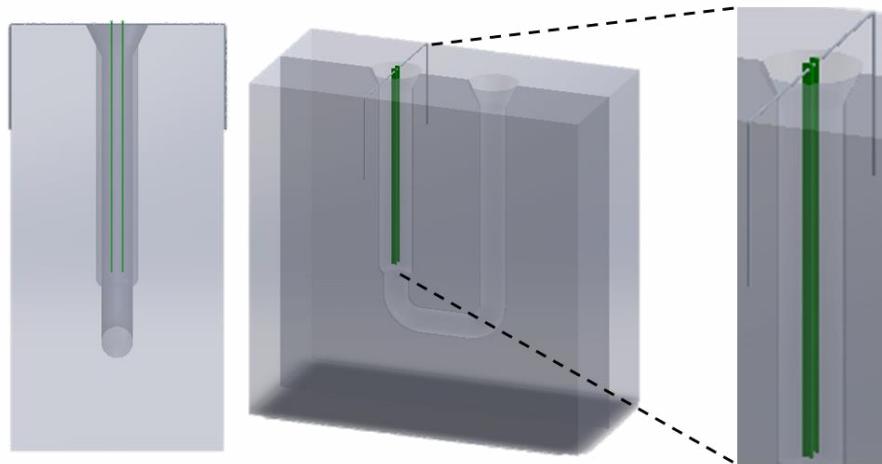


Figura 20. Diagrama esquemático del acomodo de los alambres (rojo) y de las láminas (verde) en el molde metálico para la fundición.

Antes de cada fundición, el molde y el crisol fueron recubiertos y curados con una pintura de nitruro de boro comercial a efecto de incrementar la resistencia térmica y minimizar la adherencia del metal vaciado en las paredes; el molde fue precalentado a 500 °C durante dos horas y el crisol fue curado a la misma temperatura durante 30 minutos. El horno utilizado para fundir se programó a 800 °C con una rampa de calentamiento de 7 °C/min.

Para cada fundición se utilizaron aproximadamente 250 g de Al 1350-H19, el cual tenía una geometría inicial de alambrón, por lo que se cortó mediante segueta en trozos de tamaño pequeño para introducir en el crisol a utilizar. Posteriormente se continuó con la fundición del metal en donde se midió la temperatura real del metal líquido la cual fue de 770 °C y finalmente el metal fue vaciado en el molde como se observa en la Figura 21.



Figura 21. Vaciado del metal líquido (aluminio) en el molde maquinado.

Se obtuvieron 3 probetas para cada tipo de sustrato, una con una capa de NTC comerciales y las otras dos con una y dos capas de recubrimiento con NTC_M , además de la muestra control (catalogada como de referencia en base a la fundición solamente de aluminio), dando un total de 7 probetas, los nombres y la configuración de cada compósito obtenido se presentan en la Tabla 8.

Tabla 8. Nomenclatura y configuración utilizada para cada probeta obtenida.

Muestra	Nombre	Tipo de NTC	Configuración	Capas de NTC	Concentración estimada de NTC (% en V)
Compósitos	Referencia	Al	-	-	0
	AI-NTC (A1)	Comercial	Alambres	1 capa	1.8×10^{-3}
	AI-NTC (L1)	Comercial	Láminas	1 capa	2.3×10^{-3}
	AI-NTC _M (A1)	Metalizado	Alambres	1 capa	1.8×10^{-3}
	AI-NTC _M (L1)	Metalizado	Láminas	1 capa	2.3×10^{-3}

Al-NTC _M (A2)	Metalizado	Alambres	2 capas	3.6×10^{-3}
Al-NTC _M (L2)	Metalizado	Láminas	2 capas	4.6×10^{-3}

La pieza que se obtiene del molde tiene forma de “U” como se presenta en la Figura 22a, de donde de acuerdo al diseño, se extrae de la parte izquierda una probeta de 2 cm de diámetro × 10 cm de longitud, por lo que se procede a realizar el corte con segueta para obtener la pieza final (Figura 22b).

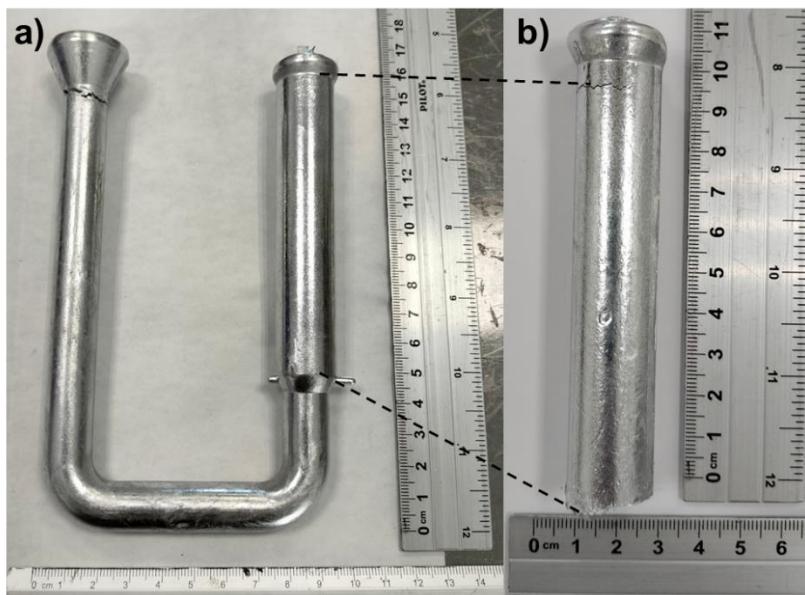


Figura 22. Fundición de aluminio. a) Pieza obtenida del molde metálico y b) probeta de interés recuperada después del corte con segueta.

Las cuatro muestras obtenidas con NTC_M mediante esta ruta experimental se realizaron dos veces, con la finalidad de indagar la acumulación del efecto térmico en la estabilidad química del compósito fabricado. Las piezas obtenidas en segunda ocasión, se sometieron nuevamente a fundición a efectos de minimizar los defectos asociados a la fundición y evaluar también la afectación térmica en la homogeneidad del compósito, además de ser vaciadas en un molde cilíndrico con dimensiones

menores, para obtener una probeta de 1.2 cm de diámetro \times 10 cm de longitud. La probeta obtenida mediante esta metodología se indica en la Figura 23.



Figura 23. Probeta obtenida con menores dimensiones utilizando un molde cilíndrico.

3.4 Deformación en frío (Prensado)

Antes de pasar las probetas al proceso de trefilado se tuvo que disminuir su diámetro de 2 cm a aproximadamente 9 mm, lo cual fue un requisito dimensional para el uso de la máquina trefiladora disponible en CIMAV. No obstante, como el maquinado de las probetas no fue opción para evitar la pérdida de material, se optó por aplicar la deformación con ayuda de una prensa hidráulica aplicando 30 Ton durante 5 minutos. El equipo utilizado y la colocación de las probetas se presenta en la Figura 24.



Figura 24. Prensa utilizada y proceso para aplicar una deformación plástica a los billetes de fundición.

Este proceso de deformación plástica redujo el espesor de la probeta cilíndrica de los compósitos a ~1 cm, generando una geometría similar a un rectángulo como se aprecia en la fotografía de la Figura 25a. Después, esta probeta fue cortada por la mitad utilizando una cortadora de disco abrasivo de SiC obteniendo 2 probetas con un diámetro menor (Figuras 25b y c).

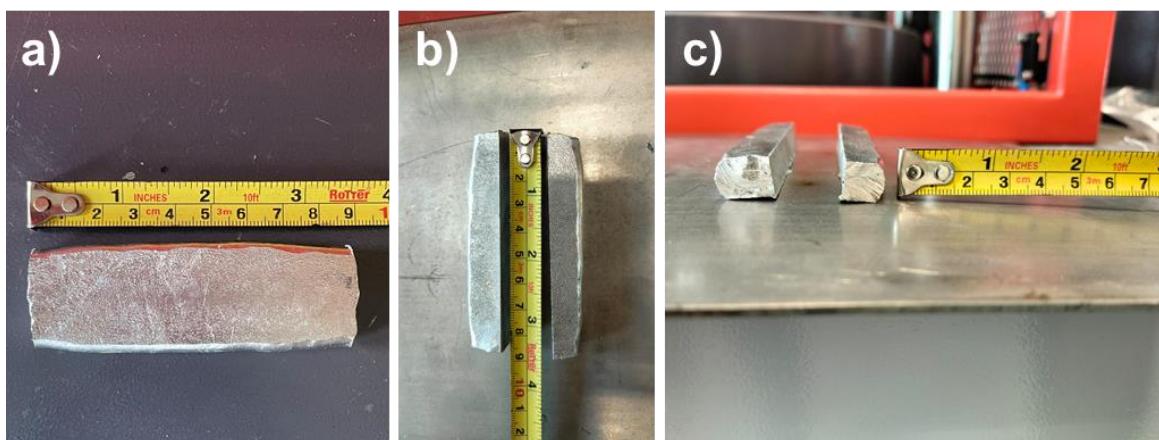


Figura 25. Muestras obtenidas después del proceso de prensado y corte.

La obtención final de alambres se obtuvo mediante un proceso de trefilado, para el cual la geometría de las probetas se optimizó mediante desbaste superficial y fomentar que la muestra pase sin problema por cada uno de los dados cilíndricos disponibles. La adecuación paulatina geométrica de las probetas de los compósitos obtenidos se presenta en la Figura 26. Previo al proceso de trefilado, las probetas cilíndricas obtenidas se sometieron a un tratamiento térmico de recocido a 345 °C

durante 30 min en atmósfera de nitrógeno, aplicando una rampa de calentamiento de 5 °C/min, con la finalidad de liberar tensiones en el material ocasionadas por la deformación.



Figura 26. Probetas maquinadas de manera secuencial, usando desbaste mecánico, lijas metálicas planas y desbaste abrasivo fino con papel lija de 4 granulometrías entre 180 y 800.

Como se mencionó previamente, todas las probetas fueron sometidas a un tratamiento térmico de recocido utilizando un horno marca MTI-1700X en atmósfera de nitrógeno para evitar la oxidación. La Figura 27 presenta el equipo utilizado, así como la rampa de calentamiento programada.

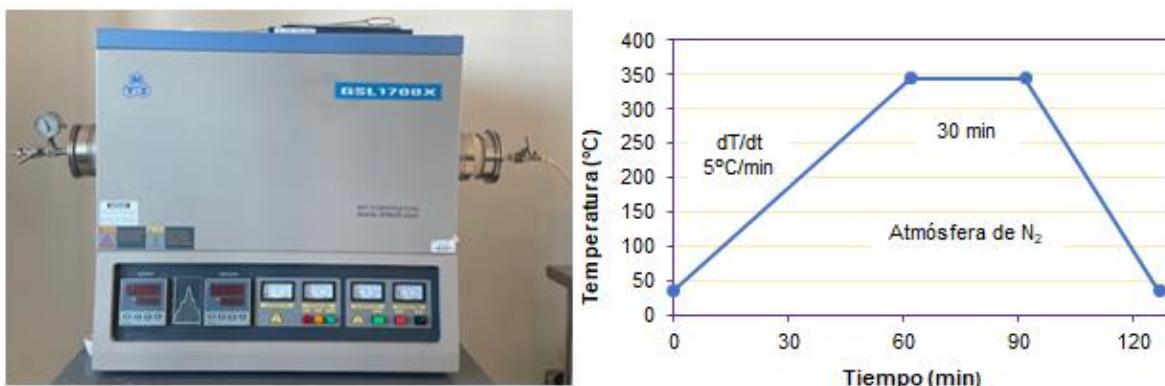


Figura 27. Horno y rampa de calentamiento utilizados en el recocido de las probetas.

3.5 Proceso de Trefilado

Las muestras cilíndricas obtenidas fueron sometidas a un equipo trefilador diseñado a la medida e instalado en el Laboratorio de Aleado Mecánico de CIMAV S.C. Sede Chihuahua. La Figura 28 presenta el equipo utilizado, el cual consta de dos mecanismos; uno para el maquinado de la punta de la probeta, la cual es indispensable para empezar el empuje del material hacia el interior de una serie de dados metálicos diseñados para la obtención de alambres cilíndricos y el otro mecanismo es el empuje de un maneral metálico que con ayuda de una cadena metálica larga la cual propicia la deformación plástica de la probeta mediante tensión. El equipo cuenta con un display que regula la velocidad de avance del maneral metálico, la cual se puede variar a partir de 2 m/min. La abertura para el maquinado de las puntas varía entre 8.5 cm hasta una reducción máxima de ~2 mm de diámetro. También cuenta con un mecanismo de inyección de lubricante para evitar la fricción entre la pieza y los dados. El lubricante utilizado es de uso industrial proporcionado por una empresa.



Figura 28. Equipo Trefilador, mecanismos y accesorios para la fabricación de alambres.

A cada probeta se le aplicaron 10 pasos de deformación, haciendo uso de diferentes dados metálicos los cuales se presentan en la Figura 29, con el objetivo de obtener al término un alambre de ~3 mm de diámetro.



Figura 29. Dados utilizados en el proceso de trefilado.

En la Tabla 9 se presentan las dimensiones de los dados utilizados para la obtención de los alambres cilíndricos.

Tabla 9. Especificaciones dimensionales de los dados metálicos intercambiables usados en el proceso de trefilado.

Ref.	334	298	265	236	210	187	167	149	133	118
Diámetro										
salida (mm)	8.48	7.57	6.73	5.99	5.33	4.75	4.24	3.78	3.38	2.99

A los alambres obtenidos también se les realizó un tratamiento térmico de recocido, con la finalidad de aliviar las tensiones residuales causadas por el proceso de deformación al cual fueron expuestos. Este tratamiento se realizó en un horno Prefinsa HR 1200-AC 350 50-125 a 345 °C durante una hora, utilizando dos rampas de calentamiento, la primera de 5 °C/min hasta llegar a 245 °C y la segunda de 2 °C/min hasta los 345 °C, con el objetivo de homogeneizar el calentamiento dentro del horno. En la Figura 30 se presenta el horno utilizado y la rampa de calentamiento empleada.

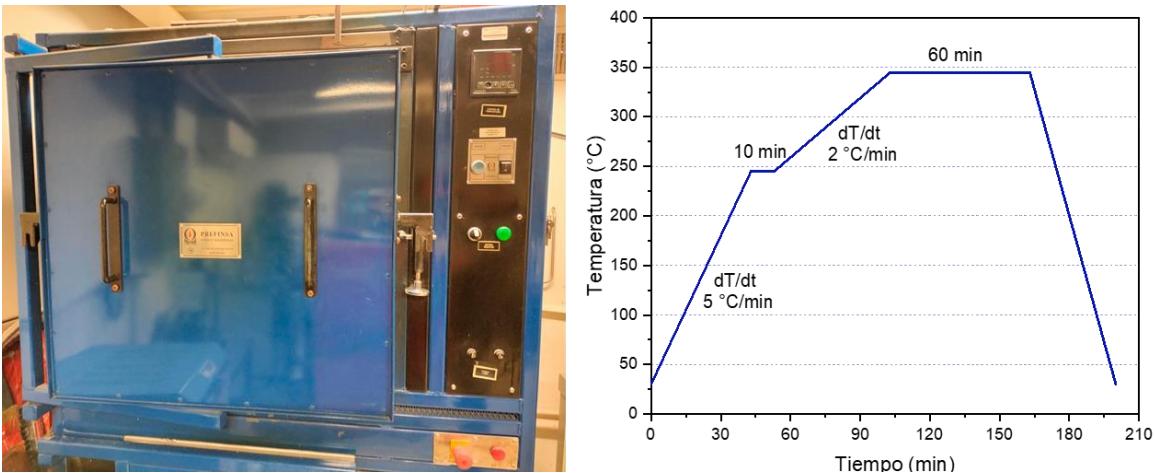


Figura 30. Horno utilizado para el tratamiento de recocido con su rampa de calentamiento empleada.

3.6 Medición de Propiedades Eléctricas

Las mediciones de resistividad eléctrica se realizaron a los alambres sin tratar y tratados térmicamente (recocidos) utilizando el método de cuatro puntas según la norma D4496 – 21 [85]. Para las mediciones a temperatura ambiente se empleó una fuente de corriente continua Keithely 6221 y un nanovoltímetro Keithely 2182A, en muestras individuales de los alambres con una longitud de 30 cm tal como lo marca la norma B193 – 20 [86].

Para cada medición se fue variando la corriente desde 10 mA a 1 A, tomando los datos de voltaje cada 10 mA, estos datos fueron graficados y se obtuvo la resistencia mediante la pendiente de la recta, la cual fue calculada y corregida a una temperatura de referencia, aplicando la siguiente ecuación 10:

$$R_T = \frac{R_t}{1 + \alpha_T(t - T)} \quad (10)$$

En donde R_t es la resistencia obtenida mediante la pendiente, t es la temperatura a la cual se realizó la medición, T es la temperatura corregida ($20\text{ }^{\circ}\text{C}$) y α_T es el coeficiente de temperatura de resistencia de la muestra que se mide, que para la aleación de interés es de 0.00408.

Posteriormente se realizó el cálculo de la resistividad, para la cual se utilizó el área (A) y la longitud (L) de los alambres, según la ecuación 11:

$$\rho = \left(\frac{A}{L}\right) R_T \quad (11)$$

Finalmente, los datos de resistividad obtenidos se convirtieron a IACS, mediante la siguiente ecuación 12:

$$\%IACS = \left(\frac{1}{\rho}\right) 1.7241 \quad (12)$$

En la Figura 31 se muestra el equipo utilizado y la configuración utilizada en las mediciones de la propiedad eléctrica en muestras de alambres.

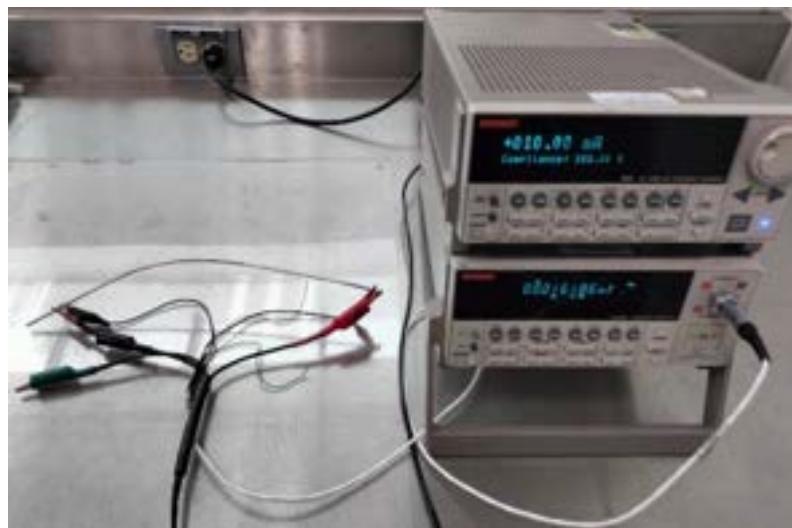


Figura 31. Configuración utilizada para la medición de resistividad, que se realizó por el método de las cuatro puntas, empleando una fuente de corriente y un nanovoltímetro.

3.7 Medición de Propiedades Mecánicas

A cada nanocompuesto sintetizado en forma de alambre se le realizaron diversas pruebas mecánicas, incluyendo microdureza, prueba de tensión y en algunas muestras seleccionadas nanoindentación.

El ensayo de tensión se llevó a cabo en una máquina universal de la marca Shimadzu modelo AGX-100 kN (Figura 32) con una capacidad máxima de 10 toneladas, a una velocidad de 3 mm/min, las muestras fueron alambres de ~3 mm de diámetro y 15 cm de longitud, los cuales fueron tratadas térmicamente. Del

ensayo se obtuvieron el límite elástico, la resistencia máxima (UTS), el porcentaje de deformación y el esfuerzo de rotura.



Figura 32. Equipo de tensión y mordazas utilizadas.

Para realizar las mediciones de microdureza y nanoindentación se cortaron pedazos de alambre de ~2 cm, se les realizó una preparación metalográfica, la cual consistió en el montaje en baquelita, un desbaste utilizando diferentes lijas abrasivas de SiC con diferente granulometría entre 240 y 2400 y finalmente un pulido utilizando pasta de diamante entre 3 y 1 μm , para obtener un acabado tipo espejo.

Se midió dureza Vickers a los alambres compuestos sin tratar y tratados, utilizando un microdurómetro marca MATSUZAWA modelo MMT-X7 (Figura 33), se aplicó una carga de 25 gf durante 10 s, para cada muestra se obtuvieron 20 indentaciones en promedio, de las cuales se midieron sus diagonales para posteriormente calcular el valor de dureza.

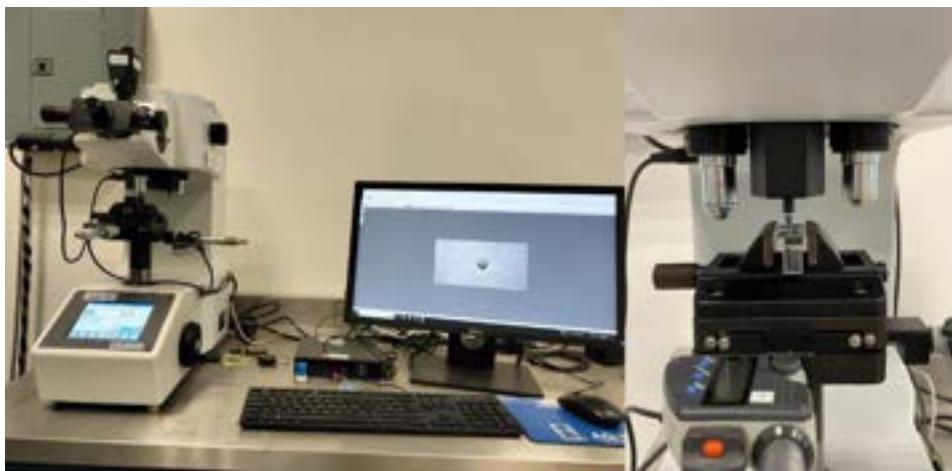


Figura 33. Microduriómetro y punta utilizada.

Las pruebas de nanoindentación se realizaron en un Triboindentador marca Hysitron, modelo TI950 (Figura 34), utilizando una punta de diamante tipo Berkovich con un radio de curvatura nominal de 150 nm. Para realizar las mediciones, a las muestras seleccionadas y montadas en baquelita se les colocaron un disco metálico de 2 cm de diámetro por la parte de abajo para montarlas en una platina magnética.

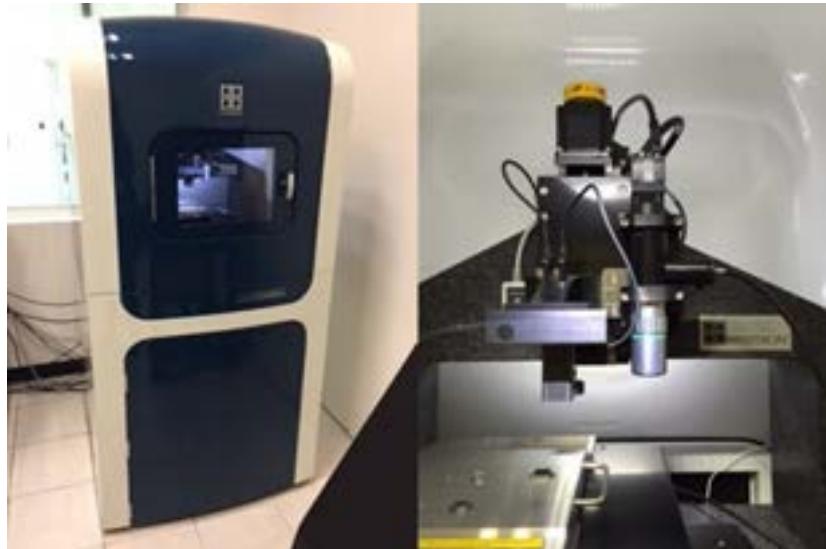


Figura 34. Equipo de nanoindentación utilizado.

Se hizo un arreglo de 16 y 25 indentaciones en un área de $20 \times 20 \mu\text{m}$ y $50 \times 50 \mu\text{m}$ respectivamente, el perfil de carga consistió en una rampa de 10 s hasta la carga

máxima, sosteniéndola por 2 s y finalmente una rampa de descarga de 10 s. Las cargas utilizadas se encuentran en el rango de 50 a 750 μ N.

Utilizando la matriz de nanoindentaciones realizadas, también se realizó un mapeo de las propiedades mecánicas por nanoindentación (PMN) creando imágenes de contorno de las propiedades mecánicas en la nanoscala incluyendo la rigidez (S), el módulo elástico reducido (Er) y la dureza (H). Para tal finalidad, se empleó un procedimiento de simulación mecánica usando técnicas de interpolación lineal y líneas de contorno para identificar áreas superficiales, lo cual resulta en mapas que ilustran la variación de las propiedades mecánicas en los compuestos desarrollados [87], [88].

3.8 Caracterización de los materiales

Se realizaron caracterizaciones químicas y microestructurales puntuales a los materiales iniciales (matrices metálicas y fases reforzantes), además de que, entre cada una de las modificaciones químicas de los nanomateriales, se realizó una caracterización especializada, para corroborar estas modificaciones.

El estudio de morfología se realizó mediante Microscopía Electrónica de Barrido (SEM), también se hizo un análisis químico elemental para cuantificar la composición de los materiales utilizando la Espectroscopia de Energía Dispersiva (EDS). Para la caracterización de los NTC prístinos y tratados se usó el equipo Nova NanoSEM 200 Marca FEI mientras que, para el análisis del recubrimiento, de la matriz metálica y del nanocompuesto se utilizó el microscopio JEOL 6010 Plus.

La composición química de la superficie de las muestras modificadas superficialmente se caracterizó mediante Espectroscopía de Fotoelectrones de Rayos-X (XPS). Se utilizó un espectrofotómetro XPS Escalab 250Xi (Thermofisher), el sistema está equipado con un analizador hemisférico de 180° doble enfoque y una fuente de rayos-X de aluminio monocromado (1486.68 eV, WF: 4.2eV). Para el procesamiento de espectros se aplicó el software CasaXPS propio del equipo y a modo de corroboración también se utilizó el software Aanalyzer.

Con Espectroscopia Raman se lograron identificar las bandas específicas de los NTC, con esto se pudo obtener la relación de intensidades I_D/I_G para cada etapa de modificación química y así corroborar la modificación superficial planeada. Estos datos fueron obtenidos con el equipo LabRAM HR Evolution, Horiba haciendo uso de un láser con longitud de onda de 633 nm.

La técnica de Difracción de Rayos-X (XRD) se utilizó para caracterizar a los materiales de refuerzo, a la matriz metálica y a los recubrimientos, con lo cual se pudo corroborar la cantidad y cristalinidad de las fases presentes en el material y, además de que se compararon los difractogramas tanto de las muestras puras como modificadas. Esta caracterización se realizó con un Difractómetro de Rayos-X Panalytical Empyrean, utilizando una fuente de rayos-X de Cu ($K\alpha = 1.5405 \text{ \AA}$) y un goniómetro con configuración Bragg-Bretano. El análisis de datos se realizó con ayuda de la base de datos proporcionada por el software High Score.

Haciendo uso de los análisis termogravimétricos (TGA) se pudo observar el cambio másico respecto a la afectación térmica, así como también la estabilidad con el incremento de temperatura y los eventos de oxidación de las muestras. Los análisis se llevaron a cabo en un equipo SDT Q600 V20.9 Build 20 de TA Instruments, con una rampa de calentamiento de $10 \text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ hasta $800 \text{ }^{\circ}\text{C}$ en aire.

A la matriz metálica se le realizaron también ensayos mecánicos de microdureza, nanoindentación y ensayo de tensión utilizando los mismos equipos previamente descritos y que también fueron usados para caracterizar los alambres compuestos, con la finalidad de ver su comportamiento antes de las modificaciones.

4 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1 Modificaciones químicas superficiales a los NTC

En este apartado se describen los resultados obtenidos de las modificaciones superficiales realizadas a los nanotubos de carbonos prístinos, los cuales fueron analizados mediante las diversas caracterizaciones realizadas a la nanoestructura como SEM-EDS, XPS, Espectroscopia Raman, XRD y Análisis térmicos.

4.1.1 Caracterización química y morfológica por SEM-EDS

La Microscopía Electrónica de Barrido se utilizó para observar posibles cambios morfológicos en los nanotubos de carbono después de cada tratamiento superficial.

La Figura 35 ilustra la morfología de los nanotubos prístinos, así como también su análisis puntual (Figura 35d). Se puede observar que, en su estado inicial, los nanotubos están muy aglomerados, en forma de “racimos”. De acuerdo a su composición química mostrada en la Tabla 10, estos aglomerados por lo general se acompañan de cantidades variables de carbono amorfo, catalizador y otras impurezas, como el Fe y el Cl. Por tal motivo, dichas impurezas se deben separar de los nanotubos mediante tratamientos de purificación.

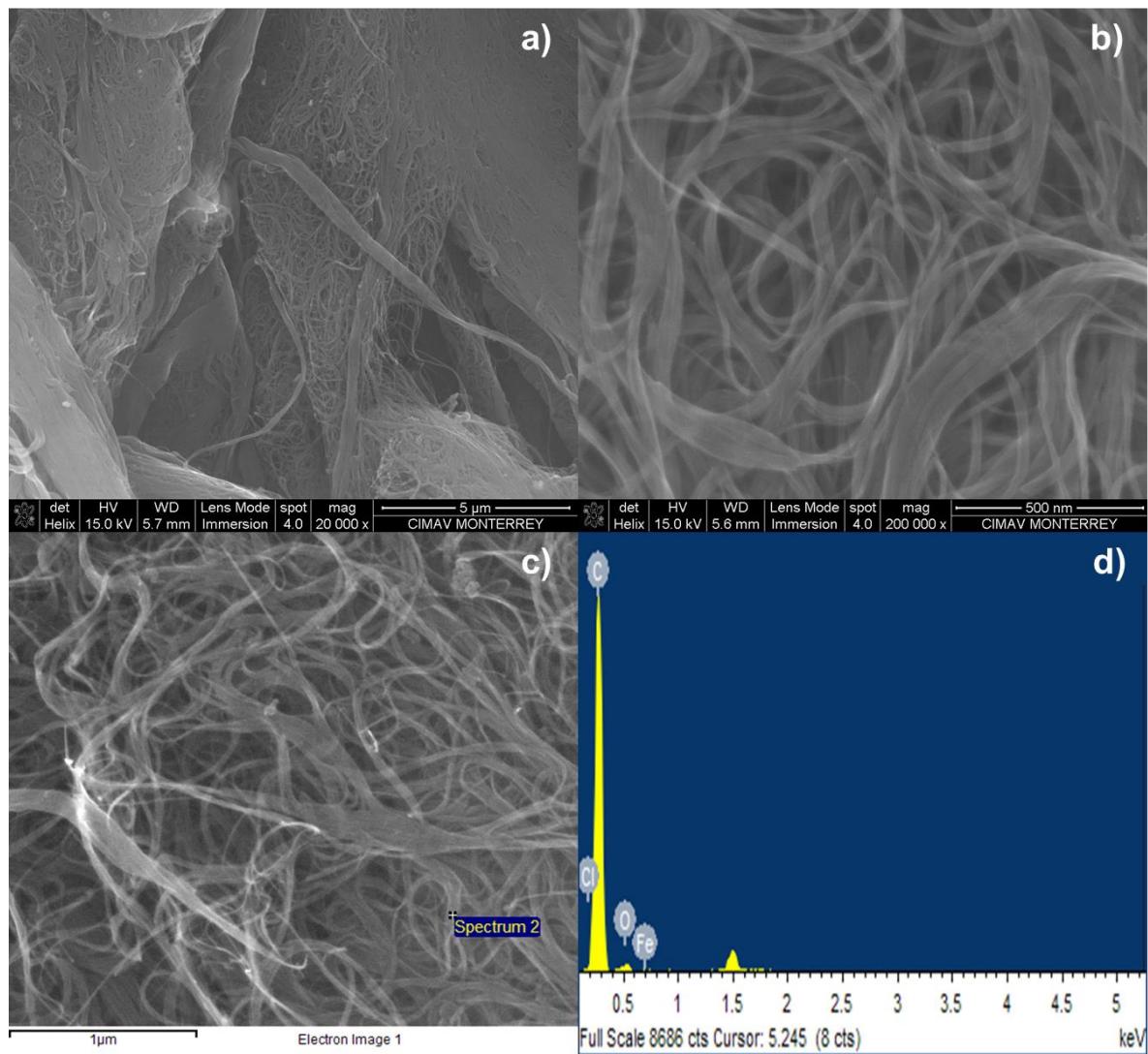


Figura 35. Imágenes del SEM de los NTC prístinos a a) 20,000X, b) 200,000X, c) micrografía indicando la zona donde se realizó el análisis EDS y d) análisis químico elemental de la nanoestructura.

Tabla 10. Composición elemental de los NTC prístinos.

Elemento	% en peso	% atómico
C	90.72	94.87
O	5.39	4.24
Cl	0.18	0.06
Fe	3.71	0.83
Total	100.00	100.00

Las fotomicrografías SEM presentadas en la Figura 36 muestran la integridad estructural de los NTC después del tratamiento de purificación y funcionalización. Se puede observar que estos tratamientos ayudaron a dispersar a los NTC, así como a eliminar las impurezas de Fe y Cl como se confirmó mediante los análisis puntuales de EDS mostrados en la Figura 36c y en la Tabla 11. Como se aprecia, el contenido de C disminuyó y el oxígeno aumentó conforme a la composición original, pero con eliminación de los otros elementos contaminantes.

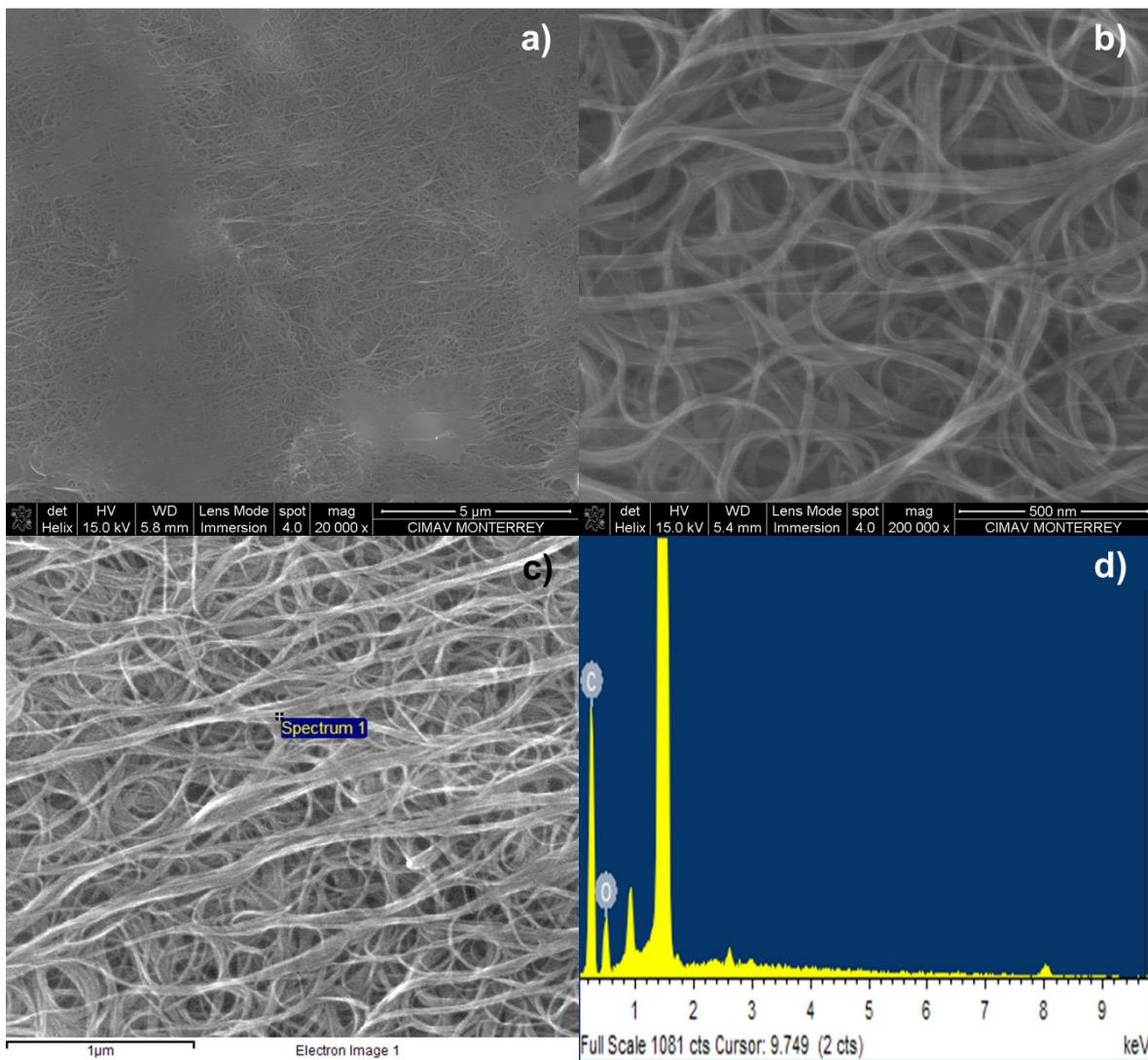


Figura 36. Imágenes del SEM de los NTC funcionalizados a) fotomicrografía tomada a 20,000X, b) fotomicrografía tomada a 200,000X, c) micrografía indicando la zona donde se realizó el análisis EDS y d) análisis químico elemental de la nanoestructura.

Tabla 11. Composición elemental de los NTC después del tratamiento de purificación y funcionalización.

Elemento	% en peso	% atómico
C	65.11	71.31
O	34.89	28.69
Total	100.00	100.00

La Figura 37 muestra imágenes SEM de los nanotubos después de ser sometidos a un tratamiento de sensibilización. A una alta magnificación, fue posible observar la fijación de nanopartículas en la superficie de los NTC, lo cual se corrobora con lo presentado en la literatura para este tipo de tratamiento [89]. El análisis químico puntual medido con EDS se presenta en la Figura 37d y la Tabla 12, indicando que estas partículas contienen Sn, las cuales están presentes en toda la muestra e imparten cierta rugosidad al nanomaterial, además de que se detectó al Cl como elemento remanente, debido al tratamiento superficial.

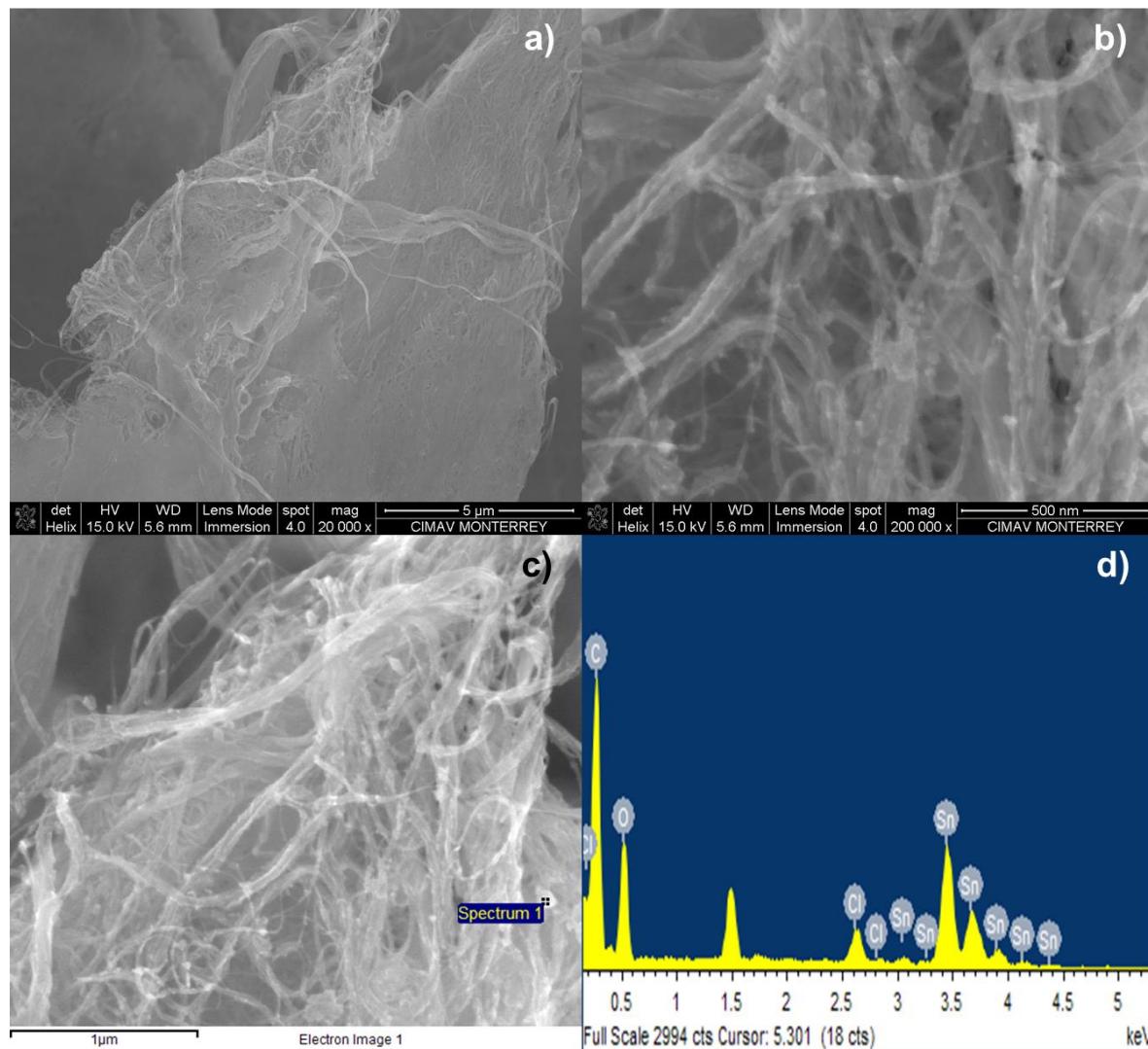


Figura 37. Imágenes del SEM de los NTC sensibilizados a) fotomicrografía tomada a 20,000X, b) fotomicrografía tomada a 200,000X y c) micrografía indicando la zona donde se realizó el análisis EDS y d) análisis químico elemental de la nanoestructura.

Tabla 12. Composición elemental de los NTC después del tratamiento de sensibilización.

Elemento	% en peso	% atómico
C	33.43	53.81
O	32.93	39.80
Cl	2.40	1.31
Sn	31.24	5.09
Total	100.00	100.00

En el mismo contexto, la Figura 38 presenta las imágenes SEM de los nanotubos sensibilizados y después de ser sometidos a un subsecuente tratamiento de metalizado con Cu, donde se pueden observar aglomerados de partículas brillosas con morfología amorfa, así como también partículas cúbicas, ambas morfologías pertenecen al Cu, lo cual se corroboró con el análisis químico puntual por EDS (Figura 38d y Tabla 13). Como se aprecia en la fotomicrografía de baja magnificación, las partículas de cobre están distribuidas homogéneamente en toda la muestra. De acuerdo a datos de la literatura [90], [91], el mecanismo de nucleación y crecimiento de las partículas de Cu inicia con la formación de partículas amorfas, las cuales se van ensamblando hasta adquirir una morfología de cristales cúbicos aproximadamente de 200 nm de longitud, los cuales se distribuyen en las superficies de los nanotubos de carbono [82].

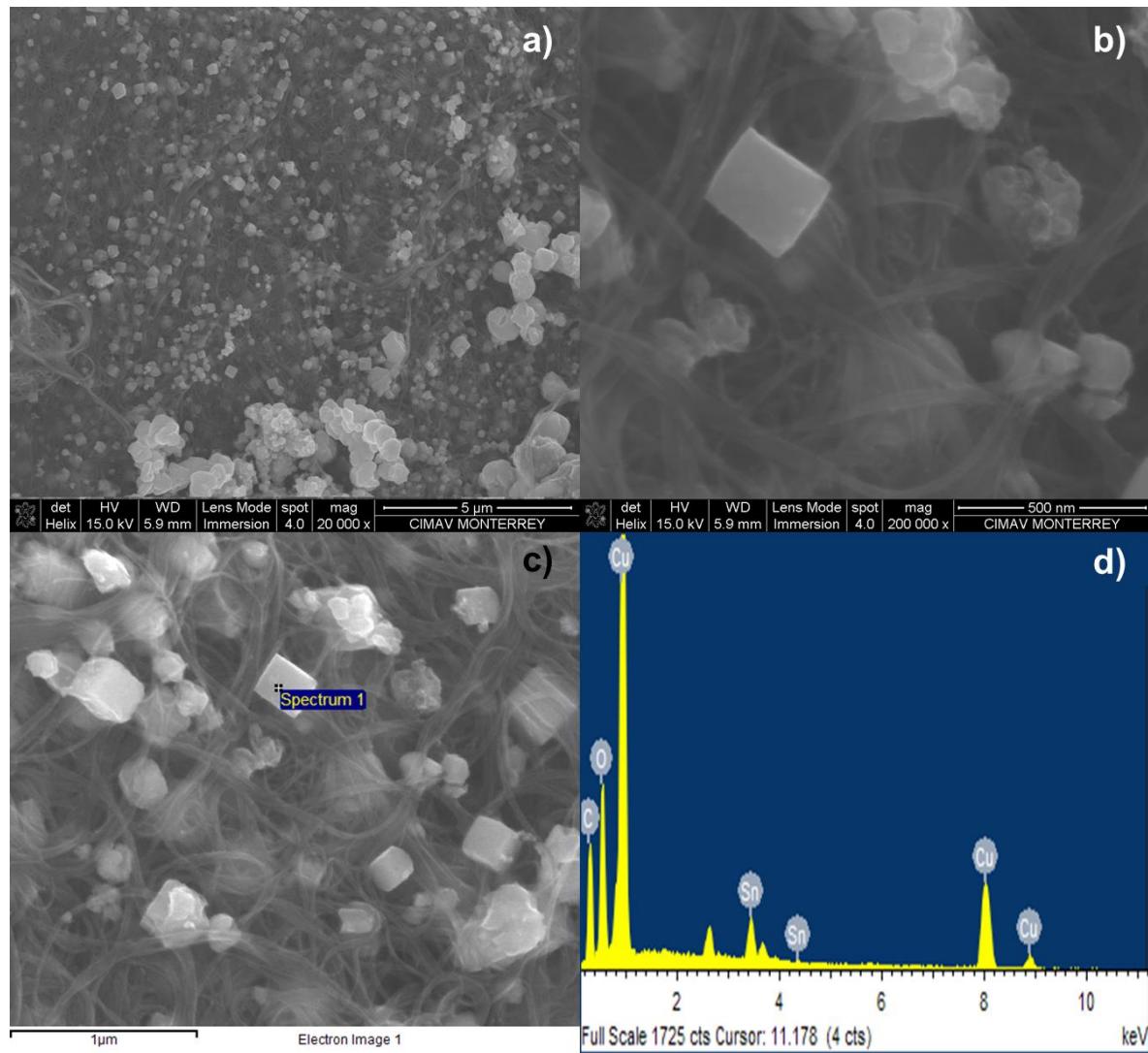


Figura 38. Imágenes del SEM de los NTC metalizados a) fotomicrografía tomada a 20,000X, b) fotomicrografía tomada a 200,000X, c) micrografía indicando la zona donde se realizó el análisis EDS y d) análisis químico elemental de la nanoestructura.

Tabla 13. Composición elemental de los NTC metalizados con Cu.

Elemento	% en peso	% atómico
C	6.03	20.71
O	11.10	28.63
Cu	72.33	46.99
Sn	10.54	3.67
Total	100.00	100.00

4.1.2 Caracterización química superficial por XPS

Con respecto a la funcionalización química de materiales, XPS es una técnica que puede proporcionar información sobre la naturaleza de los grupos funcionales y también sobre la presencia de defectos estructurales en la superficie de los NTC [81].

En la Figura 39 se muestran espectros XPS de barrido amplio (surveys) de los nanotubos prístinos identificados como NTC; y tratados, los cuales se identifican por el tipo de tratamiento, los que están funcionalizados (NTC_F), después sometidos a sensibilizado (NTC_F-Sn) y después metalizados (NTC_M). En los resultados se observa una disminución de la intensidad máxima del C1s conforme van avanzando las etapas de tratamiento, siendo la muestra metalizada (NTC_M) la que presenta la intensidad más baja, lo cual es debido a que al estar el nanotubo recubierto por el Cu son estas señales las que predominan. También se observa que en la muestra sensibilizada (NTC_F-Sn) aparecen las señales de Sn y éstas se mantienen para la muestra metalizada, solo que se presentan con menor intensidad. Adicionalmente, aparecen señales débiles de Cl en todas las muestras, excepto en la de los NTC prístinos, lo que indica la presencia de compuestos ácidos residuales.

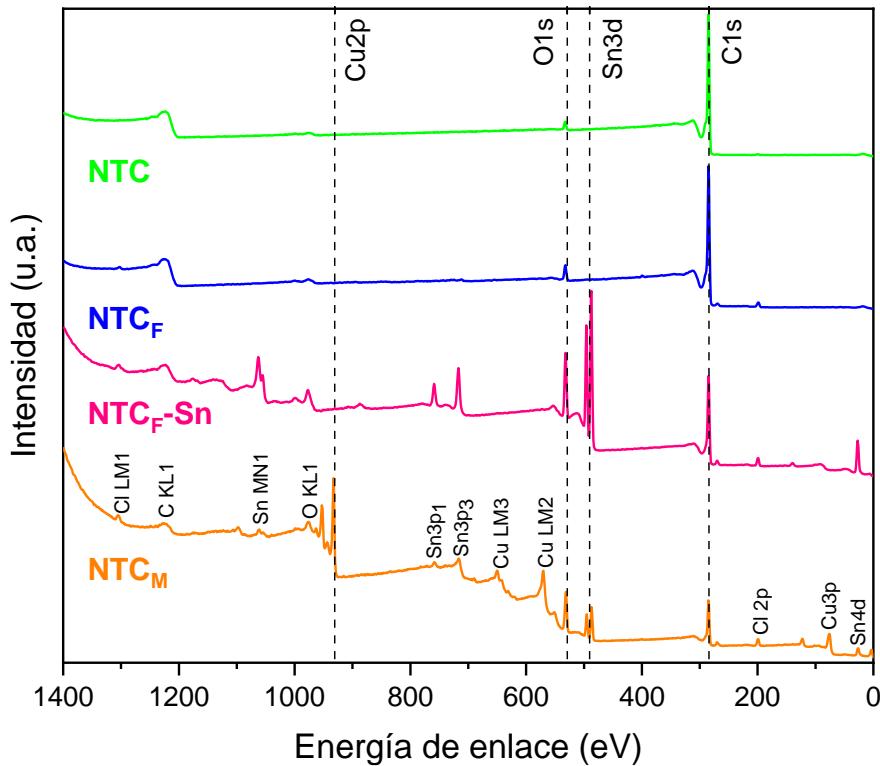


Figura 39. Espectros de XPS de barrido amplio de nanotubos de carbono prístinos, funcionalizados, sensibilizados y metalizados.

La Figura 40 muestra los espectros XPS C1s de alta resolución deconvolucionados de los nanotubos prístinos y tratados, los cuales fueron corregidos a la señal de C1s (284.8 eV) con referencia a la fase de carbono sp². Evidentemente, la intensidad de la señal del C-C disminuye conforme a los tratamientos químicos realizados. Los picos C1s de las muestras se deconvolucionaron hasta en 5 picos, las energías de enlace y sus respectivos grupos funcionales para cada muestra se presentan en la Tabla 14.

Los 4 espectros muestran un pico principal alrededor de ~284.76 eV [92] que es atribuido a la estructura grafítica [81], mientras que los picos de ~285.17 [93], ~286.22 [94] y ~288.9 eV [95] corresponden a átomos de carbono unidos a oxígeno, la señal del carboxilo (O-C=O) solo se presenta en la muestra funcionalizada (Figura 40b), lo que es un indicativo de que si se llevó a cabo la oxidación de los NTC y en la muestra con estaño (Figura 40c), para la muestra metalizada (Figura 40d) esta señal desaparece lo que significa que hubo una correcta deposición del cobre en

los nanotubos. Finalmente, el pico de pérdida de transición $\pi-\pi^*$ se detectó a ~ 290.7 eV, pero solo para las dos primeras muestras, esta señal desaparece a partir del tratamiento de sensibilizado ya que indica la formación de una película de estaño en las paredes de los nanotubos [92].

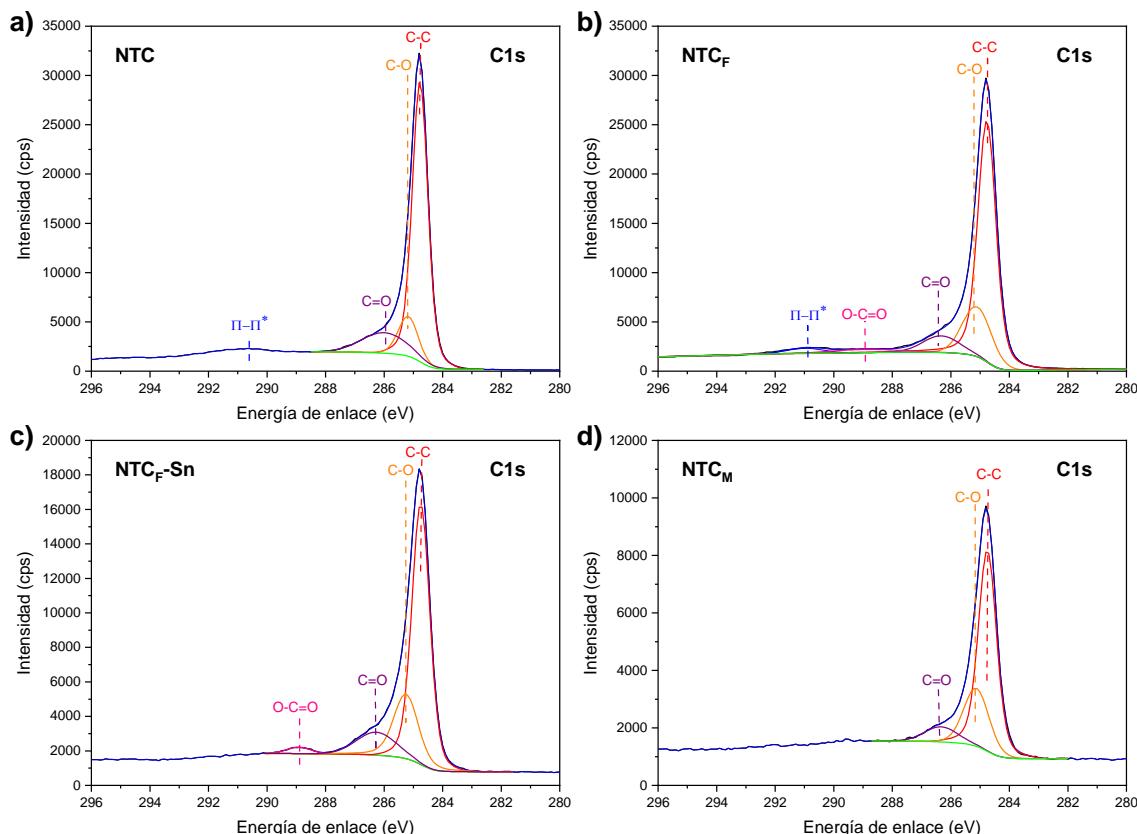


Figura 40. Espectros desconvolucionados XPS C1s de a) nanotubos prístinos, b) nanotubos funcionalizados, c) nanotubos sensibilizados y d) nanotubos metalizados con Cu.

Tabla 14. Energía de enlace de los diferentes grupos funcionales presentes en las muestras de NTC tratadas superficialmente.

Muestra	Energías de enlace (eV)				
	C-C	C-O	C=O	O-C=O	$\pi-\pi^*$
NTC	284.77	285.18	285.99	-	290.6
NTC _F	284.78	285.15	286.3	288.89	290.8
NTC _{F-Sn}	284.74	285.25	286.27	288.91	-

NTC _M	284.75	285.13	286.33	-	-
------------------	--------	--------	--------	---	---

4.1.3 Caracterización de modos vibratorios por Espectroscopía Raman

La Espectroscopía Raman es un método muy utilizado para la caracterización de estructuras base carbono, sobre todo es importante para el análisis de los nanotubos de carbono de pared simple ya que solamente este tipo de nanoestructuras muestran ciertos efectos de resonancia. Los espectros Raman de los nanotubos de carbono prístino y con los diversos tratamientos consecutivos se muestran en la Figura 41. Cada espectro consiste de tres bandas características, la banda D ubicada en $\sim 1320 \text{ cm}^{-1}$, la banda G en $\sim 1590 \text{ cm}^{-1}$ y la banda G' en $\sim 2630 \text{ cm}^{-1}$, además de que también se presentan los modos de respiración radial (RBM) por debajo de $\sim 250 \text{ cm}^{-1}$. Los picos/bandas Raman observados para cada muestra se resumen en la Tabla 15, así como también la relación de intensidades I_D/I_G .

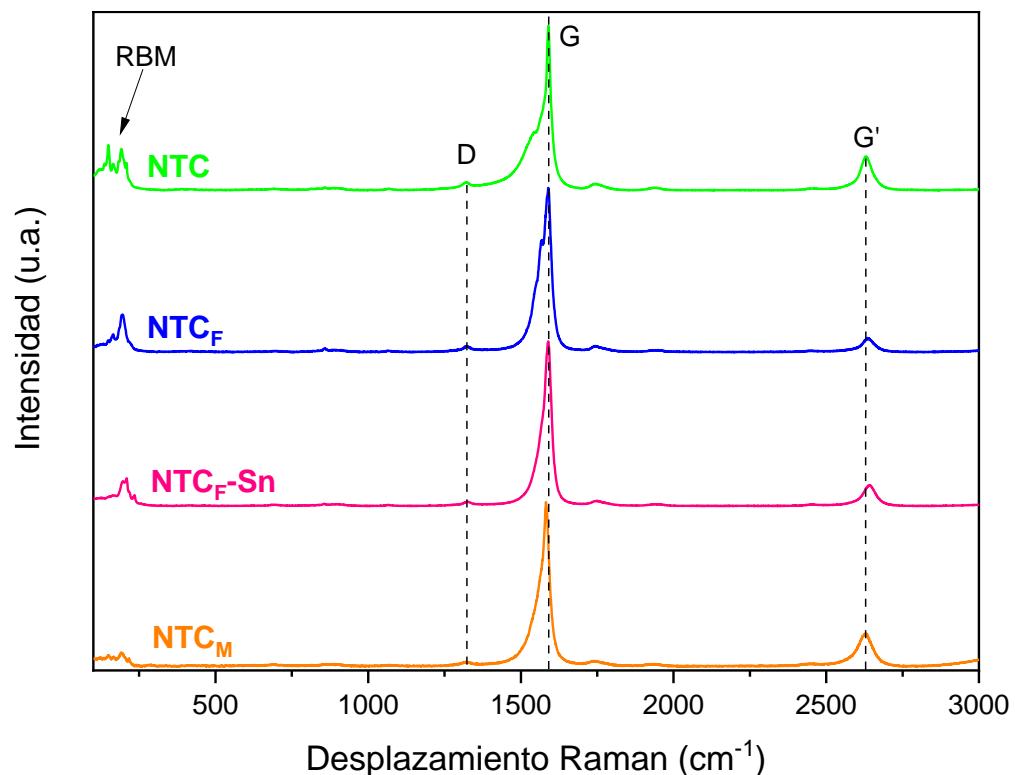


Figura 41. Comparación de los espectros Raman de los NTC prístinos y tratados superficialmente.

Los RBM son modos de baja frecuencia característicos de los nanotubos de carbono de pared simple [96], los cuales existen debido a la forma cilíndrica del material carbonoso donde todos los átomos vibran radialmente en fase y su frecuencia es inversamente proporcional al diámetro del nanotubo [97]. Algunos autores mencionan que estos modos de vibración se presentan por debajo de 200 cm⁻¹ [60], [98], [99], aunque algunos otros consideran que incluso pueden llegar a presentarse hasta los 350 cm⁻¹ [61].

La banda D se encuentra alrededor de 1300-1400 cm⁻¹ [61] y se considera que es inducida por defectos, ya que generalmente se atribuye a la presencia de carbono amorfo o desordenado en las muestras de NTC [81].

Los modos de alta energía, son los tangenciales y son las señales más intensas de los NTC, las cuales se conocen como banda G [61], estas bandas se encuentran entre los 1500-1600 cm⁻¹ [60], aunque es muy común encontrarlas más específicamente en los 1590 cm⁻¹ [97], [100]. La banda G' también llamada 2D es un sobretono de la banda D y se presenta alrededor de los 2600 cm⁻¹ [60], este modo se observa independientemente de la concentración de defectos [61].

Tabla 15. Resumen de las señales identificadas en los espectros Raman de las muestras de nanotubos de carbono prístinos y tratados superficialmente.

Muestra	Señales/Bandas (cm ⁻¹)						Relación I _D /I _G
	RBM	D	G	G'	I _D	I _G	
NTC	149	1320	1590	2630	220	6679	0.0329
NTC _F	119	1321	1588	2638	142	4160	0.0341
NTC _{F-Sn}	209	1323	1589	2641	389	15 105	0.0258
NTC _M	151	1320	1582	2630	52	1802	0.0289

Como se puede observar en la Tabla 15, la relación I_D/I_G aumenta en los NTC funcionalizados (NTC_F) con respecto a los NTC prístinos (NTC), esto es un

indicativo de que los grupos funcionales que contienen oxígeno se generaron en la superficie del material carbonoso [82], [93]. Sin embargo, el valor de I_D/I_G de los nanotubos con estaño (NTC_F-Sn) fue el menor (0.0258), lo cual es debido a que este proceso de deposición eliminó la mayoría de los grupos funcionales y recuperó parcialmente la naturaleza química de los nanotubos, así mismo se puede observar que al realizar el último tratamiento de metalizado, el radio de intensidades vuelve a aumentar en cierto grado, a causa de que el Cu vuelve a generar un cierto grado de defecto en la superficie parcialmente recuperada de los nanotubos [82], [93].

4.1.4 Caracterización cristalográfica por XRD

La Figura 42 muestra los patrones XRD de los nanotubos tratados. En los difractogramas, se puede apreciar una señal a 26.49° , indexada en el plano (002) que corresponde al espaciado interplanar de 0.34 nm de los NTC [82], este pico solamente aparece en las tres primeras muestras ya que en la muestra metalizada (NTC_M), al estar recubierta por Cu se aprecian las señales del metal, en donde se pueden observar picos correspondientes al Cu metálico en 44.55° , 50.57° y 74.24° [82], [101], y picos relacionados al óxido de cobre en 29.79° , 36.52° , 42.59° y 61.58° los cuales fueron comprobados utilizando el patrón de difracción 98-005-3322 de la base de datos. El difractograma de la muestra sensibilizada (NTC_F-Sn) presenta dos señales características del óxido de estaño (98-001-6635).

La intensidad y el ancho de los picos (002) están relacionados con el número y las variaciones del espaciado de las capas, con las distorsiones de la red y con la orientación de los NTC en comparación con el haz incidente de rayos X [60].

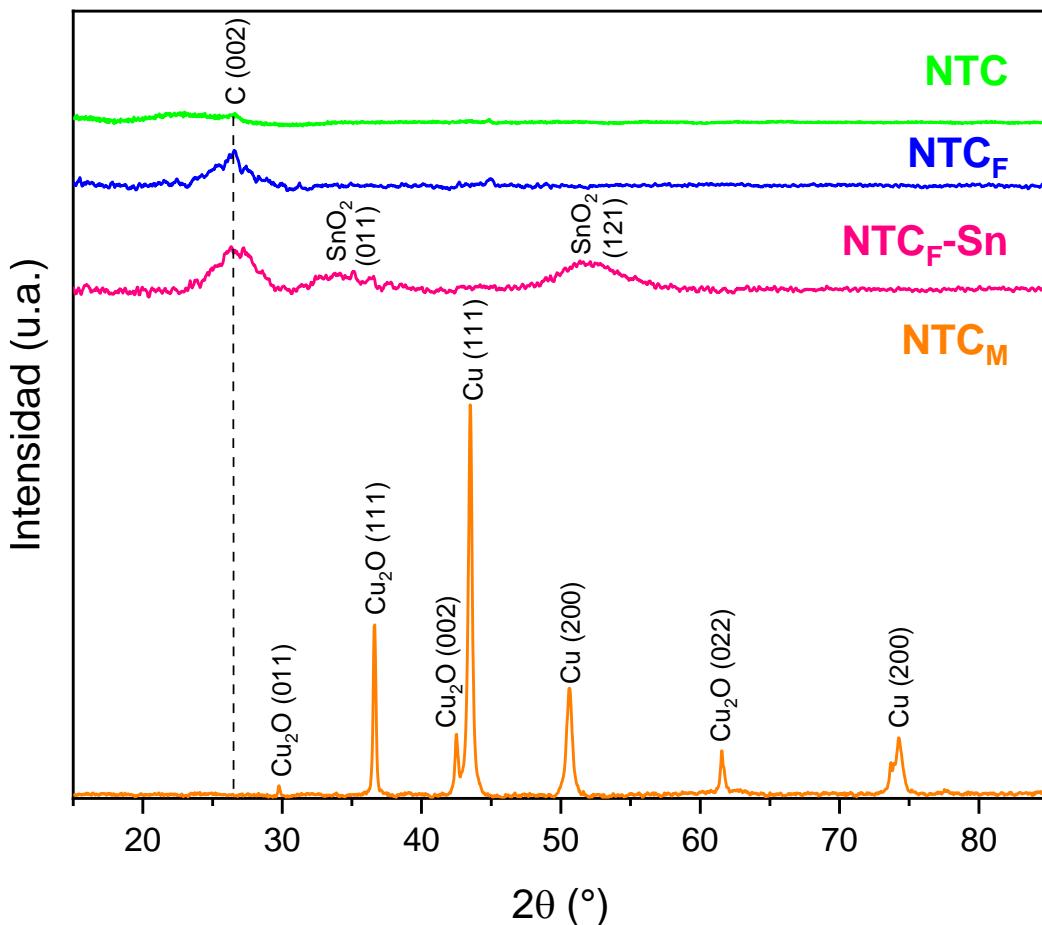


Figura 42. Diffractogramas de los NTC prístinos y tratados.

4.1.5 Caracterización térmica por TGA-DSC

El análisis termogravimétrico (TGA) mide la disminución de la masa de la muestra en función del incremento de la temperatura, dicha técnica se puede utilizar para estimar la pureza de los NTC y la presencia de moléculas orgánicas adheridas a las paredes laterales [93]. Durante el cambio de temperatura, el DSC mide una cantidad de calor que es irradiada o absorbida en exceso por la muestra en función de una diferencia de temperatura entre la muestra y un material de referencia, determinando la temperatura y el flujo de calor asociados con las transiciones del material en función del tiempo y la temperatura.

La Figura 43 presenta las curvas de los análisis térmicos realizados (TGA y DSC) para los nanotubos prístinos y tratados. Se puede observar que para las primeras tres muestras existe una primera etapa de degradación térmica alrededor de 70 °C, la cual se debe a la dehidroxilación, es decir a la evaporación del agua adsorbida,

aquí se detecta una pérdida en peso entre 1 y 10%, en donde la mayor pérdida corresponde a la muestra funcionalizada (Figura 43b), esta muestra también es la única que presenta una segunda etapa de degradación en ~187 °C, que se atribuye a la descarboxilación de los grupos carboxílicos presentes en las paredes de los nanotubos [81], lo cual confirma que si se llevó a cabo una correcta funcionalización. Finalmente, a temperaturas superiores a 500 °C, la degradación observada corresponde a la oxidación térmica del carbono desordenado restante, la cual es una degradación completa para los NTC prístinos y funcionalizados, pero en el caso de los NTC con estaño sensibilizados (con presencia de estaño, Figura 43c) la degradación solo ocurre en un 56%, esta falta de degradación indica la ausencia de carbono desordenado en la muestra [81], lo que coincide con los resultados reportados previamente de Raman. En la muestra metalizada (Figura 43d) existe una pérdida en peso de 1% alrededor de 138 °C, sin embargo, aquí ocurre una oxidación del Cu en ~450 °C, causando que aumente el peso en un ~7%.

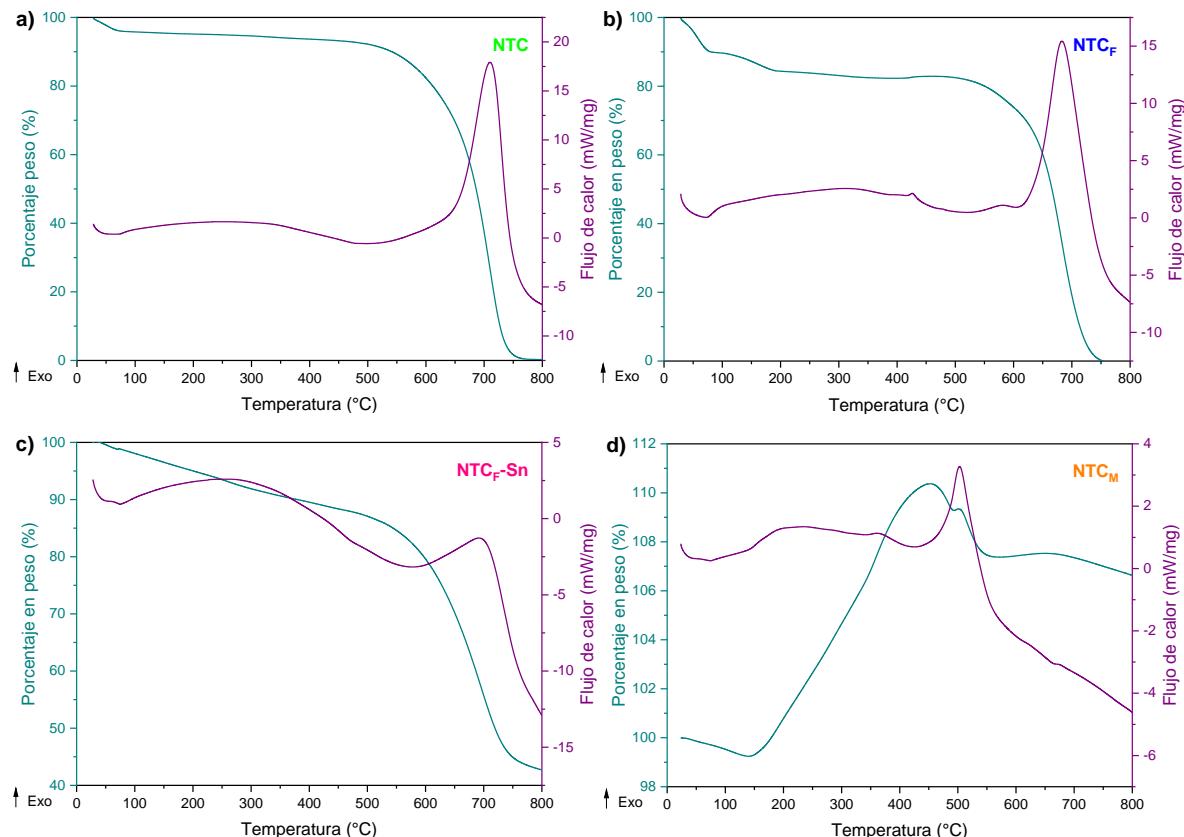


Figura 43. Curva TGA y DSC para los a) nanotubos prístinos, b) nanotubos funcionalizados, c) nanotubos sensibilizados y d) nanotubos metalizados.

Hasta esta etapa se tiene caracterizados a los nanotubos de carbono como fase reforzante y los diversos tratamientos superficiales a los que fueron expuestos. Sin embargo, para lograr una propia incorporación en la matriz metálica de aluminio y formar los nanocompósitos Al-C, se realizaron experimentaciones para recubrir la nanoestructura con polvo de aluminio metálico previo a su introducción a la matriz. A continuación, se explican los resultados obtenidos.

4.2 Protección de la nanoestructura

El aluminio fue analizado en sus diferentes etapas de proceso, iniciando con polvo grado reactivo (Al polvo), polvo después de ser sometido a un proceso de molienda mecánica (Al molido) y polvo molido con adición de isopropóxido de aluminio AIP (Al + AIP), con la finalidad de ver posibles cambios que se hayan producido durante estas etapas de procesamiento.

4.2.1 Caracterización química superficial por XPS

Se utilizó nuevamente el análisis químico superficial, usando XPS para investigar más a fondo la composición e identificar los enlaces presentes en cada muestra. En la Figura 44 se muestran espectros XPS de barrido amplio (surveys) de los polvos de aluminio y sus diferentes tratamientos, en los cuales se puede observar que las 3 muestras presentan exactamente las mismas señales, teniendo cuatro señales principales correspondientes al Al2p, Al2s, C1s y O1s. El C presente en la muestra es atribuido a la contaminación atmosférica y al carbono adventicio, ya que esto es comúnmente observado en polvos de aluminio en bulto [102], mientras que la señal del O se debe a una capa de óxido presente en la superficie de las partículas, ya que estas son muy propensas a la formación de óxido (reducen la energía al unirse al oxígeno y a la contaminación orgánica) [103].

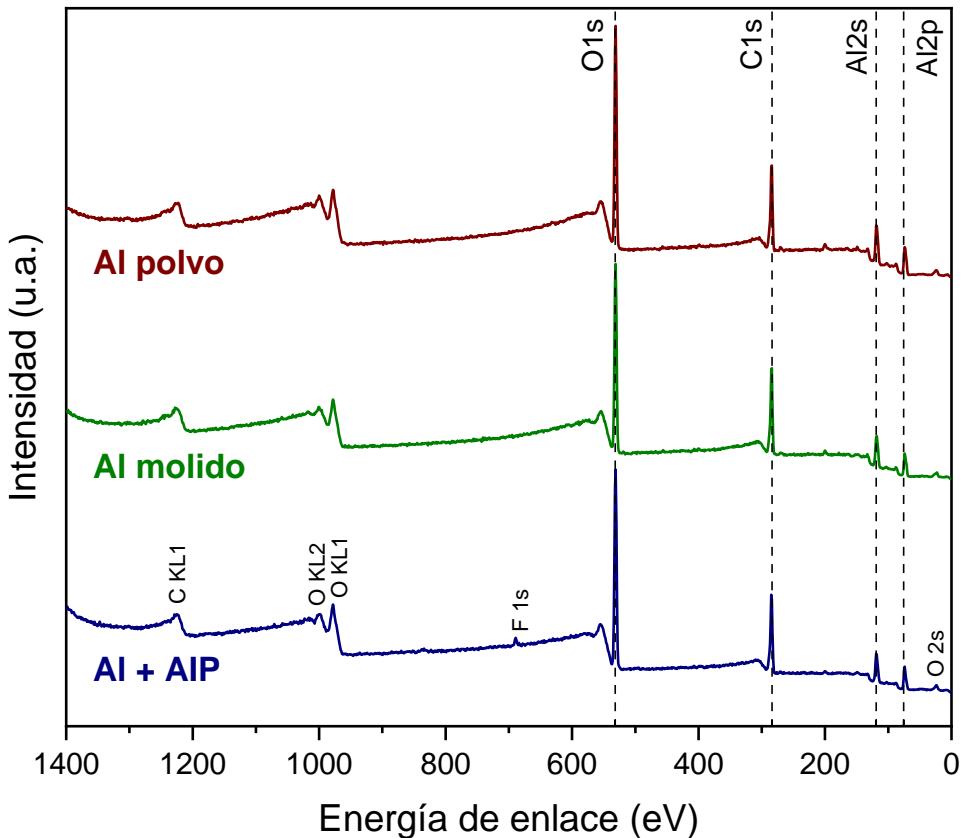


Figura 44. Espectros de XPS de barrido amplio de los polvos de Al grado reactivo, molidos y con adición de AIP.

4.2.2 Caracterización cristalográfica por XRD

Los patrones de difracción de rayos X de las muestras de aluminio en polvo se presentan en la Figura 45. Los picos en los tres patrones son los mismos y corresponden a la fase Al (111) [104], como se puede observar a partir del patrón de referencia del Al (98-005-3774).

Se puede apreciar un ligero ensanchamiento y una disminución en la intensidad de los picos de difracción del polvo molido, lo cual se debe a la deformación inducida durante el proceso de molienda [103]. El difractograma de la muestra con AIP también presenta este ligero ensanchamiento y una considerable disminución de la intensidad de los picos debido a que ya no solo se tiene aluminio puro si no que está combinado con este reactivo que contiene C e H.

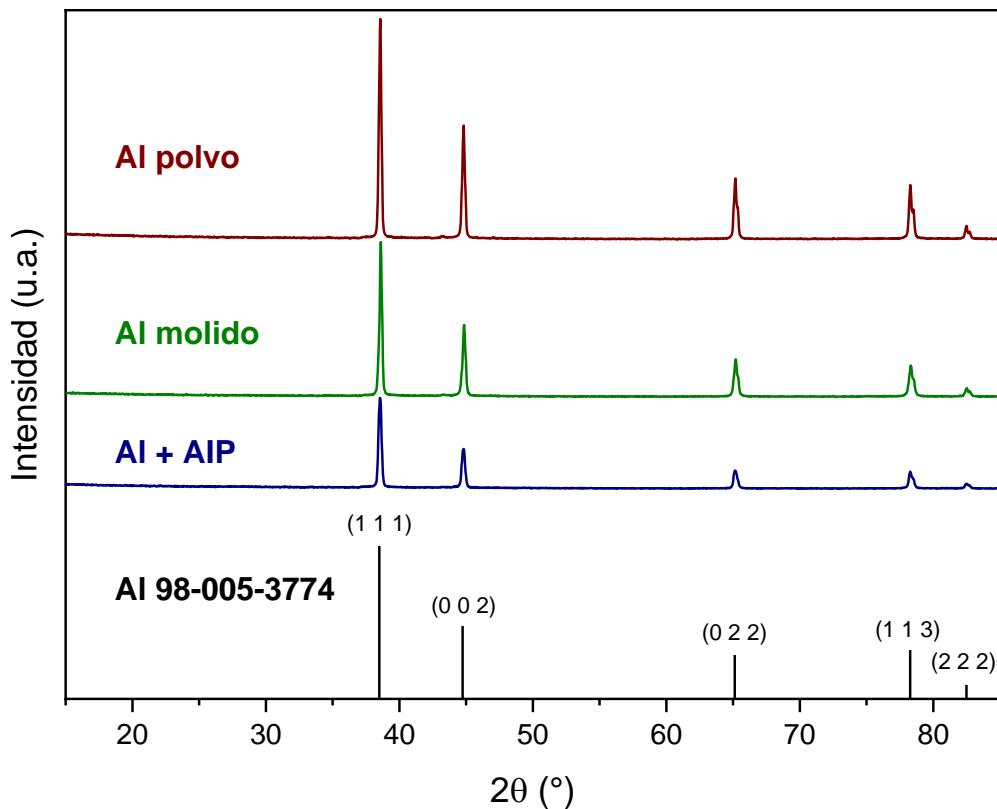


Figura 45. Difractogramas del polvo de Al.

4.2.3 Caracterización térmica por TGA-DSC

Los termogramas obtenidos mediante TGA y DSC para los polvos de aluminio se presentan en la Figura 46. Los análisis DSC para las 3 muestras solo presentan un evento endotérmico, que corresponde al punto de fusión del polvo de Al, el cual se encuentra en 656.5 °C. El análisis TGA del polvo original (Figura 46a) indica que fue la única muestra que sufrió una oxidación alrededor de 200 °C, mientras que el Al molido (Figura 46b) se mantuvo prácticamente estable hasta los 250 °C aproximadamente. Sin embargo, la adición de AIP (Figura 46c) ocasiona una leve degradación térmica, llevándose a cabo una dehidroxilación (evaporación del agua absorbida) alrededor de 60 °C. Esta última muestra presenta la mayor pérdida en peso del material, sin embargo, este evento térmico se retrasa lentamente hasta 500 °C, pero se recupera debido a la formación del óxido de Al, lo cual es bueno con la idea de proteger la nanoestructura de los eventos térmicos.

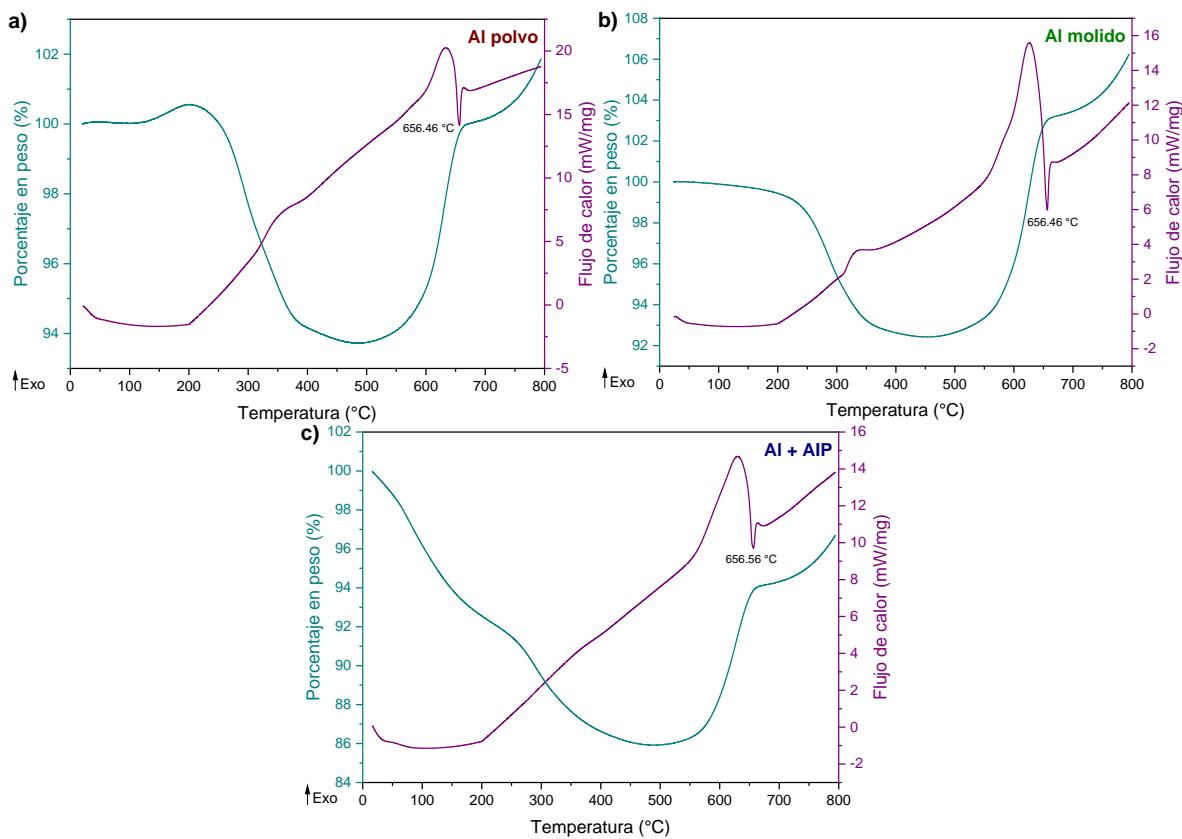


Figura 46. Curva TGA y DSC para el polvo de Al a) grado reactivo, b) molido y c) con AIP.

Como se mencionó en el capítulo anterior, con la intención de tener un mejor control y protección de la fase reforzante antes de su adición en la matriz metálica por métodos de fundición, se diseñó una estrategia a través de la colocación de dichas nanoestructuras como recubrimiento en sustratos de aluminio. A continuación, se explicarán los resultados obtenidos de los recubrimientos desarrollados.

4.3 Recubrimiento de los sustratos de aluminio

Se utilizaron sustratos de aluminio con alta pureza con geometría de alambre y lámina sobre los cuales se depositaron recubrimientos de los NTC y a continuación éstos se protegieron mediante recubrimientos subsecuentes con polvo de Al. Los sustratos y los recubrimientos se caracterizaron con la finalidad de corroborar su composición, adherencia y comportamiento a altas temperaturas.

4.3.1 Caracterización química por ICP-OES

Mediante la técnica de ICP masas se obtuvo la composición química de los sustratos de aluminio, para corroborar la alta pureza de estos materiales. En la Tabla 16 se presenta la composición obtenida para cada geometría.

Tabla 16. Composición química de los sustratos de aluminio (% e.p.).

Sustrato	Al	Si	Cu	Mg	Mn	Fe	Ti	V	Ni
Alambre	99.6	0.03	<	<	<	0.14	<	<	<
Lámina	99.5	0.03	<	<	<	0.10	<	0.007	0.008

*Nota: el signo < indica que la cantidad encontrada se encuentra por debajo del límite de cuantificación del método (0.005).

Con este resultado se corrobora la pureza de los sustratos, ya que pertenecen a la serie 1000 de las aleaciones de aluminio, los cuales son las de alta pureza; según la base de datos del equipo y comparando con la literatura [105], ambos sustratos se clasifican como aleación 1060, considerando solamente la composición química.

4.3.2 Caracterización química y morfológica por SEM-EDS

A continuación, se presentan las micrografías y los análisis químicos puntuales determinados por EDS de los sustratos sin recubrir y de los recubrimientos con NTC y polvo de Al.

Primeramente, la Figura 47, muestra las micrografías por SEM del sustrato con geometría de alambre a diferentes magnificaciones, se puede observar que en general la muestra es homogénea, hay algunas zonas más oscuras, que podrían ser precipitados u oxidación; las líneas verticales que se aprecian son debido a la deformación que sufrió el material, como parte de su procesamiento. Mediante EDS (Figura 47b y Tabla 17) se pudo deducir que las zonas más oscuras son defectos superficiales, debido probablemente al tratamiento de limpieza ya que contienen gran cantidad de O, además de que también contienen Si por lo que podrían ser pequeños precipitados de Al-Si, que sufrieron oxidación.

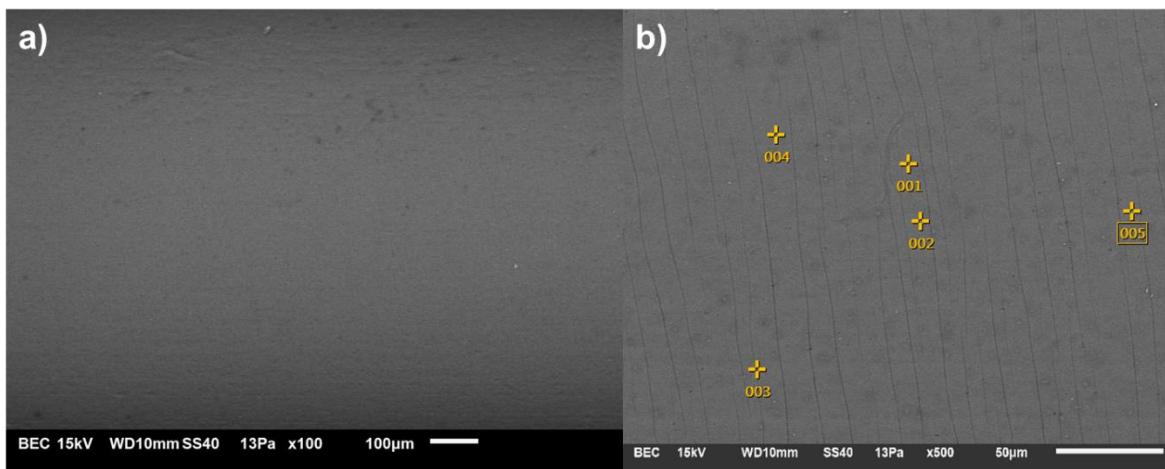


Figura 47. Imágenes SEM del sustrato de aluminio en forma de alambre a: a) 100X y b) 500X con su respectivo análisis puntual.

Tabla 17. Composición elemental del sustrato con geometría de alambre (% e.p.).

	O	C	Al	Si
001	42.77	12.73	42.22	2.27
002	43.45	14.10	41.16	1.29
003	44.05	11.80	41.98	2.17
004	42.12	12.56	43.29	2.02
005	45.18	7.61	44.78	2.43

De la misma manera, las imágenes SEM del sustrato en forma de lámina se presentan en la Figura 48, en donde en este caso se observan más fácilmente precipitados globulares oscuros y zonas más grisáceas. Mediante el análisis puntual (Figura 48b y Tabla 18), se observó que en estas zonas los precipitados contienen en su mayoría aluminio, y la parte que corresponde a la matriz, en donde no se aprecian estas zonas, contiene Al y O, por lo que se infiere que estas áreas presentan una oxidación un poco mayor respecto al sustrato anterior, además de que aparece una cantidad muy mínima de azufre en algunas partes, lo que puede ser causado por una ligera contaminación.

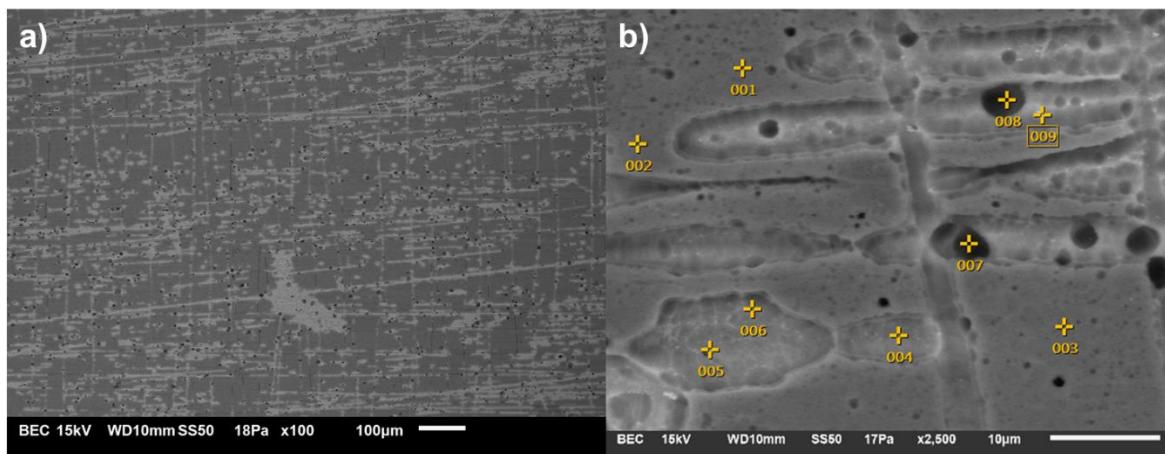


Figura 48. Micrografías del sustrato con geometría de lámina a: a) 100X y b) 2,500X, con su respectivo análisis puntual.

Tabla 18. Composición elemental del sustrato con geometría de lámina (% e.p.).

	O	Al	S
001	48.41	47.28	4.31
002	47.61	48.34	4.04
003	47.77	47.71	4.52
004	12.68	87.32	
005	9.97	90.03	
006	11.15	88.85	
007	13.52	86.48	
008	8.52	91.48	
009	7.33	92.67	

Analizando ambos resultados de la composición química, se estimó que el alambre presenta mayor cantidad de oxígeno en comparación con la lámina, lo cual puede deberse a que tiene una menor sección transversal por lo que se oxida más rápido, pero ambos sustratos presentan en su mayoría aluminio, lo que coincide con el análisis por ICP.

Siguiendo con la metodología propuesta, la Figura 49 presenta imágenes a diferentes magnificaciones de un recubrimiento de NTC prístinos sobre el sustrato de alambre de Al, se puede observar que a pesar de que, si existe una adhesión del

material carbonoso al sustrato, el recubrimiento no es homogéneo ya que hay zonas a lo largo de la superficie sin recubrir.

Mediante el análisis de EDS (Figura 49c y Tabla 19) se observó gran presencia de oxígeno, que puede ser debido a las zonas del sustrato que están expuestas al ambiente.

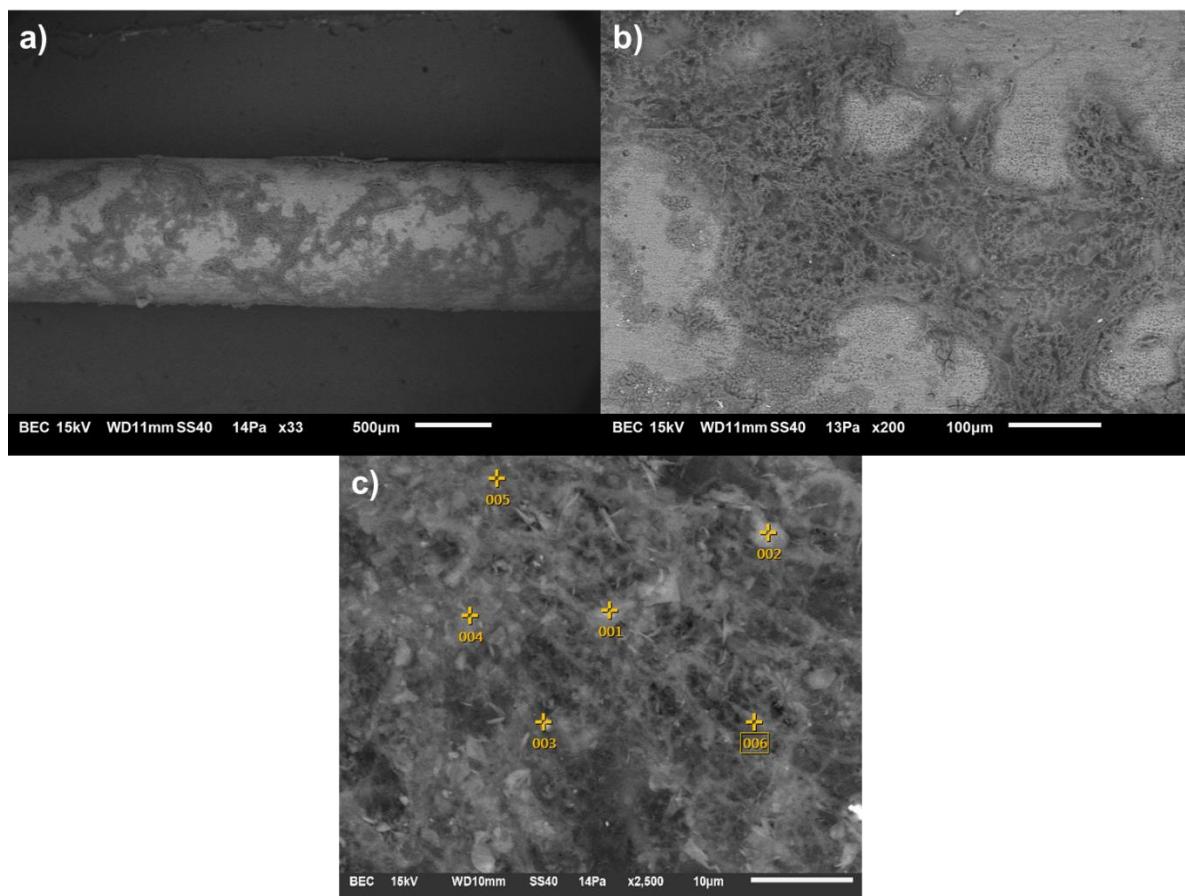


Figura 49. Imágenes SEM del recubrimiento con NTC comerciales sobre alambre
a: a) 30X, b) 200X y c) 2,500X con su respectivo análisis puntual.

Tabla 19. Composición elemental del recubrimiento con NTC prístinos sobre alambre (% e.p.).

	O	C	Al
001	29.52	29.07	41.41
002	26.05	29.46	44.49

003	23.88	30.81	45.31
004	34.22	32.02	33.76
005	39.37	26.30	34.33
006	32.46	25.76	41.78

El recubrimiento de NTC prístinos sobre la lámina se muestra en la Figura 50, en donde se puede apreciar que la adhesión de los NTC es mínima (zonas encerradas en círculos color rojo), logrando un recubrimiento depositado parcialmente; el análisis puntual se tomó en la zona marcada con rojo (Figura 50c), el cual corrobora que la presencia de carbono es mínima, mientras que la oxidación se encuentra presente también en esta muestra (Tabla 20).

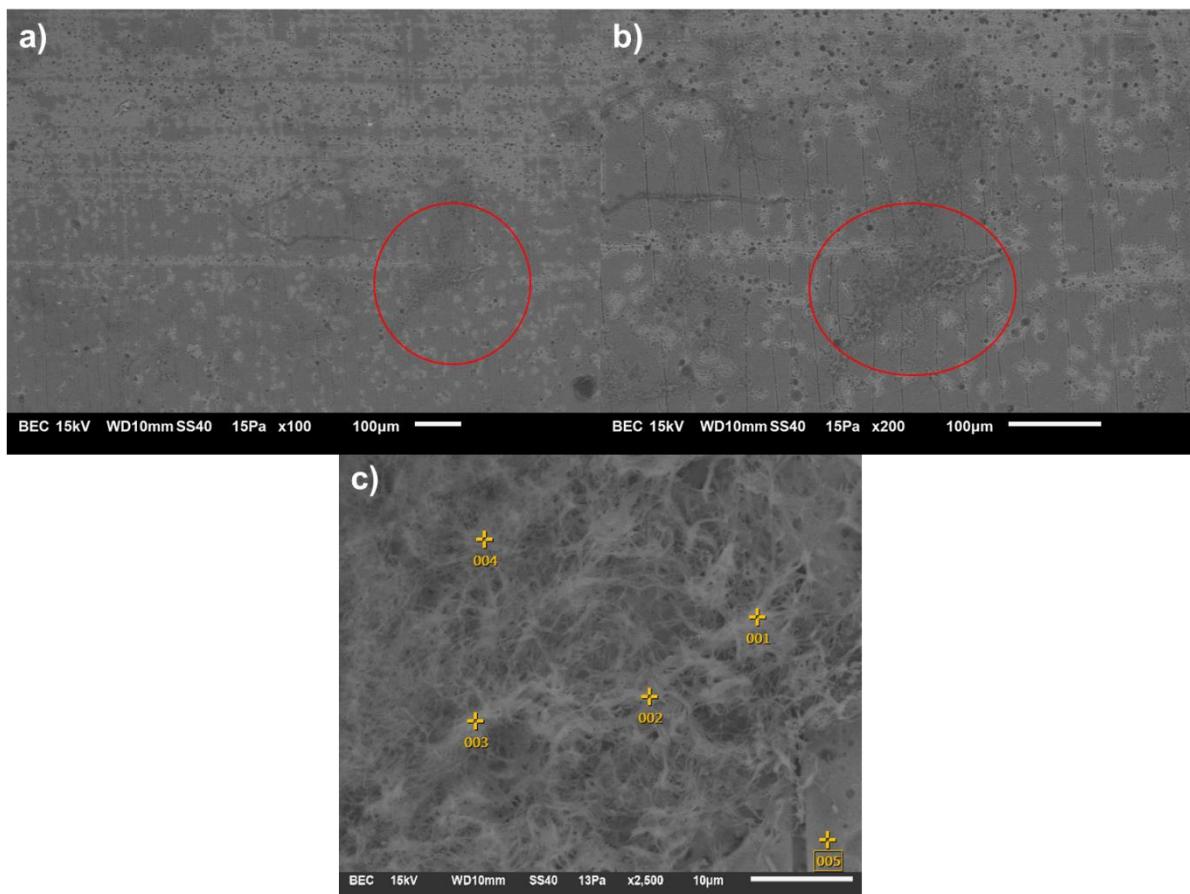


Figura 50. Micrografías del recubrimiento con NTC prístinos sobre la lámina a: a) 100X, b) 200X y c) 2,500X con su análisis puntual.

Tabla 20. Composición elemental del recubrimiento con NTC sobre lámina (% e.p.).

	O	C	Al	S
001	51.63	7.62	40.75	
002	50.47	8.00	41.53	
003	39.82	10.15	50.03	
004	47.46	15.08	37.46	
005	39.64		57.40	2.95

Para ambos sustratos, el recubrimiento con NTC prístinos es muy heterogéneo, creando aglomerados en ciertas zonas y dejando áreas del sustrato expuestas sin recubrir.

Por su parte, el recubrimiento usando nanotubos de carbono metalizados (NTC_M) sobre aluminio se presenta en la Figura 51, en la cual se puede apreciar que está mejor distribuido en toda la superficie del sustrato, dejando mínimas áreas sin recubrir, también se pueden apreciar zonas más brillantes (Figura 51c) pertenecientes a la presencia de cobre (Tabla 21). Evidentemente con estos resultados se corrobora la compatibilidad química entre el Cu y el Al lo cual propició el desarrollo de recubrimientos más estables y homogéneos.

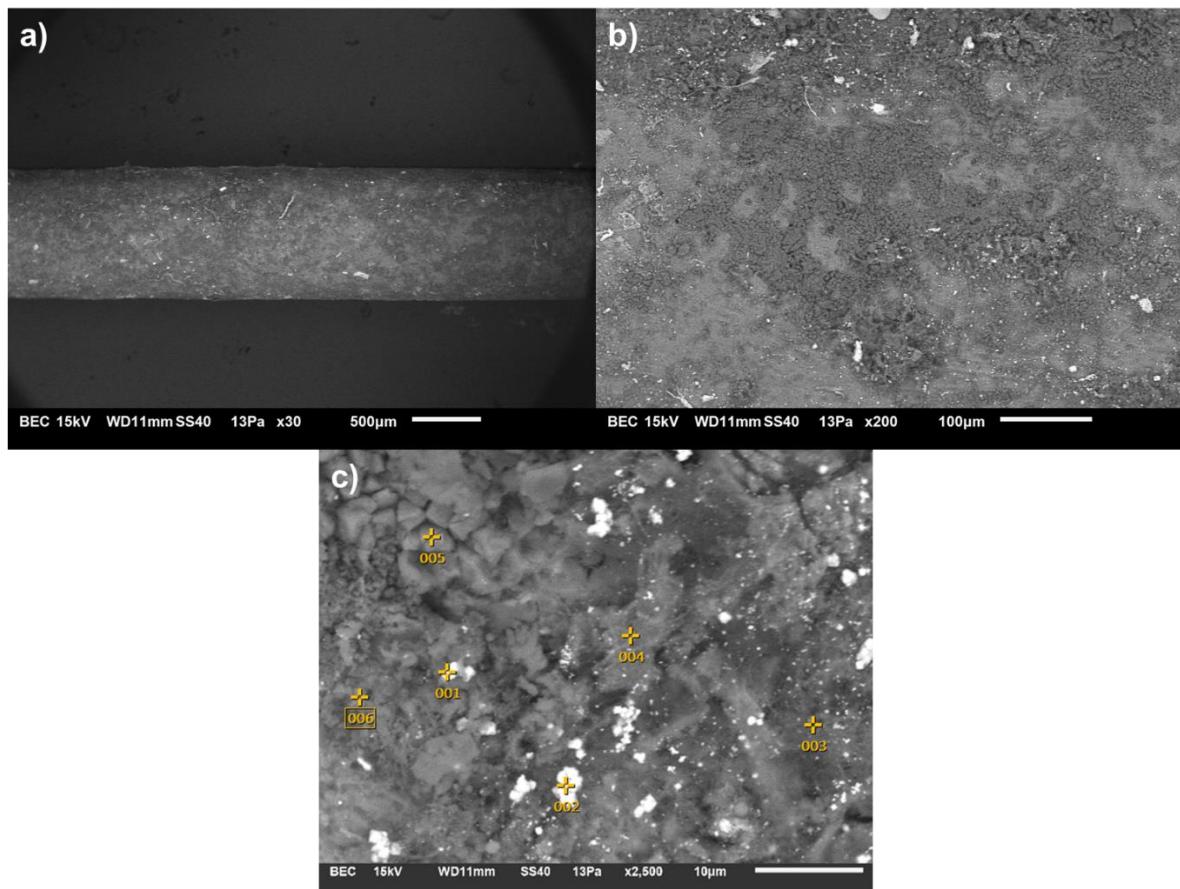


Figura 51. Imágenes SEM del recubrimiento de NTC_M sobre alambre a: a) 30X, b) 200X y c) 2,500X con su análisis puntual.

Tabla 21. Composición elemental del recubrimiento con NTC_M sobre el alambre (% e.p.).

	O	C	Al	Cu
001	9.07	10.29	10.47	70.17
002	9.90	10.82	8.76	70.52
003	41.39	22.65	35.67	0.29
004	46.81	26.76	25.55	0.89
005	37.91	21.53	40.07	0.49
006	20.09	12.74	66.49	0.68

Al igual que los resultados previos usando alambre como sustrato, el recubrimiento de NTC_M sobre sustratos con geometría de lámina es aún más homogéneo (Figura 52). En la Figura 52a se presenta la interfase entre el recubrimiento y el sustrato, en donde se aprecia como los NTC_M recubren de una manera más completa y dispersa al sustrato, lo que se corrobora al hacerle un acercamiento al recubrimiento (Figura 52b); además de que también se presentan zonas más brillosas, las cuales están bien distribuidas. Mediante el análisis químico determinado por EDS (Figura 52c y Tabla 22) se corrobora que estas partículas son de cobre y están presentes en gran cantidad, además de que la cantidad de oxígeno disminuyó considerablemente en comparación con el recubrimiento con NTC comerciales, observando que, en este caso, también hay presencia de azufre, pero en una cantidad menor.

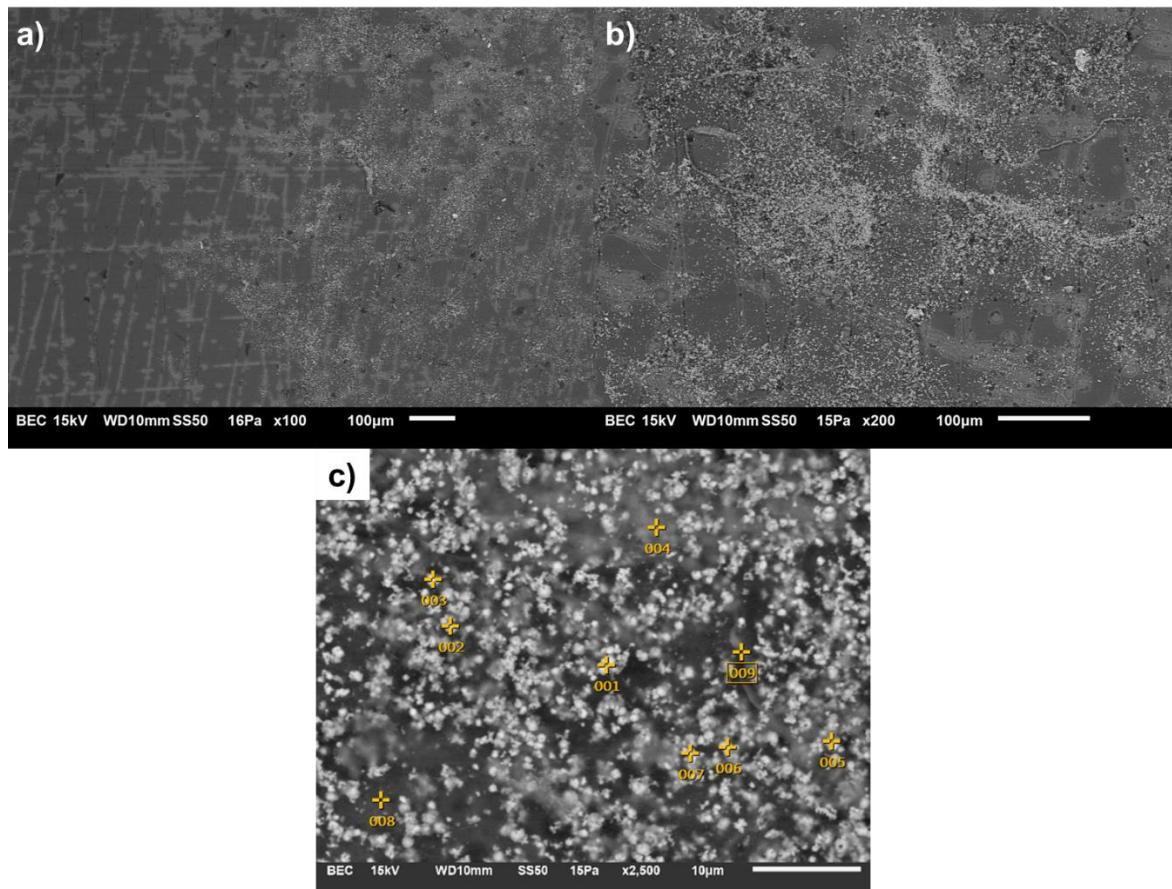


Figura 52. Micrografías del recubrimiento con NTC_M sobre lámina a) 100X, b) 200X y c) 2,500X con análisis puntual.

Tabla 22. Composición elemental del recubrimiento con NTC_M sobre lámina (% e.p.).

	O	C	Al	S	Cu	Sn
001	2.98	12.18	10.79		74.05	
002	4.91	17.93	10.61		66.55	
003	4.47	20.47	14.07		60.98	
004	8.98	37.34	12.87		33.36	7.45
005	4.60	21.66	8.30		63.79	1.65
006	5.83	19.98	12.78		59.33	2.08
007	9.09	19.58	21.73	0.84	46.01	2.76
008	21.51	26.33	36.23	1.80	11.49	2.63
009	11.22	35.82	32.25		15.66	5.05

Las imágenes SEM de los recubrimientos con los NTC metalizados, presentan al Cu como partículas brillosas a lo largo de todo el material, el cual se encuentra en gran cantidad y sobresale en comparación con las demás señales, lo que es un indicativo de que sigue estando presente como protección de la nanoestructura. Además de que la metalización del material carbonoso logró un recubrimiento más homogéneo, con una mejor dispersión de los NTC a lo largo del sustrato (en ambas geometrías), aportando una protección extra al aluminio contra la oxidación.

Como se explicó previamente, después de haber depositado la nanoestructura metalizada, fue necesario hacer un segundo recubrimiento con Al para efecto de confirmar la compatibilidad química con la matriz. Por tal motivo, a continuación, se realizó el recubrimiento con polvo de Al sobre NTC prístinos en un sustrato en forma de alambre. Los resultados se presentan a continuación en la Figura 53 en la cual se observa que el recubrimiento es muy homogéneo. Mediante el análisis elemental presentado en la Figura 53c y Tabla 23, se corrobora la gran presencia de aluminio

debido al segundo recubrimiento, además de que hay cantidades de Fe pertenecientes al polvo, lo que coincide con la composición química original del material.

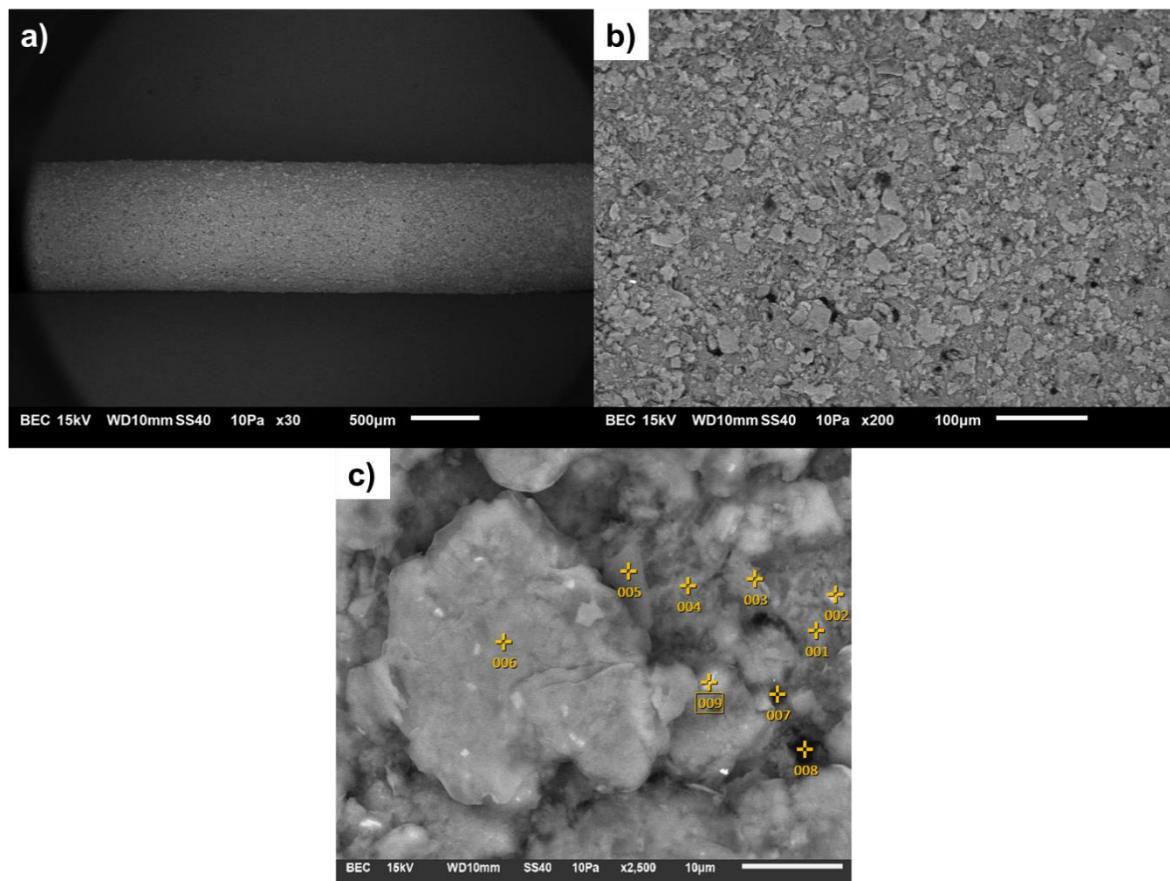


Figura 53. Imágenes SEM del recubrimiento con NTC comerciales y polvo de Al sobre alambre a: a) 30X, b) 200X y c) 2,500X con su análisis puntual.

Tabla 23. Composición elemental del recubrimiento de NTC y polvo de Al sobre alambre (% e.p.).

	Fe	O	Al
001		23.06	76.94
002	5.11	16.74	78.15
003		25.08	74.92
004		14.51	85.49

005	51.23	48.77
006	5.17	94.83
007	14.03	85.97
008	3.44	96.56
009	4.88	16.73
		78.39

De la misma manera, la Figura 54 presenta el recubrimiento con polvo de Al sobre NTC comerciales en un sustrato de Al con geometría de lámina. De igual forma este segundo recubrimiento es más homogéneo, pero aún hay zonas expuestas del sustrato, además de que mediante el análisis EDS (Figura 54c y Tabla 24) se observó la presencia de cantidades de C, lo que indica que siguen apareciendo señales de los NTC por lo que no fueron debidamente protegidos con este recubrimiento.

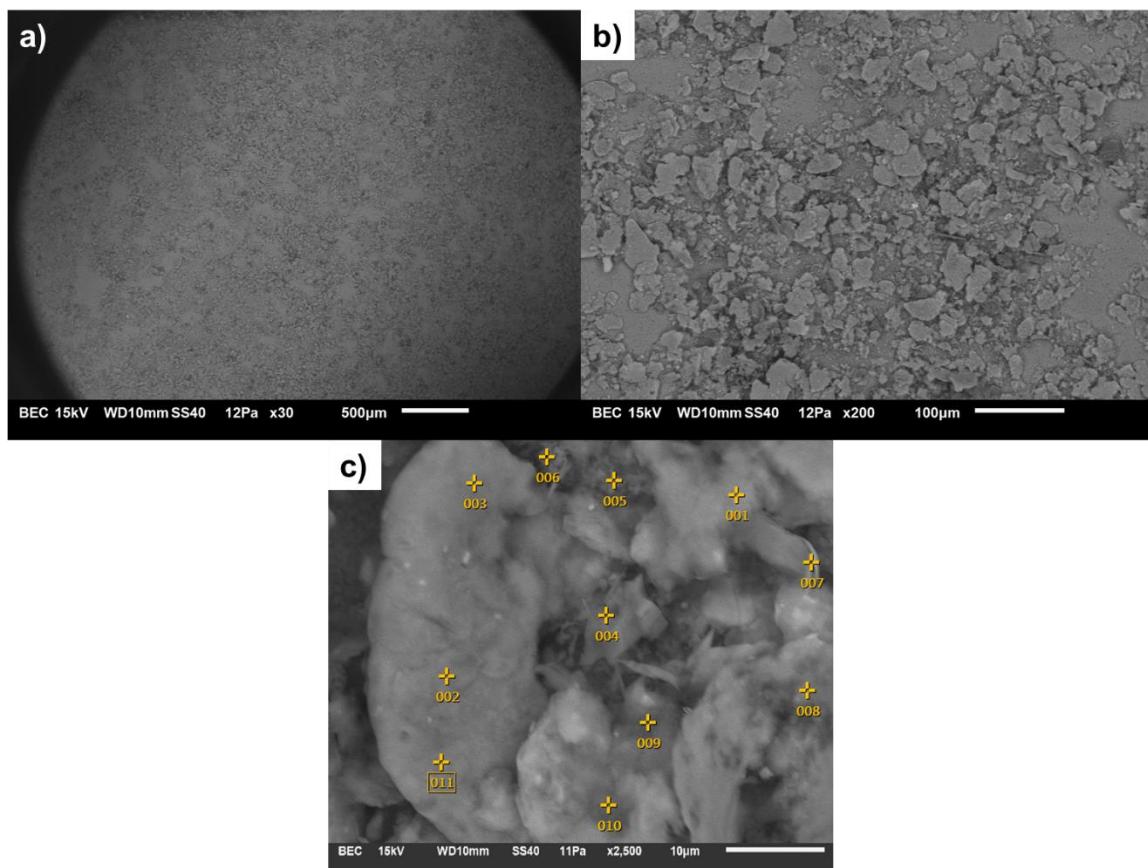


Figura 54. Micrografías del recubrimiento con NTC y polvo de Al sobre lámina a: a) 30X, b) 200X y c) 2,500X con su análisis puntual.

Tabla 24. Composición elemental del recubrimiento con NTC y polvo de Al sobre lámina (% e.p.).

	O	C	Al
001	7.56	7.78	84.66
002	1.75	1.92	96.32
003	2.36	1.85	95.80
004	50.44	4.64	44.92
005	8.76	3.16	88.08
006	26.31	7.52	66.17

007	6.99	9.43	83.58
008	6.86	7.61	85.53
009	14.27	11.41	74.32
010	7.87	8.89	83.24
011			100.00

El segundo recubrimiento sobre NTC prístinos, presenta mejor distribución en ambas geometrías, pero sigue habiendo zonas expuestas del sustrato, lo que indica que el polvo logra una mejor adhesión sobre las zonas con material carbonoso.

A continuación, en la Figura 55 se muestran las micrografías por SEM del recubrimiento con polvo de Al sobre un recubrimiento previo de NTC_M metalizados en un sustrato en forma de alambre. Las señales químicas de la capa previa ya no se encuentran presentes en el análisis EDS (Tabla 25), esto debido a que los polvos de Al han recubierto todo el alambre de manera adecuada. En la figura se puede observar que las partículas de Al tienen forma de hojuelas y que en su composición presentan cantidades mínimas de Fe, los cuales se identifican en la microestructura como puntos más brillantes.

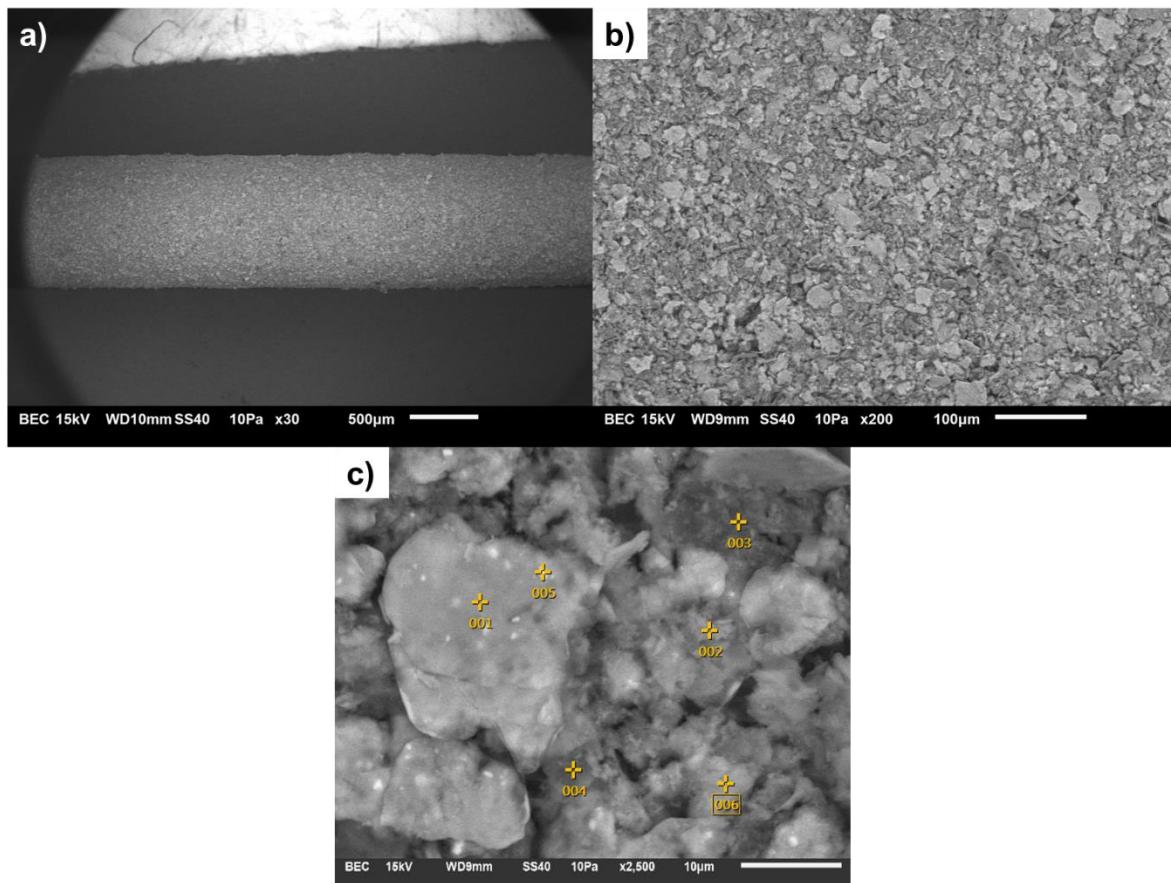


Figura 55. Imágenes SEM del recubrimiento con NTC_M y polvo de Al sobre alambre a: a) 30X, b) 200X y c) 2,500X con su análisis puntual.

Tabla 25. Composición elemental del recubrimiento con NTC_M y polvo de Al sobre alambre (% e.p.).

	Fe	O	Al	Si
001			100.00	
002		36.75	63.25	
003		6.79	93.21	
004		11.02	88.98	
005	8.49	9.77	77.51	4.23
006		12.58	87.42	

Por otra parte, el recubrimiento con Al en polvo sobre un recubrimiento previo de NTC_M en un sustrato en forma de lámina se presenta en la Figura 56. La Figura 56a muestra la interfase entre el recubrimiento y el sustrato logrando apreciar el inicio de un recubrimiento muy homogéneo, al hacer un acercamiento (Figura 54b) se corrobora la buena distribución de los polvos de hojuelas de Al sobre el recubrimiento previo de NTC_M, además de que el análisis EDS (Figura 56c y Tabla 26) no presenta señales del Cu ni del C.

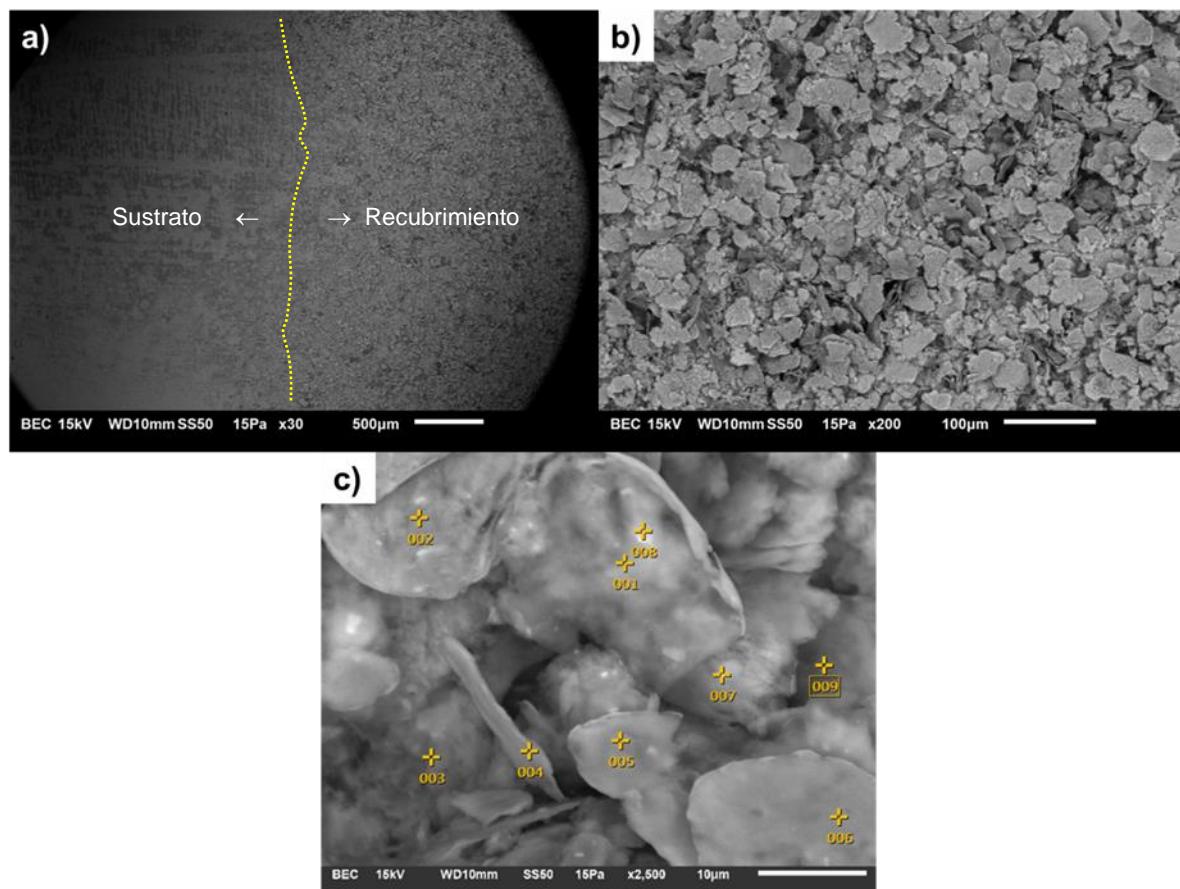


Figura 56. Micrografías del recubrimiento con NTC_M y polvo de Al sobre lámina a: a) 30X, b) 200X y c) 2,500X con su análisis puntual.

Tabla 26. Composición elemental del recubrimiento con NTC_M y polvo de Al sobre lámina (% e.p.).

	Fe	O	Al
001		3.48	96.52
002		2.59	97.41
003		4.31	95.69
004		6.67	93.33
005	16.87	3.79	79.34
006		3.98	96.02
007	8.59	1.83	89.57
008	8.34	2.10	89.56
009		2.76	97.24

4.3.3 Caracterización química superficial por XPS

En la Figura 57 se presentan los espectros de barrido amplio determinados por XPS de los recubrimientos desarrollados. Para ambos tipos de sustratos, alambres identificados como -A- y láminas identificados -L-, se puede observar que aparecen las mismas señales, en donde al igual que para los polvos, el C que aparece es debido al ambiente. En todos los recubrimientos la señal de O aumenta en comparación con el sustrato, en los recubrimientos con NTC comerciales y Al (NTC + Al) las señales del Al incrementan y se reduce un poco la señal de C, esto debido a la segunda capa de recubrimiento que es con el polvo de Al. Para el recubrimiento con NTC metalizados (NTC_M) aparecen señales del Cu ya que el metalizado se hizo con este elemento, y también aparecen señales muy leves del Sn debido a que el paso previo a la metalización fue el tratamiento de sensibilizado usando Sn; evidentemente al recubrir estos nanotubos con aluminio (NTC_M + Al) las señales del Cu y Sn desaparecen.

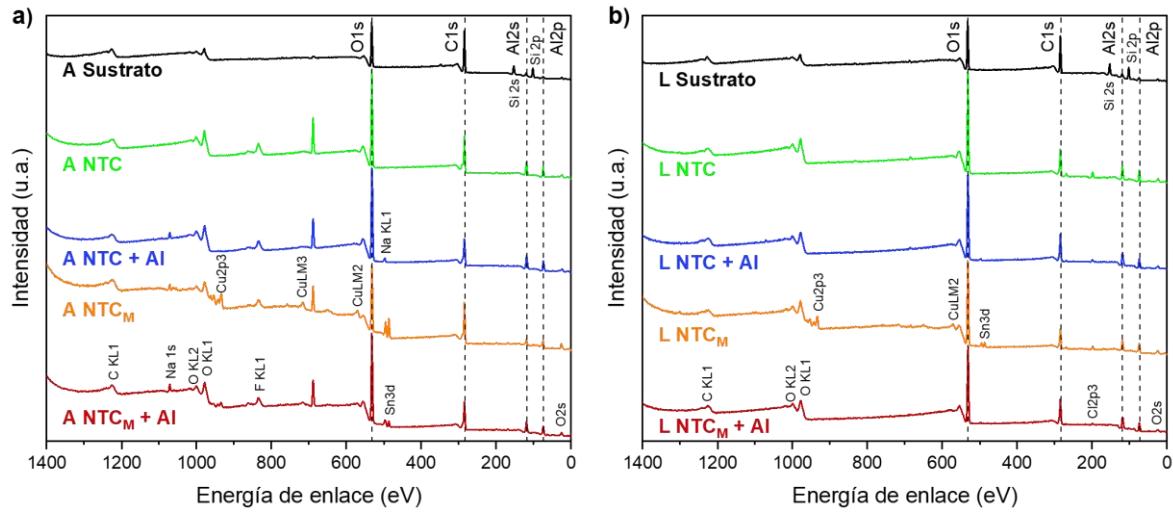


Figura 57. Surveys de XPS de los diferentes recubrimientos obtenidos sobre sustratos en forma de a) alambres y b) láminas.

Mediante XPS también se realizó un perfil de concentración a uno de los recubrimientos con NTC_M sobre ambos sustratos (alambre y por separado lámina) con la finalidad de obtener un aproximado del espesor del recubrimiento. En la Figura 58 se presentan los resultados obtenidos, donde se puede observar que el espesor estimado del recubrimiento es mayor a 500 nm usando ambas geometrías como sustratos.

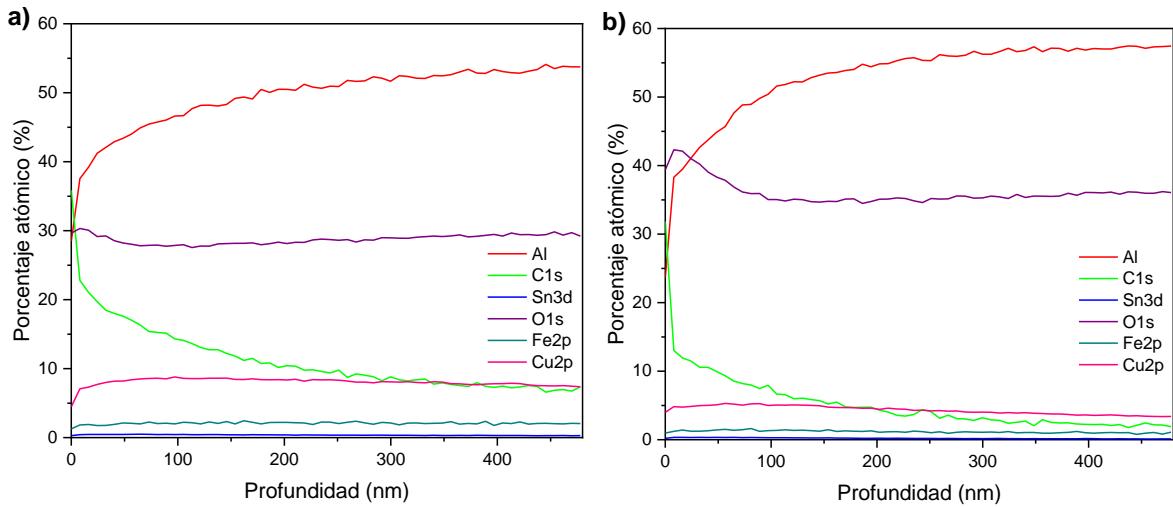


Figura 58. Perfil de concentración para los recubrimientos con NTC_M sobre, a) alambre y b) lámina.

4.3.4 Caracterización térmica por TGA-DSC

Los análisis térmicos realizados a los recubrimientos se presentan en la Figura 59. Los TGA para todos los recubrimientos muestran una pérdida en peso despreciable ya que es menor al 0.7%. Los TGA de los alambres (Figura 59a) indican que el recubrimiento con la mayor pérdida en peso es para los NTC_M, mientras que el sustrato fue el que tuvo una pérdida menor, aunque también fue el único que se oxidó ligeramente. Los termogramas obtenidos mediante DSC para estas muestras se presentan en la Figura 59b, e ilustra la presencia de una inflexión endotérmica relacionada al punto de fusión, en donde la temperatura determinada fue de 669.47 °C, la muestra con un mayor punto de fusión es para el sustrato con 670.24 °C, mientras que la que muestra con un menor punto de fusión es el recubrimiento con NTC comerciales y Al (A NTC + Al). Estos resultados se pueden deber a la geometría del alambre, ya que al ser circular y de un diámetro pequeño los recubrimientos no lograban cubrir la superficie al 100%.

El comportamiento para los recubrimientos sobre las láminas fue un poco diferente, los TGA de estas muestras se presenta en la Figura 59c, indicando en este caso que el recubrimiento con NTC comerciales en lámina (L NTC) fue el que tuvo una pérdida en peso mayor, la cual fue prácticamente lineal, mientras que la muestra con NTC metalizados y Al en lámina (L NTC_M + Al) no presentó una pérdida en peso, al contrario, hubo una ganancia debido a la oxidación del Cu y del polvo de Al. Al igual que para los recubrimientos anteriores, los termogramas obtenidos del DSC de las láminas se muestran en la Figura 59d, e indican el punto de fusión de cada recubrimiento mediante una señal endotérmica, esta temperatura fue incrementando conforme iba aumentando el grado y la química del recubrimiento, siendo el recubrimiento con NTC_M + Al el que presenta un punto de fusión mayor (670.18 °C). El promedio de estas temperaturas de fusión es de 668.71 °C, lo cual es un dato que se requiere para asegurar su posterior incorporación en el metal líquido para la síntesis de los nanocompósitos.

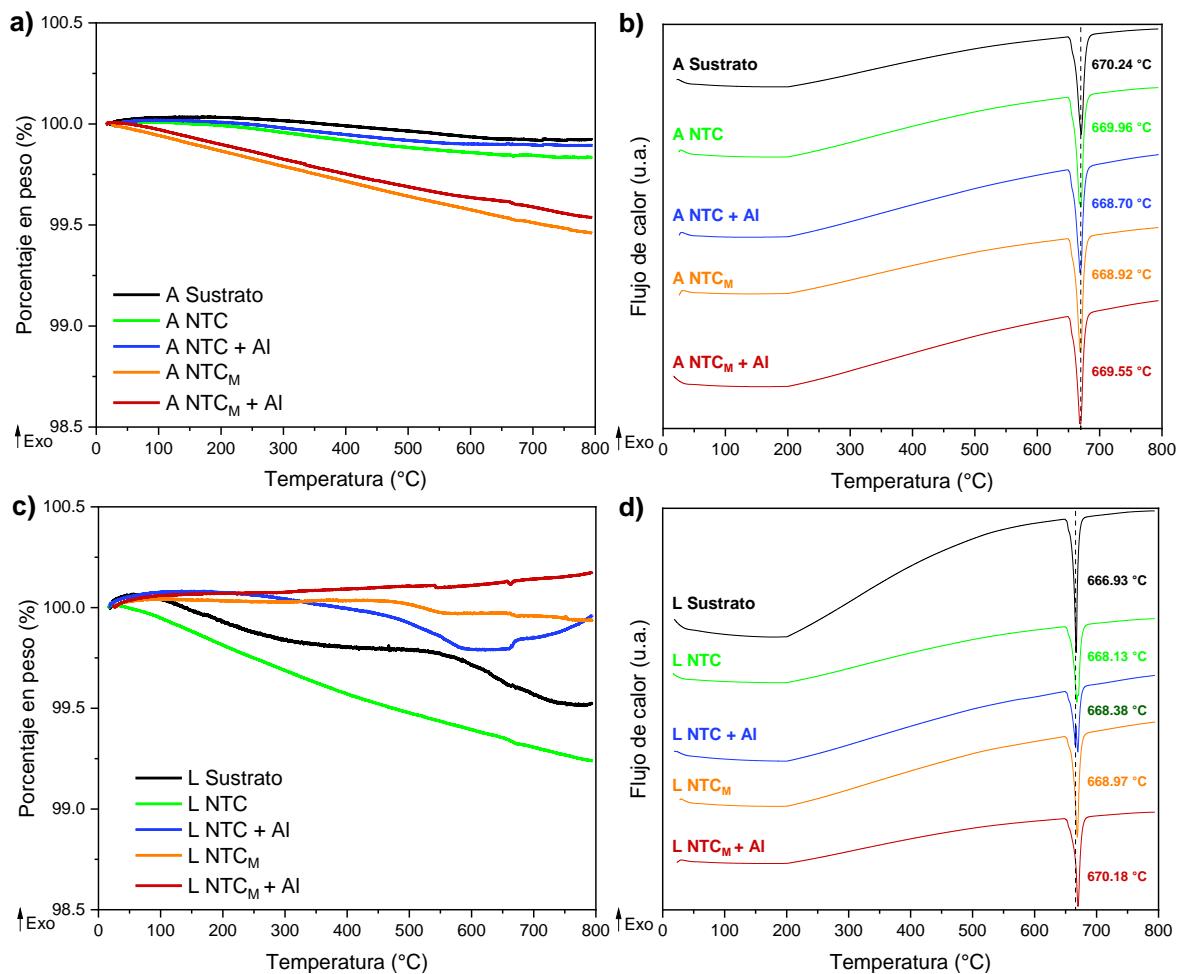


Figura 59. Análisis térmicos de los recubrimientos. a) TGA de los alambres, b) DSC de los alambres, c) TGA de las láminas y d) DSC de las láminas.

4.4 Caracterización de la matriz metálica (aleación Al 1350-H19)

A continuación, se presentan las caracterizaciones, análisis y resultados realizados al aluminio tipo 1350-H19 el cual fue el material metálico que se usará como matriz del nanocompósito de acuerdo a la aplicación eléctrica buscada, así como también los resultados obtenidos de la fundición de esta aleación.

4.4.1 Caracterización química por ICP-OES

Se llevó a cabo una caracterización de la aleación mediante ICP-OES para conocer su composición química elemental. Para tal finalidad, se realizaron dos muestras seleccionadas al azar las cuales se presentan en la Tabla 27, adicionalmente en la tabla se indica la composición química nominal de la especificación para la aleación

1350. Los resultados de composición química concuerdan con los valores reportados para este tipo de aleaciones de uso eléctrico [106].

Tabla 27. Composición química de la aleación Al 1350-H19 (% e.p.).

Muestra	Al	Si	Fe	Cu	Mn	Cr	Zn	Ga	Ti	V	B
Exp. 1	99.5	0.043	0.16	<	<	<	<	0.016	<	0.011	0.01
Exp. 2	99.7	0.05	0.18	<	<	<	0.005	-	<	0.01	<
Espec.	99.5	0.10	0.10	0.05	0.01	0.01	0.05	0.03	0.02	0.02	0.05

*Nota: el signo < indica que la cantidad encontrada se encuentra por debajo del límite de cuantificación del método (0.005).

4.4.2 Caracterización térmica por TGA-DSC

Se realizó un análisis térmico a la matriz metálica para conocer el comportamiento de las transformaciones de fases con afectación térmica hasta una temperatura de 800 °C. Los termogramas se presentan en la Figura 60, en donde se puede apreciar que alrededor de 270 °C hay un aumento del peso de un 0.1% relacionado con la oxidación del metal, así como también se aprecia que la pérdida en peso total es menor al 0.4% después de 800 °C. La curva DSC muestra un pico endotérmico en 662.28 °C, que está relacionado con una transición de primer orden, lo que se asocia con el punto de fusión de la aleación.

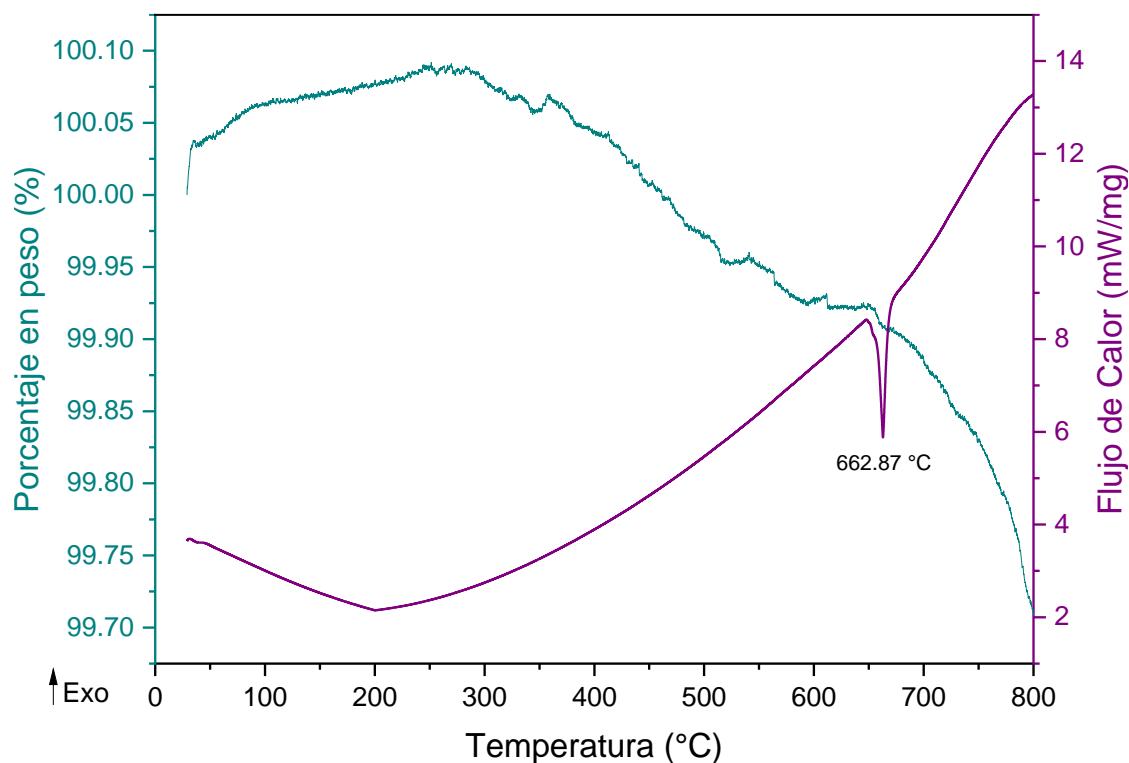


Figura 60. Curvas TGA y DSC de la aleación de aluminio 1350-H19.

4.4.3 Caracterización microestructural

La matriz metálica se analizó mediante tres equipos diferentes con la finalidad de visualizar y analizar su microestructura, los equipos utilizados son el estereoscopio, el microscopio óptico y el microscopio electrónico de barrido.

El material metálico base de la aleación de Al 1350-H19 se preparó metalográficamente para poder realizar el análisis, este proceso incluyó las técnicas de preparación convencional usando corte, montaje, desbaste y pulido hasta lograr un acabado tipo espejo. Al término de la preparación, se realizó un ataque químico con ácido fluorhídrico (HF) al 5%.

La Figura 61, presenta cuatro micrografías tomadas a diferentes magnificaciones de la microestructura del material metálico de partida en sección transversal, así como análisis puntuales de EDS tomados en las zonas de interés. La composición química promedio se muestra en la Tabla 28. La macroestructura de la sección transversal consiste de granos grandes alargados que siguen el patrón de transferencia de calor desde el centro hacia el exterior del material.

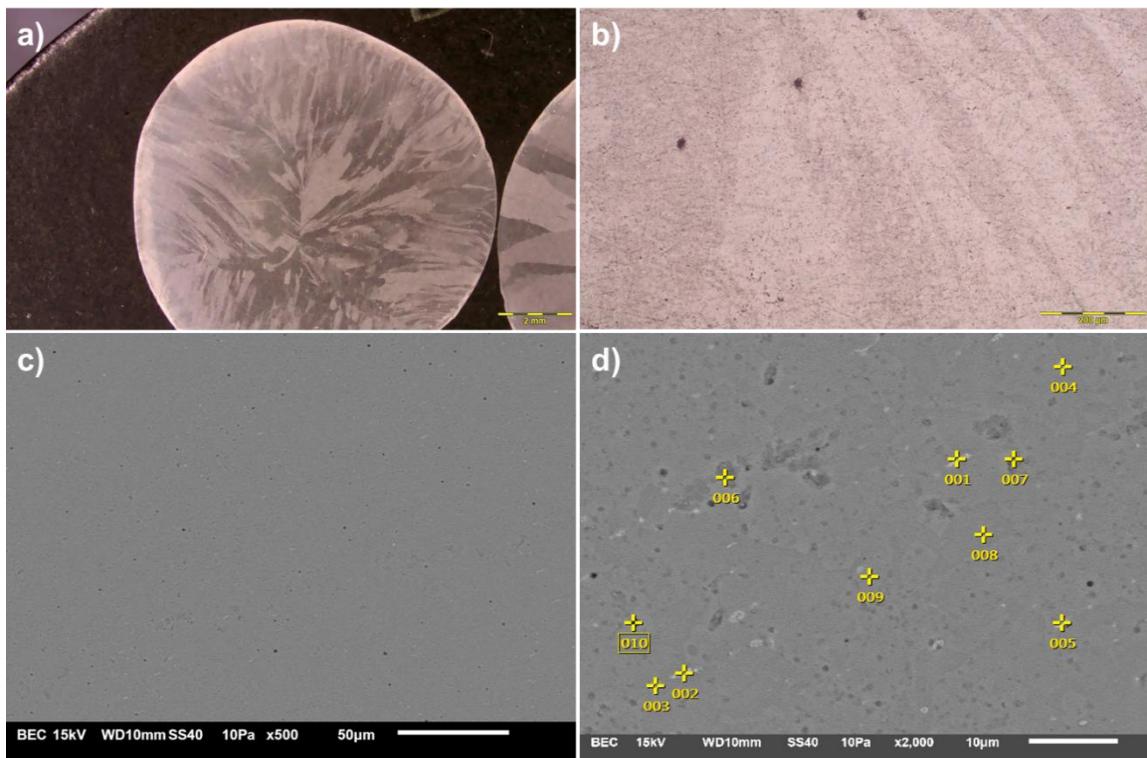


Figura 61. Micrografías de la matriz metálica Al 1350-H19 a diferentes magnificaciones.

a) 7X, b) 100X, c) 500X y d) 2,000X con análisis EDS.

Tabla 28. Composición elemental obtenida por EDS de la aleación Al 1350-H19 (% e.p.).

	Fe	O	Al	Si
001	11.80	5.76	78.00	4.44
002	9.56	3.89	83.41	3.14
003	5.90	5.72	88.38	
004	6.48	4.37	86.67	2.48
005	17.64	3.61	73.75	5.00
006		9.93	90.07	
007		11.83	88.17	
008			100.00	
009			97.08	2.92

A mayor magnificación mediante SEM, se puede observar que la matriz de aluminio presenta una serie de precipitados muy pequeños distribuidos de manera uniforme, al realizar un análisis por EDS de las partículas observadas (Figura 61d y Tabla 28), pudo corroborarse que se trataba de hierro y silicio, lo cual está acorde con los resultados mostrados en ICP masas, los dos elementos se encuentran presentes en la estructura en un 0.17 y 0.05% e.p., respectivamente. Se pueden observar diversas fases presentes en la matriz metálica (Figura 61d: matriz de Al, color gris oscuro, 008; algunas zonas con silicio disuelto, 009), precipitados globulares irregulares de Al (color gris oscuro, 006-007), AlFeSi (fase alargada color gris claro, 001-002, 004-005), AlFe (fase fragmentada color gris claro, 003) y AlFe (oscura con morfología globular, 010)

En la Figura 62 se muestran micrografías de la misma aleación pero que ha pasado por un proceso de fundición, se observa la macroestructura similar, la principal diferencia es únicamente que los granos formados después de los procesos de enfriamiento y solidificación son más grandes y alargados de tipo columnar, debido a que es una aleación de alta pureza [70].

Esta matriz de aluminio presenta una fase dispersa la cual se encuentra de forma esporádica, es de geometría alargada color gris claro y también contiene una serie de precipitados tipo globulares muy pequeños, los cuales se encuentran en mayor cantidad y muy bien distribuidos de manera uniforme en todo el material.

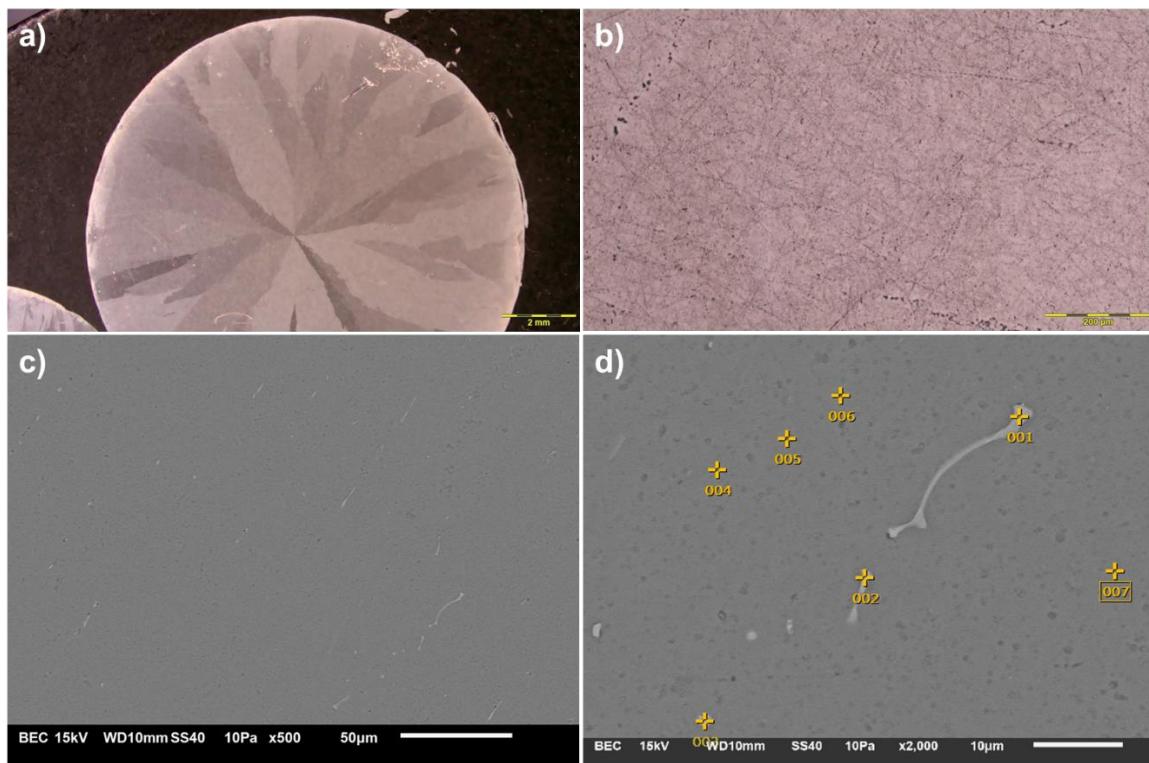


Figura 62. Micrografías de la matriz metálica de Al fundida tomadas a diferentes magnificaciones. a) 7X, b) 100X, c) 500X y d) 2,000X con análisis puntual.

Tabla 29. Composición elemental obtenida por EDS de la matriz de Al 1350-H19 fundida (% e.p.).

	Fe	O	Al	Si
001	20.87	5.56	68.03	5.55
002	22.00	4.23	68.68	5.09
003	29.07	6.78	60.85	3.29
004			100.00	
005			100.00	
006			100.00	
007			100.00	

Con el análisis puntual analizado mediante la técnica EDS (Figura 62d y Tabla 29) se detectaron las siguientes fases: Matriz de Al (fase color gris oscuro), compuestos intermetálicos de AlFeSi (fase alargada color gris claro) y compuestos de AlFeSi (fase precipitada globular color gris oscuro,). Mediante estos resultados se corrobora que con la fundición se fragmentan las fases y se dispersan un poco más en la matriz metálica de acuerdo a las variaciones en las velocidades de enfriamiento para alcanzar la solidificación.

La Figura 63 presenta micrografías a diferentes magnificaciones de la muestra de aluminio fundida y deformada en prensa. En este caso, en la macroestructura del nanocompósito se mantienen los granos alargados, pero con algunas modificaciones como un tipo de compactación y adelgazamiento (Figura 63a), dicha deformación provocó además un movimiento paralelo de que los precipitados y fases, creando un patrón de líneas marcadas a lo largo de la matriz. El análisis EDS de esta muestra se presenta en la Figura 63d y la Tabla 30, mostrando la presencia únicamente de Al y C.

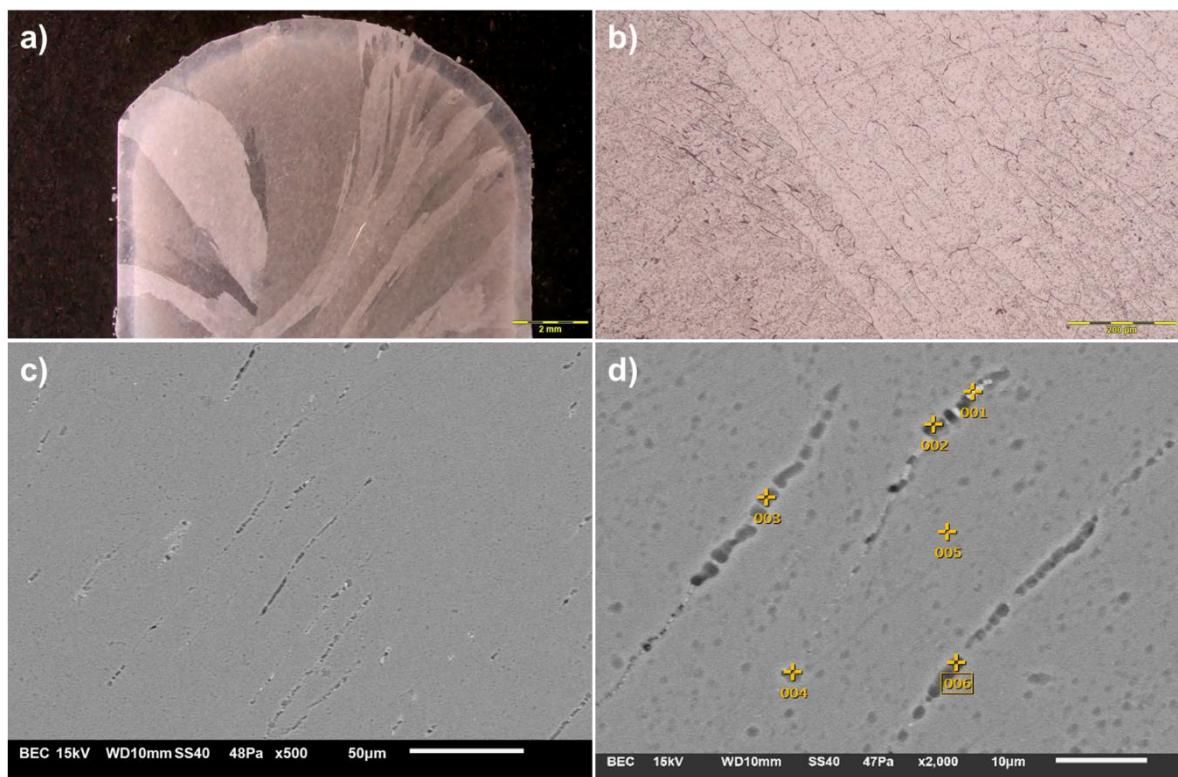


Figura 63. Micrografías de la matriz metálica de Al fundida con deformación en prensa tomadas a diferentes magnificaciones. a) 7X, b) 100X, c) 500X y d) 2,000X con análisis puntual.

Tabla 30. Composición elemental de la muestra de Al fundida con deformación en prensa (% e.p.).

	C	Al
001	2.15	97.85
002	0.19	99.81
003	1.32	98.68
004	3.84	96.16
005	2.17	97.83
006	4.81	95.19

En la Figura 64 se muestran micrografías de la muestra fundida, con deformación en prensa y sometida posteriormente a un tratamiento térmico (345°C por 30 min), con lo cual se observó que la afectación térmica provocó un tipo de recristalización interna en algunos de los granos, pero permaneciendo aun así alargados (Figura 64a), y de mayor tamaño respecto a la muestra anterior (Figura 64b). En esta pieza, los precipitados que se encontraban alineados en los límites de grano, se mantienen y con el análisis EDS presentado en la Figura 64d y la Tabla 31 se observa que parte de estos precipitados pertenecen a la fase AlFe.

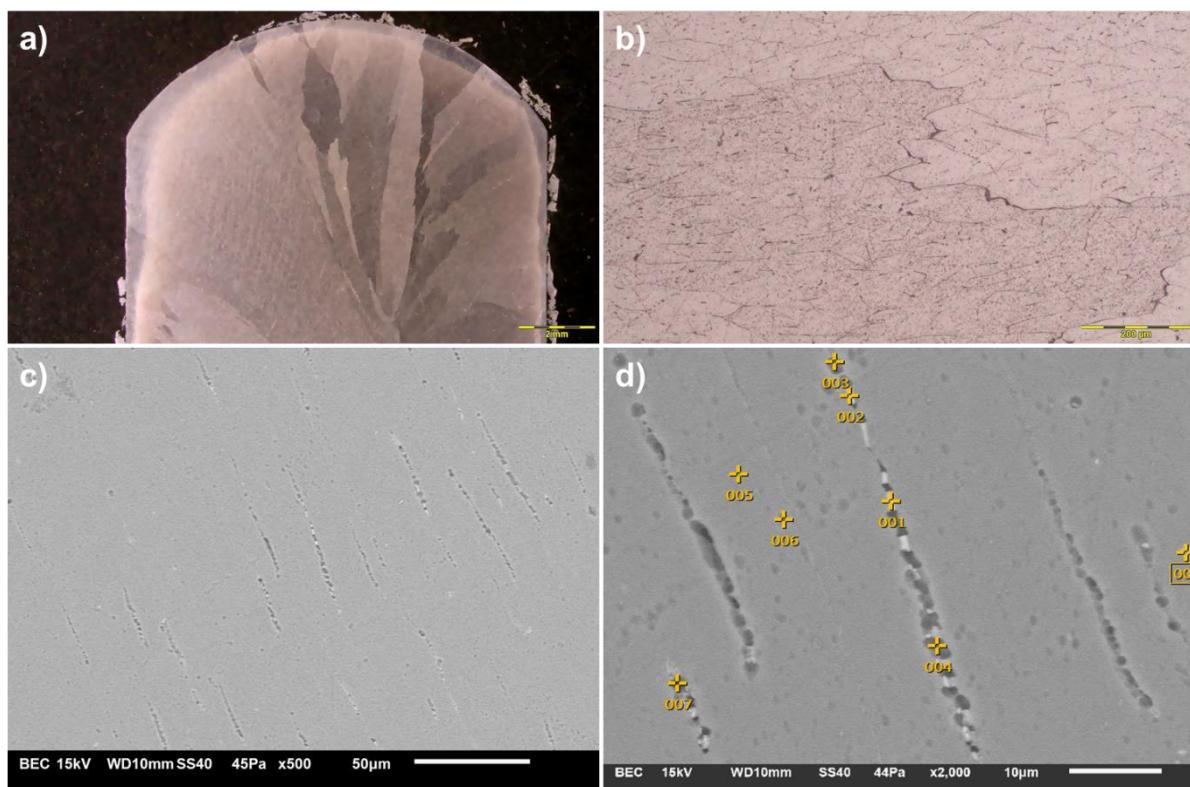


Figura 64. Micrografías de la matriz metálica de Al fundida con deformación en prensa y tratada térmicamente tomadas a diferentes magnificaciones. a) 7X, b) 100X, c) 500X y d) 2,000X con análisis puntual.

Tabla 31. Composición elemental de la matriz de aluminio fundida con deformación en prensa y tratada térmicamente (% e.p.).

	Fe	O	C	Al
001	3.02	1.44		95.53

002	10.06	4.76	85.18
003		0.48	99.52
004		0.67	99.33
005		5.65	94.35
006		3.02	96.98
007		1.21	98.79
008	9.54	1.56	88.90

4.4.4 Caracterización cristalográfica por XRD

Los patrones de difracción de la matriz metálica y sus modificaciones se presentan en la Figura 65, los picos de difracción son los mismos para las cuatro muestras como se observa a partir del patrón de referencia AISI (98-060-9329). Los procesos de fundición, deformación y tratamiento térmico modificaron la intensidad de los picos (planos) pero todas las señales permanecen a excepción de la última, correspondiente al plano (222).

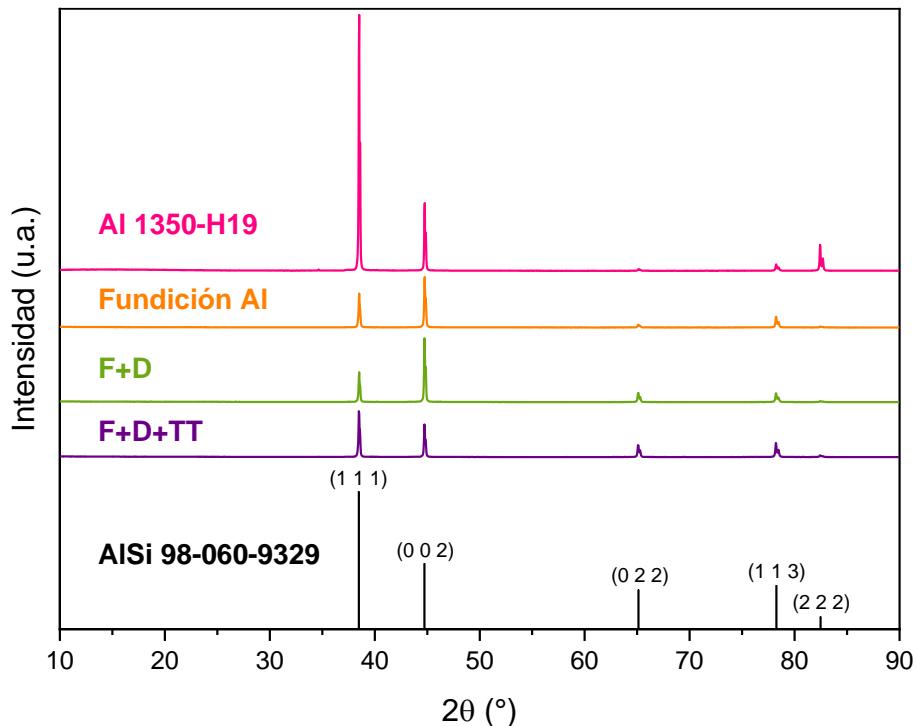


Figura 65. Comparación de los difractogramas de la matriz de Al 1350-H19 original, fundida (F), con deformación (F+D) y tratada térmicamente (F+D+TT) con un patrón de difracción de una aleación AISi.

4.4.5 Propiedades eléctricas y mecánicas de la matriz

Para tener una línea base como referencia de las propiedades eléctricas y mecánicas, a continuación, se midió la conductividad eléctrica de estas aleaciones de Al, primeramente, se intentó aplicar de manera indirecta la ley de Ohm usando el cálculo del valor de resistencia eléctrica en un equipo que emplea dos puntas de tungsteno de 8 μm de diámetro, como se muestra en la Figura 66. Sin embargo, en la aleación Al 1350-H19 se obtuvieron valores muy elevados de resistividad $7.58 \times 10^5 \mu\Omega \text{ cm}$ (casi 5 órdenes de magnitud) en comparación con los valores esperados: 2.78 $\mu\Omega \text{ cm}$ a 20°C. En los análisis realizados se empleó una pieza de 8 mm de diámetro y 40 mm de longitud.



Figura 66. Sistema de caracterización de semiconductores KEITHLEY 4200-SCS empleado para la determinación de la conductividad eléctrica de las aleaciones de Al 1350-H19.

Por tratarse de una técnica de contacto, es posible que el error en la medición tuvo un efecto de la resistividad que aportaron los electrodos y también debido a que el área transversal de la pieza fue mucho mayor respecto a la punta de los electrodos. Por tal razón, se realizó un cambio en la metodología empleando otra fuente DC con un rango menor de corriente, de 1 a 10 mA para hacer los mismos experimentos en la aleación de Al 1350-H19, pero esta vez con electrodos que estuvieran en contacto con toda el área transversal de la muestra. El resultado de resistividad medido fue de $6.168 \times 10^4 \mu\Omega \text{ cm}$ en la muestra comercial. Actualmente la máxima conductividad eléctrica de la aleación Al 1350-H19 conforme a la especificación corresponde a 61% IACS.

En lo que respecta a la determinación de las propiedades mecánicas de la matriz, se realizaron ensayos de tensión (en probeta tipo cilíndrica) y adicionalmente se cuantificó la microdureza y se realizaron ensayos de nanoindentación.

En la Figura 67 se presentan los resultados de los ensayos mecánicos medidos en la aleación Al 1350-H19 realizados en una Máquina Universal Shimadzu AGX Plus. Como se aprecia en la gráfica esfuerzo-deformación, los resultados son contundentes en la resistencia a la cedencia y en la última resistencia a la tensión, sin embargo, dos de las muestras tienen una elongación menor considerando que fracturaron fuera del área calibrada, por lo tanto, los datos de éstas muestras se descartaron para estimar el promedio de las propiedades.

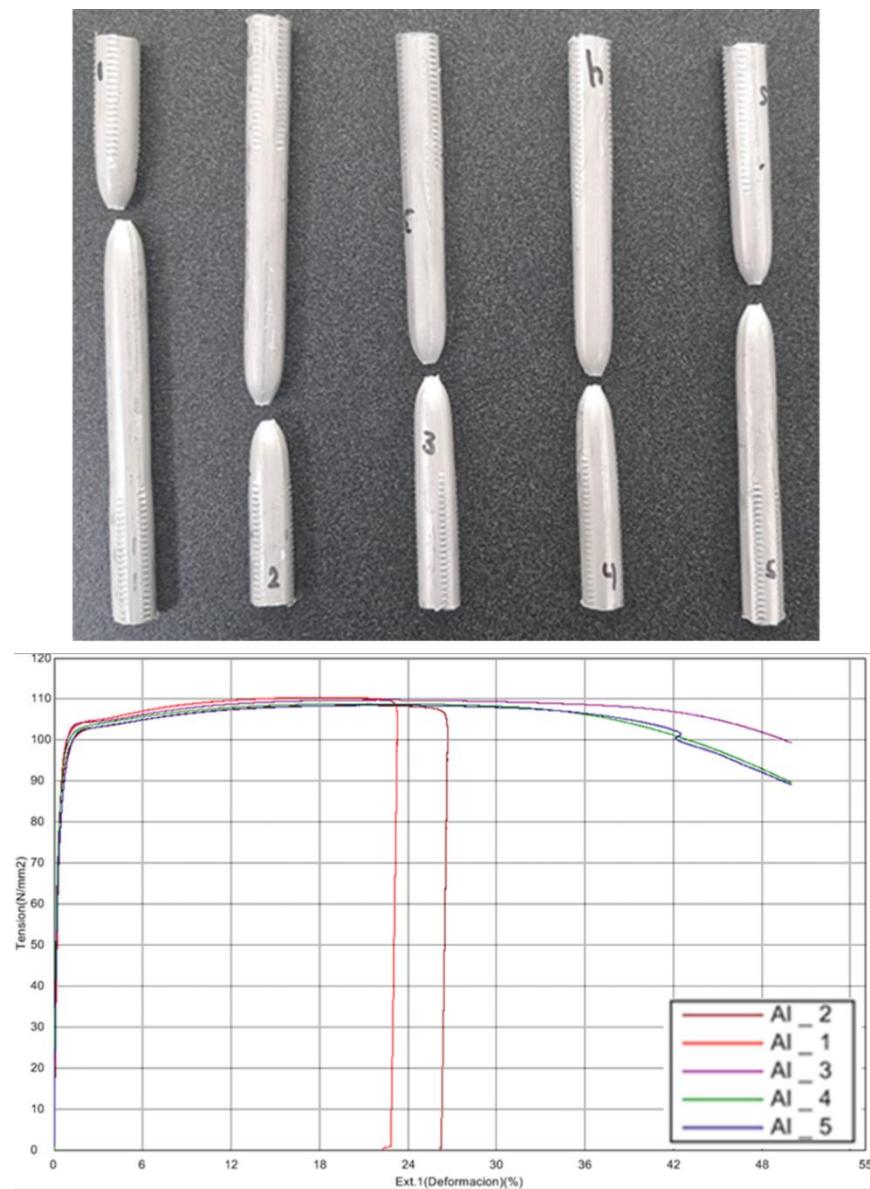


Figura 67. Resultados de cinco ensayos mecánicos en tensión evaluados en la aleación Al 1350-H19.

Como se presenta en la Tabla 32, las propiedades mecánicas evaluadas en la aleación alcanzaron valores promedio de 109.04 N/mm² de UTS, 48.40% de deformación a la rotura y 80.74% de elongación.

Tabla 32. Resultados de los ensayos de tensión realizados a la matriz metálica Al 1350-H19.

	UTS (N/mm ²)	% de deformación	Esfuerzo de rotura (N/mm ²)
1	110.40	23.23	82.47
2	108.45	26.65	80.77
3	109.78	50.00	82.93
4	108.87	50.00	83.45
5	108.47	45.19	75.84
Promedio	109.04	48.40	80.74

En la Figura 68, se muestran los resultados de microdureza para la aleación Al 1350-H19, además también se presentan los resultados de las muestras fundidas, con deformación y con tratamiento térmico.

El valor promedio de dureza encontrado para la matriz metálica (Al 1350-H19) fue de 37.5 HV usando una carga de 25 g. La dureza obtenida se encuentra en el rango reportado para dichas aleaciones; entre 35 y 48 HV para el Al [107]. La dureza de la aleación fundida disminuye a valores de 27.3 HV lo cual se debe a que la fundición elimina los procesos previos que pudiera tener la aleación y sus dislocaciones, mientras que con el proceso de deformación la dureza vuelve a aumentar teniendo el valor máximo en esta muestra en 38.8 HV. El incremento en la microdureza, corresponde a que en el proceso de deformación se incrementan las dislocaciones en el material endureciéndolo. En contraste, el tratamiento térmico aplicado vuelve

a disminuir la dureza ya que al ser un tratamiento de recocido relaja la microestructura eliminando nuevamente dislocaciones creadas por la deformación.

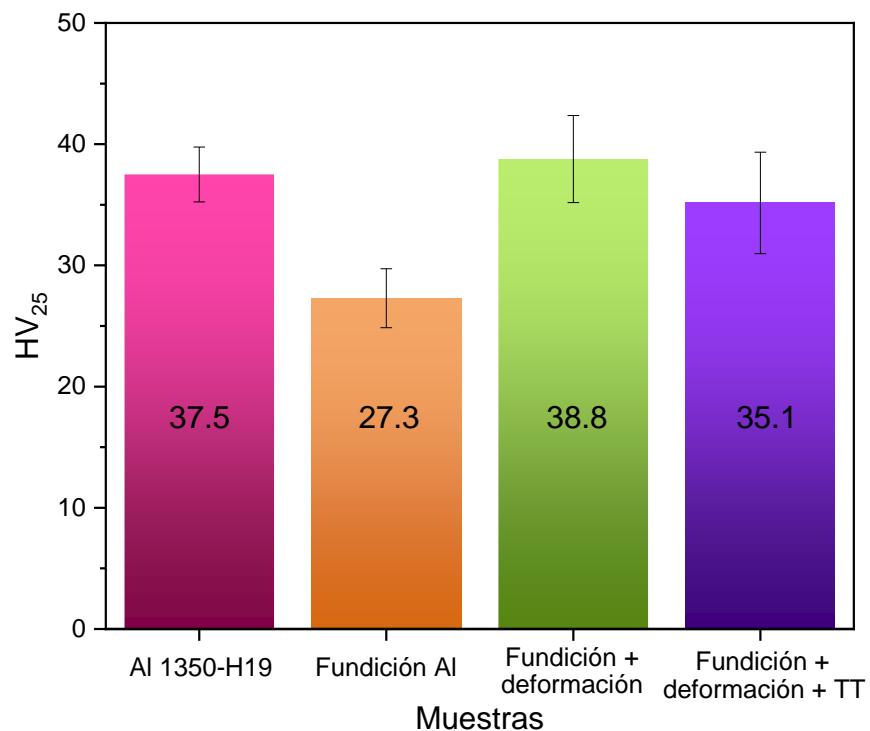


Figura 68. Resultados de los ensayos de microdureza de las muestras de aluminio.

Tal como se presenta en la Figura 69, para los ensayos de nanoindentación se evaluó un área de $50 \mu\text{m} \times 50 \mu\text{m}$, realizando una matriz de un total de 25 indentaciones para cada muestra. En la Figura 70 se muestran las curvas carga respecto al desplazamiento obtenidas para cada una de las muestras.

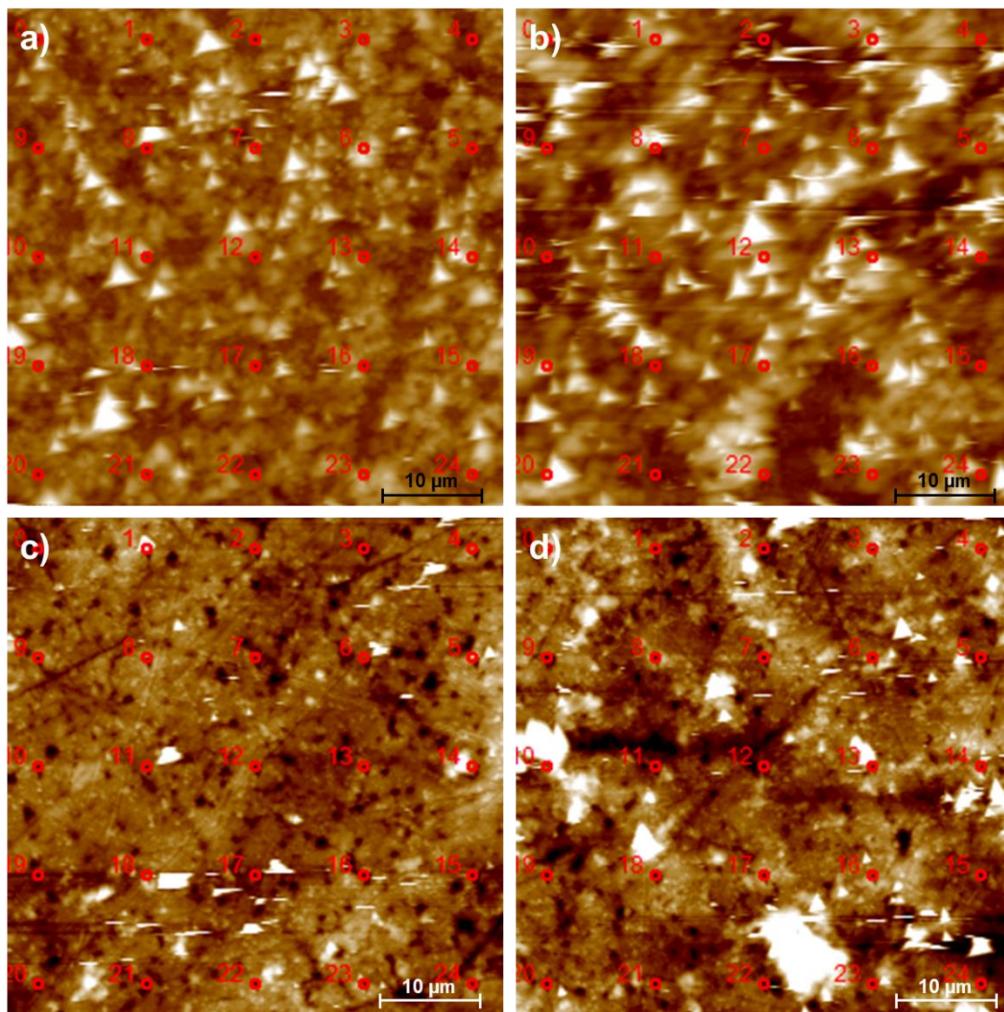


Figura 69. Área donde se realizaron las indentaciones en las muestras de Al 1350-H19,
a) matriz de aluminio, b) fundición, c) fundición + deformación sin TT y d) fundición +
deformación con TT.

Como se aprecia en los resultados de la Figura 70, las cuatro muestras presentaron un comportamiento elástico-plástico al aplicarles una carga de 750 μ N. La matriz de Al 1350-H19 (Figura 70a) presenta profundidades de penetración entre 120 a 220 nm aproximadamente, mientras que al ser fundida (Figura 70b) esta penetración se encuentra en el rango de 150 a 230 nm. En éstas dos probetas es interesante notar que durante la aplicación de la carga las curvas sufren algunas pequeñas inflexiones. Esto puede ser una consecuencia de la presencia de fases nanoprecipitadas incluso también pueden ser producto de algunos defectos cristalinos en el material. La amplitud de las curvas en la probeta que proviene de

la fundición es mayor debido a un mayor número de defectos en la estructura. Por otra parte, la deformación posterior aplicada a la muestra después de ser fundida (Figura 70c), ayudó a tener un rango menor en profundidad de penetración, el cual va de ~130 a ~180 nm; y en la última probeta que fue sometida además a un tratamiento térmico de recocido posterior (Figura 70d) provocó un aumento en la profundidad de penetración, la cual se encuentra entre 125 a 175 nm, pero se mantuvo el rango de 50 nm. Evidentemente las mejores propiedades mecánicas puntuales es la referente a la probeta que fue sometida a deformación y tratamiento térmico.

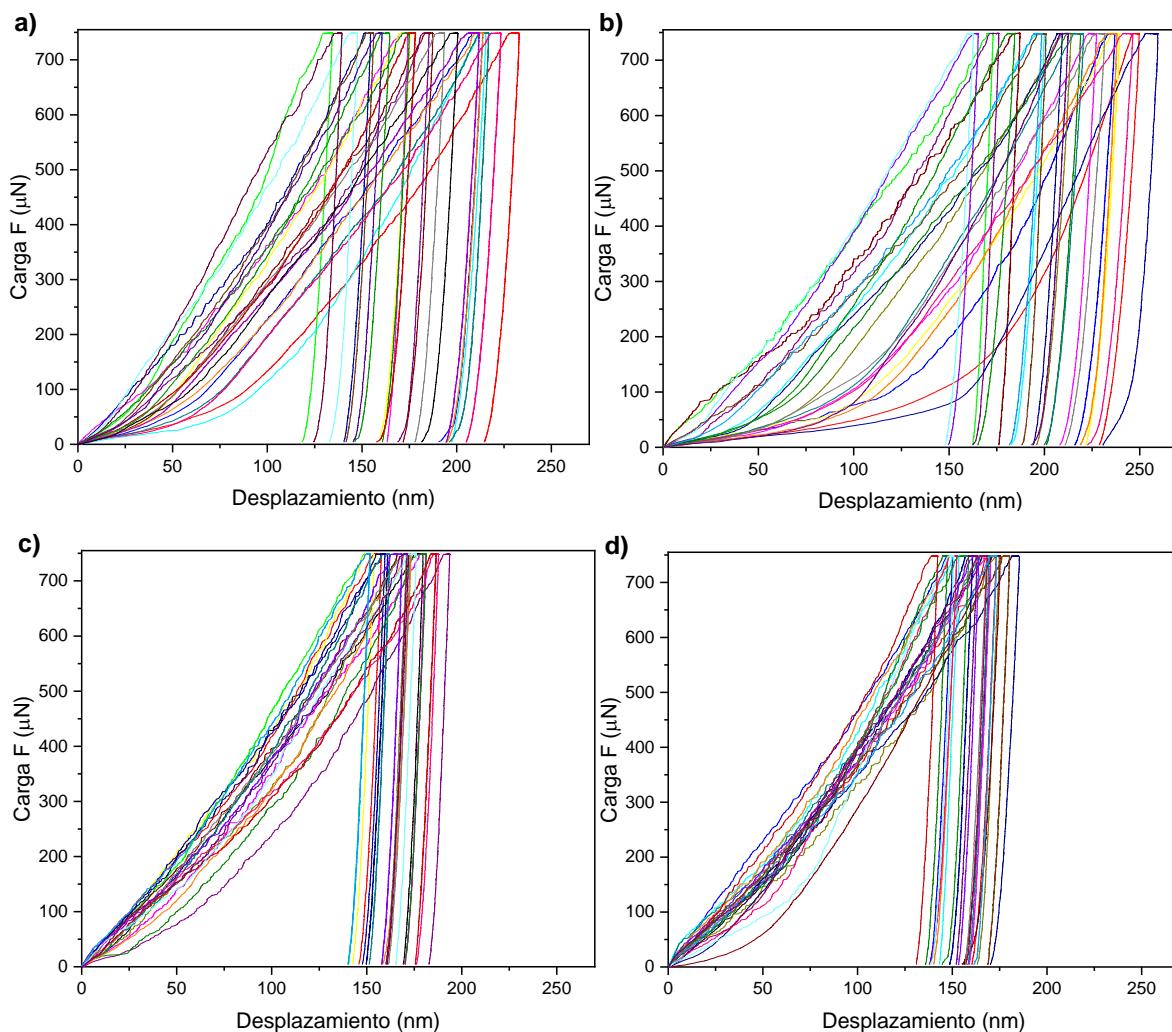


Figura 70. Curvas carga-desplazamiento obtenidas para las aleaciones Al 1350-H19, a) matriz de aluminio, b) fundición, c) fundición + deformación sin TT y d) fundición + deformación con TT.

Un resumen de las propiedades mecánicas de la matriz metálica medidas con nanoindentación se presenta en la Tabla 33. De acuerdo a los datos mostrados, la muestra con menor dureza mostró un valor de 0.41 ± 0.1 GPa y un módulo elástico de 47.03 ± 11.5 GPa, debido a que el proceso de fundición eliminó las dislocaciones acumuladas en el material y permitió el crecimiento de granos grandes. Mientras que la probeta que fue sometida a deformación más tratamiento térmico, presentó mayores propiedades mecánicas puntuales de 0.69 ± 0.2 GPa y un módulo elástico de 76.83 ± 17.1 GPa. Los valores obtenidos para las dos últimas muestras son muy similares entre sí, ya que el tratamiento térmico aplicado no fue por un tiempo muy prolongado.

Tabla 33. Valores de rigidez, módulo elástico y nanodureza obtenidos mediante nanoindentación de las muestras de Al 1350-H19.

Muestra	Rigidez de contacto S (N/nm)	Desv. estándar	Módulo elástico Er (GPa)	Desv. estándar	Dureza H (GPa)	Desv. estándar
Al 1350-H19	76.82	7.26	56.52	16.02	0.53	0.22
Fundición	72.31	8.64	47.03	11.49	0.41	0.14
Fundición + deformación	93.59	7.19	76.75	9.84	0.65	0.15
Fundición + deformación + TT	91.71	10.95	76.83	17.05	0.69	0.25

Con la intención de conocer el efecto de la deformación y el tratamiento térmico, se decidió evaluar el comportamiento mecánico de la matriz metálica utilizando las nanoindentaciones realizadas.

Las áreas analizadas en cada muestra se examinaron utilizando microscopía de escaneo por sonda (SPM por sus siglas en inglés) la cual se pudo realizar in-situ

utilizando dicha técnica en el mismo sistema de nanoindentación. Esto permitió evaluar la correlación entre los resultados de la apariencia visual de la superficie correspondiente (es decir, la morfología) y las geometrías de las huellas residuales con la debida geometría para su posterior análisis, como lo requiere el método de Oliver y Pharr. La Figura 71 muestra los gráficos de contorno del mapeo resultante de las propiedades mecánicas medidas por indentación (PMN) en la nanoscala para las propiedades mecánicas la rigidez (S), el módulo elástico reducido (E_r) y la dureza (H) de los materiales correspondientes a las modificaciones de la matriz metálica. Es evidente que los valores más altos de módulo elástico/dureza/rigidez se encuentran en donde la probeta se sometió a deformación. En el caso de la aleación comercial Al 1350-H19 la variación de las propiedades mecánicas es mayor, concentrándose probablemente en ciertas zonas con mayor dureza y rigidez en donde están presentes mayor cantidad de fases precipitadas y fases intermetálicas. En la probeta sometida a fundición, las propiedades mecánicas se distribuyen un poco respecto a la muestra anterior, pero sigue habiendo aún dispersión debido a la presencia de una mayor variación en el tamaño de grano, además de que mediante fundición la microestructura contiene una mayor cantidad de defectos. En dicha probeta los precipitados y fases intermetálicas se disuelven y vuelven a formarse y crecer, por lo que su dispersión depende en gran medida de la velocidad de enfriamiento que tome la solidificación. En contraste con las muestras sometidas a deformación, se puede observar que la distribución de las propiedades es mayor respecto a las dos probetas anteriores, indicando que la microestructura de la matriz metálica se realineo alcanzando valores de dureza promedio de las zonas color verde, sin la presencia de puntos concentrados de mayor propiedad mecánica. Esta indicación es buena, sin embargo, puede que de manera general el material se encuentre más rígido. Recordando que el nanocompósito que se busca en la investigación es en forma de alambre, el hecho de que se encuentre rígido puede ser perjudicial para someterlo a posteriores deformaciones. Por tal motivo, la última muestra que se sometió a un tratamiento térmico después de la deformación, su comportamiento en las propiedades mecánicas tuvo una buena dispersión, eliminando en gran medida zonas

concentradas de valores de propiedades mecánicas altas (menor cantidad de zonas rojas), lo cual puede ser benéfico para los objetivos del proyecto.

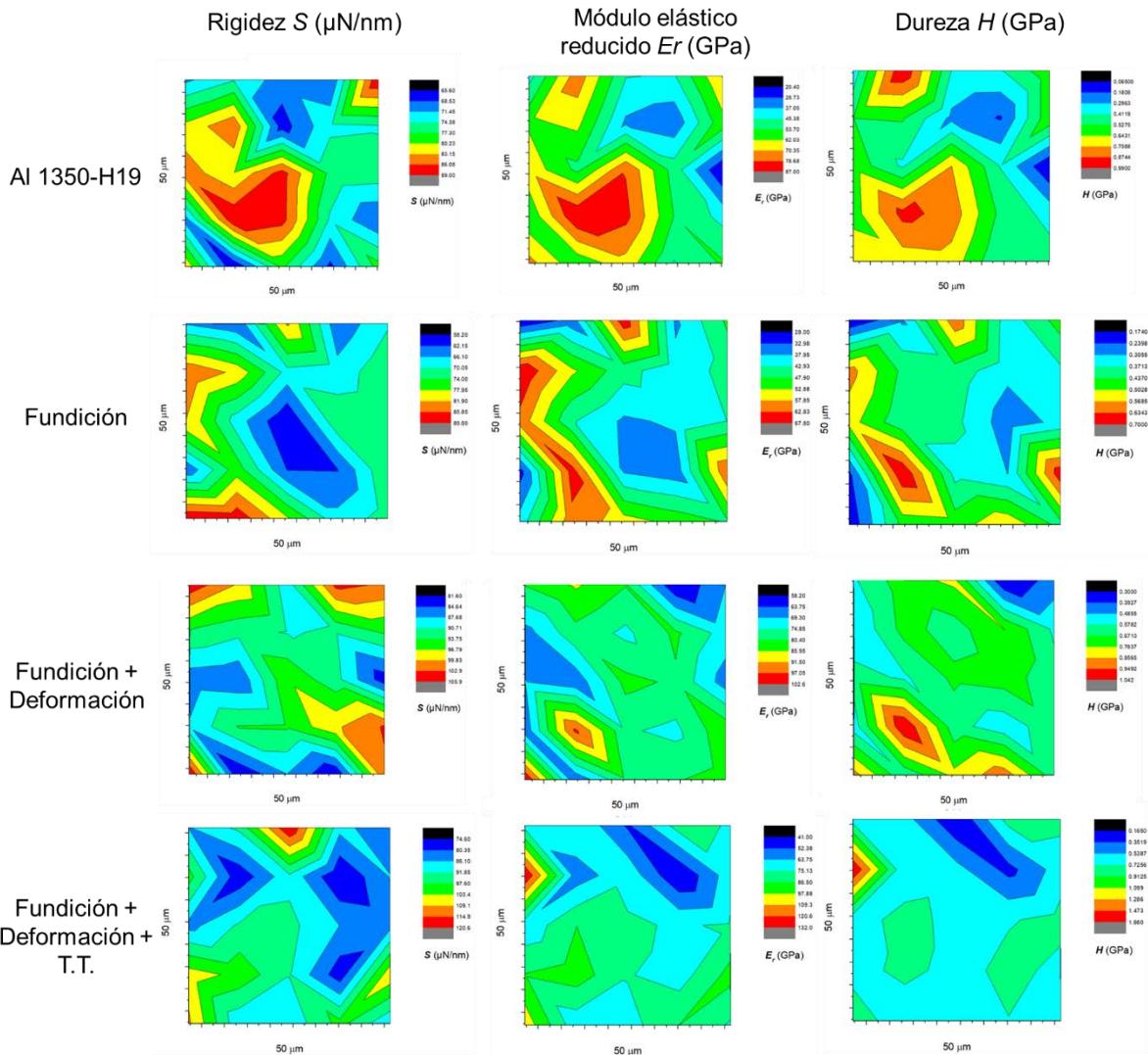


Figura 71. Mapeo de propiedades mecánicas (PMN) de la matriz metálica y sus modificaciones térmicas y de deformación.

4.5 Material compuesto

Como se explicó previamente en el procedimiento experimental y habiendo definido la ruta para sintetizar el material, la siguiente etapa fue la manufactura de los diversos nanocompósitos, los cuales fueron obtenidos a través de los procesos de fundición, fundición más procesos de deformación y después de ser sometidos a un tratamiento térmico. Se desarrollaron 6 nanocompósitos que se diferenciaron por la

forma de adición y la condición superficial de la fase reforzante en la matriz metálica. Los nanocomposites se compararon con una muestra adicional representando la referencia consistente en únicamente Al sin adición de C.

Como se puede apreciar en la Figura 72, cada uno de los nanocomposites en forma de probetas cilíndricas de longitud inicial en promedio de 9 cm × 0.8 cm de diámetro, se sometió a 10 pasos de deformación reducida consecutiva en el proceso, se logró estirar el material hasta obtener alambres de 3 mm de diámetro × ~1 m de longitud. Evidentemente debido a la deformación acumulada de algunos de los nanocomposites, se obtuvieron menores longitudes. De hecho, entre cada paso algunas probetas se fracturaban de la punta debido al esfuerzo aplicado.



Figura 72. Alambres obtenidos después del proceso de trefilado utilizando 10 dados.

En la Figura 73 se presenta la secuencia de deformaciones a las que fue sometido cada nanocompósito, mostrando el incremento en longitud de la probeta después de pasar por cada uno de los dados durante el proceso de trefilado, también se puede observar la disminución gradual de su diámetro y la longitud alcanzada.



Figura 73. Probeta trefilada de manera secuencial utilizando 10 dados.

Las probetas trefiladas tenían un diámetro inicial de 9 mm aproximadamente, después del trefilado el diámetro final fue de 3 mm logrando una reducción del área del ~90%. En la Tabla 34 se presentan los diámetros obtenidos medidos después de cada paso de reducción.

Tabla 34. Comparación de los diámetros obtenidos en cada paso de deformación vs el diámetro del dado utilizado.

Dado utilizado	334	298	265	236	210	187	167	149	133	118
Diámetro real (mm)	8.48	7.54	6.71	5.95	5.30	4.72	4.21	3.75	3.32	3

4.5.1 Cálculos del proceso de trefilado

Los datos que se presentan a continuación se obtuvieron de cálculos realizados con las fórmulas presentadas anteriormente correspondientes al proceso de trefilado, con la finalidad de obtener información adicional sobre el porcentaje de reducción y los esfuerzos aplicados al nos nanocomposites. Los cálculos solamente se realizaron para la muestra Al-NTC_M (L2) ya que son valores representativos.

En la Figura 74 se presenta el porcentaje de reducción del proceso de trefilado. La Figura 74a muestra el porcentaje de reducción para cada paso de deformación. La gráfica presenta una línea de tendencia y el límite de confianza del 95%, de donde se puede ver que la reducción promedio es de 20.7%, siendo el valor máximo de 21.62% presentado en la etapa 9, mientras que el menor valor lo presenta la última etapa siendo de 18.95%. La Figura 74b presenta el porcentaje de reducción acumulado, con las 10 deformaciones acumuladas, el diámetro del alambre se redujo desde 9.53 cm hasta 2.99 cm, obteniendo un porcentaje de reducción total de 90.16%.

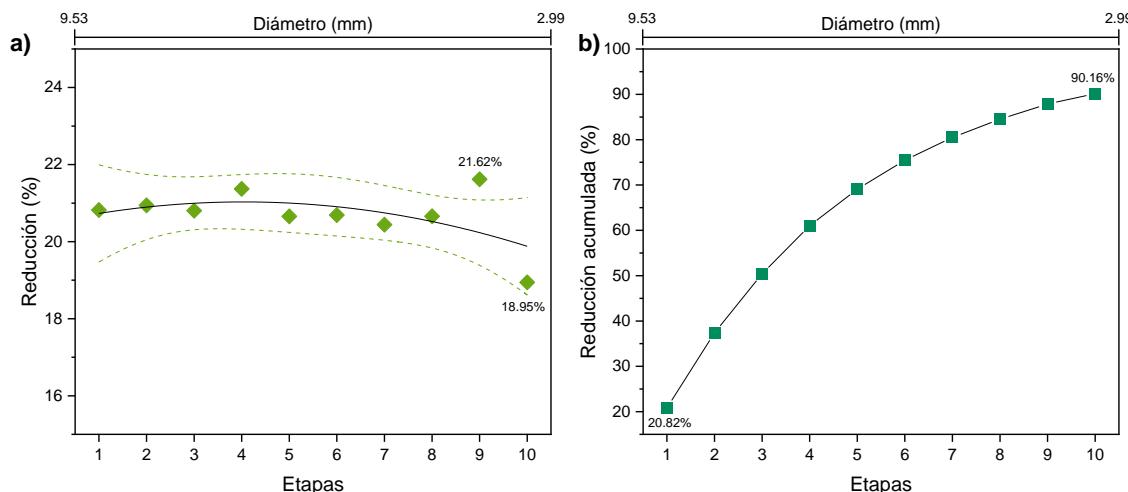


Figura 74. a) Porcentaje total de reducción para cada etapa del proceso de trefilado y b) porcentaje de reducción acumulado.

El esfuerzo de trefilado por cada etapa se presenta en la Figura 75, donde se puede apreciar que en promedio el esfuerzo del nanocompósito Al-C es de 34.34 ± 0.99

MPa, en donde los esfuerzos máximo y mínimo coinciden con la reducción máxima y mínima presentados en la etapa 9 y 10, respectivamente.

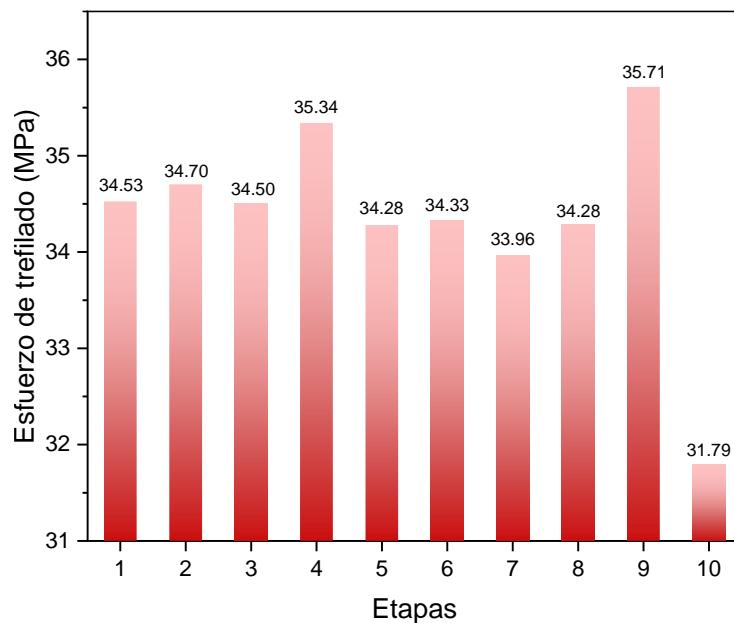


Figura 75. Esfuerzo de trefilado (MPa) empleado en cada paso de deformación.

También se calculó la fuerza de trefilado la cual se presenta en la Figura 76a y la potencia de trefilado la cual es mostrada en la Figura 76b. De los resultados se puede notar que tanto la fuerza y la potencia de trefilado son mayores en la primera etapa del proceso, esto debido a que la reducción del tamaño de diámetro es mayor en esta etapa, por el contrario, en la última etapa la reducción del diámetro es menor por lo que se necesita una fuerza y una potencia menor.

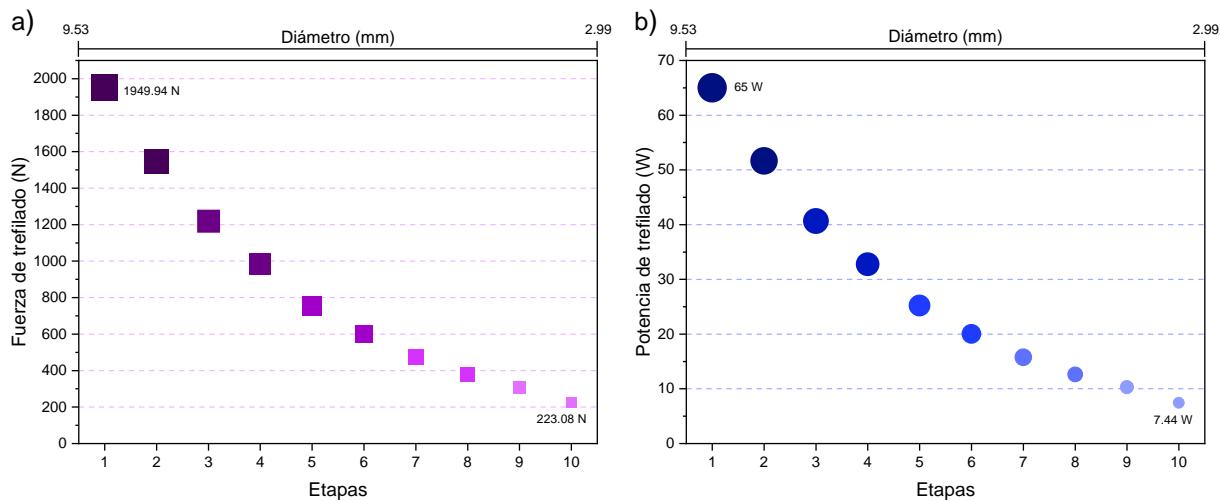


Figura 76. Parámetros del proceso de trefilado, a) fuerza y b) potencia.

4.5.2 Desempeño eléctrico

A continuación, se presentan los resultados de las mediciones de conductividad eléctrica para nanocomuestos con geometría de alambre, utilizando como referencia alambre de Al 1350-H19 sin fase reforzante añadida, y como estándar la aleación de Al 1350-H19 de la cual se tiene el dato de conductividad eléctrica de la especificación con 61% IACS [23].

Las figuras que se muestran a continuación, se diseñaron en base a los valores del % de IACS obtenidos para los nanocomuestos desarrollados, los cuales se encuentran divididos en cuatro grupos. En cada grupo las figuras con inciso a) representan a los alambres que no cuentan con tratamiento térmico, las representadas con el inciso b) indican a los nanocomuestos sometidos a un tratamiento térmico, mientras el último inciso c) presentan a los alambres que fueron sometidos a un doble tratamiento térmico. Además de que las gráficas del lado izquierdo muestran la conductividad promedio obtenida para cada alambre, mientras que las gráficas que se encuentran al lado derecho presentan los valores máximos obtenidos de % en IACS.

La Figura 77 muestra las conductividades promedio y las conductividades máximas alcanzadas para los nanocomuestos que se fabricaron únicamente por un proceso de fundición. Como se aprecia en los resultados de la Figura 77a, la conductividad

de los nanocomuestos desarrollados sin tratamiento térmico está por debajo de la conductividad de la muestra de Al sin reforzante, excepto la muestra Al-NTC_M (A1) que presentó un valor promedio de 54.7% IACS y un valor máximo de 55.2% IACS.

De manera general, se puede apreciar el efecto positivo que se logró en la propiedad eléctrica al tratar químicamente la superficie de los NTC, respecto a los que no fueron tratados. El uso de NTC sin tratar evidentemente no colabora en el incremento de la propiedad eléctrica, debido al alto grado de aglomeración, comportándose como partícula y representando sitios de alta resistencia eléctrica para el flujo de electrones. Por otro lado, el efecto del tratamiento térmico en este grupo de muestras, se presenta en la Figura 77b, donde se puede ver que la afectación térmica provocó un cambio positivo en la conductividad eléctrica de los alambres, logrando obtener conductividades ligeramente superiores en los nanocomuestos desarrollados con incorporación de la fase reforzante tratada superficialmente (NTC_M), siendo la muestra con mayor propiedad eléctrica la identificada como Al-NTC_M (A1), logrando una conductividad de 63.6% IACS en promedio y un valor máximo de 64% IACS. Debido a que se observó que el tratamiento térmico beneficia el reacomodo de la microestructura, además de homogeneizar algunos defectos estructurales, se decidió también evaluar a un grupo de muestras que se sometió a un segundo tratamiento térmico consistente en someter a los nanocomposites a 345 °C durante 1 h en atmósfera controlada de nitrógeno. Los resultados de esta serie experimental se presentan en la Figura 77c, en la cual se puede observar que los alambres mostraron un valor levemente más alto de conductividad eléctrica. La muestra Al-NTC_M (L2) es la que presentó mayor conductividad eléctrica después del segundo tratamiento, alcanzando valores promedio de 65.3% IACS y un valor máximo de 65.8% IACS. Aunque el aumento en la propiedad fue mínimo, solamente los nanocomuestos que contienen la fase reforzante tratada superficialmente superaran los 61% IACS de la especificación.

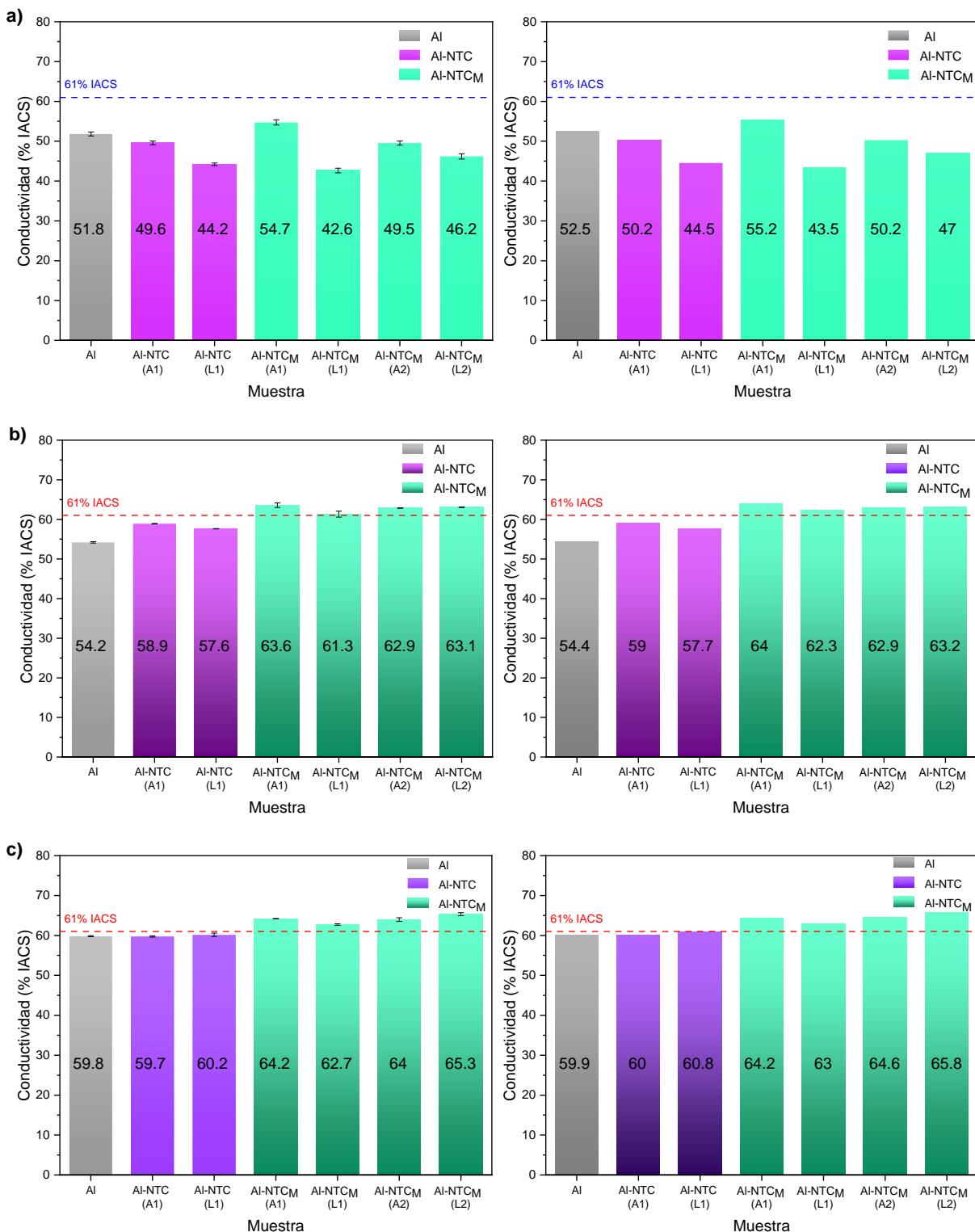


Figura 77. Conductividad eléctrica promedio (lado izquierdo) y conductividad máxima (lado derecho) de los alambres obtenidos mediante una fundición, a) sin TT, b) con TT y c) con doble TT.

Analizando los resultados de propiedades eléctricas previos, se decidió indagar el efecto que tienen los nanocompósitos en forma cilíndrica cuando se someten nuevamente a fundición y posteriormente se trefilan. La intención de hacer dicha experimentación fue evaluar si la fase reforzante que fue modificada superficialmente que ya se encuentra formando parte de la microestructura de los nanocompósitos, puede sufrir una re-dispersión y afectar las propiedades eléctricas y probablemente también las mecánicas. En este set experimental, se descartaron las muestras con adición de NTC sin tratar. En la Figura 78 se presentan los resultados de este grupo de muestras, indicando la conductividad eléctrica de los nanocompuestos obtenidos. En las muestras sin tratamiento (Figura 78a), solo la muestra Al-NTC_M (L1) es la que obtuvo una conductividad eléctrica superior a la referencia. En las muestras tratadas (Figura 78b) todos los nanocompósitos superaron la conductividad eléctrica de la muestra referencia, la máxima conductividad alcanzada corresponde a la muestra Al-NTC_M (L2), con 68.4% IACS, lo cual corresponde a un aumento del 25.7% de la conductividad eléctrica respecto a la muestra referencia y 12.1% mayor respecto a la conductividad eléctrica indicada en la especificación de la aleación Al 1350-H19. En este grupo de muestras un segundo tratamiento térmico hace que la conductividad disminuya ligeramente para los nanocompuestos. Como se aprecia en la Figura 78c, la máxima conductividad eléctrica alcanzada fue de 67.6% IACS, mientras que la conductividad eléctrica promedio de esta misma muestra es de 67% IACS, lo cual de manera general representa también un buen resultado en la propiedad. Sobre todo, porque es interesante notar en este set experimental que el doble tratamiento térmico levantó la propiedad eléctrica del material incluso de la muestra de referencia, como se aprecia en la Figura 78c, superando ligeramente todas las muestras compuestas a la especificación de la aleación original.

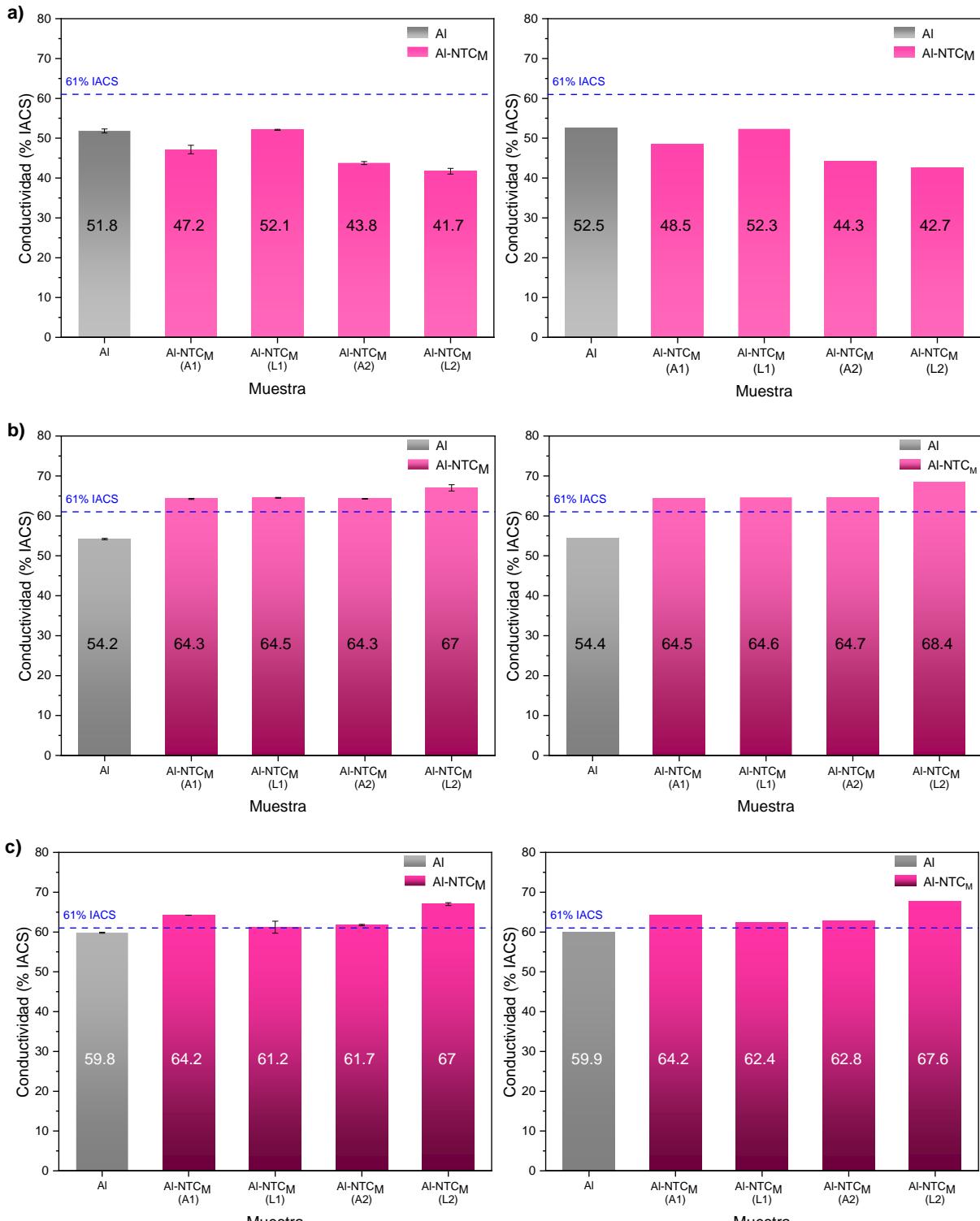


Figura 78. Conductividad eléctrica promedio (lado izquierdo) y conductividad máxima (lado derecho) de los alambres obtenidos mediante doble fundición, a) sin TT, b) con TT y c) con doble TT.

También se decidió evaluar de forma adicional un grupo selecto de muestras que fueron sometidas a un proceso de deformación acumulada y tratamiento térmico, con la intención de indagar por separado, si la manipulación en la forma de los granos con deformación más temperatura, podría afectar los patrones de conducción eléctrica. En la Figura 79 se muestran los resultados obtenidos comparando la conductividad eléctrica alcanzada, donde se aprecia que cuando las muestras se someten a procesos de deformación acumulada (Figura 79a), tiene un impacto mínimo en la conductividad alcanzada. Todas las muestras de este set experimental, se encuentran por debajo de la especificación. Ahora, cuando éstas mismas muestras son posteriormente llevadas a un tratamiento térmico (Figura 79b) se tiene un efecto positivo mayor respecto a la conductividad eléctrica, confirmando que es mejor la aplicación de temperatura para manipulación de mejores patrones de conducción eléctrica. El valor máximo de conductividad eléctrica alcanzado en este set de muestras fue de 66.4% IACS correspondiente a la muestra Al-NTC_M (A1), superando en 22.05% la conductividad eléctrica de la muestra referencia (66.4% respecto a 54.4%).

Esta observación del aumento en la conductividad con el efecto térmico se relaciona a una dispersión uniforme de todas las fases del material, incluyendo una interacción mínima entre las fases constituyentes de la matriz y una buena dispersión de la fase reforzante, además de minimizar algunos defectos estructurales en el nanocompósito.

En el mismo contexto, la Figura 79c presenta el efecto de un segundo tratamiento consecutivo al que fueron sometidos los nanocomposites, donde se puede ver que la conductividad disminuye, aunque esta disminución es despreciable, los resultados son ligeramente mayores de la propiedad eléctrica respecto a la especificación, aunque dichos resultados son menores respecto a los anteriores alcanzados.

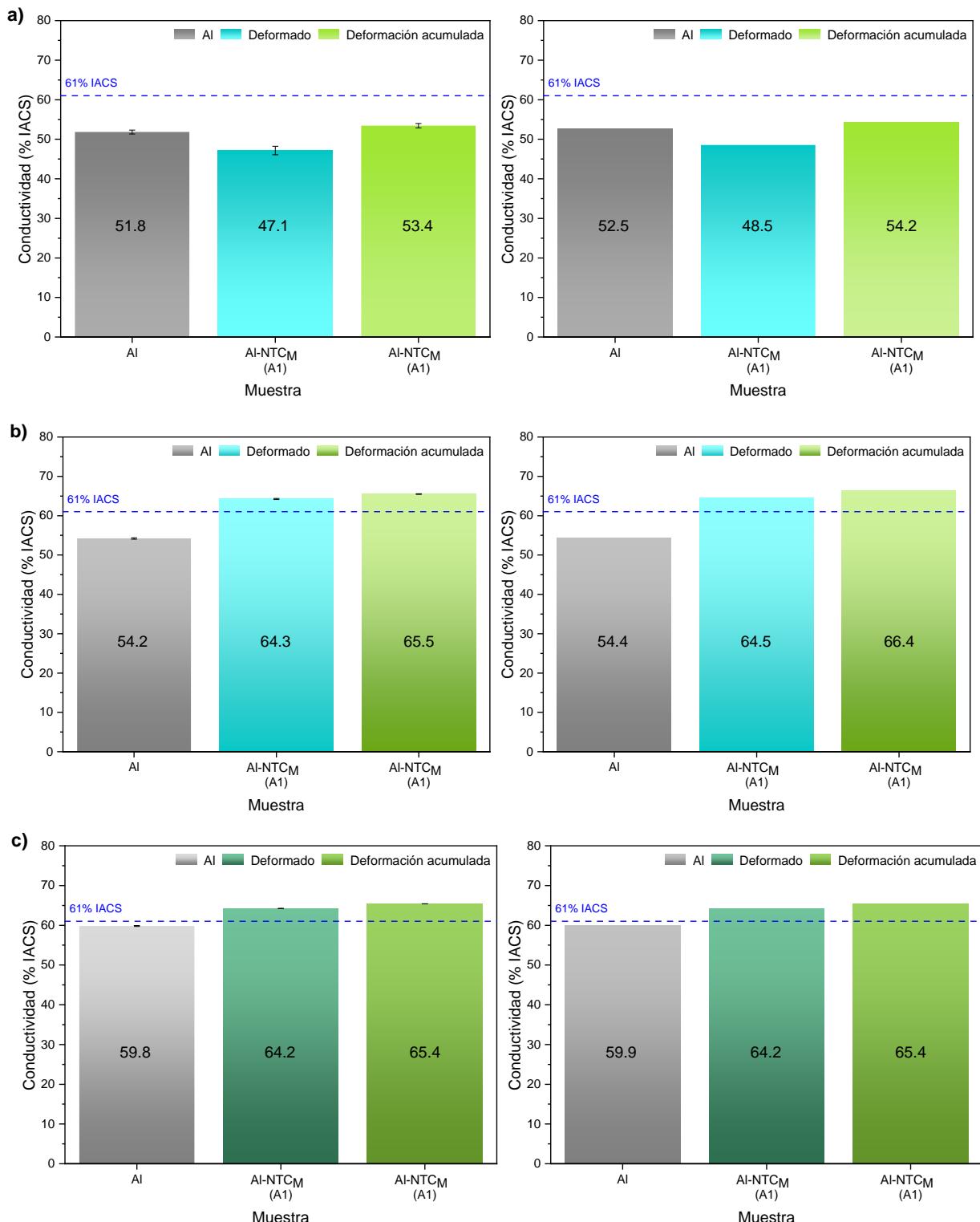


Figura 79. Comparación de la conductividad eléctrica promedio (lado izquierdo) y conductividad máxima (lado derecho) de los alambres nanocomuestos Al-NTCM (A1)

obtenidos mediante doble fundición con deformación simple y deformación acumulada, a) sin TT, b) con TT y c) con doble TT.

Finalmente, la Figura 80 muestra resultados de la propiedad eléctrica, de un último grupo de muestras que fueron consecutivamente fundidas en tres ocasiones. El objetivo de esta evaluación fue demostrar la estabilidad química que puede tener la fase reforzante de NTC_M añadidos en los nanocompósitos con la afectación térmica. Como se puede apreciar en los histogramas de la Figura 80a, se presenta la conductividad eléctrica de nanocompósitos que se sometieron de 1 a 3 fundiciones, donde se puede observar que la afectación térmica repercute en un ligero incremento de la conductividad eléctrica alcanzando un valor máximo de 53.8% IACS en la muestra Al-NTC_M (L1). Cuando éstas mismas muestras se someten a un tratamiento térmico en las mismas condiciones que los tratamientos térmicos previos, la conductividad eléctrica se incrementa en un rango considerable, como se aprecia en la Figura 80b, en este caso la máxima conductividad eléctrica alcanzada fue de 64% IACS. Finalmente, cuando las muestras se someten a un segundo tratamiento térmico (Figura 80c), el efecto en la propiedad eléctrica es mínimo, aunque presentando el mismo efecto discutido previamente, en el cual en este set de muestras la temperatura si hace que se incremente la propiedad eléctrica de la muestra de referencia. La máxima conductividad eléctrica alcanzada en este set fue de 65.4% IACS.

En conclusión, de estos resultados se puntualiza que la afectación térmica que otorgan los tratamientos térmicos representó una buena estrategia para el incremento de la propiedad eléctrica. Un solo tratamiento térmico es bueno para lograr el máximo incremento en la propiedad de los nanocompósitos desarrollados.

Las muestras sin tratamiento cuentan con una conductividad menor debido a que provienen de un proceso de deformación severa (trefilado), lo que les genera gran cantidad de dislocaciones que impiden el movimiento libre de los electrones, mientras que el tratamiento térmico de recocido ayuda a aliviar esas tensiones residuales eliminando esos defectos, haciendo que la conductividad aumente, al disminuir el número de barreras que impiden el paso de electrones.

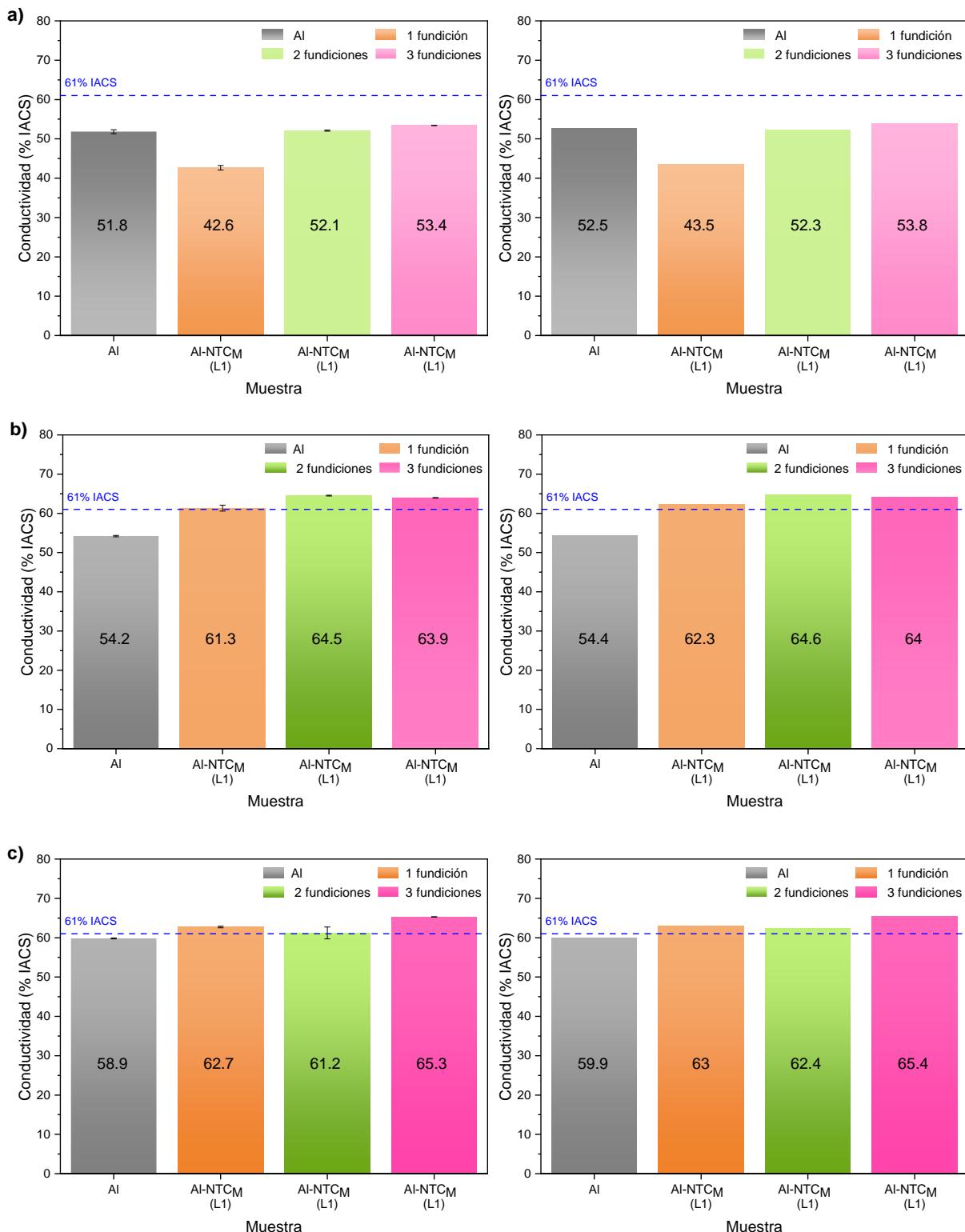
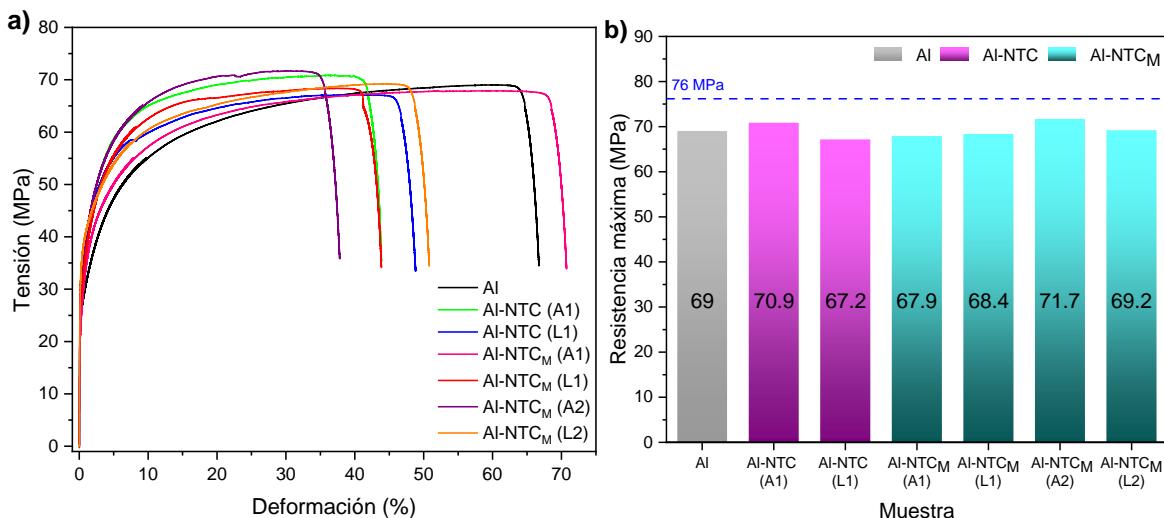


Figura 80. Comparación de la conductividad eléctrica promedio (lado izquierdo) y conductividad máxima (lado derecho) de los alambres nanocomuestos Al-NTCM (L1) obtenidos mediante una, dos y tres fundiciones, a) sin TT, b) con TT y c) con doble TT.

4.5.3 Desempeño mecánico

A continuación, se presentan los resultados de los ensayos de tensión realizados a los nanocomposites desarrollados con geometría de alambres sometidos a un tratamiento térmico, los resultados se comparan con los valores obtenidos de la muestra estándar Al 1350-H19 (línea punteada) que pasó por el mismo proceso de trefilado que las demás muestras.

La Figura 81 muestra los resultados obtenidos de las propiedades mecánicas a través de los ensayos mecánicos en tensión uniaxial realizados a los nanocomuestos que cuentan con una sola fundición. La muestra Al-NTC_M (A1) es la que cuenta con una mayor deformación de 69.8% (Figura 81d) y por lo tanto un menor módulo elástico de 24 MPa (Figura 81c), la muestra con mayor resistencia es la Al-NTC_M (A2) con 71.7 MPa, aunque los valores están muy cercanos entre sí, se encuentran en un rango de 67.2 a 71.7 MPa (Figura 81b). En estas gráficas se puede ver que entre mayor es la fase reforzante se incrementa la UTS y el límite elástico y disminuye el % de deformación.



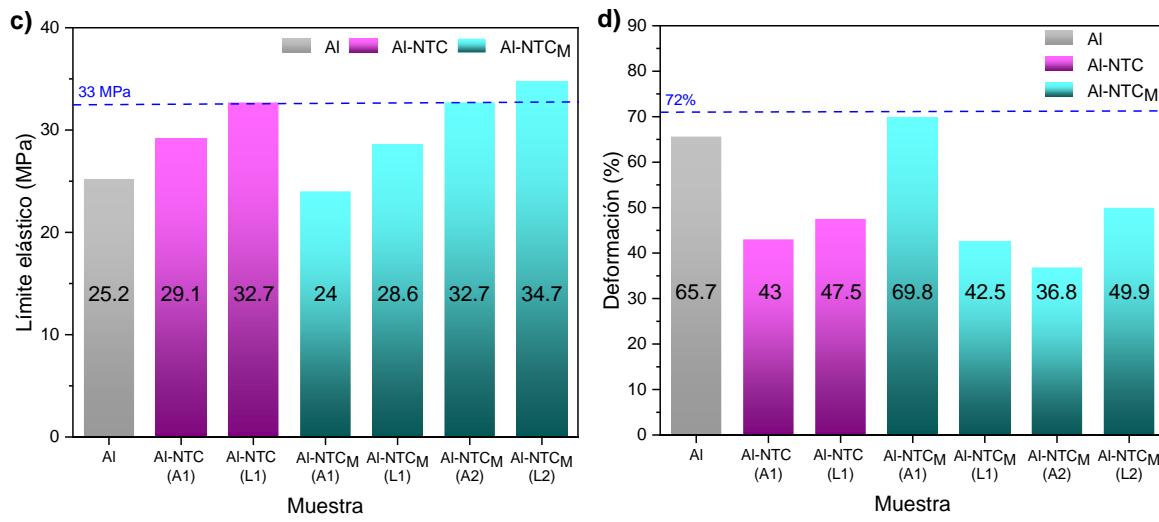


Figura 81. Resultados de los ensayos de tensión realizados a los alambres obtenidos mediante una fundición, a) curvas esfuerzo-deformación, b) UTS, c) límite elástico y d) porcentaje de deformación.

Para las muestras obtenidas mediante doble fundición, las propiedades mecánicas evaluadas se presentan en la Figura 82, mostrando valores de UTS muy similares entre sí (Figura 82b), en donde nuevamente la muestra de AI-NTCM (A2) es la que cuenta con mayor resistencia, en cambio los valores de límite elástico (Figura 82c) y los porcentajes de deformación (Figura 82d) si difieren entre muestras, siendo la muestra de AI-NTCM (L2) la que presenta mayor deformación de los nanocompuestos con un valor de 65.1%. En términos generales, la afectación térmica a la que se sometieron los nanocompósitos mantuvo la UTS pero incrementó el % de deformación.

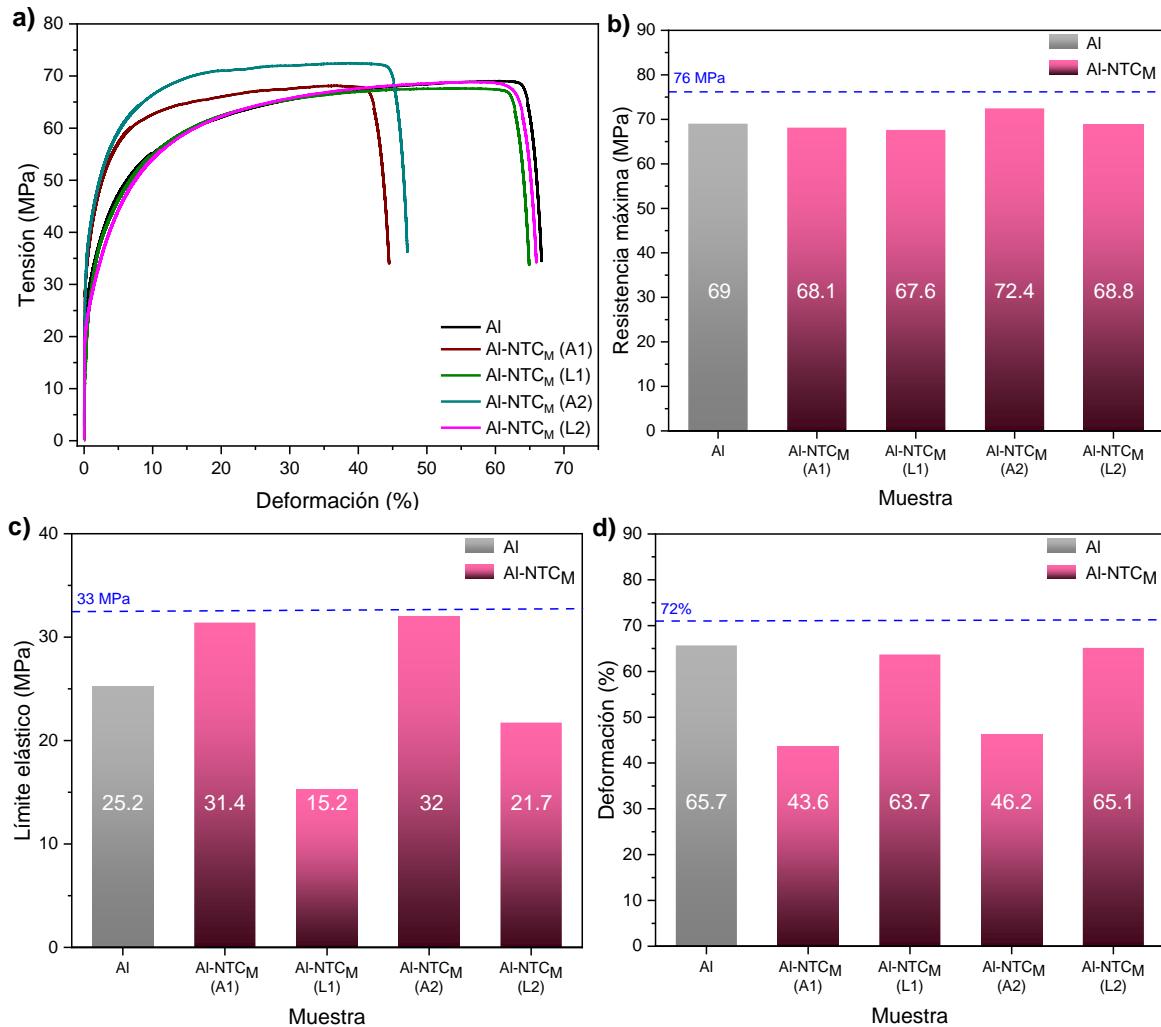


Figura 82. Resultados de los ensayos de tensión realizados a los alambres obtenidos mediante doble fundición, a) curvas esfuerzo-deformación, b) UTS, c) límite elástico y d) porcentaje de deformación.

En la Figura 83 se muestra una comparación de los resultados de la prueba de tensión realizados a la muestra de AI-NTCM (A1) con deformación simple y deformación acumulada y que fue obtenida mediante doble fundición. Como era de esperarse la muestra con deformación acumulada es la que cuenta con un mayor valor de UTS (Figura 83b), la muestra con deformación simple presenta el mayor módulo elástico (Figura 83c) y en cuanto al porcentaje de deformación para ambos nanocomuestos éste es cercano al 40%, mientras que el alambre sin reforzar es el que presenta mayor porcentaje (Figura 83d).

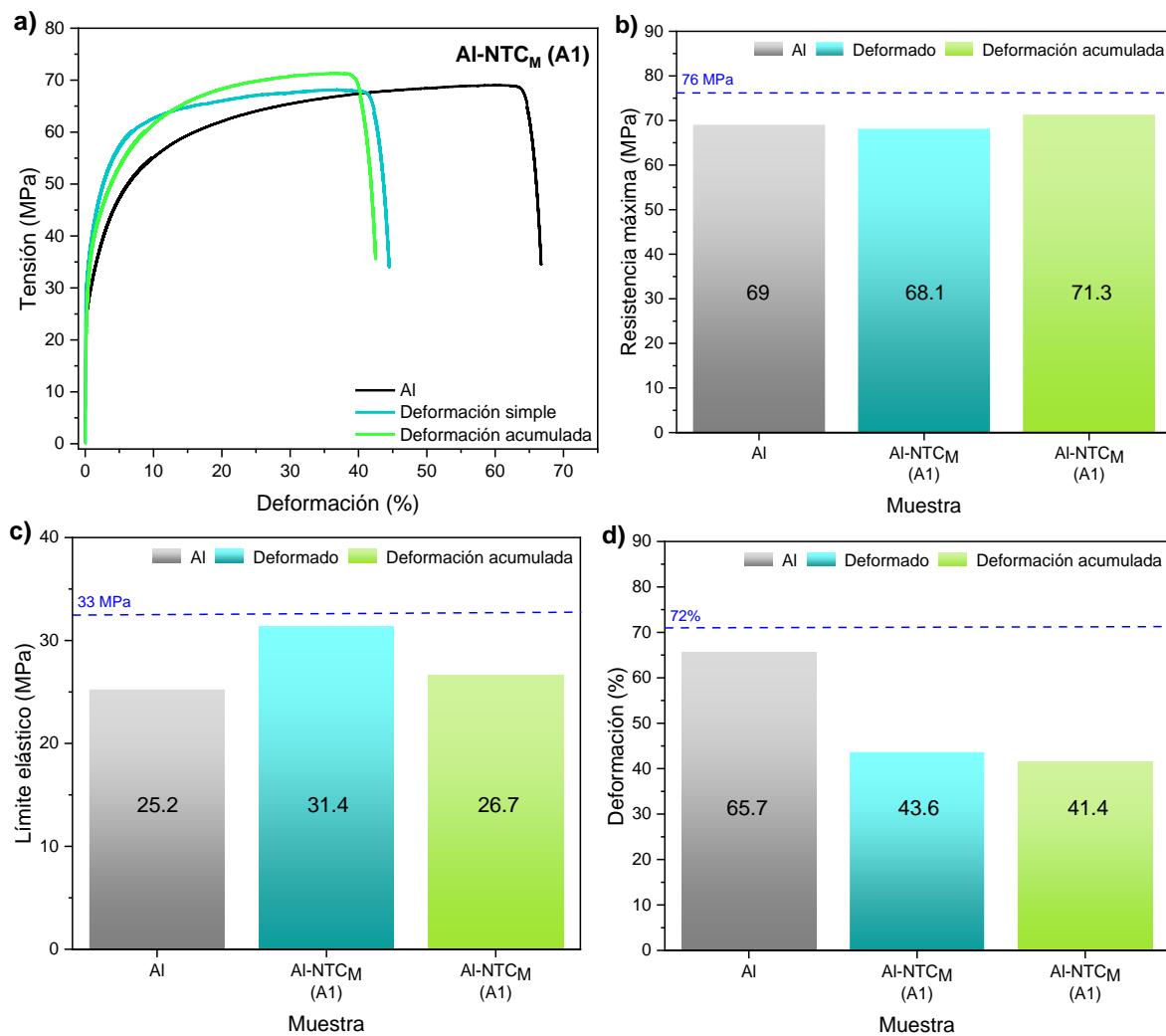


Figura 83. Comparación de los ensayos de tensión realizados a los alambres nanocomuestos AI-NTCM (A1) obtenidos mediante doble fundición con deformación simple y deformación acumulada, a) curvas esfuerzo-deformación, b) UTS, c) límite elástico y d) porcentaje de deformación.

La Figura 84 muestra una comparación de los efectos de la fundición en las propiedades del nanocomuesto de AI-NTCM (L1) ya que se le realizaron de una a tres fundiciones. Los valores de UTS son muy cercanos entre sí, de aproximadamente 68% (Figura 84b), la muestra con una fundición es la que fracturó antes (Figura 84a), por lo que cuenta con una mayor rigidez (Figura 84c) y a su vez una menor deformación (Figura 84d). La muestra con doble fundición presenta buenos resultados de deformación, muy similares a la muestra referencia, lo que beneficia para su uso en cables eléctricos, además de que su UTS es aceptable.

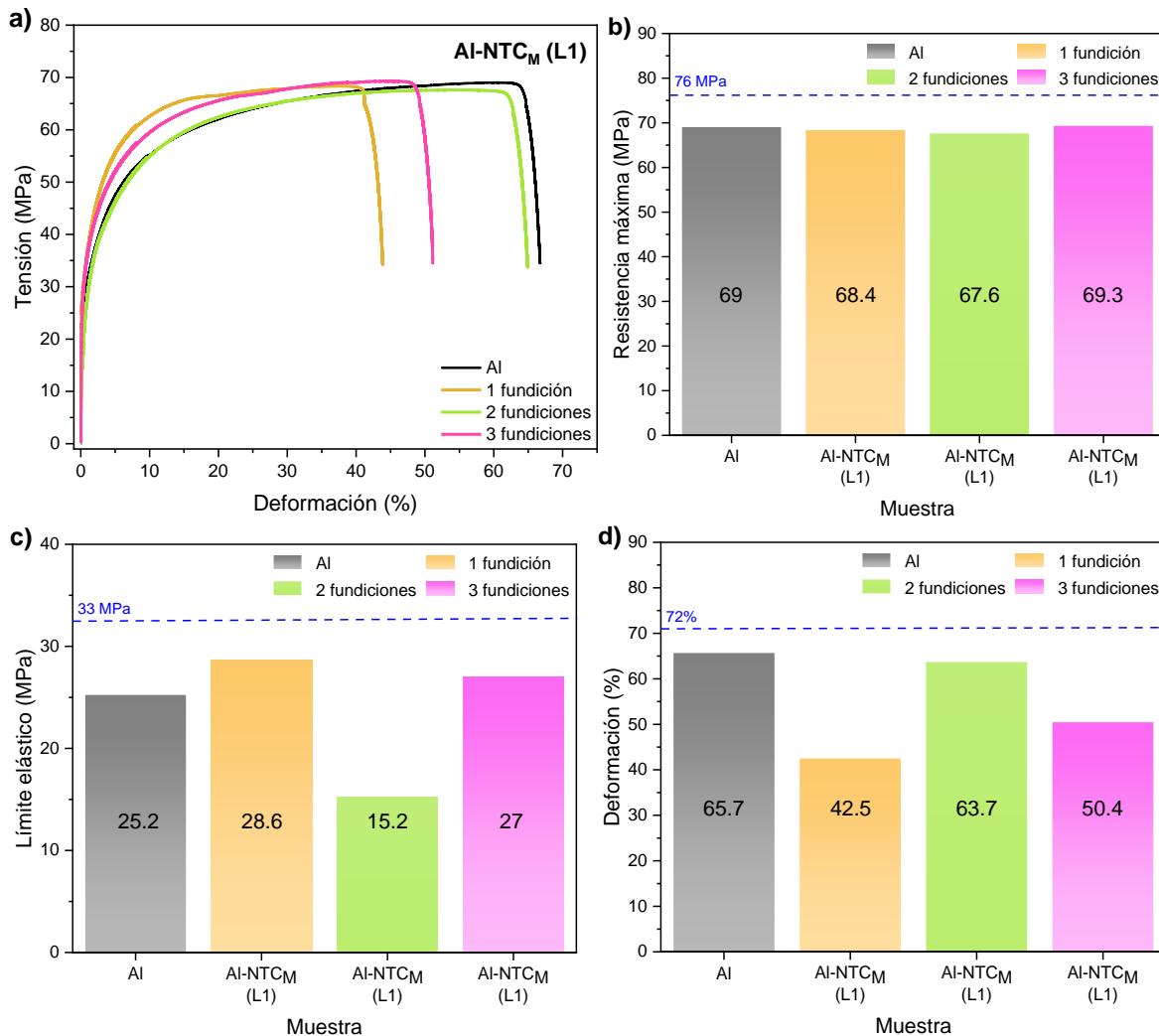


Figura 84. Comparación de los ensayos de tensión realizados a los alambres nanocomuestos Al-NTCM (L1) obtenidos mediante una, dos y tres fundiciones, a) curvas esfuerzo-deformación, b) UTS, c) límite elástico y d) porcentaje de deformación.

Por otro lado, el ensayo de microdureza se llevó a cabo en los alambres sin tratar y tratados una vez, con la finalidad de observar los cambios en dureza generados por la temperatura, estos resultados se muestran a continuación.

Para los alambres que se fabricaron mediante una fundición y trefilado, los resultados se presentan en la Figura 85, donde se observa, que los valores de microdureza en las muestras sin tratar (Figura 85a) rondan los 44 HV, siendo la muestra AI-NTC (A1) la más dura (46.9 HV), aunque al momento de tratarlas

térmicamente, esta muestra disminuyó su dureza obteniendo ahora el menor valor, aún por debajo de la referencia (Figura 85b), con el tratamiento la dureza disminuyó 9 puntos aproximadamente.

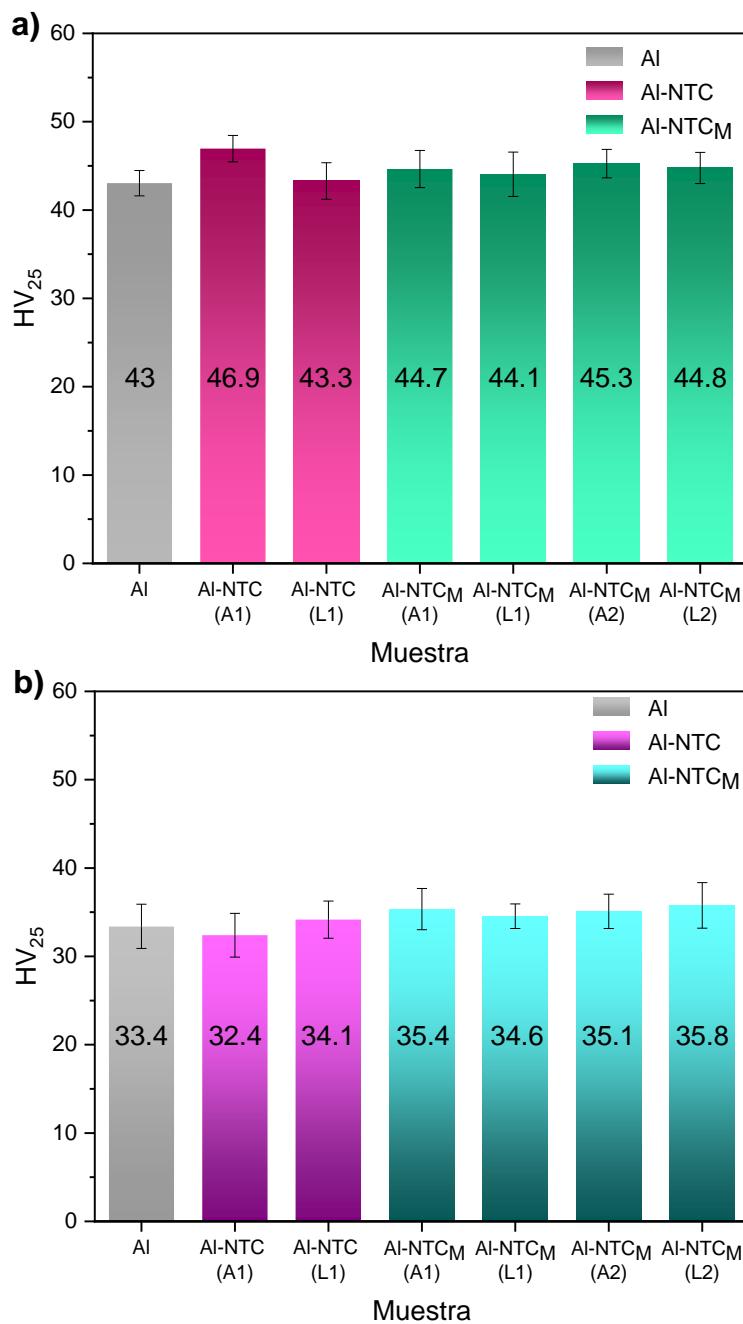


Figura 85. Valores de microdureza de los alambres obtenidos mediante una fundición, a) sin TT y b) con TT.

Las muestras con doble fundición (Figura 86) de igual forma presentan durezas alrededor de los 44 HV, excepto por la muestra Al-NTC_M (L1) que es la que cuenta con un valor menor de 40.3, esto cuando no están tratadas (Figura 86a), el tratamiento al eliminar dislocaciones disminuye la dureza (Figura 86b), aunque la dureza de los nanocomuestos es mayor a la muestra de Al.

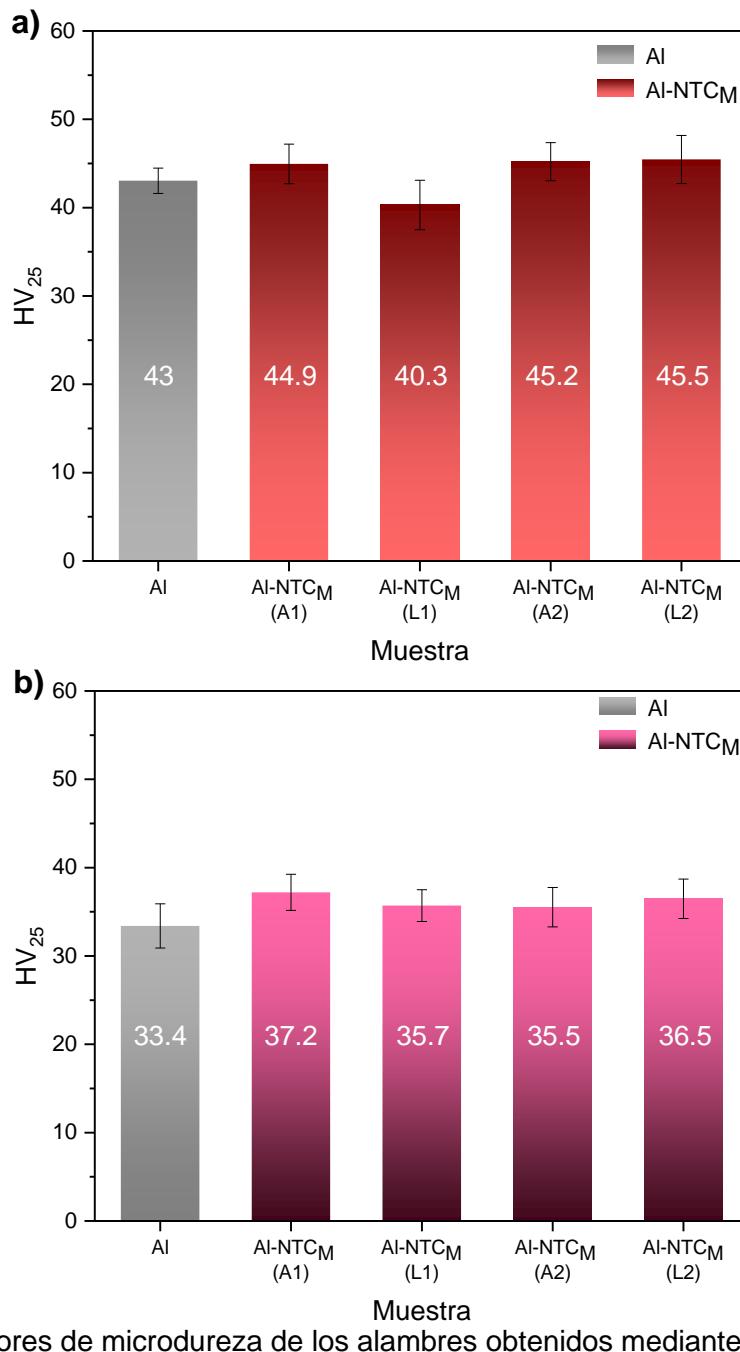


Figura 86. Valores de microdureza de los alambres obtenidos mediante doble fundición,
a) sin TT y b) con TT.

La deformación extra que se le aplicó a la muestra Al-NTC_M (A1) ayudó a que se tuviera una mayor dureza (Figura 87a) aunque la diferencia es casi despreciable, mientras que la temperatura hizo que la dureza de esta muestra fuera menor a la de la muestra con deformación simple (Figura 87b).

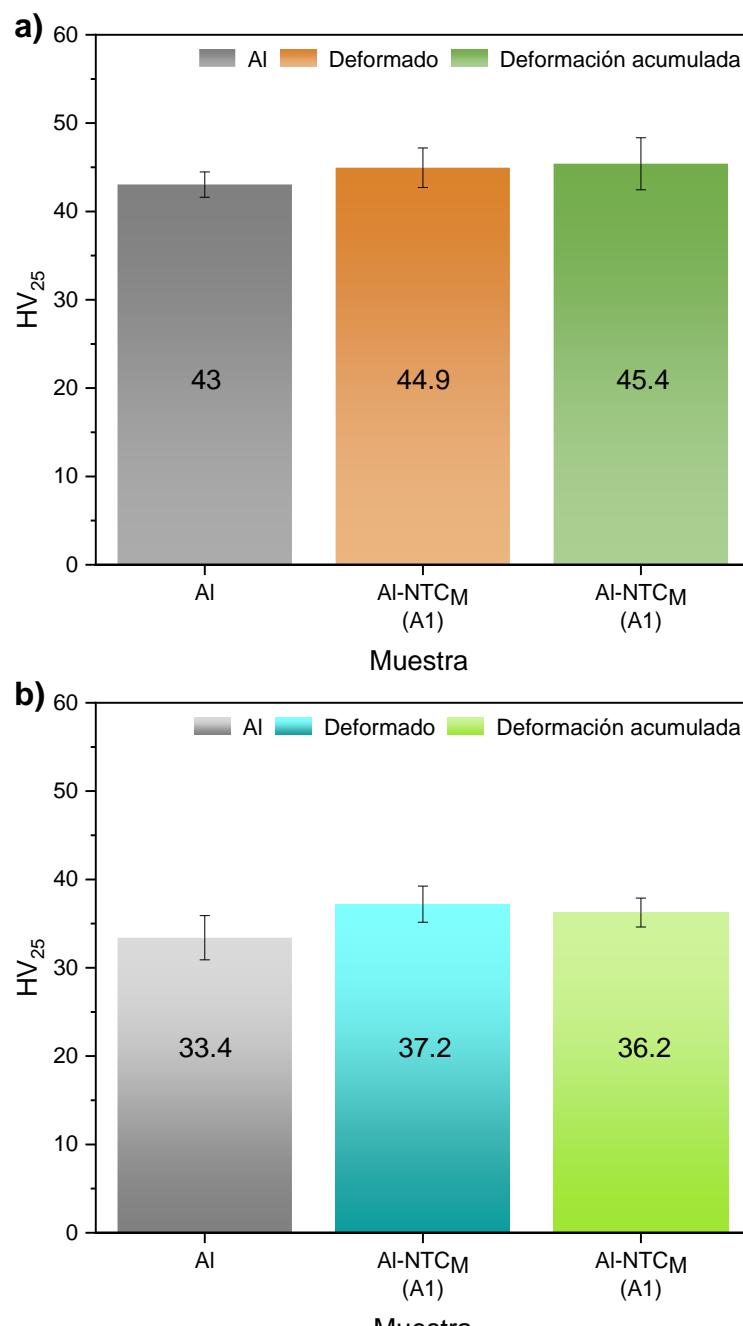


Figura 87. Comparación de la microdureza de los alambres nanocompuestos Al-NTC_M (A1) obtenidos mediante doble fundición con deformación simple y deformación acumulada, a) sin TT y b) con TT.

Los efectos de la temperatura en la muestra Al-NTCM (L1) fueron la disminución de la dureza conforme aumentó el número de fundiciones (Figura 88a), el tratamiento térmico también contribuyó a esta disminución (Figura 88b), sin embargo, para la muestra con dos fundiciones, la reducción solo fue de 5 puntos, por lo que después del tratamiento es la que cuenta con mayor dureza, aun así los compuestos con NTCM cuentan con una microdureza mayor a la del alambre de Al.

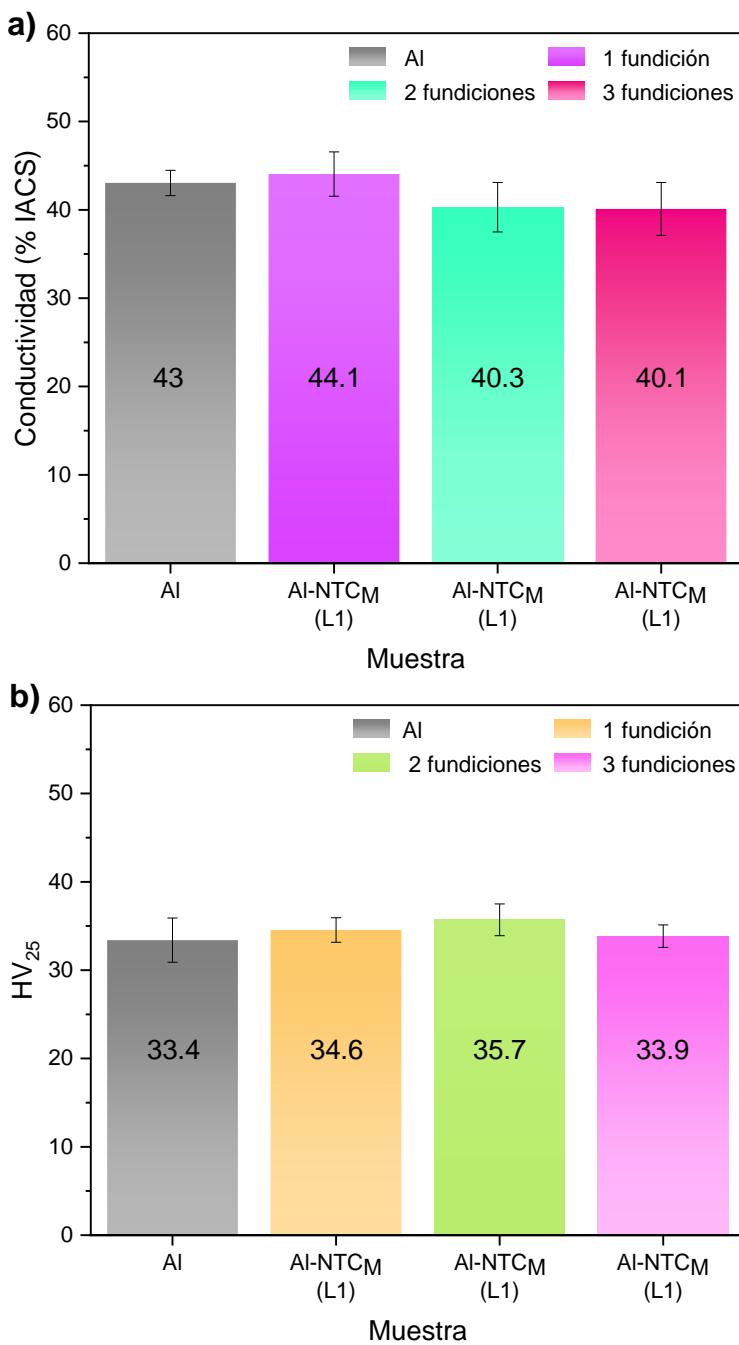


Figura 88. Comparación de la microdureza de los alambres nanocomuestos Al-NTC_M (L1) obtenidos mediante una, dos y tres fundiciones, a) sin TT y b) con TT.

La Figura 89 muestra la comparación del efecto térmico en el desempeño mecánico (microdureza) de las muestras representativas de cada grupo. Como se mencionó anteriormente el tratamiento térmico disminuye la dureza de las muestras debido a que elimina tensiones residuales, es por esto que en todos los grupos las muestras con doble tratamiento (barras en color rosa) fueron las que obtuvieron una dureza menor, mientras que las muestras sin tratar (barras en color azul) obtuvieron el mayor valor de dureza.

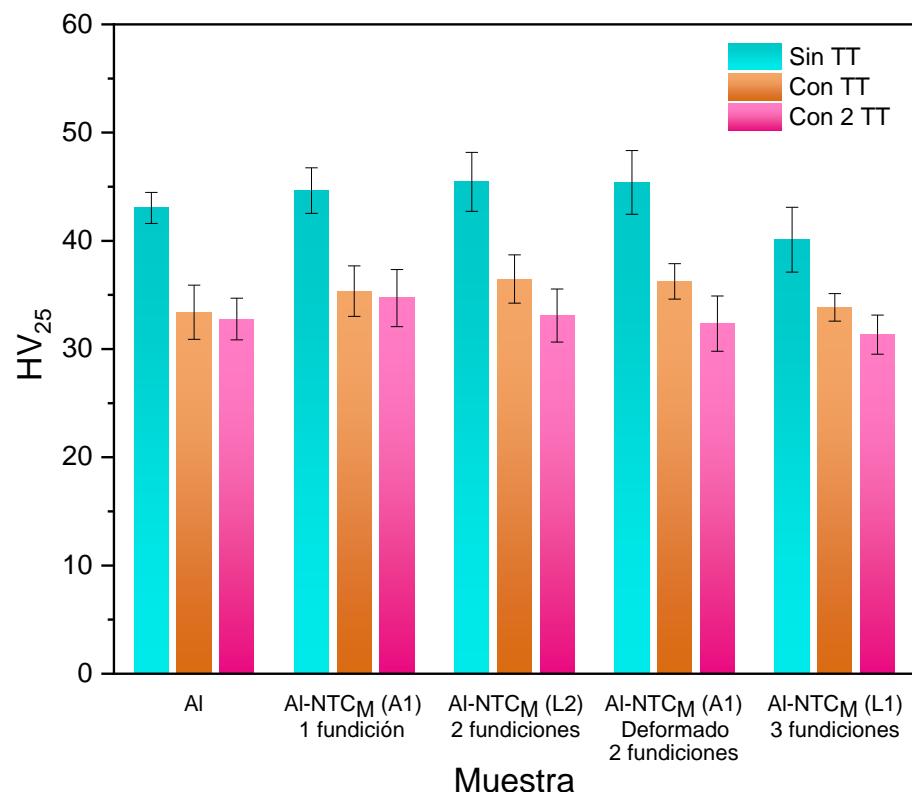


Figura 89. Comparación del efecto térmico sobre la microdureza de las muestras representativas de cada grupo.

A manera de resumen, la Tabla 35 presenta las propiedades mecánicas medidas en tensión uniaxial y microdureza, así como las propiedades eléctricas de los mejores nanocomuestos sintetizados con un tratamiento térmico

Tabla 35. Resumen de propiedades mecánicas y eléctricas de las muestras tratadas una vez mostrando los valores de resistencia máxima, límite elástico, deformación a la rotura, microdureza y conductividad de los alambres nanocomuestos sintetizados en comparación con la muestra de referencia la cual corresponde a la aleación Al 1350 sin adición de nanotubos.

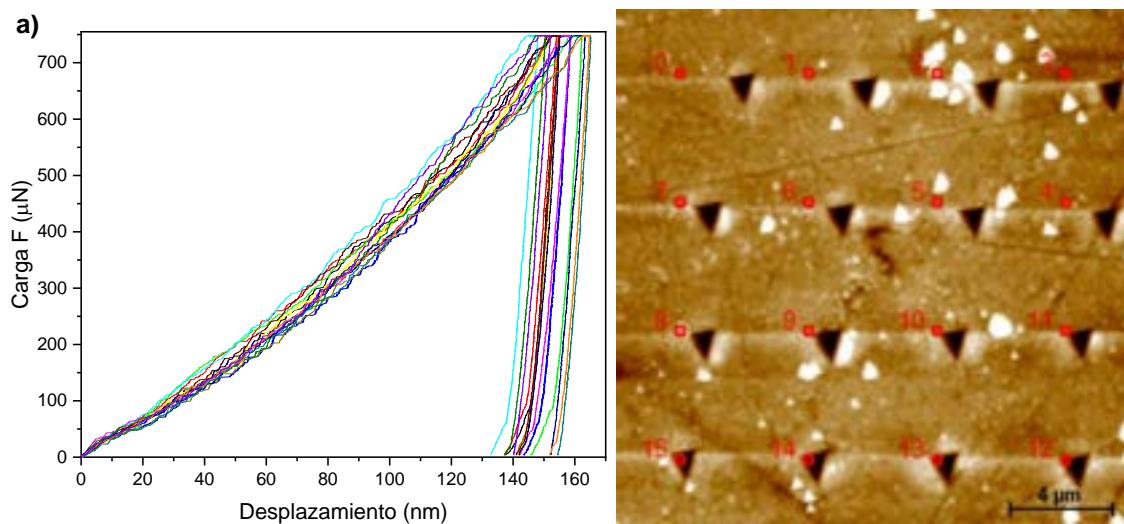
Muestra	Resistencia Máxima UTS (MPa)	Límite elástico (MPa)	Deformación a la rotura (%)	Microdureza (HV)	Conductividad (% IACS)
Referencia	69.0	25.2	65.7	33.4	54.4
Al-NTC (A1) 1 fundición	70.9	29.1	43.0	32.4	59.0
Al-NTC_M (A1) 1 fundición	67.9	24.0	69.8	35.4	64.0
Al-NTC_M (L2) 2 fundiciones	68.8	21.7	65.1	36.5	68.4
Al-NTC_M (A1) Deformado 2 fundiciones	71.3	26.7	41.4	36.2	66.4
Al-NTC_M (L1) 3 fundiciones	69.3	27.0	50.4	33.9	64

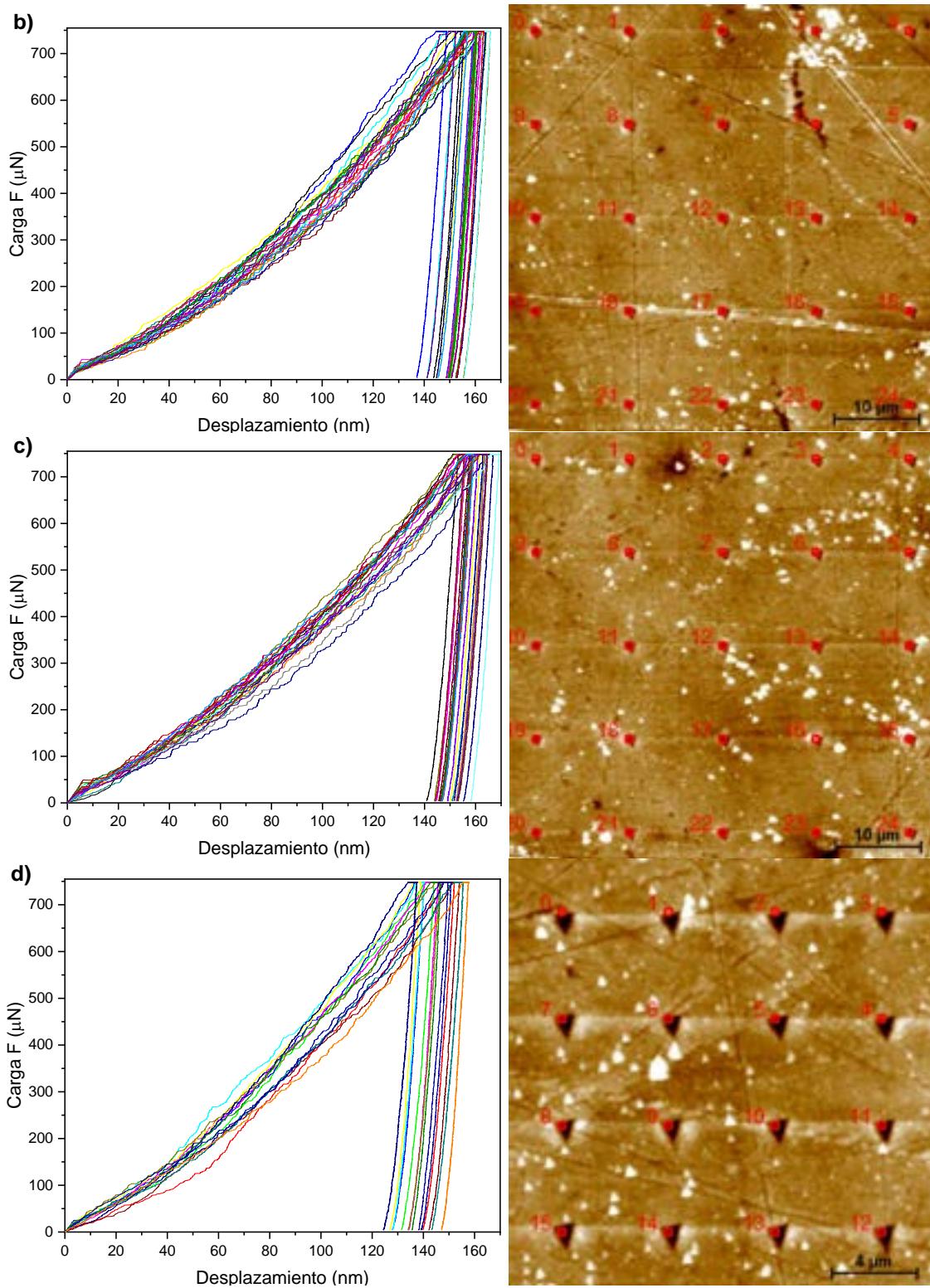
De acuerdo al análisis de los resultados previos, algunas de las muestras fueron seleccionadas para caracterizarlas con mayor detalle a través de ensayos de nanoindentación. Las muestras analizadas mediante esta técnica, fueron aquellas que presentaron mayor conductividad y algunos casos especiales (deformación acumulada y sometida a ciclos térmicos consecutivos); además de que también se analizó la muestra Al-NTC (A1) obtenida por una fundición con la finalidad de comparar el efecto de los NTC comerciales y metalizados en las propiedades mecánicas puntuales, cabe destacar que todas las muestras caracterizadas

cuentan con un tratamiento térmico. La Figura 90 presenta los resultados de las curvas de carga respecto al desplazamiento de cada muestra analizada. El área de indentación se muestra del lado derecho de la figura, la cual fue de $20 \times 20 \mu\text{m}$ y donde se realizaron 16 indentaciones, mientras que, para otras muestras, el área analizada fue un poco mayor de $50 \times 50 \mu\text{m}$ alcanzando indentar 25 veces, esto debido a que se hizo un análisis posterior en donde era mejor tener más número de huellas.

La profundidad de penetración en todas las muestras se encuentra alrededor de 145 nm, se puede apreciar que el rango de desplazamiento es pequeño, de ~21 nm, teniendo resultados homogéneos, además de que presentan un comportamiento elástico-plástico al aplicar 750 μN de carga.

La muestra de Al-NTC_M (A1) obtenida mediante fundición (Figura 90c) es la que alcanza una profundidad de penetración mayor, siendo de 160 nm, además de mostrar la mayoría de las curvas más homogéneas. Al comparar las mismas condiciones usando como fase reforzante NTC comerciales (Figura 90b), la profundidad máxima fue de 155 nm, aunque el rango de desplazamiento es el menor (de ~18 nm). La muestra que presentó menor profundidad de penetración es la Al-NTC_M (L2) la cual fue sometida a dos fundiciones (Figura 90d), ya que esta distancia se encuentra en un rango de 125-148 nm.





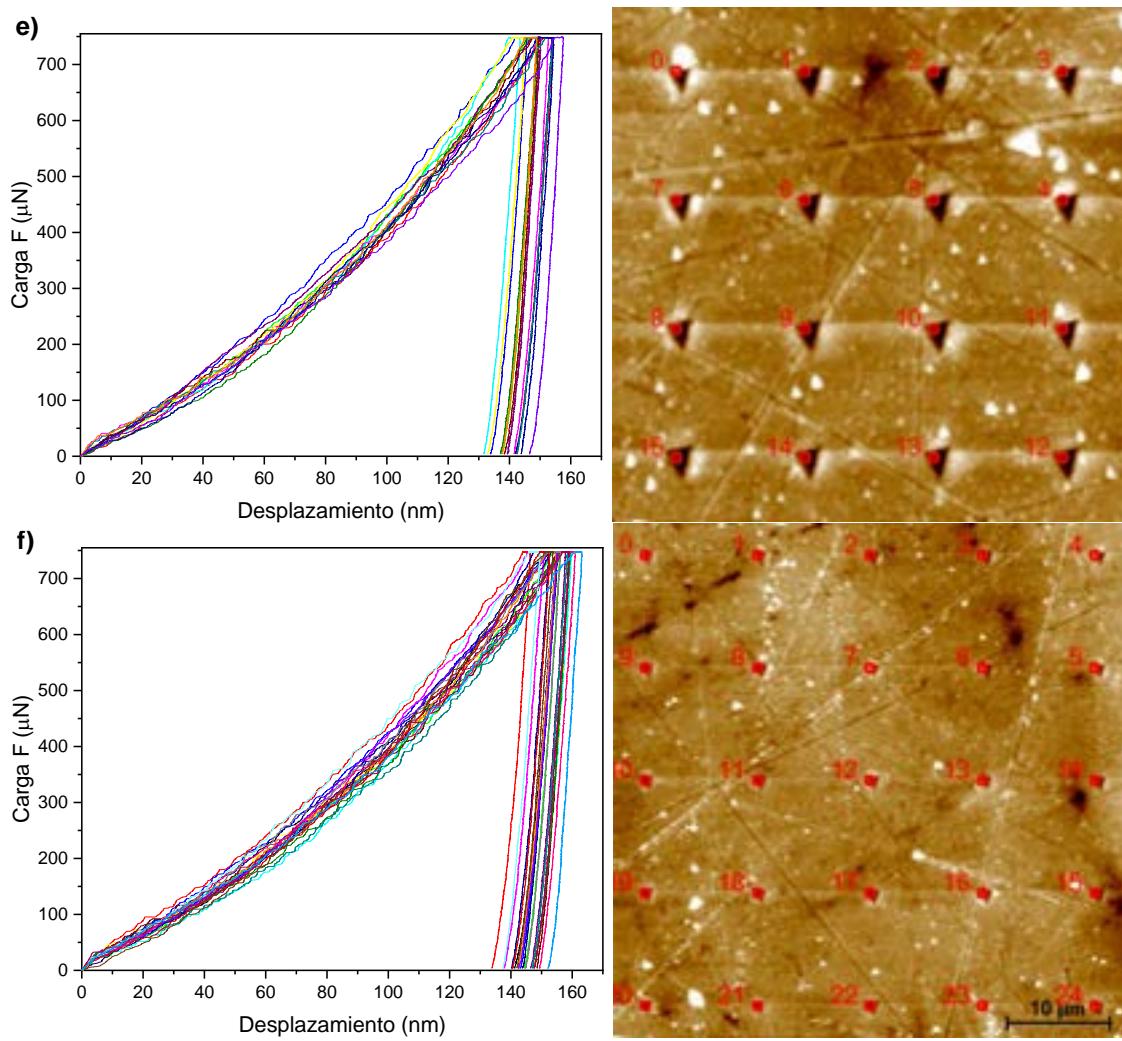


Figura 90. Curvas carga-desplazamiento (lado izquierdo) y huellas de nanoindentación (lado derecho) de los alambres, a) referencia, b) Al-NTC (A1) con 1 fundición, c) Al-NTC_M (A1) con 1 fundición, d) Al-NTC_M (L2) con 2 fundiciones, e) Al-NTC_M (A1) Deformado + 2 fundiciones y f) Al-NTC_M (L1) con 3 fundiciones.

A manera de resumen, la Tabla 36 presenta los resultados de rigidez (S), módulo elástico reducido (Er) y dureza (H) de los ensayos de nanoindentación. De manera general, éstos resultados indican que las propiedades mecánicas a nanoscala incrementaron con la adición de los NTC respecto a los anteriores resultados de la matriz. Se observa que la dureza se encuentra en 0.71 a 0.83 GPa, este último valor es el correspondiente a la muestra Al-NTC_M (L2) con 2 fundiciones. Esta muestra fue la que presentó una mejora en las propiedades mecánicas puntuales de 3.82% mayor rigidez, 10% mayor límite elástico y 13.7% mayor dureza, respecto

a la muestra de referencia, lo que coincide con su profundidad de penetración menor. Sin embargo, mediante esta técnica es difícil estimar el efecto que tuvo la modificación superficial de la nanoestructura, más bien las principales diferencias en la propiedad mecánica se observan por la concentración de nanotubos añadida paralelamente con la afectación térmica.

Tabla 36. Valores de rigidez, módulo elástico y nanodureza obtenidos mediante nanoindentación de los alambres nanocomuestos.

Muestra	Rigidez de contacto S (N/nm)	Desv. estándar	Módulo elástico Er (GPa)	Desv. estándar	Dureza H (GPa)	Desv. estándar
Referencia	88.56	10.06	77.54	8.41	0.73	0.06
AI-NTC (A1) 1 fundición	91.53	4.46	79.19	4.48	0.71	0.04
AI-NTC _M (A1) 1 fundición	83.15	5.89	71.37	5.64	0.71	0.10
AI-NTC _M (L2) 2 fundiciones	91.94	6.62	85.29	5.52	0.83	0.08
AI-NTC _M (A1) Deformado 2 fundiciones	89.84	8.01	82.63	7.13	0.81	0.05
AI-NTC _M (L1) 3 fundiciones	85.41	7.38	75.59	7.79	0.75	0.11

Con la intención de conocer de manera más amplia el efecto tanto de la concentración y la modificación superficial de la fase reforzante adicionada y la afectación térmica en los nanocomposites desarrollados, también se realizó el mapeo de propiedades mecánicas en base a los ensayos de nanoindentación. Los

resultados se presentan en la Figura 91. Con éstos mapas se puede observar que, si existe un cambio en las propiedades debido al reforzante, cuando esta fase tiene los tratamientos superficiales, ayuda a dispersar más las propiedades mecánicas evitando los temas de segregación que repercuten en tener menores propiedades mecánicas marcadas en sitios puntuales específicos y los cuales, permitieron disminuir la variación entre los valores máximos y mínimos. El comportamiento de la rigidez y el módulo elástico son muy similares, debido a que éstas propiedades son directamente proporcionales.

Evidentemente la muestra referencia de Al es la que presenta las menores propiedades mecánicas, respecto a los nanocompósitos, en el mapa se observan heterogeneidades ya que los puntos máximos y mínimos en la rigidez están muy juntos, por lo que no hay tanta dispersión, la dureza está muy puntual indicando que representan los menores valores.

En cambio, la muestra Al-NTC_M (L2) con doble fundición los puntos máximos y mínimos están más cerca, los precipitados pudieron ayudar a este comportamiento, además que probablemente los tratamientos superficiales a los nanotubos permitieron un mejor anclaje químico en la matriz metálica.

Para la muestra de Al-NTC_M (A1) refundida y con más deformación se disminuye la diferencia entre el máximo y el mínimo y se dispersa de mejor manera, lo cual es un resultado esperado ya que los granos se reacomodan. Sin embargo, cuando las muestras se someten de manera cíclica a afectación térmica, las propiedades mecánicas se disminuyen siendo posible observar que hubo una reducción en el intervalo de la escala de colores y diferencias graduales entre los mínimos y los máximos, lo cual indica una mejora en la recuperación elástica del material.

Existen tres mecanismos de fortalecimiento que se utilizan para predecir la resistencia de los compuestos Al-C, esto siempre y cuando exista una buena humectabilidad de la matriz al refuerzo. El primer mecanismo consiste en que la incorporación de los NTC a la matriz metálica puede inhibir el crecimiento del grano, por lo que se refina mejorando la resistencia. El segundo mecanismo es cuando el compuesto al estar soportando una carga ésta se puede transferir del Al a los NTC

a través de su interfase, mejorando así la resistencia. El tercer mecanismo consiste en que los nanotubos obstaculizan el movimiento de las dislocaciones esto cuando el material se deforma plásticamente, mejorando así la resistencia [108].

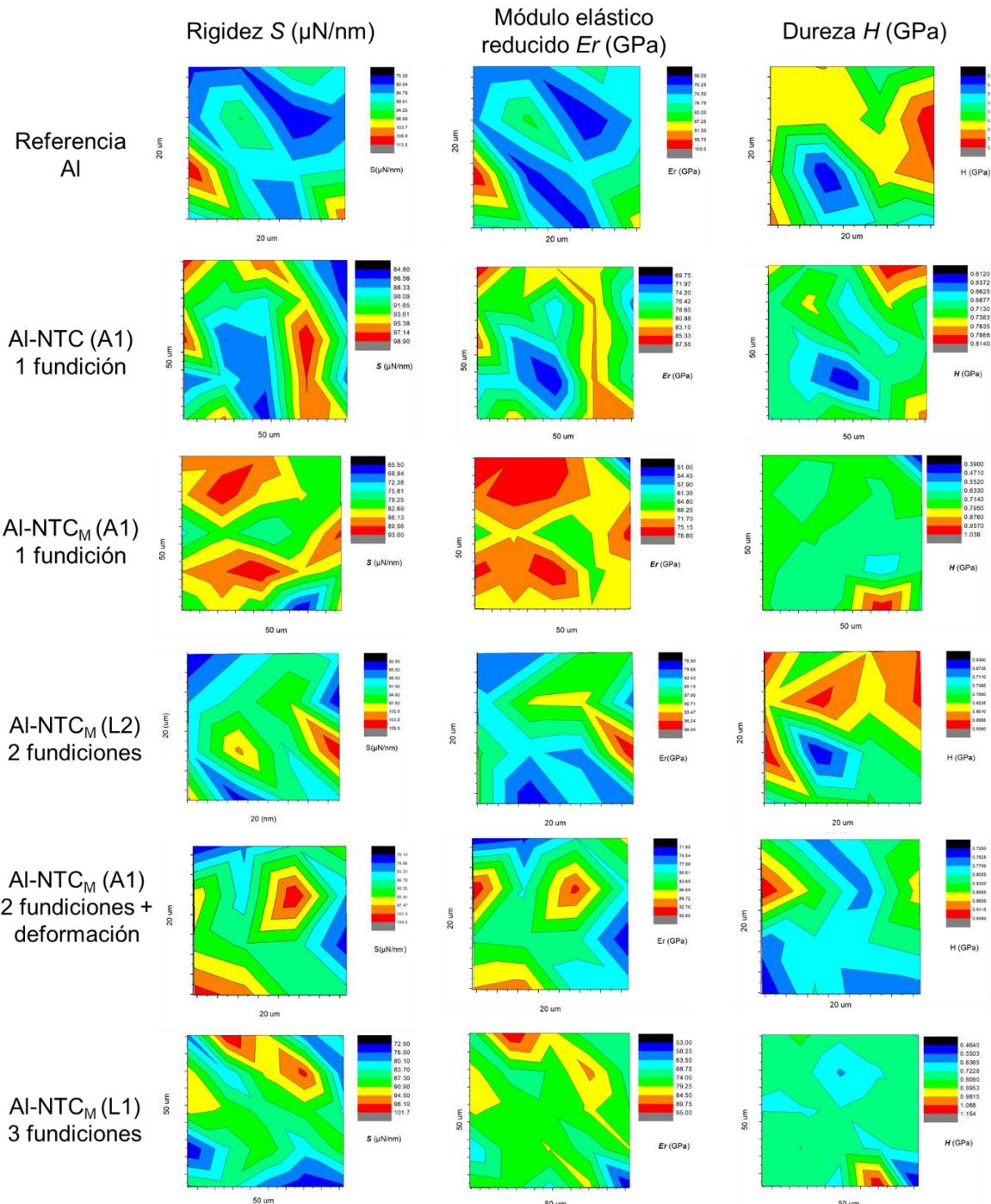


Figura 91. Mapeo de propiedades mecánicas obtenidas mediante nanoindentación, se muestra la rigidez, el módulo elástico reducido y la dureza.

5 CONCLUSIONES

Mediante el desarrollo del presente trabajo de investigación se logró sintetizar exitosamente nanocompuestos Al-NTC con geometría de alambre de 3 mm de diámetro, los cuales mostraron una buena relación de propiedades eléctricas y mecánicas, superando en 11% la aleación referencia actual para aplicaciones eléctricas.

Se logró diseñar un método viable con potencial escalamiento industrial para la fabricación de este tipo de alambres nanocompuestos mediante procesos de fundición, deformación y tratamientos térmicos.

Mediante el estudio de la modificación superficial a los NTC como fase reforzante, se confirmó una excelente funcionalización y metalizado de la nanoestructura original; comprobando mediante espectroscopía Raman y espectroscopía fotoelectrónica de rayos X (XPS) la presencia de grupos funcionales carboxilo y carbonilo así como la correcta adherencia de los elementos Sn y Cu en la superficie de las estructuras fungiendo como protección química y térmica a los NTC.

Las propiedades químicas microestructurales de la matriz metálica base Al 1350-H19, fueron estudiadas en detalle, logrando identificar la aportación de las fases cristalinas y el efecto de los tratamientos térmicos y la deformación en las propiedades mecánicas y eléctricas.

Se diseñó una estrategia para la mejor incorporación de la fase reforzante en la matriz metálica, logrando el mejor balance de propiedades mecánicas/eléctricas a través de la depositación de la nanoestructura funcionalizada químicamente y metalizada en dos sustratos de aluminio con geometría de lámina y dos capas de recubrimiento, logrando incorporar una concentración de NTC de 4.6×10^{-3} % en volumen en el compósito final con geometría de billet de 10 cm de longitud \times 2 cm de diámetro.

Sobre el efecto térmico en las propiedades eléctricas, se corroboró que cuando los nanocompósitos en forma cilíndrica se someten a una segunda fundición y posteriormente se trefilan y se someten a un solo recocido, tanto la fase reforzante

como las fases cristalinas de la matriz sufren una re-dispersión que afecta positivamente las propiedades mecánicas y eléctricas. Con este proceso la mejor conductividad eléctrica alcanzada corresponde a la muestra Al-NTC_M (L2) alcanzando una conductividad eléctrica máxima de 68.4% IACS. Sin embargo, cuando el nanocompósito se somete a una tercera fundición y posteriormente se trefila y se someten a un solo recocido, las propiedades eléctricas se disminuyen a 64% IACS, aunque se mejoran levemente las propiedades mecánicas.

Sobre el efecto de deformación acumulada en las propiedades mecánicas, se comprobó que la mejor propiedad mecánica alcanzada corresponde a la muestra Al-NTC_M (A1), alcanzando una resistencia máxima de 71.3 MPa (3.3% mayor que la referencia), 26.7 MPa de límite elástico (5.9% mayor que la referencia), sacrificando la deformación a la rutura, alcanzando 41.4 % (37% menor que la referencia). Esta misma muestra presentó 66.4% IACS lo cual corresponde a 22% mayor conducción eléctrica respecto a la referencia.

La mejor probeta obtenida sometida a fundición, deformación y tratamiento térmico, respecto a la aleación original logró mantener la microdureza en un valor de 37 HV respecto a la muestra referencia, mientras que, de manera puntual en la nanoescala, se logró obtener un incremento de 13.7% en la dureza (0.83 ± 0.08 GPa vs 0.73 ± 0.06 GPa, respectivamente) y un aumento de 10% en el módulo elástico reducido (85.29 ± 5.52 GPa vs 77.54 ± 8.41 GPa, respectivamente).

De manera general se concluye que el mejor nanocompuesto Al-NTC sintetizado fue la muestra Al-NTC_M (L2), la cual fue sometida a doble fundición, trefilado y un tratamiento térmico presentando 68.4% IACS, lo cual corresponde a un aumento del 25.7% de la conductividad eléctrica respecto a la muestra referencia y 12.1% mayor respecto a la conductividad eléctrica indicada en la especificación de la aleación Al 1350-H19. Asimismo, ésta misma muestra mantuvo las propiedades mecánicas con valores de 68.8 MPa de UTS, 21.7 MPa de límite elástico, 65.1% de deformación a la rotura y 36.5 HV, con lo cual se corrobora el cumplimiento del objetivo general.

De acuerdo a todos los estudios realizados se concluye que el mecanismo de reforzamiento se debe a una transferencia de carga eléctrica y mecánica de la matriz hacia los NTC, lo cual se logra de manera homogénea al estar la nanoestructura protegida metálicamente haciendo un buen enlace químico con la matriz de aluminio. Los tratamientos térmicos y la deformación lograron una excelente dispersión de la fase reforzante, lo cual se corroboró con los mapeos de propiedades mecánicas. Este comportamiento se debe a que el C en la escala atómica se encuentra bien disperso por los cambios en las características superficiales haciendo enlaces metálicos entre los átomos de Al.

6 Trabajo a futuro

- Análisis a profundidad los cambios microestructurales debido a temperatura y deformación de los nanocomuestos.
- Optimización en los tratamientos de recocido para evaluar los cambios en propiedades eléctricas y mecánicas y su reproducibilidad.
- Obtención de los alambres con un diámetro menor a 3 mm para detallar mejor las aplicaciones reales.

7 REFERENCIAS

- [1] S. Koch, "Aluminum Alloys for Wire Harnesses in Automotive Engineering," *BHM*, vol. 152, no. 3, pp. 62–67, 2007.
- [2] I. Alves, L. Da Silva, and S. Gattas, "Aluminium Alloy for Automotive Cable. A Perspective on Emerging Cars Applications," *SAE Technical paper series*, vol. 2020-36-0177, 2010.
- [3] I. Carneiro and S. Simões, "Strengthening Mechanisms in Carbon Nanotubes Reinforced Metal Matrix Composites: A Review," *Metals (Basel)*, vol. 11, no. 10, pp. 1–27, 2021, doi: 10.3390/met11101613.
- [4] F. Czerwinski, "Current Trends in Automotive Lightweighting Strategies and Materials," *Materials*, vol. 14, no. 21, pp. 1–27, 2021, doi: 10.3390/ma14216631.
- [5] M. Jabłoński, T. A. Knych, B. Smyrak, M. Jabłoński, T. Knych, and B. Smyrak, "New Aluminium Alloys for Electrical Wires of Fine Diameter for Automotive Industry," *Archives of Metallurgy and Materials*, vol. 54, no. 3, pp. 671–676, 2009, [En línea]. Disponible en: <https://www.researchgate.net/publication/263734063>
- [6] C. Nie, Y. Huang, H. Shao, and J. Wen, "Effect of pre-stretching and aging time on the mechanical properties and microstructure of Al-6.02Zn-1.94Mg alloy," *Vacuum*, vol. 194, Dec. 2021, doi: 10.1016/j.vacuum.2021.110553.
- [7] S. N. Alam and L. Kumar, "Mechanical properties of aluminium based metal matrix composites reinforced with graphite nanoplatelets," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 667, pp. 16–32, 2016, doi: 10.1016/j.msea.2016.04.054.
- [8] M. Gaertner, "Aluminum Technology - The Wiring Harness of the Future Next Generation Terminals for Aluminum Wire Application," *SAE Technical Papers*, vol. 2015-01-0245, 2015, doi: 10.4271/2015-01-0245.
- [9] K. Taguchi, M. kusakari, Y. Akasofu, and J. Yoshimoto, "Development of High Strength Aluminum Wires for Low-Voltage Automotive Wiring Harnesses," *SAE Int J Engines*, vol. 10, no. 4, pp. 2040–2045, 2017, doi: 10.4271/2017-01-1644.

- [10] D. Scott, "The Impact of Vehicle Electrification on Electrical System Design," *Siemens PLM Software*, pp. 1–7, 2018, [En línea]. Disponible en: <http://sam.abuelsamid.com>.
- [11] L. W. Cheah, "Cars on a Diet: The Material and Energy Impacts of Passenger Vehicle Weight Reduction in the U.S," Tesis de doctorado, Massachusetts Institute of Technology, Massachusetts, 2010.
- [12] A. Javadi, S. Pan, C. Cao, and X. Li, "High Strength and High Electrical Conductivity Al Nanocomposites for DC Transmission Cable Applications," *Journal of Composites Science*, vol. 5, no. 7, pp. 162–172, 2021, doi: 10.3390/jcs5070172.
- [13] S. L. Cai, J. C. Wan, Y. J. Hao, and C. C. Koch, "Dual Gradient Microstructure to Simultaneously Improve Strength and Electrical Conductivity of Aluminum Wire," *Materials Science and Engineering A*, vol. 783, pp. 1–14, 2020, doi: 10.1016/j.msea.2020.139308.
- [14] X. Cui, Y. Wu, G. Zhang, Y. Liu, and X. Liu, "Study on the Improvement of Electrical Conductivity and Mechanical Properties of Low Alloying Electrical Aluminum Alloys," *Compos B Eng*, vol. 110, pp. 381–387, 2017, doi: 10.1016/j.compositesb.2016.11.042.
- [15] EIA, "How Much Electricity Is Lost in Transmission and Distribution in the United States?," U.S. Energy Information Administration. Accessed: May 10, 2023. [En línea]. Disponible en: <https://www.eia.gov/tools/faqs/faq.php?id=105&t=3>
- [16] M. Murashkin *et al.*, "Enhanced Mechanical Properties and Electrical Conductivity in Ultrafine-Grained Al 6101 Alloy Processed via ECAP-Conform," *Metals (Basel)*, vol. 5, no. 4, pp. 2148–2164, 2015, doi: 10.3390/met5042148.
- [17] R. Z. Valiev, M. Murashkin, and I. Sabirov, "A Nanostructural Design to Produce High-Strength Al Alloys with Enhanced Electrical Conductivity," *Scr Mater*, vol. 76, pp. 13–16, 2014, doi: 10.1016/j.scriptamat.2013.12.002.

- [18] M. Y. Murashkin, I. Sabirov, X. Sauvage, and R. Z. Valiev, "Nanostructured Al and Cu Alloys with Superior Strength and Electrical Conductivity," *J Mater Sci*, vol. 51, no. 1, pp. 33–49, 2015, doi: 10.1007/s10853-015-9354-9.
- [19] A. Medvedev *et al.*, "Fatigue Properties of Ultra-Fine Grained Al-Mg-Si Wires with Enhanced Mechanical Strength and Electrical Conductivity," *Metals (Basel)*, vol. 8, pp. 1–12, 2018, doi: 10.3390/met8121034.
- [20] J. Liu *et al.*, "Enhanced Mechanical Properties and High Electrical Conductivity in Multiwalled Carbon Nanotubes Reinforced Copper Matrix Nanolaminated Composites," *Materials Science and Engineering A*, vol. 729, pp. 452–457, 2018, doi: 10.1016/j.msea.2018.05.091.
- [21] J. Tokutomi, T. Uemura, S. Sugiyama, J. Shiomi, and J. Yanagimoto, "Hot Extrusion to Manufacture the Metal Matrix Composite of Carbon Nanotube and Aluminum with Excellent Electrical Conductivities and Mechanical Properties," *CIRP Ann Manuf Technol*, vol. 64, no. 1, pp. 257–260, 2015, doi: 10.1016/j.cirp.2015.04.083.
- [22] M. Jagannatham, P. Chandran, S. Sankaran, P. Haridoss, N. Nayan, and S. R. Bakshi, "Tensile Properties of Carbon Nanotubes Reinforced Aluminum Matrix Composites: A Review," *Carbon N Y*, vol. 160, pp. 14–44, 2020, doi: 10.1016/j.carbon.2020.01.007.
- [23] M. Tehrani, "Advanced Electrical Conductors: An Overview and Prospects of Metal Nanocomposite and Nanocarbon Based Conductors," *Physica Status Solidi (A) Applications and Materials Science*, vol. 218, no. 8, pp. 1–17, 2021, doi: 10.1002/pssa.202000704.
- [24] J. Herrera, R. Bustamante, C. Isaza, and A. Arizmendi, *Unconventional Techniques for the Production of Light Alloys and Composites*. Springer International Publishing, 2020. doi: 10.1007/978-3-030-48122-3.
- [25] M. Kawasaki, B. Ahn, H. Lee, A. P. Zhilyaev, and T. G. Langdon, "Using high-pressure torsion to process an aluminum-magnesium nanocomposite through diffusion bonding," *J Mater Res*, vol. 31, no. 1, pp. 88–99, 2016, doi: 10.1557/jmr.2015.257.

- [26] N. Kamikawa, X. Huang, N. Tsuji, and N. Hansen, "Strengthening Mechanisms in Nanostructured High-purity Aluminium Deformed to High Strain and Annealed," *Acta Mater.*, vol. 57, no. 14, pp. 4198–4208, 2009, doi: 10.1016/j.actamat.2009.05.017.
- [27] S. Pan, G. Yao, J. Yuan, M. Sokoluk, and X. Li, "Manufacturing of bulk Al-12Zn-3.7Mg-1Cu alloy with TiC nanoparticles," Elsevier B.V., pp. 325–331, 2020, doi: 10.1016/j.promfg.2020.05.054.
- [28] C. E. Carlton and P. J. Ferreira, "What is Behind the Inverse Hall-Petch Effect in Nanocrystalline Materials?," *Acta Mater.*, vol. 55, no. 11, pp. 3749–3756, 2007, doi: 10.1016/j.actamat.2007.02.021.
- [29] S. Pan, M. Sokoluk, C. Cao, Z. Guan, and X. Li, "Facile Fabrication and Enhanced Properties of Cu-40 wt% Zn/WC Nanocomposite," *J Alloys Compd.*, vol. 784, pp. 237–243, 2019, doi: 10.1016/j.jallcom.2019.01.022.
- [30] D. D. L. Chung, "Review Graphite," *J Mater Sci*, vol. 37, pp. 1475–1489, 2002.
- [31] A. V. Alekseev, V. V. Strekalov, A. A. Khasin, and M. R. Predtechenskiy, "Effect of Additives of Carbon Nanotubes and Oxide Nanofibers on the Mechanical Properties of Aluminum AD0 after Thermomechanical Processing," *Inorganic Materials: Applied Research*, vol. 12, no. 5, pp. 1302–1309, 2021, doi: 10.1134/S2075113321050026.
- [32] A. Hassan, S. Abbas, L. Jie, L. Youming, and C. Quanfang, "Investigation of the Advanced Novel Carbon Nanotube (CNT) Yarn and Carbon Nanotube Aluminum/Copper Composite Windings for a Single-Phase Induction Motor," *Arab J Sci Eng*, vol. 47, no. 11, pp. 14915–14933, 2022, doi: 10.1007/s13369-022-07060-5.
- [33] Y. Huang, Q. Ouyang, D. Zhang, J. Zhu, R. Li, and H. Yu, "Carbon Materials Reinforced Aluminum Composites: A Review," *Acta Metallurgica Sinica (English Letters)*, vol. 27, no. 5, pp. 775–786, 2014, doi: 10.1007/s40195-014-0160-1.
- [34] L. Cao *et al.*, "Superior high-temperature tensile properties of aluminum matrix composites reinforced with carbon nanotubes," *Carbon N Y*, vol. 191, pp. 403–414, 2022, doi: 10.1016/j.carbon.2022.02.009.

- [35] X. Ge *et al.*, "Electrical and Structural Characterization of Nano-Carbon-Aluminum Composites Fabricated by Electro-Charging-Assisted Process," *Carbon N Y*, vol. 173, pp. 115–125, 2021, doi: 10.1016/j.carbon.2020.10.063.
- [36] H. M. I. Jaim, D. P. Cole, and L. G. Salamanca-Riba, "Characterization of Carbon Nanostructures in Al and Ag Covetic Alloys," *Carbon N Y*, vol. 111, pp. 309–321, 2017, doi: 10.1016/j.carbon.2016.10.007.
- [37] D. Huerta, "Estudio del efecto de la funcionalización y dispersión de la fase reforzante en las propiedades eléctricas y mecánicas de nanocompósitos Al-C," Centro de Investigación en Materiales Avanzados, Apodaca, 2022.
- [38] M. Mansoor and M. Shahid, "Carbon Nanotube-Reinforced Aluminum Composite Produced by Induction Melting," *Journal of Applied Research and Technology*, vol. 14, no. 4, pp. 215–224, 2016, doi: 10.1016/j.jart.2016.05.002.
- [39] T. Hiouani, P. Royes, and P. Masquelier, "Aluminium or Copper-Carbon Nanotube Composite Material and Method for Preparing Same," US11401583B2, Aug. 02, 2022
- [40] W. Callister and D. Rethwisch, *Materials Science and Engineering an Introduction*, 8th ed. John Wiley & Sons, 2010.
- [41] D. R. Askeland, P. P. Fulay, and W. J. Wright, *The Science and Engineering of Materials*, 6th ed. Cengage Learning, 2011.
- [42] S. Avner, *Introducción a la Metalurgia Física*, 2nd ed. McGraw-Hill, 1988.
- [43] ASM International Handbook Committee, *ASM Handbook Volume 2 Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials*, 9th ed., vol. 2. ASM International, 1990.
- [44] ASTM, "Standard Specification for Aluminum 1350 Drawing Stock for Electrical Purposes," 2021. doi: 10.1520/B0233-97R21.
- [45] V. F. Steier, T. Doca, and J. Araújo, "Fretting Wear Investigation of 1350-H19 Aluminum Wires Tested Against Treated Surfaces," *Wear*, vol. 414–415, pp. 1–8, 2018, doi: doi.org/10.1016/j.wear.2018.07.012.
- [46] R. B. Kalombo, J. M. G. Martínez, J. L. A. Ferreira, C. R. M. Da Silva, and J. A. Araújo, "Comparative Fatigue Resistance of Overhead Conductors Made

- of Aluminium and Aluminium Alloy: Tests and Analysis," *Procedia Eng*, vol. 133, pp. 223–232, 2015, doi: 10.1016/j.proeng.2015.12.662.
- [47] ASTM, "Standard Specification for Aluminum 1350-H19 Wire for Electrical Purposes," 2022, *ASTM International*. doi: 10.1520/B0230_B0230M-22.
- [48] V. Srinivasan, S. Kunjiappan, and P. Palanisamy, "A Brief Review of Carbon Nanotube Reinforced Metal Matrix Composites for Aerospace and Defense Applications," *Int Nano Lett*, vol. 11, no. 4, pp. 321–345, 2021, doi: 10.1007/s40089-021-00328-y.
- [49] M. S. Dresselhaus, G. Dresselhaus, P. C. Eklund, and A. M. Rao, "Carbon Nanotubes," in *Physics of Fullerene - Based and Fullerene - Related Materials*, pp. 331–379, 2000.
- [50] A. Yahyazadeh, S. Nanda, and A. K. Dalai, "Carbon Nanotubes: A Review of Synthesis Methods and Applications," *Reactions*, vol. 5, no. 3, pp. 429–451, 2024, doi: 10.3390/reactions5030022.
- [51] N. Gupta, S. M. Gupta, and S. K. Sharma, "Carbon Nanotubes: Synthesis, Properties and Engineering Applications," *Carbon Letters*, vol. 29, no. 5, pp. 419–447, 2019, doi: 10.1007/s42823-019-00068-2.
- [52] R. Shoukat and M. I. Khan, "Carbon Nanotubes: A Review on Properties, Synthesis Methods and Applications in Micro and Nanotechnology," *Microsystem Technologies*, vol. 27, no. 12, pp. 4183–4192, 2021, doi: 10.1007/s00542-021-05211-6.
- [53] V. N. Popov, "Carbon Nanotubes: Properties and Application," *Materials Science and Engineering R: Reports*, vol. 43, pp. 61–102, 2004, doi: 10.1016/j.mser.2003.10.001.
- [54] M. V Kharlamova and D. Eder, "Carbon Nanotubes: Synthesis, Properties, and New Developments in Research," in *Synthesis and Applications of Nanocarbons*, 1st ed., J.-C. Arnault and D. Eder, Eds., Wiley & Sons Ltd, 2021, ch. 4, pp. 107–147.
- [55] S. C. Tjong, "Recent Progress in the Development and Properties of Novel Metal Matrix Nanocomposites Reinforced with Carbon Nanotubes and

- Graphene Nanosheets," *Materials Science and Engineering R: Reports*, vol. 74, no. 10, pp. 281–350, 2013, doi: 10.1016/j.mser.2013.08.001.
- [56] M. S. Dresselhaus, G. Dresselhaus, and R. Saito, "Physics of Carbon Nanotubes," *Carbon N Y*, vol. 33, no. 7, pp. 883–891, 1995.
- [57] A. Hassan, C. Quanfang, S. Abbas, L. Jie, L. Youming, and F. Hussain, "Comparative Thermal Analysis of Carbon Nanotubes and Their Metal Composites with Copper and Aluminum as Winding Material in Induction Motor," *Journal of Electrical Engineering and Technology*, vol. 17, no. 4, pp. 2353–2365, 2022, doi: 10.1007/s42835-022-01072-9.
- [58] E. T. Thostenson, Z. Ren, and T.-W. Chou, "Advances in the Science and Technology of Carbon Nanotubes and their Composites: A Review," *Compos Sci Technol*, vol. 61, pp. 1899–1912, 2001, [En línea]. Disponible en: www.elsevier.com/locate/compscitech
- [59] S. M. A. K. Mohammed and D. L. Chen, "Carbon Nanotube-Reinforced Aluminum Matrix Composites," *Adv Eng Mater*, vol. 22, no. 4, pp. 1–26, 2020, doi: 10.1002/adem.201901176.
- [60] T. Belin and F. Epron, "Characterization Methods of Carbon Nanotubes: A review," *Materials Science and Engineering: B*, vol. 119, no. 2, pp. 105–118, 2005, doi: 10.1016/j.mseb.2005.02.046.
- [61] R. Graupner, "Raman Spectroscopy of Covalently Functionalized Single-Wall Carbon Nanotubes," *Journal of Raman Spectroscopy*, vol. 38, no. 6, pp. 673–683, 2007, doi: 10.1002/jrs.1694.
- [62] K. K. Chawla, *Composite Materials Science and Engineering*, 3rd ed. Springer, 2012. doi: 10.1007/978-0-387-74365-3.
- [63] ASM International Handbook Committee, *ASM Handbook Volume 21 Composites*, 1st ed. ASM International, 2001.
- [64] Department of Defense Handbook, *Composite Materials Handbook Volume 4. Metal Matrix Composite*. Materials Sciences Corporation, 1999.
- [65] H. Aghajani and M. Pouzesh, "Electrophoretic Deposition and Corrosion Behavior Study of Aluminum Coating on AZ91D Substrate," *Journal of Particle*

- Science and Technology*, vol. 3, pp. 219–232, 2017, doi: 10.22104/JPST.2018.2662.1105.
- [66] Z. Chen, T. Boström, and Q. Nguyen, “Carbon Nanotube Spectrally Selective Solar Absorbers,” International Solar Energy Society (ISES), 2014, pp. 1–7. doi: 10.18086/eurosun.2014.03.05.
 - [67] N. Bardi, T. Giannakopoulou, A. Vavouliotis, and C. Trapalis, “Electrodeposited Films of Graphene, Carbon Nanotubes, and their Mixtures for Supercapacitor Applications,” *ACS Appl Nano Mater*, vol. 3, no. 10, pp. 10003–10013, 2020, doi: 10.1021/acsanm.0c02002.
 - [68] L. Besra and M. Liu, “A Review on Fundamentals and Applications of Electrophoretic Deposition (EPD),” *Prog Mater Sci*, vol. 52, pp. 1–61, 2007, doi: doi:10.1016/j.pmatsci.2006.07.001.
 - [69] S. F. Fallah, M. D. Dokht, K. Shelesh-Nezhad, and H. Biglari, “The Effect of Electrophoretic Deposition of Carbon Nanotubes onto Carbon Fiber on the Interlaminar Resistance of Carbon Reinforced Aluminum Laminates,” *Int J Adhes Adhes*, vol. 118, pp. 1–11, 2022, doi: doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2022.103192.
 - [70] S. Kalpakjian and S. R. Schmid, *Manufactura, Ingeniería y Tecnología*, 5th ed. Pearson Educación, 2008. [En línea]. Disponible en: www.pearsoneducacion.net/kalpakjian
 - [71] J. A. Schey, *Procesos de Manufactura*, 3rd ed. McGraw-Hill, 2002.
 - [72] Walter. Krenkel, R. Naslain, and H. Schneider, *Metal Matrix Composites*. Wiley-VCH, 2001.
 - [73] G. Dieter, *Mechanical Metallurgy*, 2nd ed. McGraw-Hill, 1986.
 - [74] ASM International Handbook Committee, *ASM Handbook Volume 14. Forming and Forging*, 9th ed. ASM International, 1988.
 - [75] G. Santana, W. Qian, L. Kabayama, and U. Prisco, “Effect of Process Parameters in Copper-Wire Drawing,” *Metals (Basel)*, vol. 10, no. 1, pp. 1–11, 2020, doi: 10.3390/met10010105.

- [76] A. Haddi, A. Imad, and G. Vega, "Analysis of Temperature and Speed Effects on The Drawing Stress for Improving the Wire Drawing Process," *Mater Des*, vol. 32, no. 8, pp. 4310–4315, 2011, doi: 10.1016/j.matdes.2011.04.010.
- [77] C. H. Cho and H. Cho, "Effect of Dislocation Characteristics on Electrical Conductivity and Mechanical Properties of AA 6201 Wires," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 809, pp. 1–14, 2021, doi: 10.1016/j.msea.2021.140811.
- [78] S. H. Jo and S. H. Lee, "Changes in Microstructure, Mechanical and Electrical Properties with Progress of Cold Wire-Drawing for AA1070," *Journal of Korean Institute of Metals and Materials*, vol. 61, no. 11, pp. 867–873, 2023, doi: 10.3365/KJMM.2023.61.11.867.
- [79] N. Alshwawreh, B. Alhamarneh, Q. Altwarah, S. Quandour, S. Barghout, and O. Ayasrah, "Electrical Resistivity and Tensile Strength Relationship in Heat-Treated All Aluminum Alloy Wire Conductors," *Materials*, vol. 14, no. 19, pp. 1–12, 2021, doi: 10.3390/ma14195738.
- [80] ASM International Handbook Committee, *ASM Handbook Volume 4. Heat Treating*, 9th ed. ASM International, 1991.
- [81] V. Datsyuk *et al.*, "Chemical Oxidation of Multiwalled Carbon Nanotubes," *Carbon N Y*, vol. 46, pp. 833–840, 2008, doi: doi:10.1016/j.carbon.2008.02.012.
- [82] H. Wang *et al.*, "Synergistic Strengthening Effect of Nanocrystalline Copper Reinforced with Carbon Nanotubes," *Sci Rep*, vol. 6, 2016, doi: 10.1038/srep26258.
- [83] H. Yuliantoro, Y. Kusumastuti, A. Mindaryani, M. Handayani, and Rochmadi, "Functionalization of Single-Walled Carbon Nanotubes with a HNO₃/H₂SO₄ Mixture Through Different Treatments: A DFT Supported Study," *AIP Conf Proc*, vol. 2349, pp. 1–7, 2021, doi: 10.1063/5.0051916.
- [84] ASTM, "Standard Specification for Aluminum-Alloy Permanent Mold Castings," 2019. doi: 10.1520/B0108_B0108M-19.
- [85] ASTM, "Standard Test Method for D-C Resistance or Conductance of Moderately Conductive Materials," 2021. doi: 10.1520/D4496-21.

- [86] ASTM, “Standard Test Method for Resistivity of Electrical Conductor Materials,” 2020. doi: 10.1520/B0193-20.
- [87] H. Besharatloo and J. M. Wheeler, “Influence of Indentation Size and Spacing on Statistical Phase Analysis Via High-Speed Nanoindentation Mapping of Metal Alloys,” *J Mater Res*, vol. 36, no. 11, pp. 2198–2212, 2021, doi: 10.1557/s43578-021-00214-5.
- [88] A. Staszczyk, J. Sawicki, L. Kolodziejczyk, and S. Lipa, “Nanoindentation Study of Intermetallic Particles in 2024 Aluminium Alloy,” *Coatings*, vol. 10, no. 9, pp. 1–11, 2020, doi: 10.3390/coatings10090846.
- [89] D. Silambarasan, V. J. Surya, V. Vasu, and K. Iyakutti, “Single Walled Carbon Nanotube-Metal Oxide Nanocomposites for Reversible and Reproducible Storage of Hydrogen,” *ACS Appl Mater Interfaces*, vol. 5, no. 21, pp. 11419–11426, 2013, doi: 10.1021/am403662t.
- [90] R. Ridhi *et al.*, “Amendment in sensing response of Single Walled Carbon nanotube (SWCNT) towards ammonia gas with copper phthalocyanine functionalization,” in *Materials Today: Proceedings*, Elsevier Ltd, 2020, pp. 1759–1763. doi: 10.1016/j.matpr.2020.05.169.
- [91] M. M. Silva, D. Ribeiro, E. Cunha, M. Fernanda Proença, R. J. Young, and M. C. Paiva, “A Simple Method for Anchoring Silver and Copper Nanoparticles on Single Wall Carbon Nanotubes,” *Nanomaterials*, vol. 9, no. 10, pp. 1401–1416, 2019, doi: 10.3390/nano9101416.
- [92] M. Varga *et al.*, “Diamond/Carbon Nanotube Composites: Raman, FTIR and XPS Spectroscopic Studies,” *Carbon N Y*, vol. 111, pp. 54–61, 2017, doi: 10.1016/j.carbon.2016.09.064.
- [93] K. A. Wepasnick, B. A. Smith, J. L. Bitter, and D. Howard, “Chemical and Structural Characterization of Carbon Nanotube Surfaces,” *Anal Bioanal Chem*, vol. 396, no. 3, pp. 1003–1014, 2010, doi: 10.1007/s00216-009-3332-5.
- [94] T. I. T. Okpalugo, P. Papakonstantinou, H. Murphy, J. McLaughlin, and N. M. D. Brown, “High Resolution XPS Characterization of Chemical Functionalised

- MWCNTs and SWCNTs," *Carbon N Y*, vol. 43, no. 1, pp. 153–161, 2005, doi: 10.1016/j.carbon.2004.08.033.
- [95] M. T. Martínez *et al.*, "Sensitivity of Single Wall Carbon Nanotubes to Oxidative Processing: Structural Modification, Intercalation and Functionalisation," *Carbon N Y*, vol. 41, pp. 2247–2256, 2003, doi: 10.1016/S0008-6223(03)00250-1.
- [96] J. C. Meyer *et al.*, "Raman Modes of Index-Identified Freestanding Single-Walled Carbon Nanotubes," *Phys Rev Lett*, vol. 95, no. 21, 2005, doi: 10.1103/PhysRevLett.95.217401.
- [97] C. Thomsen, S. Reich, and J. Maultzsch, "Resonant Raman Spectroscopy of Nanotubes," *Philosophical Transactions of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, vol. 362, no. 1824, pp. 2337–2359, 2004, doi: 10.1098/rsta.2004.1444.
- [98] A. Jorio and R. Saito, "Raman Spectroscopy for Carbon Nanotube Applications," *J Appl Phys*, vol. 129, no. 2, 2021, doi: 10.1063/5.0030809.
- [99] C. Domingo and G. Santoro, "Espectroscopía Raman de Nanotubos de Carbono," *Óptica Pura y Aplicada*, vol. 40, no. 2, pp. 175–186, 2007, [En línea]. Disponible: www.sedoptica.es.
- [100] A. M. Rao *et al.*, "Effect of van der Waals Interactions on the Raman Modes in Single Walled Carbon Nanotubes," *Phys Rev Lett*, vol. 86, no. 17, pp. 3895–3898, 2001, doi: 10.1103/PhysRevLett.86.3895.
- [101] Z. Zhang *et al.*, "Dispersion of Multiwalled Carbon Nanotubes into a Diglyme Solution, Electrodeposition of Aluminum-Based Composite, and Improvement of Hardness," *J Alloys Compd*, vol. 816, pp. 1–7, 2020, doi: 10.1016/j.jallcom.2019.152585.
- [102] B. Ludwig, "Surface Characterization and Bulk Property Analysis of Aluminum Powders Treated with Hydrophobic Coatings: Stearic Acid and Phenyl-Phosphonic Acid," *Solids*, vol. 5, no. 1, pp. 1–13, 2024, doi: 10.3390/solids5010001.
- [103] N. Kumar and K. Biswas, "Cryomilling: An Environment Friendly Approach of Preparation Large Quantity Ultra Refined Pure Aluminium Nanoparticles,"

Journal of Materials Research and Technology, vol. 8, pp. 63–74, 2017, doi: 10.1016/j.jmrt.2017.05.017.

- [104] A. Santos, V. Gallegos, R. Goytia, M. Miki, I. Estrada, and R. Martínez, “Mechanical and Microstructural Characterization of Dispersion Strengthened Al-C System Nanocomposites,” *J Alloys Compd*, vol. 489, no. 2, pp. 626–630, 2010, doi: 10.1016/j.jallcom.2009.09.133.
- [105] A. M. Hewedy, O. R. M. Khalifa, A. A. Kassab, S. Y. Ahmed, and M. M. Esmail, “Electroless Coating Technology for 1060 Aluminum Alloy and the Effect of Tin Chloride and Polymer Addition,” *Egypt J Chem*, vol. 67, no. 6, pp. 287–293, 2024, doi: 10.21608/EJCHEM.2023.245952.8835.
- [106] Li X-W, Zhang D-T, Qiu C, and Zhang W, “Microstructure and Mechanical Properties of Dissimilar Pure Copper/1350 Aluminum Alloy butt Joints by Friction Stir Welding,” *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, vol. 22, pp. 1298–1306, 2012, doi: 10.1016/S1003-6326(11)61318-6.
- [107] V. Khanna, V. Kumar, and S. A. Bansal, “Effect of Carbonaceous Nanomaterials’ Reinforcement on Mechanical Properties of Aluminium Metal-Based Nanocomposite: A Review,” *Mater Today Proc*, vol. 38, pp. 289–295, 2021, doi: 10.1016/j.matpr.2020.07.221.
- [108] S. Zhang *et al.*, “A Novel Aluminum-Carbon Nanotubes Nanocomposite with Doubled Strength and Preserved Electrical Conductivity,” *Nano Res*, vol. 14, no. 8, pp. 2776–2782, 2021, doi: 10.1007/s12274-021-3284-4.

8 ANEXOS

ANEXO A. Mapeo elemental de las modificaciones químicas superficiales a los NTC.

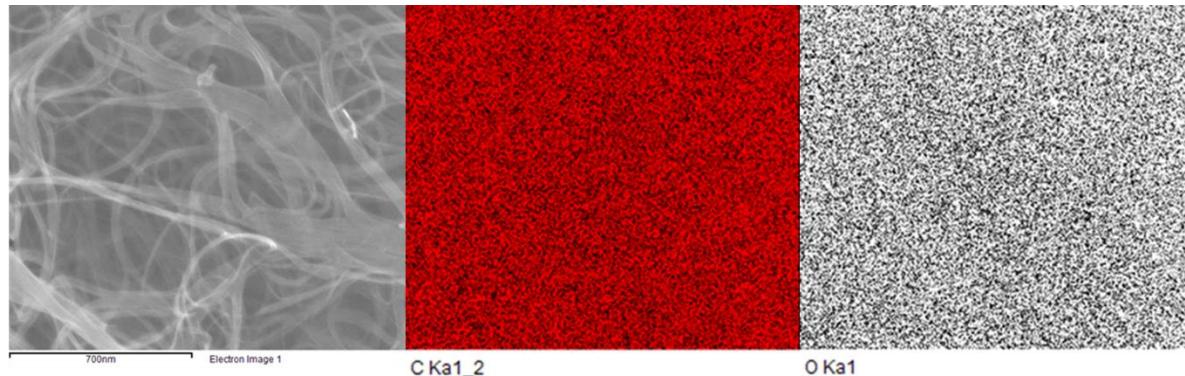


Figura 92. Mapeo elemental de los NTC prístinos.

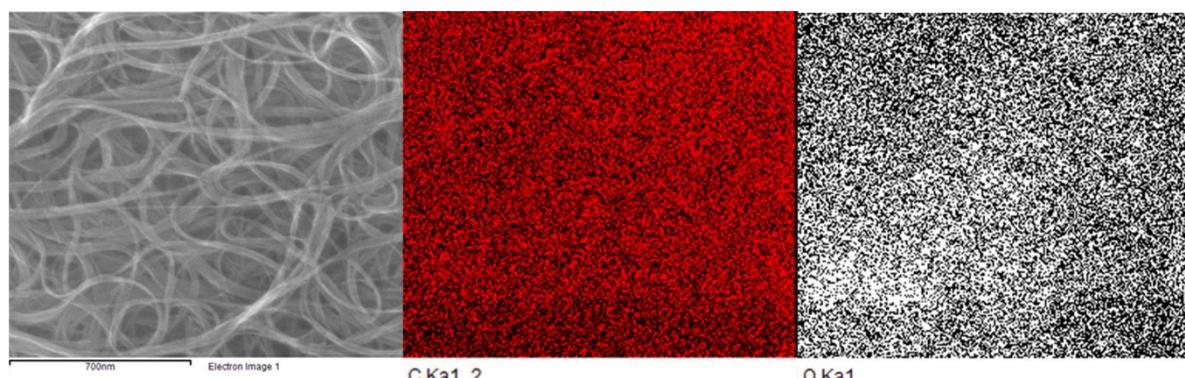


Figura 93. Mapeo elemental de los NTC_F.

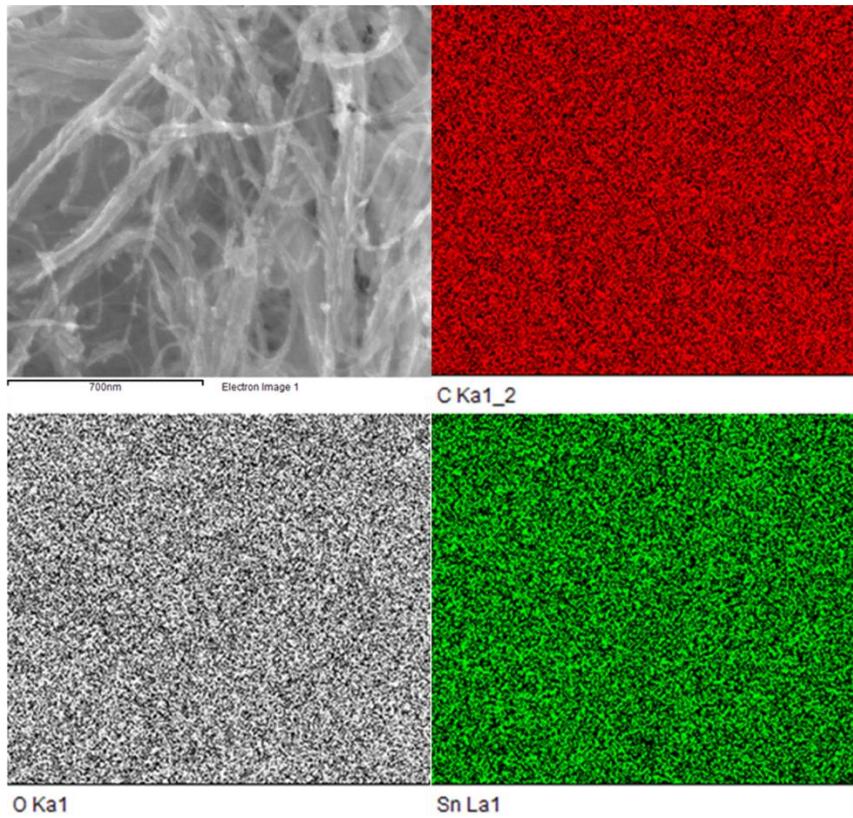


Figura 94. Mapeo elemental de los NTC sensibilizados.

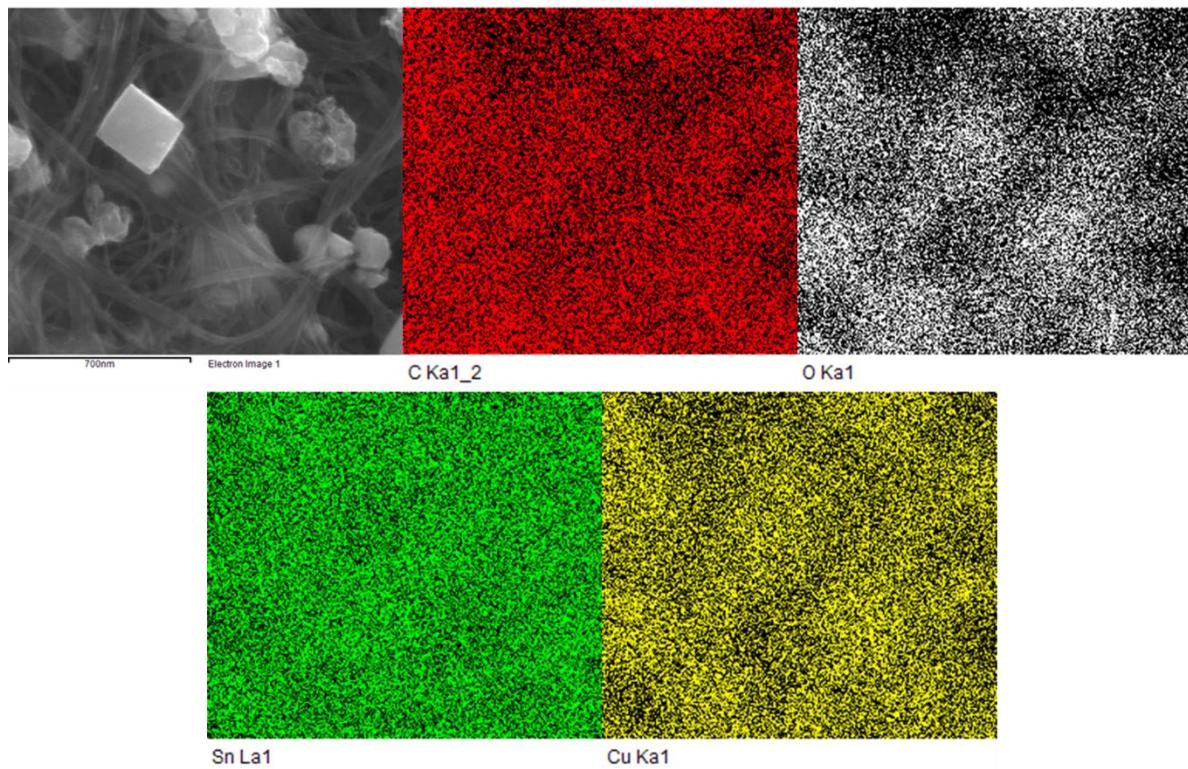


Figura 95. Mapeo elemental de los NTC_M.

ANEXO B. Medición del tamaño de partícula del polvo de Al.

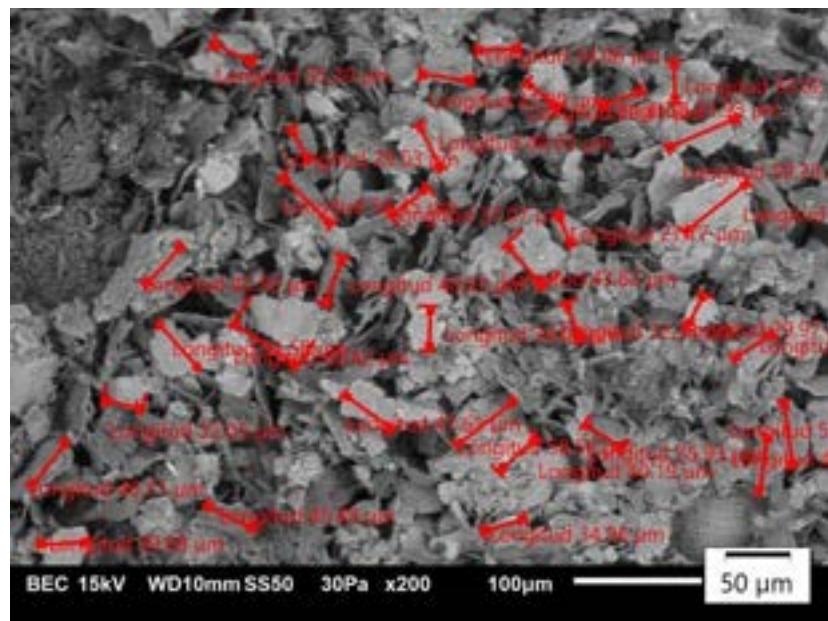


Figura 96. Medición del tamaño de partícula del polvo de Al previo a la molienda.

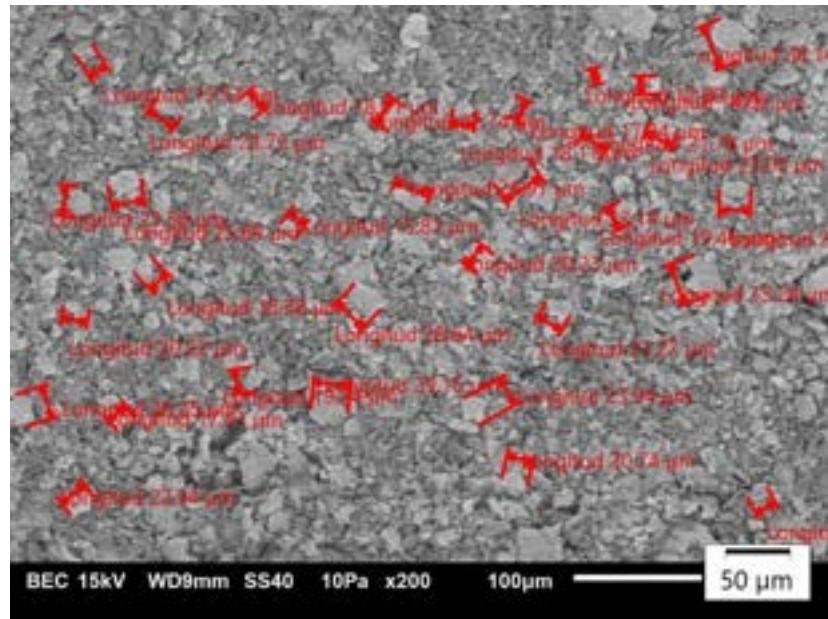


Figura 97. Medición del tamaño de partícula del polvo de Al después de la molienda.

ANEXO C. Difracción de Rayos X del alambre de Al sin reforzar sin y con tratamiento térmico.

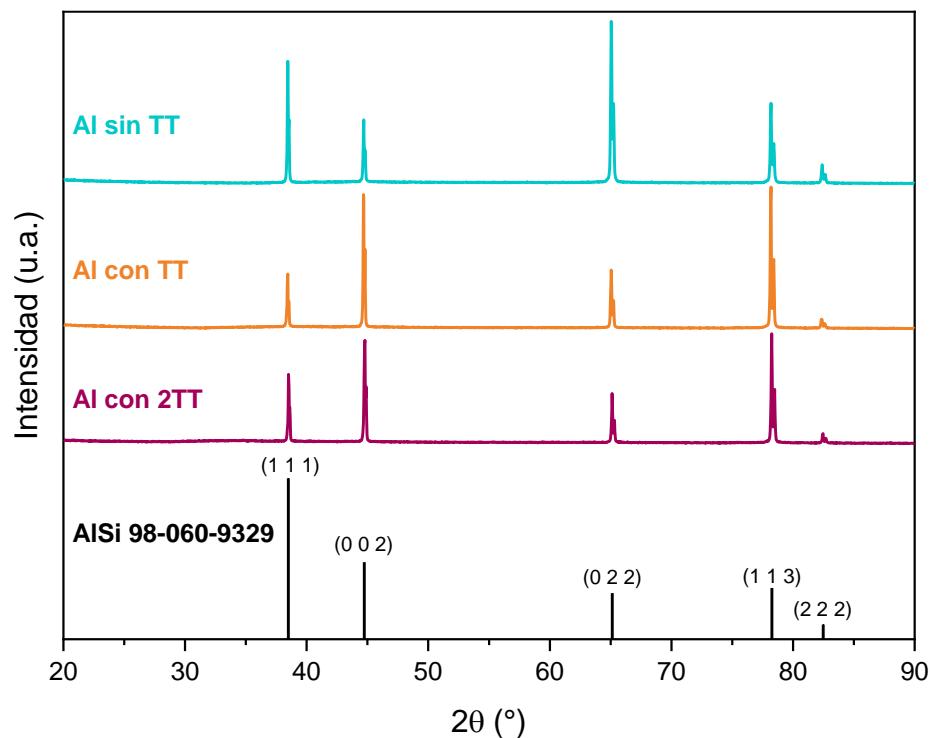


Figura 98. Comparación de los difractogramas del alambre de Al sin reforzar sin, con y con doble tratamiento térmico.

ANEXO D. Ensayo de tensión del alambre de Al sin reforzar con tratamientos térmicos.

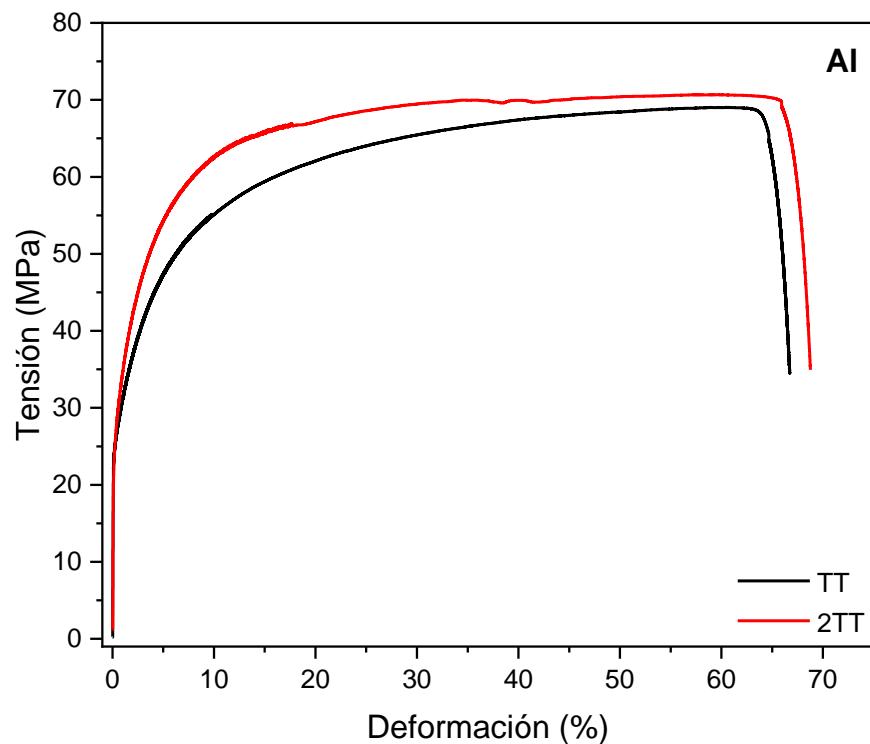
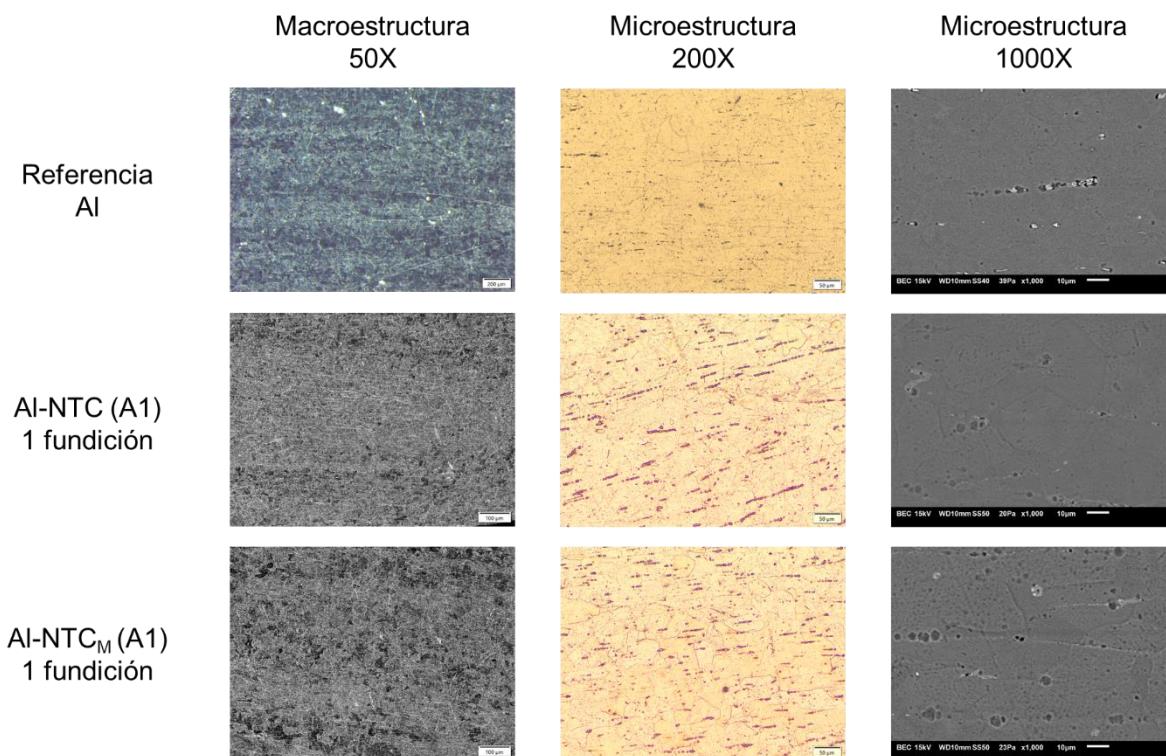


Figura 99. Comparación de las curvas esfuerzo-deformación de las muestras de aluminio en forma de alambre sin reforzar, con uno (línea negra) y dos (línea roja) tratamientos térmicos.

ANEXO E. Caracterización microestructural de los alambres.

Los alambres seleccionados se observaron mediante microscopía a diferentes magnificaciones con la finalidad de analizar los cambios microestructurales provocados por el proceso de trefilado. En la Figura 100 se presentan las micrografías obtenidas a 50X, 200X y 1000X.



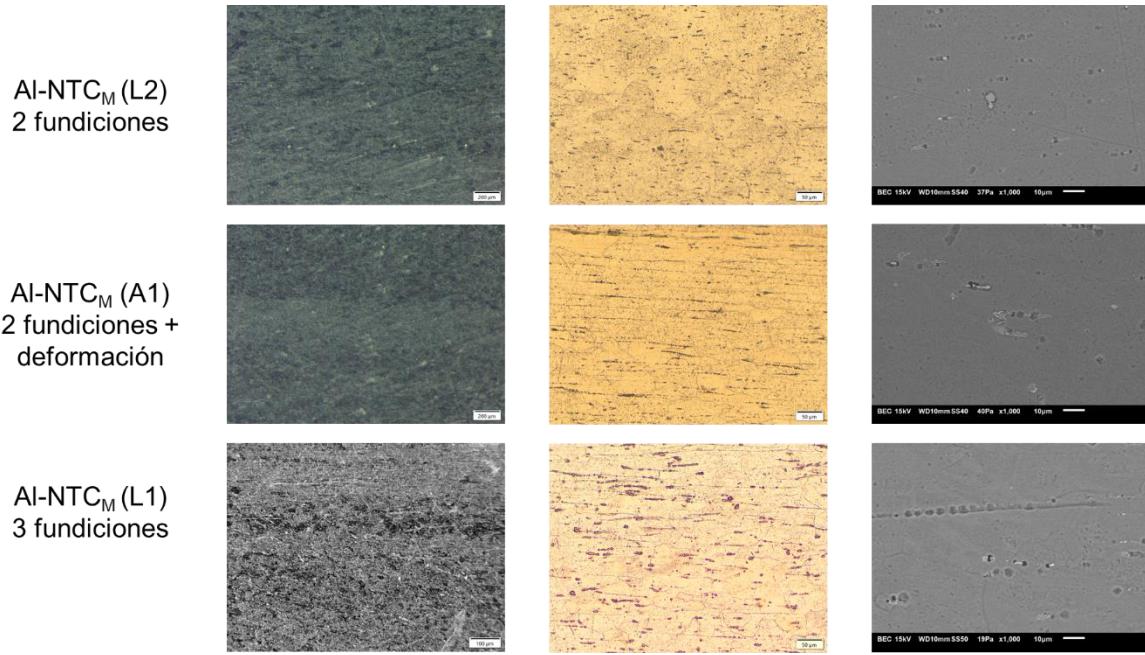


Figura 100. Caracterización microestructural de los alambres realizada mediante estereoscopio, microscopía óptica y SEM.

ANEXO F. Análisis puntual a los alambres nanocompuestos.

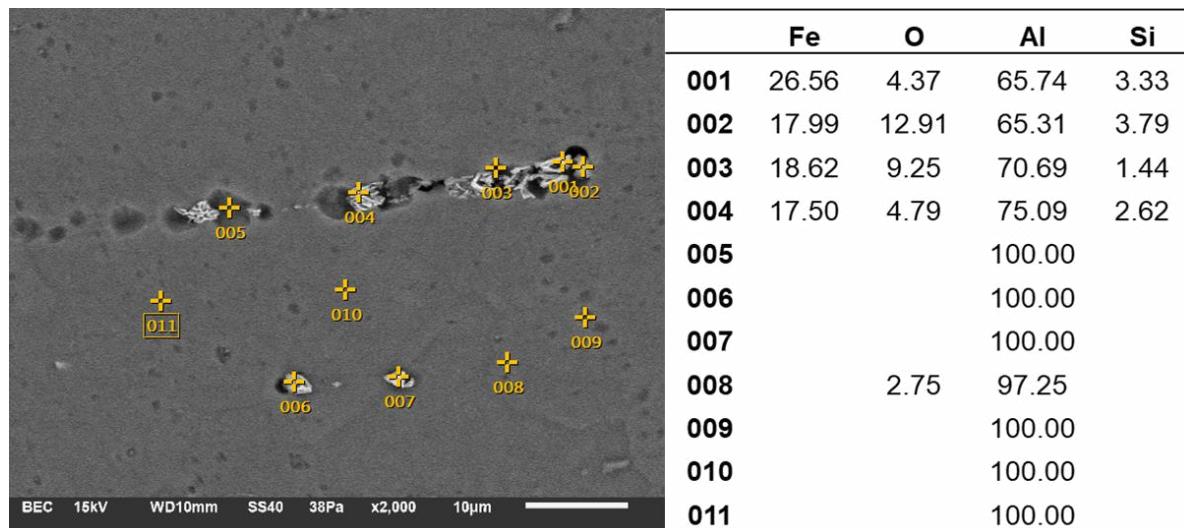


Figura 101. Referencia Al.

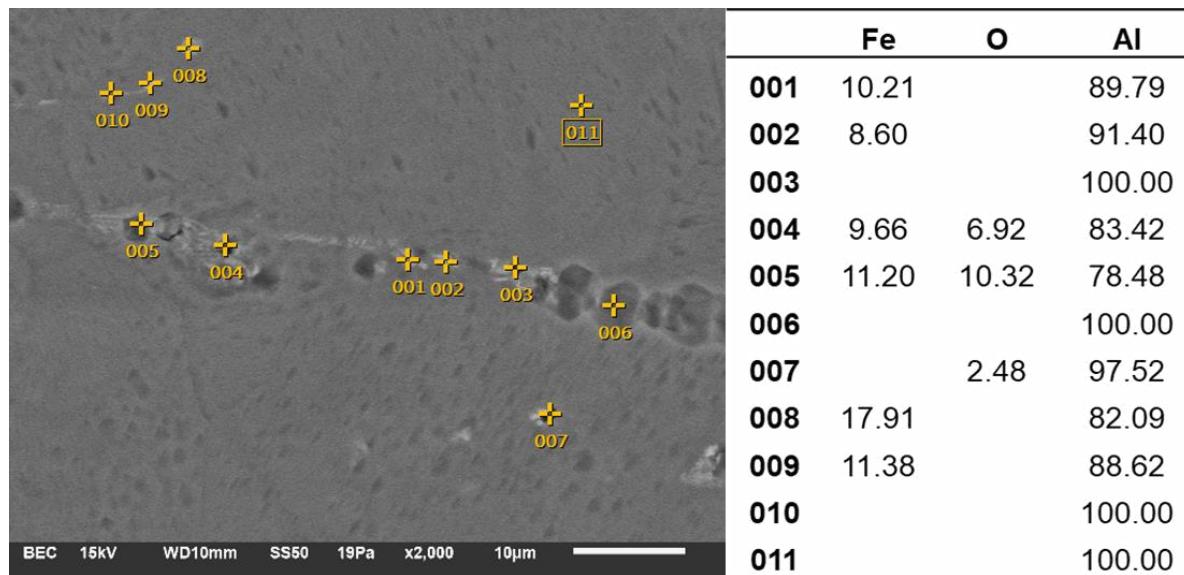


Figura 102. Análisis elemental del nanocomuesto Al-NTC (A1) con una fundición.

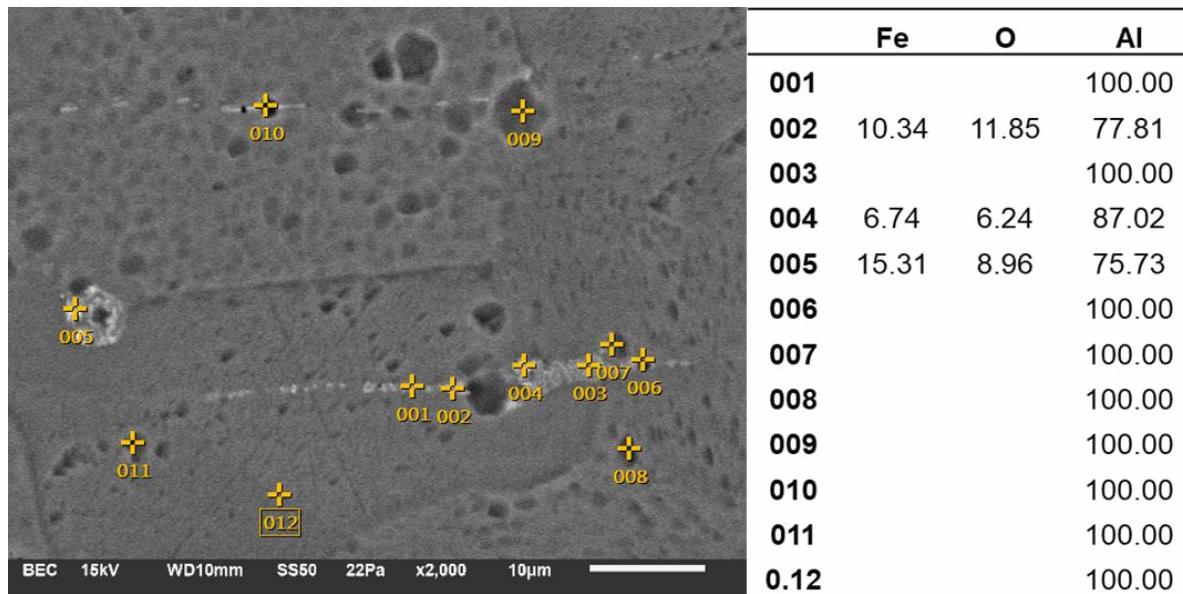


Figura 103. Análisis elemental del nanocompuesto Al-NTC_M (A1) con una fundición.

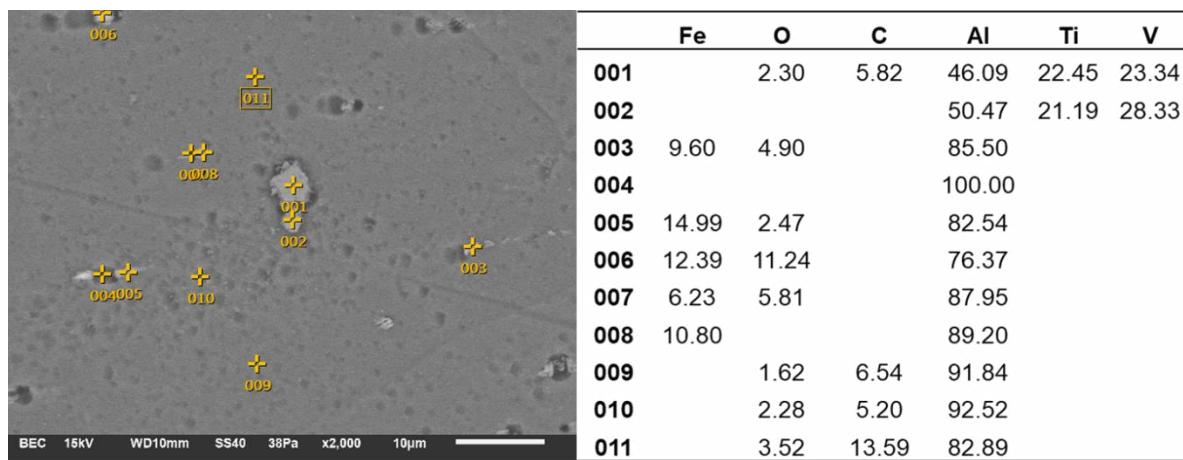


Figura 104. Análisis elemental del nanocompuesto Al-NTC_M (L2) con dos fundiciones.

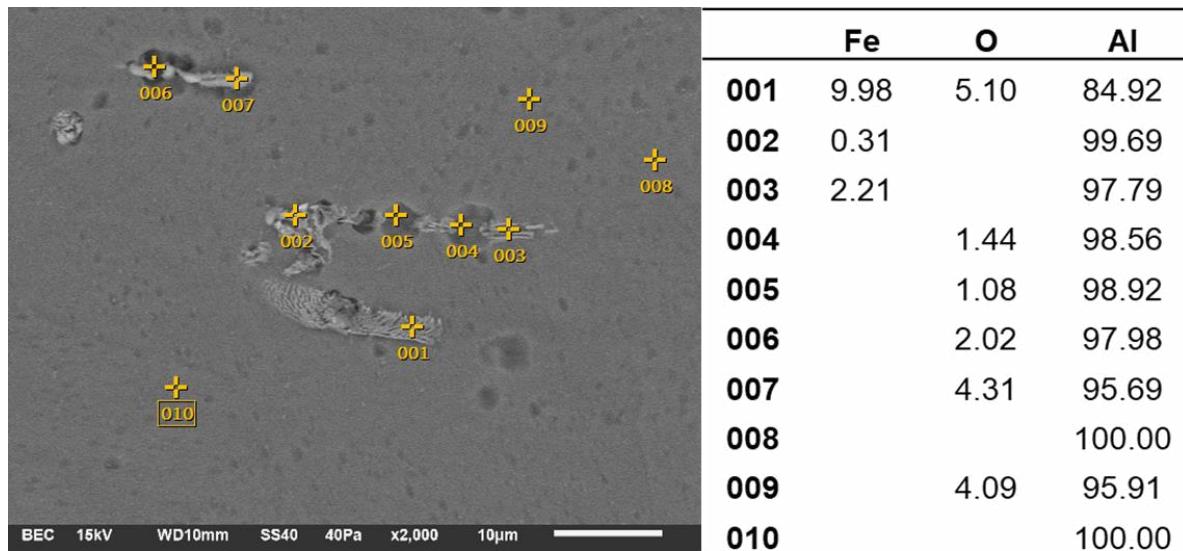


Figura 105. Análisis elemental del nanocompuesto Al-NTC_M (A1) con dos fundiciones y deformación acumulada.

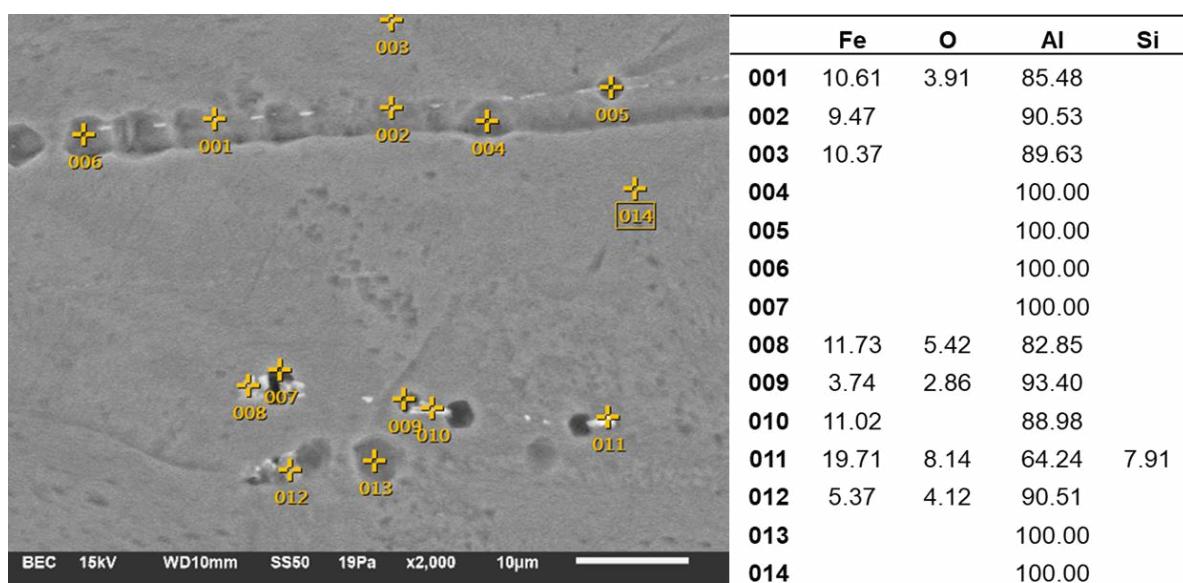


Figura 106. Análisis elemental del nanocompuesto Al-NTC_M (L1) con tres fundiciones.